

Deutsche
Demokratische
Republik

CHEMISCHE BODENUNTERSUCHUNG
Bestimmung des Molybdäns

TGL

25418/15

Gruppe 940400

Химические исследования почв

Определение молибдена

Chemical Soil Testing

Determination of Molybdenum

Deskriptoren: Bodenuntersuchung; Chemische Methode; Molybdäen-
gehalt

Verbindlich ab 1.8.1979

Dieser Standard gilt für die Bestimmung des in Ammoniumoxalat / Oxalsäure extrahierbaren Molybdäns nach GRIGG.

1. PROBENAHEME

nach TGL 25418/01

2. PROBENVORBEREITUNG

nach TGL 25418/02

3. PRÜFMITTEL

3.1. Geräte

Plastflaschen 500 ml
Porzellanschalen oder
Porzellantiegel C 80
Bürette S 10 und 50 ml
Permanentaufschwemm 5 ml
Schütteltrichter 100 ml
Meßkolben 1000 ml
Filter, Sorte 389
Faltenfilter, d = 18 cm
Sandbad
Spektralphotometer, z. B. Spekol
Rotierende Schüttelmaschine, Drehzahl etwa 30 bis 40 min⁻¹
Vertikalschüttelmaschine

Fortsetzung Seite 2 bis 4

Verantwortlich/bestätigt: 30. 11. 1978, Akademie der Landwirtschafts-
wissenschaften der DDR, Berlin

3.2. Chemikalien

Ammoniumheptamolybdat $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4 H_2O]$, z.A.

Kaliumthiocyanat (KSCN), z.A., 10%ige Lösung

Eisen-III-chlorid ($FeCl_3 \cdot 6 H_2O$), z.A., 3%ige Lösung: 30 g $FeCl_3 \cdot 6 H_2O$ sind in 10 ml 20%ige Salzsäure und bidestilliertem Wasser zu lösen und auf 1000 ml aufzufüllen.

Zinn-II-chlorid ($SnCl_2 \cdot 2 H_2O$), z.A., 20%ige Lösung: 20 g $SnCl_2 \cdot 2 H_2O$ sind mit 20 ml 20%iger Salzsäure unter Erwärmen zu lösen und auf 100 ml mit bidestilliertem Wasser aufzufüllen. Die Lösung ist täglich frisch zu bereiten.

Salzsäure, z.A., 6,9%ig, D 1,032 und 20%ig, D 1,098.

Diäthyläther $[(C_2H_5)_2O]$, z.A., peroxidfrei

Extraktionslösung: 24,9 g Ammoniumoxalat $[(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O]$, z.A. und 12,6 g Oxalsäure ($H_2C_2O_4 \cdot 2 H_2O$), z.A. sind getrennt bei etwa 70 °C zu lösen und nach Vereinigung mit bidestilliertem Wasser auf 1000 ml aufzufüllen.

4. DURCHFÜHRUNG

Jede Probe ist doppelt anzusetzen.

4.1. Extraktion

Mindestens 25 g \pm 100 mg Boden sind mit Extraktionslösung im Verhältnis 1 : 10 in einer 500-ml-Plastflasche 12 h, zweckmäßigerweise über Nacht, in einer rotierenden Schüttelmaschine zu schütteln. Anschließend ist sofort zu filtrieren. Bei jeder Meßserie sind ein bis zwei Bodenproben mit bekanntem Gehalt doppelt anzusetzen.

4.2. Photometrische Bestimmung

200 ml des Filtrats sind in einer Porzellanschale oder einem Porzellantiigel auf dem Sandbad einzudampfen und der Rückstand zur Zerstörung der organischen Substanz 4 h bei 450 °C zu glühen. Der Glührückstand ist mit 20 ml 20%iger Salzsäure aufzunehmen und kurze Zeit zur besseren Lösung auf dem Sandbad zu erwärmen. Darauf ist durch Filter, Sorte 389, in einen Schütteltrichter zu filtrieren. Mit bidestilliertem Wasser ist auf etwa 60 ml aufzufüllen und aus einem Permanentautomaten 5 ml Kaliumthiocyanatlösung hinzuzugeben und gut umzuschütteln. Zur Entfärbung sind 3,5 ml Zinn-II-chlorid-Lösung hinzuzugeben und erneut umzuschütteln. Danach sind 25 ml Diäthyläther aus einer automatischen Bürette zuzugeben und 2 min in einer Vertikal- oder Horizontalschüttelmaschine zu schütteln. Die

wässrige Phase ist nach Schichtentrennung zu verwerfen. Zur ätherischen Phase sind 1,5 ml Zinn-II-chlorid-Lösung und 25 ml 6,9%ige Salzsäure zuzugeben und 1 min zu schütteln. Nach Schichttrennung ist die Extinktion der ätherischen Phase photometrisch am Spekol je nach Farbtintensität in 3- bis 5-cm-Küvetten gegen Wasser bei einer Wellenlänge von 465 nm zu messen.

5. AUSWERTUNG

5.1. Aufstellen der Eichkurve

0,184 g Ammoniumheptamolybdat sind mit bidestilliertem Wasser zu lösen und auf 1000 ml aufzufüllen. 10 ml dieser Lösung sind in einen 1000-ml-Meßkolben zu pipettieren und mit bidestilliertem Wasser aufzufüllen. 1 ml dieser Gebrauchslösung enthält 1 µg Molybdän.

Zur Herstellung der Eichreihe sind von dieser Lösung 0, 1, 2, 5 und 10 ml entsprechend 0, 1, 2, 5 und 10 µg Molybdän mit der Bürette in einen Scheidetrichter zu geben und nach Hinzufügen von 1 ml Eisen-III-chlorid-Lösung nach Abschnitt 4.2. aufzuarbeiten.

5.2. Blindwert

Anstelle des Bodenextraktes sind die entsprechenden ml Extraktionslösung in 500-ml-Plastflaschen nach Abschnitt 4.1. zu schütteln und nach Abschnitt 4.2. weiterzubehandeln. Vor dem Auffüllen auf 60 ml im Schütteltrichter ist 1 ml Eisen-III-chlorid-Lösung zuzugeben. Der Blindwert ist jeweils doppelt anzusetzen und vom Meßwert abzuziehen.

Der Molybdängehalt ist nach folgender Formel zu berechnen:

$$\text{Molybdängehalt in ppm} = \frac{C \cdot V}{B \cdot E}$$

C unter Berücksichtigung des Blindwertes aus der Eichkurve abgelesener Molybdängehalt in µg Mo

V Extraktionslösung in ml

B vom Filtrat abpipettierter aliquoter Filtratanteil in ml

E Einwaage in g

5.3. Zulässige Abweichung

Bei Doppelbestimmungen dürfen die Abweichungen bei Gehalten

bis 0,10 ppm Molybdän	0,01 ppm Molybdän
über 0,10 ppm Molybdän	0,02 ppm Molybdän

nicht überschreiten.

5.4. Ergebnis

Als Ergebnis ist der arithmetische Mittelwert zweier Bestimmungen in ppm mit zwei Dezimalen anzugeben, z. B. Gehalt an Molybdän nach TGL 25418/15: 0,16 ppm.

6. PRÜFPROTOKOLL

Die Ergebnisse sind in Attestform zu erfassen.

Hinweise

Ersatz für TGL 25418/15 Ausg. 11.72

Änderungen gegenüber Ausg. 11.72: Inhaltlich und redaktionell überarbeitet.

Im vorliegenden Standard ist auf folgende Standards Bezug genommen:

TGL 25418/01 Chemische Bodenuntersuchung;
Entnahme von Bodenproben

TGL 25418/02 -; Probenvorbereitung