

↳  
Bibliotheek  
Proefstation  
Naaldwijk

A  
2  
L  
36

PROEFSTATION VOOR TUINBOUW ONDER GLAS TE NAALDWIJK

Onderzoek naar het gebruik van 12,5 % zoutzuur in plaats van  
25 % zoutzuur bij de  $\text{CaCO}_3$ - bepaling

door : Ard van Leeuwen

Naaldwijk, november 1983

Intern verslag no. 53

A  
2  
L  
36

Stamboeknr.: 3959

2516

PROEFSTATION VOOR TUINBOUW ONDER GLAS TE NAALDWIJK

Onderzoek naar het gebruik van 12,5 % zoutzuur in plaats van  
25 % zoutzuur bij de  $\text{CaCO}_3$ - bepaling

door : Ard van Leeuwen

Naaldwijk, november 1983

Intern verslag no. 53

Onderzoek naar het gebruik van 12,5 % zoutzuur in plaats van 25 % zoutzuur bij de CaCO<sub>3</sub>-bepaling

Inleiding:

Bij de bepaling van CaCO<sub>3</sub> volgens Scheibler wordt 25 % HCL gebruikt. Hierbij komen schadelijke zoutzuurdampen vrij. Deze bepaling moet daarom verricht worden in een ruimte, waar deze dampen afgezogen worden. Daar het routinelaboratorium niet over zo'n ruimte beschikt en enkele medewerkers medische klachten hadden, is onderzoek gedaan om na te gaan of de sterkte van het zoutzuur verlaagd kan worden naar 12,5 %.

Onderzoek:

Bij drie monsters 10,0 ml Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-standaardoplossing werd 25 % HCL toegevoegd en bij eveneens drie zulke monsters werd 12,5 % HCL toegevoegd. Het vrijkomen van CO<sub>2</sub> werd bepaald volgens voorschrift (zie bijlage I). Het een en ander werd herhaald met 15,0 ml Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-standaardoplossing. Vervolgens werd de CaCO<sub>3</sub> eveneens in vijf grondmonsters bepaald, bij toevoeging van 25 % HCL en 12,5 % HCL. Tevens is voor een aantal grondmonsters de invloed van de schudtijd (20 min. en 45 min.) op het gevonden CaCO<sub>3</sub>-gehalte nagegaan.

Resultaten:

In tabel 1 zijn de resultaten van het onderzoek van de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-oplossingen vermeld.

Zuursterkte	10,0 ml Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> std. opl. ml vrijgekomen CO <sub>2</sub> -gas	15,0 ml Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> std. opl. ml vrijgekomen CO <sub>2</sub> -gas
HCL 12,5 %	52,0 - 52,7 - 51,5	72,6 - 74,2 - 74,1
HCL 25 %	52,5 - 51,1 - 51,3	74,0 - 73,3 - 73,2

Tabel 1: Bepaling van de hoeveelheid vrijkomend CO<sub>2</sub>-gas, bij twee zuursterktes, uit 10,0 en 15,0 ml Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-standaardoplossing.

Uit de resultaten blijkt dat de verschillen tussen de vrijgekomen hoeveelheden CO<sub>2</sub>-gas bij 25 % en 12,5 % HCL gering zijn.

In tabel 2 zijn de resultaten van de CaCO<sub>3</sub>-bepaling in vijf grondmonsters, bij toevoeging van 12,5 % en 25 % HCL, vermeld.

Zuursterkte	% CaCO <sub>3</sub> op luchtdroge grond
HCL 12,5 %	2,58 - 1,49 - 3,91 - 1,58 - 2,41
HCL 25 %	2,77 - 1,47 - 4,01 - 1,58 - 2,39

Tabel 2: Het percentage CaCO<sub>3</sub> van een vijftal luchtdroge monsters (5,00 gram) gevonden met behulp van 12,5 % en 25 % HCL.

Uit de resultaten blijkt dat de verschillen tussen de percentages CaCO<sub>3</sub> gevonden met 12,5 % en 25 % HCL gering zijn.

In tabel 3a zijn de resultaten vermeld van het onderzoek naar de invloed van de schudtijd op de uitkomsten van de CaCO<sub>3</sub>-bepalingen bij toevoeging van 12,5 % HCL en van 25 % HCL. In tabel 3b is deze invloed procentueel weergegeven.

% CaCO <sub>3</sub> op luchtdroge grond			
12,5 % HCL		25 % HCL	
20 min.	45 min.	20 min.	45 min.
6,84	7,92	7,65	8,26
7,47	8,60	8,44	9,00
2,41	2,57	2,14	2,23
5,33	5,62	5,66	5,83
4,56	4,84	4,82	5,01
4,34	4,39	4,08	4,10
3,47	3,76	3,79	3,96
6,19	6,47	6,42	6,62
5,64	5,91	5,94	6,16
2,27	2,36	2,41	2,48

Tabel 3a: Vergelijking van het percentage CaCO<sub>3</sub> gevonden in luchtdroge grond bij twee zuursterktes en twee schudtijden.

Procentuele toename	
12,5 % HCL	25 % HCL
+ 15,8	+ 8,0
+ 15,1	>+ 6,6
+ 6,6	+ 4,2
+ 5,4	+ 3,0
+ 6,1	+ 3,9
+ 1,2	+ 0,5
+ 8,4	+ 4,5
+ 4,5	+ 3,1
+ 4,8	+ 3,7
+ 4,0	+ 2,9

Tabel 3b: Procentuele toename van het percentage  $\text{CaCO}_3$  gevonden in luchtdroge grond bij 45 min. schudden t.o.v. 20 min. schudden bij 12,5 % en 25 % HCL.

Uit tabel 3a en 3b blijkt dat de schudduur van invloed is op de uitkomst van de  $\text{CaCO}_3$ -bepaling.

Conclusie:

Het gebruik van 12,5 % HCL in plaats van 25 % HCL bij de  $\text{CaCO}_3$ -bepaling blijkt redelijk te voldoen. Bij een schudtijd van 45 minuten worden wel hogere percentages  $\text{CaCO}_3$  gevonden dan bij een schudtijd van 20 minuten, maar het verschil is alleen bij hoge  $\text{CaCO}_3$ -concentraties groot. Voor het bemestingsadvies is de toename van het gevonden  $\text{CaCO}_3$ -gehalte, onder invloed van langer schudden bij hogere  $\text{CaCO}_3$ -concentraties juist niet van belang. Naar aanleiding van de verkregen resultaten wordt vanaf 1 augustus 1983 de  $\text{CaCO}_3$ -bepaling verricht met behulp van 12,5 % HCL.

Samenvatting:

Na onderzoek met behulp van een aantal standaarden en luchtdroge grondmonsters is gebleken, dat de sterkte van het te gebruiken zoutzuur teruggebracht kan worden van 25 % naar 12,5 %. Tevens is gebleken dat de schudtijd niet verlengd hoeft te worden.

Ard van Leeuwen

CaCO<sub>3</sub> BEPALINGApparatuur :

Scheibler apparaat, ingericht voor 30 bepalingen.

Voor elke bepaling een U-buis, die samengesteld is uit een glazen ongecalibreerde buis en een glazen gec calibreerde buis van 100 ml verdeeld in 0.2 ml. De gec calibreerde buis is aan de bovenzijde voorzien van een glazen T-stuk, waarop m.b.v. plastic slang een glazen ontluichtingskraantje en een glazen buis zijn aangesloten. Aan de andere kant is deze buis voorzien van een rubber stop. De U-buis is via een glazen kraan en een hoofdleiding aangesloten hetzij op een voorraad-fles gedem. water hetzij op de afvoer. In de hoofdleiding is een driewegkraan aangebracht. Het apparaat is voorzien van een schudbalk, aangedreven door een elektromoter met excentriek; schud-snelheid 168 toeren per minuut. Slaglengte balk is 5.7 cm.

buisjes, plastic, ca. 7 ml.

stopflesjes, wijdmonds + 150 ml met geslepen hals.

Reagentia :

Zoutzuur, HCl; 25 %; technisch.

Sodaoplossing, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>; 0,5 n; chem.zuiver.,

26,50 g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> of 71,50 g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. 10 H<sub>2</sub>O oplossen en aanvullen tot 1.0 l met gedem. water.

Uitvoering van de analyse :

In stopflesjes ongeveer 5,00 g luchtdroge grond brengen. Bij hoog kalkhoudende grond minder afwegen.

Een serie bestaat uit maximaal 26 grondmonsters met daarbij 2 blanco bepalingen en 2 soda standaarden. Van de sodaoplossing 10.0 ml pipetteren. Geruime tijd voor het aansluiten op het apparaat 10 ml gedem. water aan grond, standaarden en blanco toevoegen.

Het Scheibler-apparaat in orde maken:

rubber stoppen met leidingwater bevochtigen;

ontluichtingskranen openen;

het waterniveau in de U-buizen op 0 ml instellen.

Ongeveer 5 ml zoutzuur 25% uit een plastic spuitfles voorzichtig in de plastic buisjes brengen en daarna, zonder morsen, deze buisjes in de monsterflesjes zetten.

Vervolgens de flesjes aan de rubber stoppen hangen, waarbij vooral nog geen zoutzuur bij het monster mag komen. De volgorde der flesjes: blanco-standaard-monsters-standaard-blanco.

Ontluchtungskranen sluiten. Het waterpeil in de U-buizen moet hierna nog precies op 0 ml staan.

Nu het waterpeil in de open buis op 20 ml brengen (lektest), het peil in de gecalibreerde buis zakt slechts enkele ml mee.

Indien in deze toestand gedurende 5 minuten geen verandering optreedt, mag worden aangenomen, dat er geen lekkage is.

Vervolgens de zoutzuur uit de buisjes bij het monster laten lopen. De monsters 20 minuten laten schudden, waarbij het waterpeil in de benen van de U-buis gelijk gehouden moet worden.

Na afloop van de schudtijd wordt het gasvolume afgelezen en genoteerd in '1 decimaal.

#### Berekening :

10 ml  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0.5 n  $\sim$  0.250 g  $\text{CaCO}_3 \sim$  X ml  $\text{CO}_2$  gas

Het monster geeft Y ml  $\text{CO}_2$  gas. De blanco waarneming kan in de regel verwaarloosd worden.

Indien Z g grond in bewerking wordt genomen :

$$\frac{Y}{X} \times 0.250 \times \frac{100}{Z} = \% \text{CaCO}_3 \text{ op luchtdroge grond.}$$