

PROEFSTATION VOOR DE GROENTEN- EN FRUITTEELT ONDER GLAS TE NAALDWIJK

cb

Bibliotheek  
Proefstation  
Naaldwijk

$\frac{A}{2}$   
B  
50

231

De bepaling van polyfosfaat in water.

door:

S.S. de Bes

P.A. van Dijk

Naaldwijk, januari 1974.

2221063

11  
2  
B  
51

200012  
Handboek no 6063

De bepaling van polyfosfaat in water.

<u>Inhoud:</u>	<u>Pagina:</u>
Inleiding	1
Principe	1
Onderzoek	1
Konklusie	2
Literatuur	3

Researchlab, Proefstation Naaldwijk  
januari 1974

S.S. de Bes  
P.A. van Dijk

De bepaling van polyfosfaat in water.

Inleiding:

De bepaling van orthofosfaten in water wordt al jarenlang volgens de molybdeen-blauw-methode uitgevoerd. Door C. Sonneveld werd de wens geuit om ook de polyfosfaten in water te gaan bepalen.

Deze worden aan het water wat bestemd is voor de omgekeerde osmose toegevoegd, teneinde de calcium te inaktiveren. Ook wordt polyfosfaat in oppervlaktewater (wasmiddelen) als een verontreiniger gezien. Derhalve is een bepalingsmethode voor polyfosfaat langzamerhand onontbeerlijk in ons onderzoekprogramma.

Principe:

Polyfosfaten hydrolyseren door koken met sterk zuur tot orthofosfaten(1). Deze kunnen weer worden geanalyseerd in zeer sterk zuur met ammoniummolybdaat, waarbij het stabiele fosformolybdeen-blauw gevormd wordt(2). Door middel van spektrofotometrische vergelijking van standaardoplossingen en monsters komt men tot numerieke resultaten.

De aldus gevonden fosfaatcijfers gelden als totaal fosfaat.

De bepaling van orthofosfaat in het oorspronkelijke monster kan direkt zonder voorbewerking plaatsvinden. Het polyfosfaatgehalte tenslotte wordt verkregen door het orthofosfaatgehalte af te trekken van het totaal fosfaatgehalte.

Onderzoek:

Voor de bepaling van totaal fosfaat werd de wijze van hydrolyseren overgenomen uit "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater". Voor de eigenlijke  $P_2O_5$ -bepaling stond de methode welke bij het gewasonderzoek wordt gebruikt model. Bij deze werkwijze wordt namelijk gebruik gemaakt van maatkolffjes, zodat men de volumina in bewerking genomen materiaal gemakkelijker kan variëren afhankelijk van de te meten  $P_2O_5$ -concentratie. De standaardreeks heeft een concentratiegebied van 0-100 mg  $P_2O_5$  per liter, hetgeen bij totaal fosfaat een voordeel kan zijn, omdat deze  $P_2O_5$ -cijfers aanmerkelijk hoger kunnen liggen, dan in normale watermonsters.

Wel dient vooraf te worden gelet op de hoeveelheid van het monster.

Voor de hydrolysering wordt 100 ml. monster gedurende  $1\frac{1}{2}$  uur gekookt, deze grote hoeveelheid is nodig om te voorkomen dat het monster tijdens de kookperiode in zijn geheel verdampt.

Minimaal is voor een analyse in duplo 300 ml. monster nodig.

Orthofosfaat kan uiteraard normaal volgens de voorschriften voor wateronderzoek volgens Den Dekker en Van Dijk worden bepaald.

Eenvoudiger is het echter om deze bepaling gelijktijdig met de totaal fosfaatbepaling uit te voeren, hetgeen bovendien enkele mogelijke foutenbronnen uitschakelt, zoals de invloed van een tijdsverschil tussen het moment van orthofosfaat bepalen en het moment van totaal fosfaat bepalen. Het is namelijk niet denkbeeldig dat er omzetting van poly in orthofosfaat plaatsvindt maar ook kan er bij bepaalde concentraties polyfosfaat uit de oplossing neerslaan.

Gelijktijdig bepalen sluit deze mogelijkheid uit. Het op identieke wijze analyseren zal de nauwkeurigheid ten goede komen, temeer omdat voor de vaststelling van het polyfosfaatgehalte twee fosfaatbepalingen moeten worden uitgevoerd, hetgeen ook betekent dat er sprake is van twee bepalingfouten.

Om deze fouten nu zo klein mogelijk te houden worden beide bepalingen in een batch uitgevoerd zodat gewerkt wordt met hetzelfde reagens en dezelfde ijklijn.

Resultaten in mg  $P_2O_5$  per liter van een drietal monsters bepaald volgens het voorschrift uit de bijlage:

Merk.	orthofosfaat			totaal fosfaat			polyfosfaat		
	enkv.	duplo	gem.	enkv.	duplo	gem.	enkv.	duplo	gem.
leidingwater	0.4	0.6	0.5	3.6	2.3	3.0	3.2	1.7	2.4
mengwater	1.0	1.5	1.2	4.0	4.2	4.1	3.0	2.7	2.8
koncentraat	1.8	2.1	2.0	7.6	6.5	7.0	5.8	4.4	5.1

Konklusie:

Voor de bepaling van polyfosfaat in water is een werkvoorschrift opgesteld en met ingang van januari 1974 in gebruik genomen. Het voorschrift is enigzins flexibel opgesteld zodat er gemakkelijk aanpassingen zijn te maken afhankelijk van de te bepalen concentraties.

Researchlab  
januari 1974  
S.S. de Bes

Literatuur:

- 1 Standard Methods for the examination of Water and Wastewater.  
12<sup>th</sup> edition, 1965.
- 2 Hofstee J.  
Toelichting op de analysemethoden voor grond, gewas, water en bodem-  
vocht. uitgave 1966. Rijksdienst voor de IJsselmeer polders.

PolyfosfaatbepalingApparatuur:

erlenmeyers; 250 ml.  
elektrische kookplaatjes; Homef.  
maatkolven; 100 ml. en 50 ml.  
spektrofotometer; Zeiss PMQ II.

Reagentia:

salpeterzuur;  $\text{HNO}_3$ ; 65 % p.a. gec.  
zwavelzuur;  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ; 96 % p.a. gec.  
zoutzuur;  $\text{HCl}$ ; 38 % p.a. gec.  
sterkzuuroplossing;

150 ml. zwavelzuur gec. toevoegen aan 300 ml. ged. water. Voeg toe 2 ml. salpeterzuur gec. en breng volume op 500 ml. met ged. water.

fenolftaleïne-oplossing;

1 gram fenolftaleïne oplossen in 100 ml. ethanol en 100 ml. ged. water.

zwavelzuur;  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5N p.a.

Voeg 70 ml. zwavelzuur gec. toe aan 430 ml. ged. water. Goed mengen en afkoelen.

ammoniummolybdaatoplossing;  $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$  p.a.; 4 %.

Los 20 gram ammoniummolybdaat op tot 500 ml. in ged. water.

ascorbinezuuroplossing;  $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$  p.a.; 0.1 M.

Los 1.32 gram L(+)-ascorbinezuur op in 75 ml. ged. water. Deze oplossing pas voor gebruik bereiden. Ascorbinezuur moet koel en donker bewaard worden.

kaliumantimonyltartraatoplossing;  $\text{KSbO}_4 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$  p.a.; 1 mg Sb/ml.

Los 0.2743 gram kaliumantimonyltartraat op tot 100.0 ml. in ged. water. Bewaren in de koelkast.

fosfaat mengreagens;

Meng 125 ml. zwavelzuur 5N met 37.5 ml ammoniummolybdaatoplossing 4 %.

Voeg toe 75 ml. ascorbinezuuroplossing en 12.5 ml. kaliumantimonyltartraatoplossing. Dit reagens vlak voor het gebruik bereiden, omdat de houdbaarheid slechts 24 uur is.

zoutzuur; 0.1 N.

8 ml. zoutzuur gec. aanvullen tot 1.0 liter met ged. water.

fosfaathoofdstandaardoplossing; 200 mg  $P_2O_5$  per liter.

Los 0.3834 gram monokaliumfosfaat,  $KH_2PO_4$  volgens Sörensen, op tot 1.0 liter in ged. water.

Vóór het aanvullen een paar druppels chloroform toevoegen.

fosfaatstandaardoplossingen; 0-100 mg  $P_2O_5$  per liter.

0 mg  $P_2O_5$  per liter; 0 ml hoofdstandaardoplossing en 50 ml 0.1 N HCl aanvullen tot 100.0 ml. met ged. water.

10 mg  $P_2O_5$  per liter; 5.0 ml idem.

30 mg  $P_2O_5$  per liter; 15.0 ml idem.

60 mg  $P_2O_5$  per liter; 30.0 ml idem.

100 mg  $P_2O_5$  per liter; 50.0 ml idem.

#### Uitvoering van de analyse:

##### Totaal fosfaat:

Pipetteer 100 ml. monster in een erlenmeyer van 250 ml.

Voeg enkele druppels fenolftaleïneïndikator. Neutraliseer met sterkzuuroplossing tot kleurloos. Voeg daarna 1 ml. overmaat toe van sterkzuuroplossing. Vervolgens gedurende 90 minuten koken. Pas op voor droogkoken, houd het volume op circa 25 ml.

Koel af en spoel over in maatkolf van 100 ml. en vul aan tot de streep. Pipetteer een hoeveelheid ( a ml.) van het monster welke niet meer dan 100  $\mu g$   $P_2O_5$  bevat. (ten hoogste 40.0 ml.) en van de standaarden 1.0 ml. in maatkolven van 50 ml.

Voeg toe met maatpipet 8 ml. fosfaatmengreagens en breng volume op 50.0 ml. met gedemineraliseerd water.

Homogeniseer. Na minstens 10 minuten de absorptie meten bij 885 nm in een 1 cm. kuvet met behulp van spektrofotometer ten opzichte van ged. water.

##### Orthofosfaat:

Pipetteer een hoeveelheid ( b ml.) van het oorspronkelijke monster welke niet meer dan 100  $\mu g$   $P_2O_5$  bevat (ten hoogste 40.0 ml.) en van de standaarden 1.0 ml. in maatkolven van 50 ml.

Zie verder onder totaal fosfaat.

Berekening:

De via de ijkcurve verkregen resultaten staan direkt in  
mg  $P_2O_5$  per liter.

$$\text{Totaal fosfaat: } \frac{\text{aflezing in mg } P_2O_5 \text{ per liter}}{\text{a ml. gepipetteerd monster}} = A \text{ mg totaal-}P_2O_5/l.$$

$$\text{Orthofosfaat: } \frac{\text{aflezing in mg } P_2O_5 \text{ per liter}}{\text{b ml. gepipetteerd monster}} = B \text{ mg ortho - } P_2O_5/l.$$

Polyfosfaatgehalte van het monster wordt als volgt berekend:

$$A \text{ mg totaalfosfaat} - B \text{ mg orthofosfaat} = \text{mg poly - } P_2O_5 \text{ per liter.}$$

Resultaten opgegeven in 1 decimaal.