

db

Bibliotheek
Proefstation
Naaldwijk

A
2
R
56

PROEFSTATION VOOR DE GROENTEN- EN FRUITTEELT ONDER GLAS,
TE NAALDWIJK.

Invloed van fosfaat op de complexometrische calciumbepaling.

door:

H.A.J.v.Rodijnen,

P.A.v.Dijk.

A
2
R
56

21 + 250

Hamburg

Invloud van fosfaat op de complexometrische calciumbepaling.

3531

Het calciumgehalte in pers- en verzadigingsextracten, in 1:5 extracten en oppervlaktewater wordt titrimetrisch bepaald met EDTA en murexide als indicator (lit 1).

De fosfaatstoring bij deze methode wordt in het hierna beschreven onderzoek nagegaan.

BIBLIOTHEEK

Proefstation voor de Groenten- en

Fruiteelt onder Glas te Naaldwijk.

Onderzoek:

In 1:5 extracten komt in vergelijking tot de pers- en verzadigingsextracten en oppervlaktewater het grootste fosfaatgehalte voor. De calcium/fosfaatverhouding in deze extracten is voor de calciumtitratie het ongunstigst. Calciumgehalten komen n.l. voor tot ca. 10 mval/l, fosfaatgehalten komen voor tot ca. 40 mg P₂O₅/l (gegevens uit lit. 2).

Om een duidelijk beeld te krijgen van de fosfaatstoring is van een reeks calciumoplossingen met oplopende concentraties, met en zonder fosfaat toevoegingen het gehalte bepaald (toevoeging van fosfaat als KH₂PO₄).

De gehalten zijn overeenkomstig de gehalten in 1:5 extracten.

In onderstaande tabel zijn de resultaten samengevat.

mg P ₂ O ₅ /l	0		5		15		25		40	
	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
2	2,04	2,04	2,02	2,02	1,92	2,04	1,78	2,02	1,25	1,98
5	5,04	5,04	5,04	5,04	4,81	5,01	4,25	4,92	3,87	4,80
10	10,03	10,00	10,02	10,02	9,84	10,02	9,47	9,92	9,02	9,77

Bij elke calciumoplossing zijn twee gehalten gegeven.

Het eerste gehalte werd berekend uit de hoeveelheid EDTA oplossing die bij normale titreersnelheid toegevoegd werd tot het bereiken van de kleuromslag.

Het tweede gehalte werd berekend uit de totale hoeveelheid getitreerde EDTA oplossing. Er trad bij monsters met een hoog fosfaatgehalte terugkleuring op, waardoor steeds met tussenpozen kleine hoeveelheden EDTA oplossing (0,10 - 0,20 ml) bijgetitreerd werden tot wederom het omslagpunt werd bereikt, net zo lang tot dat de kleurverandering constant bleef.

De titratie van deze oplossingen was daarom moeilijk uitvoerbaar, n.l.: De tot het eindpunt met normale snelheid getitreerde calciumoplossingen die 15 mg P₂O₅/l bevatten, vertoonden maar een lichte terugkleuring.

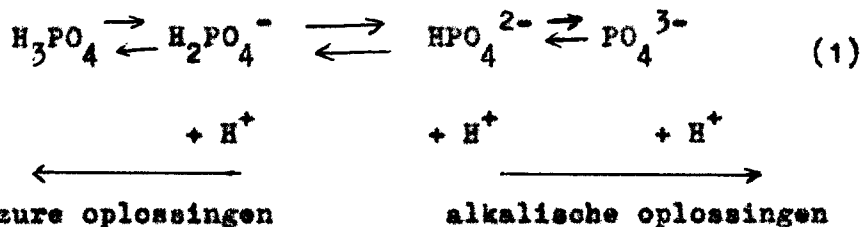
Na doortitreren na ca. 1-2 minuten bleef de kleur constant.

Bij de oplossingen die 25 mg $P_2O_5/1$ bevatten was de terugkleuring sterker. Het steeds bijtitreren tot de kleurverandering constant bleef duurde ca. 5 minuten.

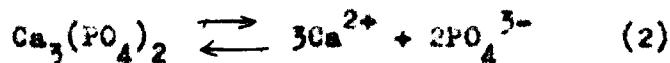
Het doortitreren van oplossingen die 40 mg $P_2O_5/1$ bevatten was in enige mate afhankelijk van het calciumgehalte. Zo was de kleurverandering van de oplossing van 2 mval Ca/l na ca. 5 minuten constant, de kleurverandering van de oplossing van 10 mval Ca/l pas na ca. 10 minuten.

Het terugkleuren kan als volgt verklaard worden:

De titratie wordt uitgevoerd in sterk alkalisch milieu (pH 12). Bij deze pH zal fosfaat volgens het evenwicht (1)



als PO_4^{3-} voorkomen (lit 3). Met calcium ontstaat dan het zwak gefoniseerde $Ca_3(PO_4)_2$.



De stabiliteitsconstante van $Ca_3(PO_4)_2$ is echter minder als die van Ca- versenat; daarom zal EDTA $Ca_3(PO_4)_2$ oplossen, maar dit proces is zeer langzaam vooral tegen het eind van de titratie (lit 4). Na herhaalde EDTA toevoegingen bij het eind van de titratie zal het evenwicht (2) zich n.l. steeds opnieuw instellen (verschuiving naar rechts). Er ontstaat weer Ca^{2+} , hetgeen terugkleuring tot gevolg heeft.

Samenvatting:

Hoge fosfaatgehalten (>15 mg $P_2O_5/1$) veroorzaken bij de titratie van calcium in 1:5 extracten met EDTA, murexide als indicator, een terugkleuring. Naarmate het calcium en fosfaatgehalte hoger is, zal het bijtitreren langer duren (bij een oplossing van 10 mval Ca/l + 40 mg $P_2O_5/1$ is de duur ca. 10 minuten). Indien niet bijgetitreerd wordt kan er, afhankelijk van het calcium- en fosfaatgehalte, een analysefout optreden van ca. - 1,6% tot ca. - 35%.

Het regelmatig bijtitreren verkleint de analysefout (bij 40 mg $P_2O_5/1$ gen. - 3,5%) maar maakt de methode onpraktisch.

Literatuur:

1. Bekker, P.A. den en P.A. v. Dijk 1963: Analysemethoden in gebruik op het bodenkundig laboratorium van het Proefstation voor Groenten- en Fruitteelt onder Glas te Naaldwijk (niet gepubliceerd).
2. Endg, J. van den 1967: Grondonderzoek op basis van het verzadigingsextract, deel VI B.
3. Kelthoff, M en E.B. Sandell 1959: Textbook of quantitative inorganic analysis, 355.
4. American Society of Agronomy 1965: Methods of Soil Analysis, part 2, number 9, 999 - 1009.

Laboratorium voor Grondonderzoek,
augustus 1969.

H.A.J. v. Rodijnen.

P.A.v.Dijk.