

Soil Science Division



ACSAD / ORSTOM

### Informative Abstract

No. 2400

Soufre - Sulfates

Analysis of Soil, Water and Plants

Damascus

THE ARAB CENTER  
FOR THE STUDIES OF ARID ZONES AND DRY LANDS  
(ACSAD)

Le Centre Arabe Pour l'Etude  
Des Zones Arides & Des Terres Seches

- Division Des Sols -

No. 2400

Soufre - Sulfates

Resumes prepares par Jean-Olivier Job\* et Touhamy Mouheich\*\*

\* Chimiste, Mission de Cooperation ORSTOM - ACSAD.

\*\* Chimiste, ACSAD.

Damas - Septembre 1980

Auteur : xxx / ARIANA  
Titre : Dosage des sulfates (methode par turbidimetrie)  
Public : Laboratoire de l'ARIANA - D.R.E.S Tunis.  
Page/ref : 6 / (5 ref.)

Resume: Les ions sulfates sont precipites par le chlorure de baryum sous forme du sulfate de baryum qui peut etre maintenu un certain temps en suspension en utilisant la gelatine et en gardant les echantillons au frigidaire. L'intensite du trouble est mesure avec un spectrophotometre. Les prises d'essai sont determinees par la teneur (Ca+Mg).

Figure : Courbe d'etalonnage.

Precision: de 0 a 20 meq/l pour une cuve de 1 cm, de 0 a 5ml d'echantillon ramene a 10 ml a 492 nm.

Appareil : Pipette de precision a piston - Spectrophotometre.

Produits : Chlorure de baryum . Gelatine sans sulfate . Sulfate d'amonium . EDTA .

Cles : SULF / COLOR / EAUX / SOLS / MANUEL /

ARIA

Auteur : BATAGLIA (O.C)  
Titre : Determinacao indireta de enxofre em plantas par espec-  
trofotometria de absorcao atomica.  
Public : Ciencia et Cultura, Vol. 28 - 6 - 1976.

Resume: Methode indirecte de determination du soufre dans les plantes par transformation en sulfate, precipitation au chlorure de Baryum et mesure de l'exces de baryum par AAS a 553,6 nm. Le soufre est mis en solution sur 0.500 gr d'échantillon par 5 ml d'acide nitrique puis 1 ml d'acid perchlorique dans un matra Kjeldahl de 50 ml, on ajoute 20 ml H<sub>2</sub>O, 5 ml de BaCl<sub>2</sub> 2500 ppm en milieu HCl 0.1 N. On laisse reposer une nuit, on ajoute 5 ml de SrCl<sub>2</sub> 1,5% on complete a 50 ml. Les conditions de flamme sont etudiees.

Precision: La sensibilite est 1 microgramme/l en flamme N<sub>2</sub>O/C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> contre 4,8 en flamme air / acetylene reductrice qui produit une meilleure stabilité.

Materiel : Spectrophotometrie d'Absorption Atomique - lampe Ba - acetylene.

Reactifs : Chlorure de baryum - sulfate de potassium - chlorure de strontium.

Cles : SULFATE / AAS IND / EAUX / PLANTES.

BATA

Authors : BERTOLACINI (R.J) & BARNEY II (J.E)  
 Title : Ultraviolet spectrophotometric determination of sulphate,  
          chloride and fluoride with chloranilic acid.  
 Public : Analytical Chemistry 2 - 30 - 1958. Page 202-204/ref.

Summary: Detailed study of the absorbance of purple acid chloranilate ion (so called "chloranilic acid") is presented within the 310-340 nm range. Analytical principle is the following metal chloranilate + anion A + hydrogen ion — acid chloranilate ion (purple) + metal anion salt. Anion A may be chloride, fluoride or sulphate.

Effects of solvent, PH and choice of metal chloranilate are reviewed. Effect of PH is predominant on solvent and PH 4 was selected for sulphate and fluoride ; 0.05N nitric acid solution is selected for chloride. Sulphate is determined at 332 nm with barium chloranilate in 50% ETOH, buffered at PH 4 by potassium acid-phtalate and subsequent filtration. Chloride is determined at 305 nm with mercuric chloranilate in 50% methyl cellosolve in nitric acid final medium.

For fluoride PH is adjusted to 7 first, 0.05M potassium acid phtalate is used to buffer at PH 4, strontium chloranilate is added, sample is filtered, absorption is measured at 33 nm.

All samples are prealably passed through H cation exchange resin to remove interfering cations.

Tables : - Absorption spectrum of chloranilic acid from 300 to 600 nm.  
 - Effect of PH on absorption spectra.

Precision: Determination limit 0.06 ppm sulphate / 0.05 ppm chloride / 5 ppm fluoride.

Equipment: UV Spectrophotometer.

Chemicals: ETOH - Methyl cellosolve (barium, strontium, mercuric chloranilate, all home made) isopropanol - chloranilic acid.

Key words: SULPHATE / CHLOR / FLUOR / WATER / RESIN .

BERT

Authors : CARLSON (R.M) - ROSELL (R.A) & VALLEGOS (W)  
Title : Modification to increase sensitivity of barium chloranilate; Method for sulfate.  
Public : Analytical Chemistry 39 - 6 - 1967.  
Page/ref : 688 - 690 (2 ref.)

Summary: An increase in sensitivity of absorption of chloranilate, at 530 nm is proposed.

The reaction of barium chloranilate with sulfate must be carried out in solution of PH = 4 or above the minimize the blank due to the solubility of barium chloranilate. At PH less than 4, acid-chloranilate is formed which correspond to higher concentration of barium chlorinate in solution. The interference of cations produced with chloranilate eliminated by separating these cations by cation ion exchange resin  $\text{NH}_4^+$ .

Figure :- Absorbance of aqueous chloranilic acid as function, of PH (chloranilic acid  $8 \times 10^{-4}$  M).  
- Absorbance of chloranilic acid in 50% ethanol as a function of %  $\text{H}_3\text{PO}_4$  (chloranilic acid  $5 \times 10^{-4}$  M).

Precision: 2 - 100 microeq of sulfate in 20 ml sample standard deviation is 0.04 to 0.75 meq/l and 0.10 a 3.8 meq/l ( n = 7 ).

Appareil : Spectrophotometer (vis), 1 cm cell.

Produits : Ammonium chloride . Barium chloranilate . Ethanol . Phosphate buffer ( $\text{KH}_2\text{PO}_4 + \text{H}_3\text{PO}_4$ ) . Cation exchange resin.

Key words: SULF / COLOR / WATER / RESIN /

CARL

AUTHORS : CHAPMAN (H.P) & PRATT (P.F)  
Title : Total sulfur in soils.  
Public : Methods of analysis for soil, plants and waters, 1961.  
Chap. 21, page 184 - 185.

Summary: Two methods are described for total sulfur in soils and waters.

1) Sodium peroxide fusion followed by barium sulphate precipitation and gravimetry. Method is given in full details. Extra evaporation with HF is recommended if the precipitate is suspected to contain silica.  
2) Alternative digestion with concentrated perchloric acid is also detailed.  
Precipitation of barium sulphate in water samples is described.

Tables : no

Range : 10 to 240 mgr sulphate in original water sample.

Precision: Errors from solubility and coprecipitation are minimum if the precipitate is washed quickly and if barium chloride is added slowly in hot diluted HCl solution.

Material : Nickel crucibles - Platinum crucibles.

Chemicals: Sodium peroxide - sodium carbonate - barium chloride - methyl red.  
HCL - HF -  $H_2SO_4$  - ETOH -  $HCLO_4$ .

Key words: SULF / SOIL / WATER / GRAVIMETRIC / TOTAL .

CHAP

Auteur : DEDENON (J.M)  
Titre : Dosage du soufre total dans les vegetaux: Chap. 1 a 5:  
Mineralisation et dosage indirect par emission de flamme du Baryum.  
Public : Rapport Annuel de l'Association foret - cellulose, 1972.  
Pages : 397 - 408.

Resume:

Deux methodes de preparation sont presentees:  
par combustion en bombe calorimetrique et par  
combustion catalytique en fiole de Schoniger,  
qui donnent sensiblement les memes resultats.  
Le dosage est effectue par mesure de l'emission  
de flamme d'un excess de baryum a 510 nm en flamme air / acetylene (photometre). Le soufre est  
precipite par une solution 3 meq/l de baryum a  
chaud, en milieu hydroalcoolique pour obtenir  
un precipite volumineux.

Tables : Courbe d'etalonnage en photometrie de flamme / comparaison  
des mineralisations en bombe et en fiole de Schoniger .

Precision: La gamme est 0.5 a 5 mgr pour une prise d'essai de 1 gr.  
en bombe calorimetrique.

Materiel : Bombe calorimetrique . Fioles de Schoniger . Photometrie  
de flamme ou Appareil d'Absorption Atomique. Presse a  
pastille . Oxygen .

Produits : Chlorure de Baryum . ETOH .

Cles : SULF / COLORIMETRIE - AAS / PLANTES

DEDE

Auteur : DEDENON (J.M)  
Titre : Dosage du soufre dans les vegetaux: Chap. 6: "Dosage automatique par turbidimetrie du sulfate de baryum".  
Public : Rapport Annuel de l'Association - Foret - Cellulose 1975.  
Pages : 408 - 421.

Resume:

Mesure en flux continu de la turbidite du sulfate de baryum maintenu en suspension par addition de P.V.P 5 gr/l. L'échantillon est acidifié par l'acide phosphorique à 1%. Le rinçage alternatif se fait par EDTA en milieu ammoniacal. Le chlorure de baryum n'est introduit que pendant la mesure pour éviter d'en-crasser le cuve(15 mm trajet optique). La ligne de base est assez mauvaise à cause de l'alternance des PH alcalins et acides.

Precision: La reproductibilité en 0.1 à 0.2% de l'échelle, soit 00.1 à 00.6% de soufre dans l'échantillon (par rapport à la matière sèche) pour 1 à 12 mgr/l de solution étalon.

Appareil : Colorimètre à flux continu - Electrovamme.

Produits : Polyvinylpyrrolydone (P.V.P) . Chlorure de Baryum . EDTA .

Cles : SULF / AUTOANALYSE / PLANTES / EAUX /

DEDE

Auteurs : DIDIER DE ST. AMAND (J) , CAS (G) & LEFRANC (M.F)  
Titre : Dosage du soufre total.  
Public : Methodes de dosages effectues par autoanalyse au laboratoire de diagnostic foliaire de l'ORSTOM.  
Initiations et documentations techniques No. 9, ORSTOM, Paris 1968.  
Pages : 19 - 24.

Resume:

Le soufre de la matiere vegetale est transforme en sulfate par attaque per-chlorique oxydante. Le sulfate est precipite en continu par du chlorure de baryum, et mesure en nephelometrie automatique a 420 nm, (cuve 15 m/m).

La digestion de l'echantillon se fait en bloc aluminium dans des tubes de 50 ml avec  $\text{HNO}_3$  puis  $\text{HClO}_4$  a 235° pendant deux heures. On se met en milieu chlorure 2% par chauffage avec HCL concentree pendant 1 heure a 150°.

Le diagramme est le suivant (ml / min) :  
(echant. 1,2 / air 0.8 / chlorure de baryum  
 $2 \times 2,5$  / repompage 21 / .

Figure : Bloc de mineralisation , courbe etalon , diagramme de flux continu.

Gamme : de 10 a 50 microgrammes / ml dans solution mineralisee.

Materiel : Colorimetre en flux continu. Bloc de mineralisation.

Reactifs : Gelatine . Chlorure de baryum . Chlorure de magnesium .  $\text{HClO}_4$  . HCL .  $\text{HNO}_3$  . ETOH .  $\text{KNO}_3$  . ACoNa.

Mots cle : SULF / TURBIDIMETRIE / AUTOANALYSE / PLANTES / DIDI

Authors : FRITZ (J) & FREELAND (M.Q)  
Title : Direct titrimetric determination of sulfate.  
Public : Analytical Chemistry 26 - 10 - 1954.  
Page/rof : 1593 - 1595

Summary: Alizarin Red S method for sulfate titration by barium chloride or barium perchlorate in 30% alcoholic solution after ion exchange elimination of interfering cations. Experimental parameters are reviewed. Optimum PH 2.3 to 3.7 (apparent). Barium perchlorate is the best titrant, through all anions gave a 1 to 3% error due to coprecipitation. Two simple procedures (macro and semi-micro are given) titration takes 30 sec per sample.

Figure :

Range : Two ranges: - 0.2 to 0.8 millimoles in 10 ml H<sub>2</sub>O.  
- 2 to 4 millimoles in 45 ml H<sub>2</sub>O.

Precision: 0.05 to 0.25% for titration of H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10 to 50 ml expressed as relative standard deviation.

Material : Ion-exchange column.

Chemicals: Alizarin Red S . Amonium sulfate . Barium chloride . Barium perchlorate . Cation exchange resin 50-100 mesh . Magnesium . Acetate . Thorin . H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> .

Key words: SULF / VOLUM / H<sub>2</sub>O / RESIN / TOTAL /

FRIT

Auteur : GRETER (C)  
Titre : Dosage du sulfate par titrage potentiometrique  
Public : Application Bulletin, Metrohm No. 38 f.  
Pages : 2 (2 ref.)

Résumé: L'exces de chlorure de barium ajoute à la solution est titré avec du complexon III (EDTA sel disodique) à pH 11,2 ± 0,1 avec détermination potentiométrique du point d'équivalence. Un blanc est fait pour chaque échantillon. Les cations gênants sont séparés sur résine cationique.

Figure : non

Gamme : Jusqu'à 10 mgr/l sulfate.

Precision: non donnée

Materiel : Potentiographe . Microélectrode combinée universelle, électrode en tungstène, électrode de référence au calomel.

Produits : Chlorure de baryum - EDTA - NH<sub>4</sub>OH  
Résine cationique.

Cles : SULF / ELECTROCHEMISTRY / RESINE / WATER /

GRET

Authors : HULANICKI (A) - LEWANDOWSKI (R) & LEWENSTAM (A)  
Title : Elimination of Ionic Interferences in the determination of sulfates in water using the lead ion selective electrode.  
Public : Analyst 101 - 939 - 1976  
Pages/ref: 939 - 942 (12 ref.)

Summary:

Sulfate ions are titrated with lead perchlorate using a Pb-sensitive electrode. The best solvent being 75% methanol. 200 times excess of nitrate does not interfere, at 1/1000M level of sulfate. Chloride is eliminated by cation exchange resin. Calcium produces a negative error suppressed by increasing ionic strength with sodium perchlorate.

Figures : Titration graphs of 0.1 and 0.01 millimoles  $\text{SO}_4^{2-}/\text{l}$ .

Range : Lower limit 0.01 millimoles sulfate/l, upper limit not given.

Precision: 2% at 60 mgr/l sulfate in 75% methanol PH 4.0 .

Materiel : PH meter . Recorder . Autoburette . Pb selective electrode . Calomel reference electrode.

Chemicals: Sodium . Perchlorate . Lead perchlorate . Methanol . Cation exchange resin . Perchloric acid.

Key words: SPECIFIC ELECTRODE / WATER / VOLUMETRY / RESIN / SULF / HULA

Authors : KAO (C.W) - GRAHAM (E.R) & BLANCHARD (R.W)  
Title : Determination of sulfate in soils as the  $^{133}\text{BaSO}_4$  precipitate.  
Public : Soil Science 112 - 4 - 1971.  
Pages/ref: 221 - 224 (6 ref.)

Summary:

Sulfate is extracted from soils by calcium chloride solution. Extract is centrifuged and passed through cation resin H. Aliquot of eluate is pipetted and 0.002N barium chloride, spiked with  $^{133}\text{Ba}$  is added. Precipitate is washed, dried and  $^{133}\text{Ba}$  determined by a scintillation counter. Phosphate interference is eliminated by repeated washing.

Table : No

Range : 0 - 10 ppm

Precision: Detection limit 0.3 micrograms for 12 gr of soil and 30 ml extracts. Standard deviation calculated between paired comparison of 24 soil samples was 7.4 microgram. in the range of 10 - 130 micrograms  $\text{SO}_4^{2-}$  per gr of soil.

Material : Centrifuge . Micropipet . Scintillation counter . Aluminium dishes . Ion exchange chromatography column.

Chemicals: Cationex resin 100 - 200 mesh .  $\text{BaCl}_2$  .  $^{133}\text{BaCl}_2$  . HCL . MCOH .

Key words: SULF / RADIO / RESIN /

KAO

Authors : KARMIE GALLE (O) & HATHAWAY (L.R)  
Title : Indirect determination of SO<sub>4</sub> in water by atomic absorption.  
Public : Applied Spectroscopy 29 - 6 - 1975.  
Pages : 518 - 520 (9 ref.)

Summary: Sulfate is precipitated by barium chloride. Barium in supernatant is measured by AAS at 553,5 nm using nitrous-oxyde acetylene flame, with background correction (CaOH absorption). The method is claimed to be twice as much fast as conventional gravimetric procedure.

Table : Comparison of AAS with gravimetric method

Range :

Precision:- 3.5% as r.s.d in the range 70 to 500 ppm (n = 10)  
- 16 % as r.s.d in the range 13 to 35 ppm (n = 10)

Material : AAS spectrophotometer - Ba hollow cathod lamp.

Chemicals: Barium chloride.

Key words: SULF / AAS - INDIRECT / H<sub>2</sub>O /

KARM

Auteurs : KREMPF (G) & MILLION (D)  
Public : Methodes d'analyses utilisees a l'Institut de Geochimie,  
Universite Louis Pasteur - Strasbourg 1975.  
Pages : 27 - 28 (2 ref.)

Resume: Semi-micro dosage automatique des ions sulfates dans les eaux naturelles par precipitation avec du chlorure de baryum. Le baryum non precipite est complexe au bleu de methylthymol. L'intensite de la coloration est proportionnelle a la concentration en baryum si le melange bleu de methylthymol - baryum est equimolaire. La colorimtrie en continu est faite a 460 nm. Une colonne de resine, placee sur le canal echantillon debarasse la solution a mesurer des ses cations genants.

Figure : Diagramme de colorimetrie en continu - courbe precision/concentration.

Plage : de 30 a 130 micromoles / l (plage optimum).

Precision: % decart type relatif sur toute la plage optimum,  
Sensibilite 6 micromoles / l.

Materiel : Colorimetre en continu (complet).

Produits : Resine cationique - bleu de methylthymol - chlorure de baryum - HCL - ETOH - NaOH.

Cles : SULFATE / AUTONALYSE / RESINE / EAU /

KREM

Authors : OGNER (G) & HAUGEN (A)  
Title : Automatic determination of sulphate in water samples  
and soil extracts containing large amounts of humic  
compounds.  
Public : ANALYST 102 - 453 0 1977.  
Pages : 453 - 457 (10 ref).

Summary: Continuous flow nephelometry of sulphate from soil extracts is presented. Dissolved humic compound are separated by in flow dialysis. Shift in baseline is reported and cured by rinsing with EDTA solution phosphate did not interfere at concentration up to 0.001 N, but iron produced a 10% underestimate of sulphate at 60 mgr/l of Fe.

Tables : Continuous flow diagram - table of sulphate recovery - recorder graph of sulphate standard 2,5 to 100 mgr / l-1 sulphate - sulfur.

Precision: Standard deviation is 0.49 in the range 1 - 100 mgr/l of sulphate - sulfur.

Equipment: Continuous flow colorimeter - dialyses (20 - 35 nm).

Chemicals: Tween 80 - barium chloride - calcium orthophosphate.

Key words: SULPHATE / EDTA / WATER / SOIL / AUTOANALYSE /

OGNE

Author : xxx / ORION  
Title : Sulfur dioxide electrode, model 95 - 64.  
Public : ORION Research Incorporated.  
Page/ref : 1

Summary: Electrode for sulfur dioxide determination. Filtrations and distillations are eliminated. Sulfite and bisulfite are measured by acidifying the sample to convert these species to sulfur dioxide.

The action of SO<sub>2</sub> on the internal filling solution of the electrode produce hydrogen ion which depend on the level of sulfur dioxide in the sample.

Figure : Response of electrode from 0 to 200 mV.

Range : 0.1 to 1000 ppm measured directly in liquid.  
Down to 0.02 ppm in air (from a 30 liters sample absorbed in sodium hydroxide and brought to final 25 ml volume).

Precision: Aqueous samples only (0 - 50°C) PH = 1.7 .

Appareil : Ion-sensitive electrode - Specific ion meter.

Chemicals: SO<sub>2</sub> buffer.

Key words: SULFUR / ELECTRO / INSTR / WATER /

ORIO

Auteur : xxx / ORSTOM  
Titre : Dosage du soufre soluble du sol. Dosage du soufre total.  
Public : Roneo ORSTOM / 6 pages.

Soufre soluble

Résumé: Le soufre est dose a l'état de sulfate par complexométrie d'une quantité connue de Plomb II ajoute en excès. L'interférence des ions bivalents réagissants avec EDTA est calculée par une titration à blanc.

La mise en solution du sulfate se fait à l'acide nitrique 5%. On ajoute un excès de nitrate de Plomb II en milieu ethanol. On dose à pH 10,0 avec EDTA N/50 au noir eriochrome. La précipitation de l'hydroxyde de Plomb est évitée à l'aide du tartrate de sodium.

Soufre total

Deux méthodes de minéralisation sont présentées: par fusion oxydante et par minéralisation à l'acide nitrique. La titration se fait comme pour le soufre soluble.

Figure : Schéma de dosage .

Precision:

Materiel : Creuset nickel

Produits : ETOH - NO<sub>3</sub>H - EDTA (Na<sub>2</sub>) - noir d'eriochrome - NaCl - NH<sub>4</sub>Cl - tartrate de sodium - hydroxyde de sodium - Nitrate de Pb II - H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

Cles : SULF / GYPS / SOLS / VOLUM.

ORST

2416-05/41-48-54-58/80

Auteurs : xxx / ORSTOM  
Titre : Dosage des sulfates par complexometrie.  
Public : Roneo / ORSTOM (3 pages).

Resume: Determination complexometrique d'un excess de baryum exactement connu en milieu 50% ETOH a l'aide d'EDTA N/50. Les cations bivalents interferants sont doses sur un essai a blanc et les resultats retranches. La quantite d'EDTA necessaire a la titration de l'exces de baryum est determinee sur une gamme etalon de BaCl<sub>2</sub> dans les memes conditions que l'echantillon.

Tables : no

Precision: non donnee

Materiel : titration volumetrique

Produits : Chlorure de baryum - pourpre de phthaleine - rouge de methyle - vert diamine B - ammoniaque - EDTA - calcine - ETOH - HNO<sub>3</sub>.

Cles : SULF / SOLS / EAUX / TOTAL / VOLUM.

ORST

Authors : PINTA (M) & AL  
Title : Indirect determinations of Sulphur, Phosphorus, Silicon, Chlorine, Nitric and Ammoniacal nitrogen.  
Public : In Atomic Absorption Spectrometry Hilger - London 1974. Chapter 9, page 259 - 260.

Summary:

Sulphur is mineralized and precipitate as barium sulphate. Barium is measured by Atomic Absorption either in the redissolved precipitated or in solution if an excess of barium chloride has been added.

The method is suitable for plant material. Oxidation of sulphur by magnesium nitrate (Anon 1923) is described. Two methods (Cunningham 1962 & Magny 1968) are presented in full length. The first measure barium in the barium precipitate after silica has been insolubilized by HCl and precipitate dissolved in EDTA. Barium is measured at 553,6 nm in strongly reducing Air / Acetylene flame. The second method is based on measurement of excess barium after acidification by  $\text{HNO}_3$  1/20.

Tables : No

Range : Lower limit of method II is 0.05% in plant material.

Material : AA Spectrophotometer - Barium Hollow Cathod Lamp.

Chemicals: Magnesium nitrate hexahydrate . Barium chloride . HCl .  $\text{HClO}_4$  . EDTA . Potassium sulphate.

Key words: SULF / SOIL / PLANT / AAS - METHOD /

PINT

Author : RAWAJFIH (Z)  
Title : Sulfate determination by turbidimetry, a modified procedure.  
Public : Riyadh Conference on Methodology of Soil, Water and Plant  
Analysis, Riyadh October 1977.  
Pages/ref: 2 (1 ref.)

Summary:

Turbidimetric sulfate determination by using the turbidimeter or a colorimeter with blue filter (440 nm). Precipitate is stabilized by gum acacia in acetic acid solution.

Figure : no

Range :

Material : Colorimeter with blue filter (440 nm).

Products : Nitric acid . Phosphoric acid .. Gum acacia ..  
Acetic acid . Barium sulfate .  $BaCl_2 \cdot 2H_2O$  . Standard  
sulfate solution . Working standard sulfate.

Key words: SOIL / WATER / TURBIDIMETRY / MANUAL .

RAWA

Author : SCHAFER (H.V.S)  
Title : An Improved Spectrophotometric method for the determination of sulfate with barium chloranilate as applied to coal ash, and related material.  
Public : AC 39 - 14 - 1967.  
Pages/ref: 1719 - 1726 (24 ref.)

Summary:

Semi-micro method using the spectrophotometric measurement of chloranilate ion at 530nm or 310nm in 80% isopropyl alcohol. Possible interference from chloride, phosphate and fluoride is reviewed. Two procedures ( $P_2O_5$  less than 1% and more than 1%) are presented. Low concentrations of sulfate are measured at 310 where anion interference effect is maximum. Ion exchange separation of sulfate from coal is done by Na form cationic resin.

Precision:  $\pm$  10% at 2 microgr. level and  $\pm$  2% at 10 microgr. level (n=4).

Range : 2 - 50 microgram/l at 310 nm (in standard sol).  
50 - 200 " at 535 nm (for 1 cm cell).

Materiel : Spectrophotometer . Centrifuge .

Chemicals: Cation exchange resin . Barium chloranilate . Isopropanol . Ethanol . Chloranilic acid . Acetic acid . NAOH . Sodium sulfate . Chloroacetic acid.

Cles : COLOR / RESIN /

SCHA

Authors : STOFFYN (P) & KEANE (W)  
Title : Spectrophotometric micro and submicro determination of sulfur in organic substances with barium chloranilate.  
Pub : Analytical Chemistry 36 - 2 - 1964/pages 397-400 (6 ref).

Summary: Sulfur is determined on micro organic samples after combustion in Carius tubes with aqua regia as sulfate with barium chloranilate. Interferring cations are removed by NH<sub>4</sub> cation exchange resin (micro batch system). Resultant chloranilate purple ion absorption is measured at 327,5 nm if sulfur is less than 4 micrograms and at 530 nm for 20 to 100 microgr. 40 times phosphate does not interfere if readings are made at 530 nm and if the sulfur concentration is 20 micrograms.

Tables : Recovery of sulfur from methionine and lipid extracts.

Precision: 0.3 to 100 micrograms of sulfur. Relative error is 2% at 1 microgr. level and 1% at 20 microgr.

Equipment: Micro Carius tube (home made) - micro pipette 270°C oven - micro balance - shaker - centrifuge spectrophotometer.

Chemicals: Double distilled water - nitric acid - HCl - NaCl - Ammonium formate - ethanol - formic acid - cation exchange resin 50-100 mesh... chloranilic acid - barium chloride - organic sulfur standard - methionine.

Key words: SULFATE / COLOR / WATER / RESIN / MICRO.

STOF

Auteur : THIEBAUD  
Titre : Dosage des sulfates dans les eaux par le perchlorate de baryum et la thorine.  
Public : Methodes d'analyse utilisees a Tel Amara - Liban.  
Page : 1 (2 ref.).

Resume: Les ions sulfates sont titres a l'aide d'une solution de perchlorate de baryum 0.005 M. La fin du titrage est indiquee par le virage du jaune au rouge de l'indicateur Thorine. Le PH est ajuste a 2,5 - 4,0 par de l'acide perchlorique. Les cations sont prealablement elimines par passage sur resine cationique forte. Les ions phosphates sont elimines par precipitation au carbonate de Magnesium. Les ions sulfites sont oxydes en sulfate par l'iode.

Tables : no

Gamme : de 5 a 500 mgr/l en sulfate.

Precision: non donnee.

Materiel : Colonne echangeuse de cations.

Produits : Perchlorate de barium - thorine - resine cationique forte - ethanol - isopropanol.

Cles : SULFATE / MICRO - VOLUM / RESIN / EAUX .

THIE

Authors : WHITEKER (R.A) & SWIFT (E.H)  
Title : Volumetric determination of Sulfate and Analysis of Pyrites. Application of cation exchange resin.  
Public : Analytical Chemistry 26 - 10 - 1954  
Pages/ref: 1602 ~ 1605.

Summary: Volumetric determination of sulfate in solution containing chloride, iron (III), and bromide.

Solution is diluted so that total cation concentration is less than 0.1 N and passed through H - cation resin at 3 ml/min. Column is washed by 100 ml dist. water effluent is titrated by NaOH to PH 7.0. Dextrine and dichlorofluorescein is added, to pink color (halide en point). Sulfate is calculated by difference between hydrogen and halide en point.

Figures :

Range :- Up to 0.1 N as cation concentration is tested.  
- Pyrite sample gave 46.7% as sulfur (s.d 0.04).

Precision: at 2.52 meq/l sulfate, average error is 0.02%,  
s.d is 0.12.

Material : Glass Column 16 mm diam. 22 cm long - PH meter.

Chemicals: Cation exchange resin 18 - 40 mesh . Dextrine . Dichlorofluorescein . Ethanol .

Key words: SULFATE / VOLUMETRIC / RESIN /

WHIT