

A
2
L
13

Stamboeknr.: 3960

2516

PROEFSTATION VOOR TUINBOUW ONDER GLAS TE NAALDWIJK

De spectrofotometrische sulfaatbepaling als mogelijke
oorzaak van een onjuiste ionenbalans

door: P. Lagas en A. van Leeuwen

Naaldwijk, 20 december 1983

Intern verslag nr. 57

007 0270

De spectrofotometrische sulfaatbepaling als mogelijke oorzaak van een onjuiste ionenbalans

1. Inleiding

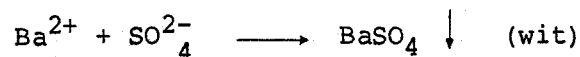
Na automatisering en uitbreiding van het bepalingspakket van het routineonderzoek bleek de ionenbalans meestal niet juist te zijn. De anionensom was lager dan de kationensom. De dagelijkse meting van een standaardmonster wees erop dat de sulfaatbepaling mogelijk te lage waarden gaf.

Naar aanleiding hiervan werd onderzoek verricht naar de betrouwbaarheid van de spectrofotometrische sulfaatbepaling op de autoanalyser zoals deze door het routinelaboratorium gebruikt wordt.

2. De spectrofotometrische sulfaatbepaling

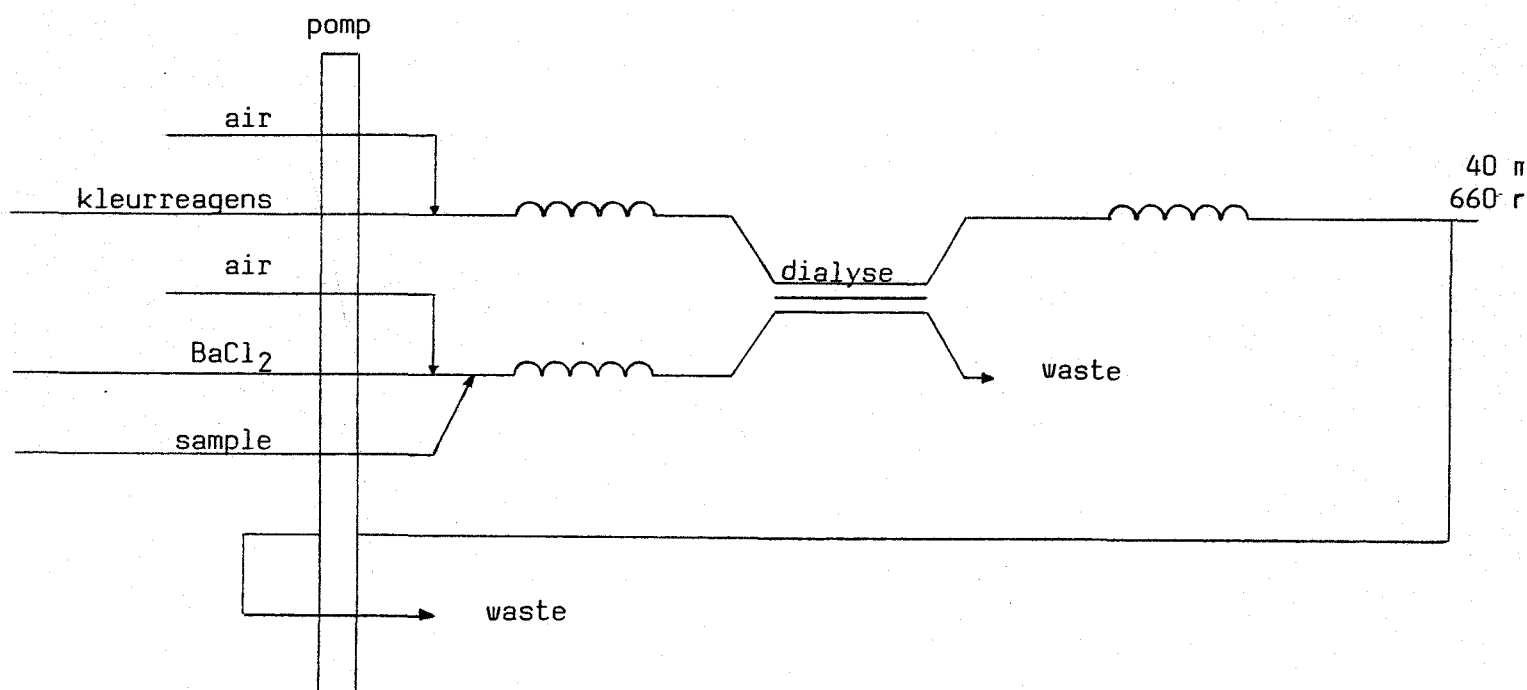
2.1. Principe:

Het monster wordt in het systeem verdund met een overmaat bariumchloride-oplossing, waarbij het sulfaat met barium reageert tot bariumsulfaat,



De overmaat barium dialyseert tegen een indicator-oplossing van Sulfanaso III, waardoor de kleurintensiteit van deze indicator afneemt. De kleurafname is een maat voor de concentratie van het aanwezige sulfaat.

2.2. Flowschema sulfaatbepaling met behulp van de continuous-flow-autoanalyser



3. Onderzoek

Van een aantal monsters werd het sulfaat bepaald op het routine-laboratorium volgens de spectrofotometrische methode. De uitslagen hiervan werden vergeleken met uitslagen gemeten op het research-laboratorium.

De methode van bepalen op het researchlaboratorium is gelijk aan die van het routinelaboratorium. Het enige verschil is, dat de monsteropzuigtijd op het researchlaboratorium 45 seconden is en op het routinelaboratorium 30 seconden.

Naar aanleiding van de resultaten van het onderzoek lijkt de spectrofotometrische sulfaatbepaling goede resultaten op te leveren, afgaande op de gevonden ionenbalans bij een monsteropzuigtijd van 45 seconden. Echter vanwege het grote monsteraanbod is het voor het routinelaboratorium niet mogelijk over te gaan van 30 naar 45 seconden. De resultaten van het onderzoek zijn opgenomen in bijlage 1. In tabel 1 zijn de gemiddelde waarden gegeven.

Tabel 1: Vergelijking sulfaatanalyses routinelaboratorium en researchlaboratorium volgens de spectrofotometrische methode

Aantal gemeten monsters	\bar{x} SO ₄ (mmol) routine	\bar{x} SO ₄ (mmol) research	\bar{x} kationen-som	\bar{x} anionensom routine	\bar{x} anionensom research
22	3.9	4.5	21.3	19.5	20.9

Uit tabel 1 blijkt, dat de sulfaatbepaling van het routinelaboratorium lagere waarden oplevert ($\pm 15\%$) dan die van het researchlaboratorium. Voorts is te zien dat met de analyseresultaten van het researchlaboratorium een goed kloppende ionenbalans te verkrijgen is.

4. Conclusie

De huidige spectrofotometrische sulfaatbepaling op de autoanalyser zoals gebruikt door het routinelaboratorium, kan worden aangewezen als een oorzaak van de slecht kloppende ionenbalans. Verder onderzoek zal noodzakelijk zijn naar aanpassing of verandering van de bepalingsmethodiek.

5. Samenvatting

Naar aanleiding van de slecht kloppende ionenbalans in grond-, water-, en substraatmonsters werd op het routinelaboratorium de betrouwbaarheid van de sulfaatbepaling onderzocht. Gebleken is, dat de sulfaatbepaling in de huidige vorm niet voldoet.

Bijlage 1: Vergelijking sulfaatanalyses routinelaboratorium
en researchlaboratorium

Nr.	SO ₄ mmol routine	SO ₄ mmol research	som kationen	som anionen routine	som anionen research
25262	3.6	4.2	18.2	16.1	17.3
273	12.8	20.4	56.2	40.7	55.9
302	4.9	5.8	17.8	15.3	17.1
305	0.2	0.6	3.0	2.2	3.0
523	4.9	5.6	18.5	16.4	17.8
524	6.1	6.9	18.9	16.5	18.1
528	4.8	5.4	17.8	15.6	16.7
540	1.1	1.1	7.3	6.2	6.2
605	4.8	5.5	19.7	17.3	18.8
635	5.2	6.0	14.8	13.2	14.7
59777	3.8	4.1	26.3	25.9	26.6
787	1.2	1.2	13.3	12.8	12.8
811	3.6	3.8	20.0	19.6	20.0
813	2.6	2.5	21.2	21.7	21.5
814	2.6	2.6	20.3	21.0	21.0
815	1.9	1.6	17.6	18.2	17.6
868	4.9	5.4	34.7	35.0	36.1
869	2.5	2.8	21.0	19.7	20.3
870	2.7	3.5	28.8	24.6	26.2
871	3.1	3.4	21.1	20.2	20.8
872	4.9	6.2	36.6	34.7	37.3
873	1.5	1.4	16.5	16.0	15.8