

A kovásv zavaró hatásának egyszerű kiküszöbölése talajkivonatok kolorimetrikus foszforsav meghatározásánál

SIK KÁROLY és KOCH LEHELNÉ

Agrokémiai Kutató Intézet Trágyázástani Osztálya, Budapest

Bevezetés

A foszforsav kolorimetrikus meghatározását Urbanek megállapítása szerint a talajkivonatokban oldatokba jutott kovásv zavarja (2). A zavaró hatást szerinte a kovásv dehidratizálásával küszöbölhetjük ki (3). Ha Zinzadze-eljárást alkalmazunk (4), akkor az oldat kovásv tartalma nem zavar. A reagens elkészítése azonban kényes ezért az eljárás nem tudott elterjedni.

A kovásv zavaró hatását saját vizsgálataink során a talajkivonatok dehidratizálásával küszöböltük ki. Ez a mód rendkívül hosszadalmas, de összehasonlító vizsgálataink szerint szükséges, mert az oldott kovásv a foszforsav meghatározás eredményét megbízhatatlanná teszi.

Legújabbban Muir közleményében (1) hivatkozik arra, hogy a kovásv zavaró hatását a vizsgálandó oldathoz adagolt borkósavval ki lehet küszöbölni.

Ennek a közlésnek nyomán standard foszforsav sorozatokban és talajkivonatokban tanulmányoztuk a zavaró hatás kiküszöbölésének lehetőségét borkósavval.

Vizsgálataink során sikerült megállapítani azt a borkósav mennyiséget, melyet 100—500 mg talajra vonatkozó vizsgálandó oldathoz adunk kell, hogy a zavaró hatást kiküszöbölhessük.

Kísérleti rész

Ismert foszforsav mennyiséget tartalmazó standard modell sorozatokon végeztünk vizsgálatokat. Ezekből a vizsgálatokból kitűnt, hogy az oldathoz adagolt borkósav különböző mennyisége más és más alakulású standardgörbét ad a hidrokinon szulfitos redukciós eljárással (2. ábra, 2. és 3. görbe.). Kitűnt továbbá az is, hogy sztannókloridos redukciót nem lehet jól alkalmazni, mert a kék szín kifejlődése ennél rendkívül gyors és borkósav adagolásra az eredmények nem arányosak a foszforsav mennyiségével és nem is reprodukálhatók (1. ábra, 2. görbe), ezért a továbbiakban a hidrokinon-szulfitos eljárást alkalmaztuk. A méréseket Schuhknecht—Waibel-féle fotocellás koloriméteren végeztük.

Megállapítottuk hogy megbízható és ismételtető eredményt csak akkor nyerhetünk, ha egyfelől a vizsgálandó oldat savanyúságát mindig azonos értékre állítjuk be, másfelől a meghatározáshoz a legalkalmasabb borkósav mennyiséget sikerül megtalálni.

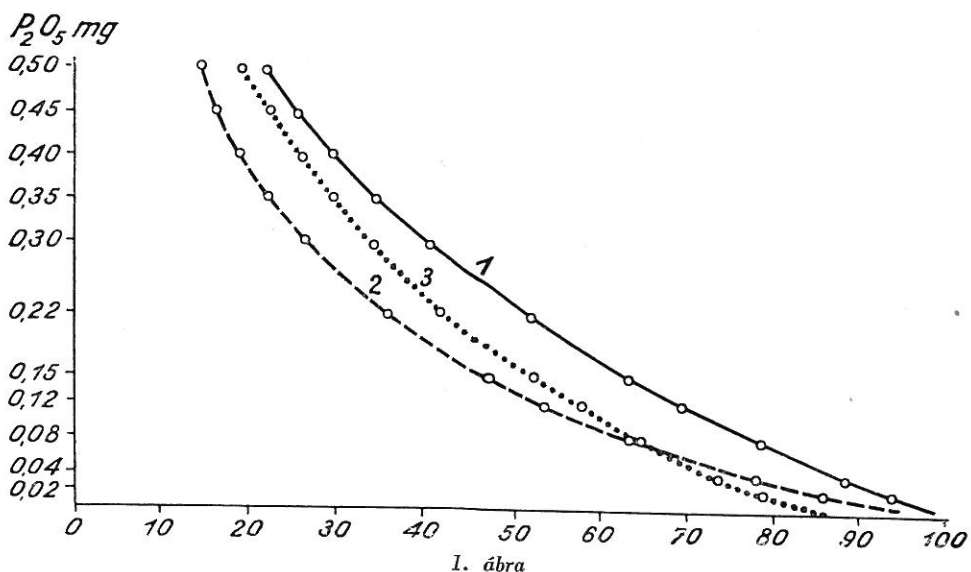
Az oldatok azonos savanyúságát úgy tudtuk biztosítani, hogy para-nitrofenol indikátor mellett nátronlúggal az oldatot közömbösítjük és azután adjuk hozzá a szükséges reagenseket.

A borkósav szükséges mennyiségét pedig kísérleti úton állapítottuk meg 5, 10, 20, 50, 70, 100, 1000 mg borkósav hozzáadással. A modellkísérletekben a

kovasav zavaró hatásának vizsgálatát az oldathoz adott 5 mg nátriumszilikát oldattal tanulmányoztuk (1. ábra, 3. görbe). Mint a bemutatott görbékben kitűnik, 70 mg borkősav az a mennyiség, amelynek hozzáadása a kovasavat nem tartalmazó sorozattal megegyező foszforsav értékeket eredményezett (2. ábra, 1, 4, 5, 6. görbe).

Ezután kipróbáltuk eljárásunkat talajkivonatok foszforsav vizsgálatával. Az eredmények, amelyeket a közölt táblázatok tüntetnek fel (1. és 2. táblázat), azt mutatják, hogy különféle típusú talajok kivonataiban közömbösítéssel és 70 mg borkősav adagolásával a kísérleti hibahatáron belül ugyanolyan foszforsav értékeket határoztunk meg, mint az előzetesen szabályszerűen dehidratizált kivonatokból.

Ezzel eljárásunk használhatóságáról meggyőződünk és alkalmazása a jövőben nagymértékben egyszerűsíti és gyorsítja a kovasav tartalmú talajkivona-



I. ábra
Standard-sorozatok. 1: Összehasonlító. 2: SnCl₂-os redukcióval. 3: 5 mg Na₂SiO₃-tal. Abszcissa: galvanométer kitérés

tokban a kolorimetrikusan mérendő foszforsav meghatározását borkősavas oldatban.

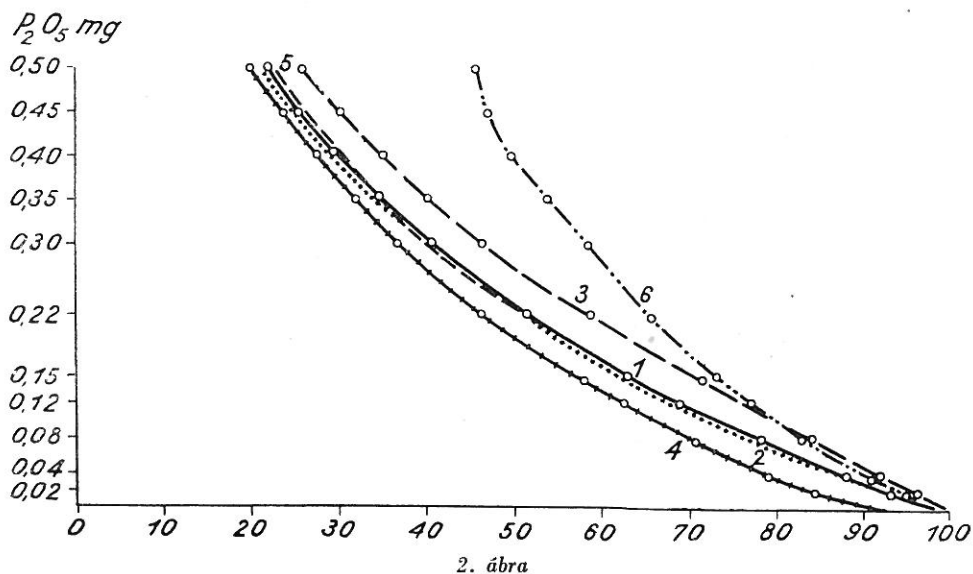
A vizsgálatot részletesen a következőképpen végezzük:

Összes foszforsav meghatározása. Lemérünk 5 g talajt. Elégetés (5) és királyvízzel való feltárás után bemossuk 250 ml-es normál lombikba, jelig töltjük és leszűrjük. A szűrletből 10 ml-t (200 mg talajnak felel meg) pipettázunk ki egy 100 ml-es lombikba. Hozzáadunk 50–60 ml desztillált vizet. 3 csepp 4‰-es hígított alkohollal készített para-nitrofenol indikátort és $\frac{1}{1}$ NaOH-al gyenge sárga színig titráljuk, majd desztillált vízzel jelig töltjük. Ebből az oldatból 50 ml-t (100 mg talajnak felel meg) pipettázunk ki, hozzáadunk 2 ml olyan borkősav oldatot, amelynek 1000 ml-ében 3,5 g borkősavat oldottunk, és ezután a szokott módon a molibdén, hidrokinnon és szulfid reagensek hozzáadása után meghatározzuk a foszforsavat.

2. *Sigmond foszforsav meghatározás.* Az előírt módon elkészített 2-es pH-ju talajkivonatból 40 ml-t (1 g talajnak felel meg) pipettázunk ki egy 100 ml-es normál lombikba. Hozzáadunk 30–40 ml desztillált-vizet, 3 csepp 4‰-es para-nitrofenol

1. táblázat
Összes foszforsav meghatározása

(1) A talajminta jelzése és eredete	(2) Talajmélység, cm	(3) Talajfésülés	(4) P ₂ O ₅ % (5)	
			SiO ₂ dehidratizálva, hidrokinon-szulfitos reduksióval	70 mg borkősav dehidratizálás nélkül, hidrokinon- szulfitos reduksióval
Tápiószele, 4. sz.	25–65	hom. vályog (8)	0,273	0,277
Tápiószele, 4. sz.	átl. feltal. (6)	hom. vályog (8)	0,122	0,130
Tápiószele, 7. sz.	homok (9) feltalaj (6)	hom. vályog (8)	0,073	0,072
Soroksár	feltalaj (6)	homok (9)	0,097	0,096
Soroksár	altalaj (7)	homok (9)	0,068	0,064
Órszentmiklós, kukorica- arány	20–40	homok (9)	0,083	0,085
Hényelpusztá, búzaarány	20–40	agyag (10)	0,065	0,069
Selyp, XV.	70–130	vályog (11)	0,072	0,073
Martonvásár, Al Ø	0–20	vályog (11)	0,113	0,120
Békés-Vizesfás	0–20	rétiagyag (12)	0,115	0,117



2. ábra

Standard-sorozatok. 1 : Összehasonlító. 2 : 10 mg borkősav. 3 : 100 mg borkősav. 4 : 20 mg borkősav + 5 mg Na₂SiO₃-al. 5 : 70 mg borkősav + 5 mg Na₂SiO₃-al. 6 : 150 mg borkősav + 5 mg Na₂SiO₃-al Abszcissza : galvanométer kitérés.

2. táblázat
Sigmond foszforsav meghatározás

(1) A talajminta jelzése és eredete	(2) Talajmélység, cm	(3) Talajféleség	(4) P ₂ O ₅ %		(5)
			SiO ₂ dehidratizálva, hidrokinon-szulfitos reduksióval	70 mg borkósavval, dehidratizálás nélkül, hidrokinon-szulfitos reduksióval	
Tápiószele, 4. sz.	25—65	homokos vályog (8)	0,1760		0,1760
Tápiószele, 4. sz.	90—130	homokos vályog (8)	0,0612		0,0610
Tápiószele, 4. sz.	átl. altalaj (7)	homokos vályog (8)	0,0480		0,0474
Soroksár	feltalaj (6)	homok (9)	0,0374		0,0370
Soroksár	altalaj (7)	homok (9)	0,0188		0,0180

indikátort és $\frac{n}{1}$ NaOH-al gyenge sárga színig titráljuk, majd desztillált vízzel jelig töltjük. Ebből az oldatból 50 ml-t (500 mg talajnak felel meg) pipettázunk ki, hozzáadunk 2 ml olyan borkósav oldatot, amelynek 100 ml-ében 3,5 g borkósavat oldottunk és ezután a szokott módon a molibdén, hidrokinon és szulfít reagensek hozzáadása után meghatározzuk a foszforsavat

Összefoglalás

Vizsgálataink a kovasav zavaró hatásának kiküszöbölésére irányultak talajkivonatok foszforsavtartalmának kolorimetrikus meghatározásánál. Kísérleteink során megállapítottuk, hogy 100—500 mg talajra vonatkozó kivonatban 70 mg borkósav hozzáadásával a kovasav zavaró hatását kiküszöbölhetjük, ha a kivonatot előzően 3 csepp 4‰-es p-nitrofenol indikátor alkalmazása mellett $\frac{n}{1}$ nátronlúggal gyenge sárga színig titráljuk.

Az így előkészített oldatokban a hidrokinon-szulfitos reduksióval keletkező kék szín mélysége 1½—2 óra között arányos az oldat foszforsavtartalmával.

Érkezett : 1952. december 30.

Irodalom

1. Muir, J. W. : The Analyst. 915. 313. 1952.
2. Urbanek, L. : Mezőg. Kut. 4. 39. 1931.
3. Urbanek, L. : Mezőg. Kut. 4. 163. 1931.
4. Zinzadze, Sch. : Z. Pfl. Ernähr. Düng. A. 16. 129. 1930.
5. Talajvizsgálati módszerkönyv. 180. Mezőg. kiadó. 1953.

ПРОСТОЕ УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩЕГО ДЕЙСТВИЯ ОКИСИ КРЕМНИЯ ПРИ КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ В ПОЧВЕННЫХ ВЫТЯЖКАХ

К. Шик и Л. Кох

Отдел Удобрений Агрохимического Научно-Исследовательского Института, Будапешт

В ы в о д ы

Наши исследования проводились для устранения мешающего действия окиси кремния при колориметрическом определении содержания фосфорной кислоты в почвенных вытяжках.

В наших опытах установлена возможность устранения мешающего действия кремневый кислоты в почвенных вытяжках добавлением 70 мг винно каменной кислоты в почвенную вытяжку на каждый 100—500 мг почвы, если предварительно титровали почвенную вытяжку до слабо-желтого цвета основанием натрия п/1 при применении 3 капли 4%-ного раствора индикатора паранитрофенола.

В растворах подготовленных таким способом, глубина синего цвета, образующегося вследствие восстановительного действия сульфита-гидрохинона, через 1½—2 часа будет пропорциональной содержанию фосфорной кислоты в растворе.

Р и с. 1. Стандартные серии. 1: Контроль. 2: С редукцией помощью SnCl₂. 3: С 5 мг Na₂SiO₃. Абсцисса: отклонение гальванометра.

Р и с. 2. Стандартные серии. 1: Контроль. 2: 10 мг винной кислоты. 3: 100 мг винной кислоты. 4: 20 мг винной кислоты + с 5 мг Na₂SiO₃. 5: 70 мг винной кислоты + с 5 мг Na₂SiO₃. 6: 150 мг винной кислоты + с 5 мг Na₂SiO₃. Абсцисса: отклонение гальванометра.

Т а б л и ц а 1. Определение общего содержания фосфорной кислоты. (1) Обозначение и происхождение образца почвы. (2) Глубина почвенного слоя. (3) Почвенные разности. (4) SiO₂ дегидратированная редукцией сульфита-гидрохинона. (5) с 70 мг виннокаменной кислоты без дегидратации, с редукцией сульфита-гидрохинона. (6) Почва. (7) Подпочва. (8) Супесчаная почва. (9) Песчаная почва. (10) Глинистая почва. (11) Суглинок. (12) Луговая глинистая почва.

Т а б л и ц а 2. Определение фосфорной кислоты по методу Зигмонда. Знаки (1)–(8) местри в таблице 1.

A Simple Method for the Elimination of the Interference of Silica in the Colorimetric Determination of Phosphorus in Soil Extracts

K. SIK and Mrs. L. KOCH

Department of Fertilization Science, Agrochemical Research Institute, Budapest

Summary

The investigations were undertaken to exclude the interference of silica when determining phosphorus content in soil extracts by colorimetry.

Experimental evidence confirmed that the interfering effect of silica can be completely eliminated by adding 70 mg tartaric acid to the extract referring to 100—500 mg soil, provided this extract is previously titrated to a faint yellow colour with 1,0 N NaOH in the presence of 3 drops of a 4% solution of p-nitrophenol.

In solutions prepared by this method the intensity of the colour developed by reduction with hydroquinone-sulphite proved after 1,5—2,0 hours proportional to the phosphorus content of the liquid.

Fig. 1. Standard series. 1: Reference, 2: Reduced by SnCl₂, 3: With 5 mg Na₂SiO₃. Abscissa: galvanometer readings.

Fig. 2. Standard series. 1: Reference, 2: 10 mg tartaric acid, 3: 100 mg tartaric acid, 4: 20 mg tartaric acid + 5 mg Na₂SiO₃, 5: 70 mg tartaric acid + 5 mg Na₂SiO₃, 6: 150 mg tartaric acid and 5 mg Na₂SiO₃ added. Abscissa: galvanometer readings.

Table 1. Determination of total phosphorus. (1) Designation and origin of soil sample. (2) Depth of soil horizon. (3) Soil type. (4) SiO_2 dehydrated, reduction by hydroquinone-sulphite. (5) 70 mg tartaric acid added, reduction by hydroquinone-sulphite, without dehydration. (6) Topsoil. (7) Subsoil. (8) Sandy loam. (9) Sand. (10) Clay. (11) Loam. (12) Meadow clay.

Table 2. Determination of phosphorus according to Sigmond. (1) to (8): same as in Table 1.

Élimination simple de l'effet perturbateur de la silice dans le dosage de l'acide phosphorique du sol par colorimétrie

K. SIK et Mme L. KOCH

Section de la fertilisation des sols de l'Institut des Recherches de Chimie Agricole, Budapest

Résumé

Nos essais ont porté sur l'élimination de l'effet perturbateur de la silice dans le dosage de l'acide phosphorique des extraits de terre.

Nous avons établi qu'on peut éliminer l'effet perturbateur de la silice en ajoutant 70 mg d'acide tartrique à l'extrait correspondant de 100 à 500 mg de terre, après avoir préalablement neutralisé l'extrait avec une solution normale de soude jusqu'à l'apparition d'une couleur jaune faible en présence de 3 gouttes d'une solution de para-nitrophénole à 4⁰/₁₀₀.

Dans la solution ainsi préparée la coloration bleue obtenue par la réduction à l'hydroquinone-sulfite est proportionnelle à la teneur en acide phosphorique de l'extrait.

Fig. 1. Série de standards. 1: Comparaison, 2: Réduction au SnCl_2 , 3: Avec 5 mg $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
Abscissa: déviation du galvanomètre.

Fig. 2. Série de standards. 1: Comparaison, 2: 10 mg d'acide tartrique. 3: 100 mg d'acide tartrique. 4: 20 mg d'acide tartrique et 5 mg de Na_2SiO_3 . 5: 70 mg d'acide tartrique et 5 mg de Na_2SiO_3 . 6: 150 mg d'acide tartrique et 5 mg de Na_2SiO_3 . Abscissa: déviation du galvanomètre.

Tableau 1. Dosage de l'acide phosphorique total. (1) Numéro de l'échantillon de terre et son origine. (2) Profondeur de la prise de l'échantillon. (3) Qualité du sol. (4) Réduction à l'hydroquinone-sulfite avec déhydratation de la silice. (5) Avec 70 mg d'acide tartrique sans déhydratation. (6), Couche de surface. (7) Sous-sol. (8) Limon sableux. (9) Sable. (10) Argile (11) Limon (12) Argile des prés.

Tableau 2. Dosage de l'acide phosphorique dans les extraits obtenus selon la méthode de Sigmond. Les chiffres 1 à 8 ont la même signification que dans le tableau 1.