

Application Bulletin

Von Interesse für: Wasseranalytik; Lebensmittel; Dünger
Waschmittel; Bodenschätze

A 1, 2, 7, 8, 11, 12, 15

Potentiometrische Bestimmung von Ortho-, Meta- und Polyphosphaten

Zusammenfassung

Nach vorherigem Säureaufschluss wird die Probenlösung mit Natronlauge bis zum Natriumdihydrogenphosphat vorneutralisiert. Man versetzt mit einem Lanthannitrat-Überschuss und titriert die freigesetzte Salpetersäure mit Natronlauge.



Die Bestimmungsmethode eignet sich für grössere Phosphatkonzentrationen.

Geräte und Zubehör

- SET/MET-Titrino 702, DMS-Titrino 716, SET-Titrino 719, GP-Titrino 736, GPD-Titrino 751 oder DMP-Titrino 785 oder Titroprocessor 726 mit Dosino 700 oder Dosimat 685
- Magnetrührer 2.728.0040
- 20-mL-Wechseleinheit 6.3014.223 (mit PCTFE/PTFE-Flachhahn)
- Kombinierte pH-Glaselektrode 6.0239.100 mit Elektrodenkabel 6.2104.020

Reagenzien

- Titriermittel $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$ oder $0,01 \text{ mol/L}$
- Lanthannitrat-Lösung, $c[\text{La}(\text{NO}_3)_3] = 0,1 \text{ mol/L}$, pH-Wert auf 4,2 eingestellt
- Schwefelsäure $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/L}$
- Natronlauge $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/L}$
- Konzentrierte Säuren für den Probenaufschluss:
 $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 96\%$ und $w(\text{HClO}_4) = 60\%$

Probenvorbereitung

Anorganische Salze

Die Probe wird in dest. Wasser gelöst. Orthophosphate können direkt titriert werden.

Enthält die Probe jedoch Meta- und/oder Polyphosphate, versetzt man mit je 1 mL konz. HClO_4 und konz. H_2SO_4 . Anschliessend wird erhitzt und eingedampft, bis Säurenebel auftreten. Nach dem Abkühlen gibt man 10 mL dest. Wasser zu und dampft erneut bis zum Auftreten von Säurenebeln ein. Man lässt abkühlen, spült

die Lösung mit dest. Wasser in einen 100-mL-Messkolben, füllt zur Marke auf und mischt.

Proben, die organisches Material enthalten: Lebensmittel, Futtermittel, Klärschlamm usw.

Die Probe wird getrocknet und anschliessend im Muffelofen bei 800 °C verascht. Der abgekühlte Rückstand wird mit dest. Wasser in einen Kjeldahlkolben gespült und mit je 1 mL konz. HClO₄ und konz. H₂SO₄ versetzt. Anschliessend verfährt man wie oben unter Meta- und Polyphosphaten beschrieben.

Analyse

Ein Aliquot der vorbereiteten Probenlösung, das höchstens 30 mg P enthält, wird in ein Becherglas pipettiert und der pH-Wert mit c(NaOH) = 2 mol/L bzw. c(H₂SO₄) = 1 mol/L auf 4,2 eingestellt. Man versetzt mit 10 mL La(NO₃)₃-Lösung und titriert im SET-Modus des Titrators mit Natronlauge auf pH = 4,2 zurück.

Berechnung

1 mL c(NaOH) = 0,1 mol/L entspricht 1,5489 mg P bzw. 3,5486 mg P₂O₅ bzw. 4,7486 mg PO₄

Bemerkungen

- Anstelle von La(NO₃)₃ könnte auch AgNO₃ verwendet werden. Dieses ist aber teurer und kann ausserdem zu Problemen mit der kombinierten pH-Glaselektrode führen (Ausfällung von AgCl).
- Die Bestimmungsgrenze liegt bei 1 mg/L P [eingesetztes Probenvolumen: 100 mL, Titriermittel: c(NaOH) = 0,01 mol/L].
- Der Titrationsendpunkt bei pH = 4,2 sollte möglichst genau eingehalten werden. Liegt er ausserhalb des Bereichs pH = 4,0 5,0, erhält man fehlerhafte Resultate.