

| | | |
|------------------------------------|---|-----------------------------------|
| WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO | NORMA BRANŻOWA | BN-82 6016-42.03 |
| | Sole fosforowe Oznaczenie zawartości żelaza metodą fotokolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwupirydyłu | |
| | Zamiast BN-74/6016-42 ¹⁾ | |
| | Grupa katalogowa 1019 | |

1. Zasada metody polega na redukcji żelaza trójwartościowego do dwuwartościowego chlorowodorkiem hydroksylaminy i utworzeniu kompleksu Fe^{2+} z 2,2'-dwupirydyłem w roztworze o pH 3,1, buforowanym octanem amonowym oraz pomiarze spektrofotometrycznym absorbancji barwnego kompleksu przy długości fali 520 nm.

Dopuszcza się oznaczenie zawartości żelaza metodą fotokolorymetryczną z zastosowaniem o-fenantroliny.

2. Aparatura

a) Pehametr wyposażony w elektrody szklaną oraz kalomelową.

b) Spektrofotometr lub fotokolorymetr z kuwetami o grubości warstwy absorpcyjnej 1 cm.

3. Odczynniki i roztwory

a) Chlorowodorek hydroksylaminy, roztwór 10 % (m/m).

b) 2,2'-dwupirydył, roztwór przygotowany następująco: 0,5 g 2,2'-dwupirydyłu rozpuścić w 10 ml kwasu solnego (1,19) i uzupełnić wodą do objętości 100 ml.

c) Kwas solny, roztwór (1+1).

d) Octan amonowy, roztwór 35 % (m/m).

e) Roztwór wzorcowy żelaza, przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.75 i rozcieńczony w stosunku 1+99 roztworem kwasu siarkowego o $c(\frac{1}{2} H_2SO_4) = 0,001 \text{ mol/l}$. 1 ml tego roztworu zawiera 0,01 mg Fe^{3+} .

4. Przygotowanie krzywej wzorcowej

a) Wstępne wyznaczenie pH. Do zlewki pojemności 100 ml odmierzyć 10 ml kwasu solnego, dodać 40 ml wody, 1 ml roztworu chlorowodoru hydroksylaminy i 5 ml roztworu 2,2'-dwupirydyłu. Roztwór wymieszać i pozostawić na 10 min. Następnie kontrolując pH za pomocą pehametru i dodając z biurety roztwór octanu amonowego doprowadzić roztwór do pH 3,1. Zanotować objętość roztworu octanu amonowego.

¹⁾ W zakresie p. 2.5.

b) Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej.

Do zlewki pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0; 2,0; 5,0; 8,0; 11,0; 14,0; 17,0; 20,0 ml roztworu wzorcowego żelaza, co odpowiada: 0; 0,02; 0,05; 0,08; 0,11; 0,14; 0,17; 0,20 mg Fe^{3+} (próba bez roztworu wzorcowego żelaza będzie roztworem kompensacyjnym). Do każdej zlewki dodać po 10 ml kwasu solnego i rozcieńczyć wodą do objętości około 50 ml. Następnie dodać po 1 ml roztworu chlorowodoru hydroksylaminy i 5 ml roztworu 2,2'-dwupirydyłu oraz pozostawić roztwory na 10 min. Po upływie tego czasu dodać taką ilość roztworu octanu amonowego, jaka została określona przy wyznaczaniu pH wg 4.1. Roztwory ogrzewać na łaźni wodnej w temperaturze 75 °C w ciągu 15 min, ostudzić do temperatury otoczenia, przenieść ilościowo do kolb pomiarowych pojemności 100 ml, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Zmierzyć absorbancję roztworów barwnych przy długości fali 520 nm w kuwetach o grubości warstwy absorpcyjnej 1 cm, stosując roztwór kompensacyjny jako odnośnik.

Dla otrzymanych danych wykreślić krzywą wzorcową układając na osi rzędnych wartości absorbancji, a na osi odciętych zawartość żelaza w miligramach.

5. Wykonanie oznaczenia. Do zlewki pojemności 400 ml odważyć z dokładnością do 0,001 g ilość badanego produktu wg tablicy.

| Badany produkt | Odważka, g |
|-------------------------|------------|
| Fosforan jednosodowy | 5 |
| Fosforan dwusodowy | 5 |
| Fosforan trójsodowy | 10 |
| Fosforan jednoamonowy | 2 |
| Fosforan dwuamonowy | 10 |
| Pirofosforan dwusodowy | 5 |
| Trójpolifosforan sodowy | 5 |

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Nieorganicznego
 Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 10 września 1982 r.
 jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1983 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 7/1983 poz. 13)

Próbkę rozpuścić w 100 ml wody i dodać 10 ml roztworu kwasu solnego. W przypadku pirofosforanu dwusodowego oraz trójpolifosforanu sodowego, do roztworu dodać dodatkowo 10 ml roztworu kwasu solnego, zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym, ogrzać roztwór do wrzenia i utrzymać w stanie wrzenia przez 1 h, po czym ostudzić. Roztwór próbki fosforanu dwuamonowego przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 ml, roztwory pozostałych soli fosforowych – do kolby pomiarowej pojemności 250 ml. W temperaturze 20 °C roztwór uzupełnić wodą do kreski, wymieszać i jeżeli jest mętny, przesączyć przez suchy sączek do suchego naczynia, odrzucając pierwszą porcję przesączu. Do zlewki pojemności 100 ml odmierzyć pipetą w przypadku gatunku "oczyszczony" 25 ml roztworu, w przypadku gatunku "techniczny" 10 ml roztworu. Następnie dodać 10 ml roztworu kwasu solnego, rozcieńczyć wodą do objętości około 50 ml i dalej postępować wg 4b). Skontrolować pehametrem końcową wartość pH; powinna ona wynosić 3,1.

Równoległe, w ten sam sposób, przygotować próbę ślepa przy użyciu tych samych odczynników (w przypadku badania pirofosforanu lub trójpolifosforanu należy uwzględnić hydrolizę).

Zmierzyć absorbancję roztworów przy długości fali 520 nm w kuwetach o grubości warstwy absorpcyjnej 1 cm, stosując roztwór kompensacyjny, przygotowany wg 4b), ja-

ko odnośnik. Dla zmierzonych wartości absorbancji odczytać z krzywej wzorcowej zawartość żelaza.

Jeżeli zawartość żelaza, oznaczona dla próbki, wykracza poza przedział 0,02 ± 0,2 mg, oznaczenie należy powtórzyć, zmniejszając lub zwiększając stosownie odważkę badanego produktu.

Zawartość żelaza (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V_1 \cdot 100}{m_3 \cdot V_2 \cdot 1000} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V_1}{m_3 \cdot V_2 \cdot 10}$$

w którym:

- m_1 – zawartość żelaza w próbce badanej odczytana z krzywej wzorcowej, mg,
- m_2 – zawartość żelaza w próbce ślepej odczytana z krzywej wzorcowej, mg,
- V_1 – objętość roztworu próbki badanej, ml,
- m_3 – odważka badanego produktu, g,
- V_2 – objętość roztworu próbki badanej, wzięta do bezpośredniego oznaczenia, ml.

6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 20 % wyniku niższego, wyrażonego jako błąd względny.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę – Zjednoczenie Przemysłu Nieorganicznego, Warszawa i Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice.

2. Normy związane
PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

3. Normy zagraniczne i międzynarodowe
Anglia BS 4427: Part 3. Methods of test for sodium tripolyphosphate and sodium pyrophosphate. Determination of iron content

ISO/R 852. Sodium tripolyphosphate and sodium pyrophosphate for industrial use. Determination of iron content. 2,2'-bipyridyl spectrophotometric method

RWPG СТ СЭВ 1940-79 Фосфор и неорганические соединения фосфора. Метод определения содержания железа

4. Autor projektu normy– Zespół Analityczny Instytutu Chemii Nieorganicznej, Gliwice.