

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-82 6016-42.04
	Sole fosforowe Oznaczanie zawartości ołowiu metodą fotokolorymetryczną z zastosowaniem ditizonu	
	Zamiast BN-74/6016-42 ¹⁾	
Grupa katalogowa 1019		

1. Zasada metody polega na ekstrakcji ołowiu z roztworu wodnego roztworem ditizonu w czterochlorku węgla i fotokolorymetrycznym pomiarze absorbancji barwnego ditizonianu ołowiu przy długości fali 520 nm.

2. Aparatura. Spektrofotometr lub fotokolorymetr z kurtkami o grubości warstwy absorpcyjnej 5 cm.

3. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak, roztwór 12 % (m/m).

b) Chlorowodorek hydroksylaminy, roztwór 30 % (m/m).

Roztwór doprowadzić roztworem amoniaku do pH 9 i oczyścić przez ekstrakcję małymi porcjami roztworu roboczego ditizonu w czterochlorku węgla, aż warstwa czterochlorkowa nie będzie zmieniać zabarwienia. Roztwór jest nietrwały.

c) Cyjanek potasowy, substancja silnie toksyczna²⁾, roztwór 10 % (m/m) przygotowany w następujący sposób: około 35 % (m/m) roztwór cyjanku potasowego wytrząsać w rozdzielaczu z małymi porcjami roztworu roboczego ditizonu w czterochlorku węgla. Gdy warstwa czterochlorkowa przestanie się zabarwiać na różowo, wytrząsać roztwór wodny z 2 ÷ 3 porcjami czterochlorku węgla. Oczyszczony, klarowny roztwór wodny cyjanku potasowego rozcieńczyć wodą do stężenia 10 % (m/m) i przechowywać w butelce polietylenowej.

d) Cytrynian amonowy, roztwór otrzymany w następujący sposób: 210 g roztworu amoniaku (0,91) zmieszać z 150 ml wody, dodawać małymi porcjami 200 g kwasu cytrynowego i mieszać do rozpuszczenia, następnie zobojętnić roztworem amoniaku o stężeniu 12 % (m/m) do pH około 9 i wytrząsać w rozdzielaczu z małymi porcjami roztworu ditizonu w czterochlorku węgla tak długo, aż warstwa czterochlorkowa nie będzie zmieniać zabarwienia.

e) Ditizon, roztwór podstawowy w czterochlorku węgla o stężeniu około 0,006 % (m/m) przygotowany w następujący sposób: rozpuścić 0,050 g ditizonu w 100 ml czterochlorku węgla, roztwór przesączyć przez sączek bibułowy do rozdzielacza pojemności 500 ml. Zielony roztwór czterochlorkowy wytrząsać ze 100 ml roztworu amoniaku o stężeniu 0,5 % (m/m). Brunatną warstwę czterochlorkową odrzucić, natomiast pomarańczowy, amoniakalny roztwór ditizonu zakwaszyć kwasem solnym o $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$ i wytrząsać z 200 ml czterochlorku węgla aż do odbarwienia fazy wodnej. Zielony czterochlorkowy roztwór ditizonu rozcieńczyć rozpuszczalnikiem do objętości 500 ml i przechowywać w butelce z ciemnego szkła pod warstwą kwasu siarkowego (1+9).

f) Ditizon, roztwór roboczy o stężeniu 0,0015 % (m/m) sporządzić przez rozcieńczenie roztworu podstawowego ditizonu czterochlorkiem węgla w stosunku 1+3. Roztwór roboczy ditizonu przygotowywać bezpośrednio przed użyciem.

g) Fenoloftaleina, roztwór 1 % (m/m) w alkoholu etylowym rektyfikowanym.

h) Roztwór wzorcowy ołowiu, przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2, 2. 1. 46 i rozcieńczony roztworem kwasu azotowego o $c(\text{HNO}_3) = 0,001 \text{ mol/l}$ w stosunku 1+999. 1 ml tego roztworu zawiera 0,001 mg Pb^{2+} . Roztwór ten należy świeżo przygotowywać przed użyciem.

4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej.

Do zlewek pojemności 50 ml odmierzyć kolejno: 2, 0; 4, 0; 6, 0; 8, 0; 10, 0; 12, 0; 14, 0 ml roztworu wzorcowego ołowiu, co odpowiada: 0,002; 0,004; 0,006; 0,008; 0,010; 0,012; 0,014 mg Pb^{2+} . Roztwory rozcieńczyć wodą do objętości 20 ml, dodać 10 ml roztworu cytrynianu amonowego i po upływie 5 min zobojętnić roztworem amoniaku wobec fenoloftaleiny. Przenieść roztwory ilościowo do rozdzielacza pojemności 100 ml, dodać po 1 ml chlorowodoru hydroksylaminy, 5 ml cyjanku potasowego i wytrząsać z 5 ml

¹⁾ W zakresie p. 2. 6.

²⁾ Przepisy bezpieczeństwa pracy i ratowania osób zatrutych cyjankami - wg BN-75/6068-06.

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)

porcjami roboczego roztworu ditazonu tak długo, aż ostatnia dodana porcja roztworu ditazonu przestanie zmieniać swe zabarwienie na różowe. Ekstrakty ditazonowe, dla każdego z wzorców, łączyć i przemywać przez wytrząsanie z dwiema 10 ml porcjami roztworu cyjanku potasowego, rozcieńczonego przed tym wodą w stosunku 1+19. Następnie różowe ekstrakty przemyć wytrząsając z wodą i przenieść do kolb pomiarowych pojemności 50 ml. Roztwory w kolbach rozcieńczyć czterochlorkiem węgla do kreski i dobrze wymieszać. Zmierzyć absorbancję roztworów barwnych przy długości fali 520 nm w kuwetach o grubości warstwy absorpcyjnej 5 cm, stosując czterochlorek węgla jako odnośnik. Dla otrzymanych danych wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych wartości absorbancji, a na osi odciętych - zawartość ołowiu w miligramach.

5. Wykonanie oznaczania. Do zlewki pojemności 150 ml odmierzyć pipetą objętość badanego roztworu, przygotowanego wg ark. 03 p. 1. 4, zgodnie z tablicą.

Badany produkt	Objętość roztworu przygotowanego wg ark. 03 ml
Fosforan jednosodowy	25
Fosforan dwusodowy	25
Fosforan jednoamonowy	10
Fosforan dwuamonowy	10
Pirofosforan dwusodowy	25

Dodać 10 ml roztworu cytrynianu amonowego i dalej postępować jak przy sporządzaniu skali wzorców wg p. 4. Rów-

nolegle wykonać ślepią próbę w ten sam sposób i przy użyciu tych samych odczynników (w przypadku pirofosforanu należy uwzględnić hydrolizę). Dla zmierzonych wartości absorbancji odczytać z krzywej wzorcowej zawartość ołowiu.

Jeżeli zawartość ołowiu, oznaczona dla próbki, wykracza poza przedział $0,002 \pm 0,014$ mg, oznaczanie należy powtórzyć zmniejszając lub zwiększając stosownie odważkę badanego produktu.

Zawartość ołowiu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V_1 \cdot 100}{m_3 \cdot V_2 \cdot 1000} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V_1 \cdot 0,1}{m_3 \cdot V_2}$$

w którym:

- m_1 - zawartość ołowiu w próbce badanej odczytana z krzywej wzorcowej, mg,
- m_2 - zawartość ołowiu w próbie 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 odmierzona do oznaczania ołowiu, 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. Instytucje opracowujące 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

BN-75/6068-06 Sole do celów galwanotechnicznych. Cyjanek sodowy

BN-82/6016-42.03 Sole fosforowe. Oznaczanie zawartości

ci żelaza metodą fotokolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwupirydylu

3. Normy międzynarodowe

RWPG СТ СЭВ 1425-78 Фосфор и неорганические соединения фосфора. Метод определения содержания свинца

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