

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-82
	Sole fosforowe	6016-42.06
	Oznaczanie zawartości chlorków	Zamiast BN-74/6016-42 ¹⁾
		Grupa katalogowa 1019

1. WSTĘP

Przedmiotem normy są metody oznaczania zawartości chlorków w solach fosforowych:

- a) merkurymetryczna,
- b) argentometryczna,

2. METODA MERKURYMETRYCZNA

2.1. Zasada metody polega na miareczkowaniu jonów chlorkowych roztworem azotanu rtęciowego wobec dwufenylokarbazonu jako wskaźnika.

Metody nie stosuje się do oznaczania zawartości chlorków w fosforanach amonowych.

2.2. Aparatura. Pehametr wyposażony w elektrody szklaną oraz kalomelową.

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Azotan rtęciowy, roztwór o $c \left[\frac{1}{2} \text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \right] = 0,02 \text{ mol/l}$, przygotowany w następujący sposób: 3,3360 g azotanu rtęciowego, $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$, rozpuścić w wodzie, dodać 1 ml kwasu azotowego (1+1), dopełnić wodą do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 1 l i wymieszać.

b) Błękit bromofenolowy, roztwór w 48 % (V/V) alkoholu etylowym, przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.2.

c) Chlorek sodowy, roztwór wzorcowy o $c(\text{NaCl}) = 0,0200 \text{ mol/l}$, przygotowany w następujący sposób: 1,1691 g chlorku sodowego, wyprażonego w temperaturze 400°C , rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 1 l i dopełnić wodą do kreski.

d) Dwufenylokarbazon, roztwór przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.5.5.

e) Kwas azotowy, roztwór 1+1.

2.4. Przygotowanie próby porównawczej do oceny punktu końcowego miareczkowania. Do zlewki pojemności 400 ml odmierzyć 200 ml wody, dodać 5 kropeł roztworu błękitu

¹⁾W zakresie p. 2.8.

bromofenolowego i kroplami dodawać roztwór kwasu azotowego do zmiany barwy z niebieskiej na żółtą. Dodać 3 krople nadmiaru kwasu azotowego; pH roztworu w zlewce, sprawdzane pehametrem, powinno wynosić $1,9 \pm 0,1$. Roztwór przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności 500 ml, dodać 1,5 ml roztworu dwufenylokarbazonu i miareczkować roztworem azotanu rtęciowego do zmiany zabarwienia z żółtego na różowofioletowe.

2.5. Mianowanie roztworu azotanu rtęciowego. Do zlewki pojemności 400 ml odmierzyć biuretą 10,0 ml wzorcowego roztworu chlorku sodowego, dodać 180 ml wody, 5 kropeł roztworu błękitu bromofenolowego i kroplami roztwór kwasu azotowego do zmiany zabarwienia roztworu z niebieskiego na żółte. Dalej mianowanie wykonać wg 2.4. Miareczkowanie roztworem azotanu rtęciowego prowadzić do wyrównania zabarwienia roztworu z zabarwieniem próby porównawczej.

Porównywanie zabarwienia przeprowadzać przy równej objętości roztworów.

Stężenie mianowanego roztworu azotanu rtęciowego $c \left[\frac{1}{2} \text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \right]$ obliczyć w molach na litr wg wzoru

$$c \left[\frac{1}{2} \text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \right] = c(\text{NaCl}) \cdot \frac{10}{V_1 - V_2} \quad (1)$$

w którym:

$c(\text{NaCl})$ - stężenie molowe roztworu wzorcowego chlorku sodowego, równe $0,0200 \text{ mol/l}$,

V_1 - objętość roztworu azotanu rtęciowego, użytego do miareczkowania $10,0 \text{ ml}$ roztworu wzorcowego chlorku sodowego, ml,

V_2 - objętość roztworu azotanu rtęciowego, użytego do przygotowania próby porównawczej, ml.

2.6. Wykonanie oznaczania. Do zlewki pojemności 400 ml odważyć z dokładnością do $0,001 \text{ g}$ ilość badanego produktu wg tablicy.

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)

Badany produkt	Odważka, g
Fosforan jednosodowy	5
Fosforan dwusodowy	5
Fosforan trójsodowy	1
Piropfosforan dwusodowy	5

Próbkę rozpuścić w 200 ml wody lekko podgrzewając, jeśli trzeba. Po ostudzeniu dodać 5 kropel roztworu błękitu bromofenolowego i dalej postępować jak w 2.5.

Zawartość chlorków (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,00071 \cdot 100}{m} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,071}{m} \quad (2)$$

w którym:

V_1 - objętość roztworu azotanu rtęciowego, odpowiadająca stężeniu $c \left[\frac{1}{2} \text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \right] = 0,0200 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania roztworu próbki, ml,

V_2 - objętość roztworu azotanu rtęciowego, odpowiadająca stężeniu $c \left[\frac{1}{2} \text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \right] = 0,0200 \text{ mol/l}$, zużytego do przygotowania próby porównawczej, ml,

m - odważka badanego produktu, g,

0,00071 - ilość chlorków odpowiadająca 1 ml roztworu azotanu rtęciowego o $c \left[\frac{1}{2} \text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \right] = 0,0200 \text{ mol/l}$, g.

2.7. Wynik końcowy oznaczenia. Za wynik końcowy oznaczenia należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 5 % wyniku niższego, wyrażonego jako błąd względny.

3. METODA POTENCJOMETRYCZNA

3.1. Zasada metody polega na potencjometrycznym miareczkowaniu jonów chlorkowych roztworem azotanu srebrowego.

3.2. Aparatura

a) Pehametr wyposażony w elektrody srebrową i siarczanowo-rtęciową.

b) Biureta pojemności 5 ml.

3.3. Odczynniki i roztwory

a) Azotan srebrowy, roztwór o $c(\text{AgNO}_3) = 0,05 \text{ mol/l}$.

b) Kwas azotowy, roztwór o $c(\text{HNO}_3) = 5 \text{ mol/l}$.

3.4. Wykonanie oznaczenia. Odważyć 1 g próbki soli fosforowych zawierających 0,1 ± 1 % chlorków albo 10 g próbki soli fosforowych zawierających 0,01 ± 0,1 % chlorków, z dokładnością do 0,001 g. Odważoną próbkę rozpuścić w zlewce w 160 ml wody. Następnie dodać 50 ml roztworu kwasu azotowego i zmiareczkować potencjometrycznie roztworem azotanu srebrowego. Równoległe, w ten sam sposób wykonać miareczkowanie potencjometryczne próby porównawczej, przygotowanej przez zmieszanie 50 ml roztworu kwasu azotowego i 160 ml wody.

Zawartość chlorków (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,001773 \cdot 100}{m} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,1773}{m} \quad (3)$$

w którym:

V_1 - objętość roztworu azotanu srebrowego, odpowiadająca stężeniu $c(\text{AgNO}_3) = 0,0500 \text{ mol/l}$, zużytego do zmiareczkowania roztworu próbki, ml,

V_2 - objętość roztworu azotanu srebrowego, odpowiadająca stężeniu $c(\text{AgNO}_3) = 0,0500 \text{ mol/l}$, zużytego do zmiareczkowania próby porównawczej, ml,

m - odważka badanego produktu, g,

0,001773 - ilość chlorków odpowiadająca 1 ml roztworu azotanu srebrowego o $c(\text{AgNO}_3) = 0,0500 \text{ mol/l}$, g.

3.5. Wynik końcowy oznaczenia. Za wynik końcowy oznaczenia należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,04 % przy zawartości chlorków w próbce 0,1 ± 1 % oraz 0,002 % przy zawartości chlorków w próbce 0,01 ± 0,1 %.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Normy związane

PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników

3. Normy międzynarodowe

RWPG СТ СЭВ 1424-78 Фосфор и неорганические соединения фосфора. Метод определения содержания хлоридов - norma zgodna.

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