

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-82
	Sole fosforowe	6016-42 02
	Metody oznaczania ogólnej zawartości P_2O_5 , zawartości pirofosforanu sodowego, zawartości trojpolifosforanu sodowego	Zamiast BN 74/6016 42 ¹⁾ Grupa katalogowa 1019

1. WSTĘP

Przedmiotem normy są metody oznaczania w solach fosforowych

- ogólnej zawartości P_2O_5 ,
- zawartości pirofosforanu sodowego,
- zawartości trojpolifosforanu sodowego

2. OZNACZANIE OGÓLNEJ ZAWARTOŚCI P_2O_5

2.1. Zasada metody polega na miareczkowaniu fosforanów mianowanym roztworem chlorku magnezowego w alkalicznym środowisku wodno-alkoholowym wobec wskaźnika tymoloftaleksonu i fenoloftaleiny, po uprzednim zamaskowaniu przeszkadzających kationów (Ca, Fe, Al) wersenianem dwusodowym. Probkę pirofosforanu i trojpolifosforanu przed oznaczaniem zawartości P_2O_5 należy zhydrolizować

2.2. Aparatura, Mieszadło magnetyczne

2.3. Odczynniki i roztwory

- Alkohol etylowy 96 % (V/V), alkohol metylowy lub aceton
- Bufor amonowy, roztwór 50 g chlorku amonowego rozpuścić w wodzie, dodać 400 ml roztworu amoniaku (0,91), rozcieńczyć wodą do objętości 1 l i wymieszać
- Chlorek magnezowy, roztwór o $c(MgCl_2) = 0,05 \text{ mol/l}$
- Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 1 % (m/m)
- Fosforan jednopotasowy (wg Soerensena), roztwór wzorcowy o $c(KH_2PO_4) = 0,0500 \text{ mol/l}$ 1,7011 g fosforanu jednopotasowego, KH_2PO_4 , rozpuścić w wodzie i rozcieńczyć w kolbie pomiarowej pojemności 250 ml
- Kwas solny (1,19)
- Tymoloftalekson
- Wersenian dwusodowy (EDTA), roztwór o $c(C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2) = 0,05 \text{ mol/l}$

¹⁾ W zakresie p 2 2, 2 3, 2 4

2.4. Mianowanie roztworu chlorku magnezowego Do zlewki

pojemności 250 ml odmierzyć buretą 25,0 ml roztworu wzorcowego fosforanu jednopotasowego (wg 2 3e), dodać 10 ml wody, 10 ml buforu amonowego, 35 ml alkoholu etylowego (metylowego lub acetonu), 2 - 3 krople roztworu fenoloftaleiny i szczyptę tymoloftaleksonu. Do roztworu przy ciągłym mieszaniu na mieszadle magnetycznym dodać burety pełną ilość chlorku magnezowego potrzebnej do całkowitego wytrącenia fosforanów ($12 \pm 13 \text{ ml}$) i dalej mieszać około 5 min. Zabarwienie roztworu zmienia się z niebieskiego na różowe. Dodać następnie szczyptę tymoloftaleksonu i domiareczkować roztwór małymi porcjami chlorku magnezowego do uzyskania niebieskiego zabarwienia nie znikającego w ciągu 1 min. Równolegle należy wykonać co najmniej 3 miareczkowania wzorcowego roztworu. Stężenie mianowanego roztworu chlorku magnezowego $c(MgCl_2)$ obliczyć w molach na litr wg wzoru

$$c(MgCl_2) = c(KH_2PO_4) \frac{25}{V} \quad (1)$$

w którym

$c(KH_2PO_4)$ - stężenie molowe roztworu wzorcowego fosforanu jednopotasowego, równe $0,0500 \text{ mol/l}$,
 V - objętość roztworu chlorku magnezowego, zużytego do miareczkowania 25,0 ml roztworu wzorcowego fosforanu jednopotasowego, ml

2.5. Wykonanie oznaczania, Do zlewki pojemności 400 ml odważyć z dokładnością do 0,0002 g ilość badanego produktu wg tablicy

Nazwa produktu badanego	Odważka, g
Fosforan jednosodowy	2
Fosforan dwusodowy	4
Fosforan trojsodowy	4
Fosforan jednoamonowy	1,5
Fosforan dwuamonowy	1,5
Pirofosforan dwusodowy	1,5
Trojpolifosforan sodowy	1,5

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

W przypadku pirofosforanu oraz trójpolifosforanu do roztworu dodać 20 ml kwasu solnego i ogrzewać w temperaturze wrzenia pod szkiełkiem zegarkowym w ciągu 1 h, a następnie roztwór ostudzić. Przenieść roztwór ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 ml, uzupełnić wodą do kreski w temperaturze 20 °C i wymieszać. Do zlewki pojemności 250 ml odpipetować 25,0 ml tego roztworu, dodać 5 ml roztworu wersenianu dwusodowego, 10 ml buforu amonowego, szczyptę tymoloftaleksonu i nadmiar wersenianu odmiareczkować roztworem chlorku magnezowego do zmiany zabarwienia z szaroniebieskiego do wyraźnie niebieskiego (miareczkowanie I). Następnie dodać 35 ml alkoholu etylowego (metylowego lub acetonu), 2-3 krople fenoloftaleiny. Przy ciągłym mieszaniu na mieszadle magnetycznym odmierzyć z biurety 12 ± 13 ml roztworu chlorku magnezowego. Mieszać roztwór jeszcze przez 5 min. Zabarwienie roztworu zmienia się z niebieskiego na różowe. Dodać następnie szczyptę tymoloftaleksonu i odmiareczkować badany roztwór chlorkiem magnezowym, dodając go małymi porcjami. Pod koniec miareczkowania roztwór chlorku magnezowego dodawać kroplami do uzyskania niebieskiego zabarwienia się znikającego w ciągu 1 min (miareczkowanie II).

Ogólną zawartość $P_2O_5(X_1)$ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V}{m} \cdot \frac{0,003549}{25} \cdot \frac{250}{100} = \frac{V}{m} \cdot \frac{3,549}{100} \quad (2)$$

w którym

V – objętość roztworu chlorku magnezowego, odpowiadająca stężeniu $c(MgCl_2) = 0,0500 \text{ mol/l}$, zużytego w miareczkowaniu II, ml,

0,003549 – ilość P_2O_5 odpowiadająca 1 ml roztworu chlorku magnezowego o $c(MgCl_2) = 0,0500 \text{ mol/l}$, g,

m – odważka badanego produktu, g

2.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,5 % wyniku niższego, wyrażonego jako błąd względny

3. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI PIROFOSFORANU SODOWEGO

3.1. Zasada metody polega na przeprowadzeniu pirofosforanu sodowego w pirofosforan cynkowy w środowisku kwasu solnego przy pH 3,80 działaniem siarczanu cynkowego. Wydzielony kwas siarkowy odmiareczkuje się potencjometrycznie mianowanym roztworem wodorotlenku sodowego

3.2. Aparatura

- Mieszadło magnetyczne
- Pehametr wyposażony w elektrodę szklaną i kalomelową

3.3. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny, roztwór o $c(HCl) = 1 \text{ mol/l}$
- Siarczan cynkowy, roztwór 7 % (m/m), otrzymany przez rozpuszczenie 125 g siarczanu cynkowego, $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$, w 875 ml wody. Przy użyciu pehametru ustalić pH 3,80, dodając kroplami roztwór wodorotlenku sodowego o $c(NaOH) = 0,1 \text{ mol/l}$ albo roztwór kwasu siarkowego o $c(\frac{1}{2} H_2SO_4) = 0,1 \text{ mol/l}$
- Wodorotlenek sodowy, roztwór o $c(NaOH) = 0,1 \text{ mol/l}$

3.4. Wykonanie oznaczania. Około 0,4 g badanej próbki pirofosforanu sodowego odważyć z dokładnością 0,0002 g, rozpuścić w 100 ml wody w zlewce pojemności 250 ml. Do roztworu dodawać powoli, mieszając na mieszadle magnetycznym, kwas solny do uzyskania pH 3,80 (kontrola pH za pomocą pehametru). W czasie miareczkowania należy utrzymywać temperaturę roztworu równą $20 \pm 1^\circ C$. Następnie dodać 50 ml roztworu siarczanu cynkowego o temperaturze $20 \pm 1^\circ C$ i mieszać około 2 min. Roztwór miareczkować w następujący sposób: dodawać z biurety po kropli, bardzo powoli roztwór wodorotlenku sodowego i mieszać roztwór na mieszadle magnetycznym do uzyskania pH 3,6. W momencie osiągnięcia tego pH wstrzymać miareczkowanie, a roztwór mieszać równomiernie jeszcze w ciągu 2 min. Następnie dalej miareczkować do uzyskania pH 3,80, dodając wodorotlenek sodowy kroplami i odczekując co najmniej 30 s po dodaniu każdej kropli. Zawartość pirofosforanu dwusodowego $Na_2H_2P_2O_7(X_2)$ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{V}{m} \cdot \frac{0,011}{100} = \frac{V}{m} \cdot \frac{1,1}{100} \quad (3)$$

w którym

V – objętość roztworu wodorotlenku sodowego, odpowiadająca stężeniu $c(NaOH) = 0,1000 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania, ml,

0,011 – ilość pirofosforanu dwusodowego odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o $c(NaOH) = 0,1000 \text{ mol/l}$, g,

m – odważka badanego produktu, g

Zawartość pirofosforanu czterosodowego $Na_4P_2O_7(X_3)$ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{V}{m} \cdot \frac{0,01317}{100} = \frac{1,317}{m} \cdot \frac{V}{100} \quad (4)$$

w którym

V – objętość roztworu wodorotlenku sodowego, odpowiadająca stężeniu $c(NaOH) = 0,1000 \text{ mol/l}$, zużytego do miareczkowania, ml

0,01317 – ilość pirofosforanu czterosodowego odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,1000 \text{ mol/l}$, g,

m – odważka badanego produktu, g

3.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,5 % wyniku niższego, wyrażonego jako błąd względny

4. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI TROJPOLIFOSFORANU SODOWEGO

4.1. Zasada metody polega na wytrącaniu trojpolifosforanu sodowego, $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$, za pomocą chlorku etylenodwuaminokobaltowego i wagowym oznaczeniu otrzymanego osadu

Ze względu na możliwość hydrolizy oznaczenie należy wykonywać bezpośrednio po rozpuszczeniu próbki

4.2. Aparatura

- Lekki szklany ze spiekem szklanym G-4
- Mieszadło magnetyczne
- Pehametr wyposażony w elektrody szklaną i kalomelową

4.3. Odczynniki i roztwory

- Chlorek etylenodwuaminokobaltowy, $\text{Co}(\text{NH}_2\text{-C}_2\text{H}_4\text{-NH}_2)_3\text{Cl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, w skrócie $\text{Co}(\text{En})_3\text{Cl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, roztwór przygotowany w następujący sposób 60 g chlorku etylenodwuaminokobaltowego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 1 l, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać
- Kwas solny, roztwór (1 + 1)
- Woda zakwaszona kwasem solnym do pH 2,5

4.4. Wykonanie oznaczania Do zlewki pojemności 150 ml odważyć z dokładnością do 0,0002 g około 2 g badanego trojpolifosforanu sodowego, rozpuścić w 40 ml wody, mieszając przy tym na mieszadle magnetycznym. Roztwór przelać ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 200 ml, dopełnić wodą do kreski, dobrze wymieszać i jeżeli trzeba, przesączyć przez suchy sączek o najwyższej twardości do suchego naczynia, odrzucając pierwszą porcję przesączu. Odmierzyć pipetą 50,0 ml otrzymanego roztworu do zlewki pojemności 150 ml. Dodać kwasu solnego do uzyskania pH 2,5, mierząc pH na pehametrze. Zlewkę z roztworem umieścić na mieszadle mechanicznym i z biurety dodawać kroplami 12 ml roztworu chlorku etylenodwuaminokobaltowego. Po dodaniu tej ilości odczynnika roztwór mieszać jeszcze w ciągu 15 min. Wytrącony osad przesączyć przez wysuszony i zważony lejek ze spiekem szklanym G-4. Osad przemyć trzy razy zakwaszoną kwasem solnym wodą, biorąc 5 – 10 ml tej wody. Osad suszyć w temperaturze 110°C do stałej masy

Zawartość trojpolifosforanu sodowego (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 0,6939 \cdot 200 \cdot 100}{m_2 \cdot 50} = \frac{m_1 \cdot 277,56}{m_2} \quad (5)$$

w którym

m_1 – masa wysuszonego osadu $\text{Co}(\text{En})_3\text{H}_2\text{P}_3\text{O}_{10} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, g,

0,6939 – mnożnik przeliczeniowy $\text{Co}(\text{En})_3\text{H}_2\text{P}_3\text{O}_{10} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ na $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$,

m_2 – odważka badanego produktu, g

4.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,5 % 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 międzynarodowe

ISO/DIS 2999 Pyrophosphate de sodium a usage industriel – Évaluation de la teneur en pyrophosphate – Methode potentiometrique

ISO/DIS 3000 Tripolyphosphate de sodium à usage industriel – Evaluation de la teneur en tripolyphosphates –

Méthode gravimétrique au chlorure de cobalt – triéthylène/diamine

RWPG СТ СЭВ 1937-79 Фосфор и неорганические соединения фосфора. Метод определения содержания общего P_2O_5 .

СТ СЭВ 1421-78 Фосфор и неорганические соединения фосфора. Метод определения содержания пентанатрийтрифосфата.

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