


| | | |
|--|--|--|
|  POLSKI KOMITET NORMALIZACJI, MIAR I JAKOŚCI | P O L S K A N O R M A | |
| | Sól (Chlorek sodowy) Oznaczanie zawartości wapnia i magnezu metodą kompleksometryczną | |
| | PN-80 C-84081.25 | |
| | Grupa katalogowa 0159 | |
| Salt (Sodium chloride) Determination of calcium and magnesium content Complexometric method | Sel (Chlorure de sodium) Dosage du calcium et du magnesium Méthode complexométrique | Соль (Натрий хлористый) Определение содержания кальция и магния комплексометрическим методом |

1. Zasada metody. Wapń oznacza się kompleksometrycznie wobec GBHA jako wskaźnika. Magnez oznacza się kompleksometrycznie łącznie z wapniem wobec czerni eriochromowej T jako wskaźnika. Magnez oblicza się z różnicy.

2. Odczynniki i roztwory

a) Czerni ET, mieszanina 0,4-procentowa z NaCl: dokładnie rozetrzeć w moździerzu agatowym i wymieszać 0,4 g czerni eriochromowej T ze 100 g NaCl, uważając, aby mieszanina była homogeniczna.

b) Alkohol etylowy, roztwór 95-procentowy.

c) Glioksalo-dwu-(2-hydroksyanil)-GBHA, roztwór alkoholowy około 0,25-procentowy: do butelki z ciemnego szkła pojemności 100 cm³ zaopatrzonej w korek ze szlifem wprowadzić około 0,25 g GBHA. Dodać 100 cm³ etanolu i mieszać do rozpuszczenia.

d) Roztwór buforowy: rozpuścić 54 g chlorku amonowego w wodzie. Dodać 350 cm³ amoniaku (0,91) i rozcieńczyć wodą do objętości 1 dm³.

e) Trójetanoloamina, roztwór 25-procentowy: 25 cm³ trójetanoloaminy rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

f) Wersenian dwusodowy, roztwór 0,02M. (0,841g/l)

g) Wodorotlenek sodowy, roztwór około 2N: rozpuścić 80 g wodorotlenku sodowego w wodzie i rozcieńczyć do 1000 cm³.

3. Wykonanie oznaczania

• a) Oznaczanie wapnia. Do kolby stożkowej pojemności 250 cm³ odmierzyć 50 cm³ roztworu A wg PN-80/C-84081.21. Dodawać kolejno 2 cm³ trójetanoloaminy, 10 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego, 15 cm³ alkoholu etylowego i 1 cm³ roztworu GBHA. pH roztworu powinno być wyższe od 12, w przeciwnym razie dodać odpowiednią ilość roztworu wodorotlenku sodowego. Odczekać około 2 min i miareczkować¹⁾ roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany zabarwienia z czerwonego na czysto żółte (porównać ze ślepą próbą). Miareczkowanie powinno trwać mniej niż 3 minuty.

b) Oznaczanie wapnia i magnezu. Do kolby stożkowej pojemności 500 cm³ odmierzyć 100 cm³ roztworu A wg PN-80/C-84081.21 i rozcieńczyć wodą do objętości około 200 cm³. Dodawać kolejno: 2 cm³ trójetanoloaminy, 5 cm³ roztworu buforowego i nieznacznie mniej niż podwójną objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do oznaczenia wapnia wg poz. a).

Roztwór ogrzać do temperatury 50°C i dodać około 0,1 g czerni ET. Kontynuować dodawanie roztworu wersenianu, powoli, w szczególności w pobliżu punktu końcowego aż do zmiany barwy z winnoczerwonej do niebieskiej (bez odcienia fioletowego).

¹⁾ Jeżeli miareczkowanie wg poz. a) i b) wymaga więcej niż 50 cm³ roztworu EDTA należy zmniejszyć objętość badanej próbki i uwzględnić to w obliczeniach.

Zgłoszona przez Ministerstwo Przemysłu Chemicznego
 Ustanowiona przez Polski Komitet Normalizacji, Miar i Jakości dnia 10 czerwca 1980 r.
 jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1981 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 13/1980 poz. 55)
 Przedruk dozwolony tylko za zgodą Polskiego Komitetu Normalizacji, Miar i Jakości

4. Obliczanie wyników. Zawartość wapnia Ca (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,0008016 \cdot 1000 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 50 (100 - W)} = \frac{V \cdot 160,32}{m(100 - W)} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,02M roztworu EDTA zużytego do miareczkowania wapnia, cm^3 ,

m — odważka badanej próbki pobrana do przygotowania roztworu A wg PN-80/C-84081.21, g,

0,0008016 — liczba gramów wapnia odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,02M roztworu werse-nianu,

W — zawartość wody, oznaczana wg PN-80/C-84081.20, %.

Zawartość magnezu Mg (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V_1 - 2V) \cdot 0,0004864 \cdot 1000 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 100 (100 - W)} = \frac{(V_1 - 2V) \cdot 48,64}{m (100 - W)} \quad (2)$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,02M roztworu werse-nianu zużyta na miareczkowanie wap-nia, cm^3 ,

V_1 — objętość ściśle 0,02M roztworu werse-nianu zużyta do zmiareczkowania sumy wapnia i magnezu, cm^3 ,

m — jw.

0,0004864 — liczba gramów magnezu odpowiadają-ca 1 cm^3 ściśle 0,02M roztworu werse-nianu,

W — zawartość wody, oznaczona wg PN-80/C-84081.20, %.

5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych ozna-czań, między którymi różnica nie przekracza 10% wy-niku niższego.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zjednoczenie Kopalnictwa Surowców Chemicznych, Kraków.

2. Normy związane

PN-80/C-84081.20 Sól (Chlorek sodowy). Oznaczanie zawartości wody

PN-80/C-84081.21 Sól (Chlorek sodowy). Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie i przygotowanie roztworów podstawowych

3. Normy międzynarodowe

ISO 2482-1973 (E) Sodium chloride for industrial use — Determination of calcium and magnesium — EDTA complexometric methods

RWPG СТ 1892-79 Натрий хлористый (Соль). Определение содержания кальция и магния комплексометрическим методом

4. Autor projektu normy — Zespół Analityczny Ośrodka Bada-wczo-Rozwojowego Górnictwa Surowców Chemicznych, Kraków oraz Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice.