

S.R.L. ADEN-TRANSEXIM

Metode de Analiză în condiții de laborator ale Hipocloritului de Sodiu

Determinarea clorului (produs principal)

Generalități

Această metodă este utilizată pentru determinarea conținutului de clor activ a soluțiilor comerciale de hipoclorit de sodiu și ea este specifică pentru clor. Se poate efectua prin titrare potențiometrică automată sau prin titrare volumetrică manuală.

1. Titrarea volumetrică manuală

1.1 Reactivi

Toți reactivii trebuie să fie de calitate analitică recunoscută și apa utilizată trebuie să fie de calitate 3 conform EN ISO 3696.

1.2 Trioxid de arsen, soluție titrată, $c(\text{As}_2\text{O}_3) = 0,025 \text{ mol/l}$.

Se dizolvă 5,0 g As_2O_3 în 30 ml soluție hidroxid de sodiu

$c(\text{NaOH}) = 10 \text{ mol/l}$, într-un vas de 400 ml, se încălzește ușor în scopul ușurării dizolvării. După dizolvare, se adaugă 200 ml apă și se titrează cu o soluție acid sulfuric $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$, utilizând fenolftaleina ca indicator. Se transferă într-un balon cotat de 1 l și se aduce la semn cu apă.

1.3. Hârtie iod-amidonată

Se amestecă 7,5 g amidon cu puțină apă rece și se toarnă într-un litru apă la fierbere. Se lasă să fiarbă câteva minute, apoi se răcește, se adaugă 5 g iodură de potasiu (KI). Se împregnează cu această soluție benzi de hârtie de filtru, se scot și se usucă la aer. După uscare, se taie benzile de hârtie în bucățele mai mici și se păstrează în recipiente etanșe.

1.4. Aparatură

Material curent de laborator.

1.5 Mod de lucru

1.5.1. Soluție de analizat

Se diluează 10 ml soluție eșantion pentru laborator cu 500 ml apă.

1.5.2. Determinare

Se transferă 25 ml soluție de analizat diluată într-un vas de sticlă. Se adaugă puțină apă. Se titrează cu soluție titrată As_2O_3 până când o picătură de soluție conținută în vas, pusă pe o bandă de hârtie iod-amidonată nu mai produce o colorație albastră.

1.5.3 Exprimarea rezultatelor

Conținutul de clor (Cl_2), C - exprimat în grame pe litru, este dat de următoarea relație:

$$C = 0,709 \times V$$

în care

V - este volumul soluției titrate de trioxid de arsen c (As_2O_3) = 0,025 mol/l utilizat la titrare până la punctul final de titrare, în mililitri.

2. Determinarea cloratului de sodiu (NaClO_3)

2.1 Generalități

Această metodă se aplică pentru determinarea conținutului de clorat din soluțiile comerciale de hipoclorit de sodiu

2.2 Principiu

Titarea manganometrică a excesului de fier (II) după reducerea ionilor (ClO_3^-) cu ajutorul unui exces cunoscut de Fe(II); interferența ionului hipoclorit este eliminată prin reducere cu ajutorul As(III).

2.3 Reactivi .

Toți reactivii trebuie să fie de calitate analitică recunoscută și apa utilizată trebuie să fie de calitate 3 conform EN ISO 3696.

2.3.1 Arsenit de sodiu soluție, c (NaAsO_2) - 0,025 mol/l.

2.3.2 Acid sulfuric, soluție 20 % (m/m).

2.3.3 Sulfat de fier (II) soluție acidă, |

Într-un balon cotat de 1 l, se dizolvă 100 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ cu 500 ml apă; se adaugă 100 ml acid sulfuric și se aduce la semn cu apă.

2.3.4 Permanganat de potasiu, soluție c (KMnO_4) - 0,02 mol/l.

2.3.5 Sulfat de mangan (II), soluție acidulată (acizi sulfuric și fosforic).

Într-un balon cotat de 1 l, se dizolvă 67 g $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ cu 500 ml apă; se adaugă 130 ml acid sulfuric (H_2SO_4) și 138 ml acid fosforic (H_3PO_4) și se aduce la semn cu apă,

2.4 Aparatură

Material curent de laborator.

2.5 Mod de lucru

2.5.1 Soluție de analizat.

Se diluează 10 ml soluție eșantion pentru laborator cu 500 ml apă.

2.5.2 Determinare.

Se transferă 25 ml soluție de analizat diluată într-un vas și se reduce hipocloritul de sodiu prin adăugare de soluție de arsenit de sodium.

Se adaugă 1 ml H_2SO_4 . Se adaugă exact 10 ml soluție sulfat de fier (II) și se aduce la fierbere timp de câteva minute. Se răcește, se adaugă 10 ml soluție sulfat de mangan (II) și se titrează excesul de săruri de fier (II) cu soluție permanganat de potasiu; se notează volumul (V_1).

În paralel, se titrează 10 ml soluție sulfat de fier (II) cu o soluție permanganat de potasiu, după adăugarea aceleași cantități de sulfat de mangan (II); se notează volumul (V_2).

2.5.3 Exprimarea rezultatelor

Concentrația de clorat de sodiu (NaClO_3), C - exprimată în procente de masă, este dată de următoarea relație:

$$C = (V_2 - V_1) \times 0,3545$$

în care

V_2 - volumul soluției de permanganat de potasiu utilizat pentru determinarea probei martor, în mililitri;

V_1 - volumul soluției de permanganat de potasiu utilizat pentru determinarea soluției de analizat, în mililitri.

3. Determinarea conținutului de clor liber (produs principal)

3.1. Generalități

Această metodă se aplică produselor al căror conținut este cuprins de la 70 g/l până la 170 g/l.

3.2. Principiu

Hipocloritul de sodiu reacționează cu iodura de potasiu în mediu de acid acetic, cu eliberare de iod. Acesta este titrat cu o soluție titrată de tiosulfat de sodiu, în prezența amidonului ca indicator.

3.3. Reactivi

Toți reactivii trebuie să fie de calitate analitică recunoscută iar apa utilizată trebuie să corespundă calității 3 din EN ISO 3696.

3.3.1. Iodură de potasiu, soluție 10 % (m/m)

Se cântăresc, cu exactitate de 0,1 g, 100 g iodură de potasiu, lipsită de iodat, se dizolvă în apă și se diluează la 1 l.

3.3.2. Acid acetic concentrat, puritate minimum 99 % (m/m).

3.3.3. Tiosulfat de sodiu, soluție titrată

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ mol/l.}$$

Se dizolvă, 24,8 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ în apă. Se adaugă 0,5 ml cloroform, cu rol de conservant, se aduce la semn cu apă, într-un balon cotat de 1000 ml și se amestecă bine. Pentru stabilirea titrului: Se cântăresc, cu exactitate de 0,1 mg, (160 ± 10) mg (m) etalon primar dicromat de potasiu într-un vas de sticlă tarat. Se transferă conținutul vasului într-un vas conic de 500 ml prevăzut cu dop de sticlă, cu ajutorul a 100 ml apă și $(2 \pm 0,5)$ g iodură de potasiu, apoi se agită pentru dizolvare. Se adaugă (15 ± 1) ml soluție acid

clorhidric (diluat 1+1 în volume), se agită și se lasă în repaos 5 min. Se titrează cu soluția de tiosulfat de sodiu până la obținerea unei culori galben pal. Se adaugă (5 ± 1) ml soluție amidon și se titrează până la punctul de echivalență, adică până la dispariția culorii albastru închis. Se notează volumul (V) utilizat.

Concentrația, C a soluției titrate de tiosulfat *sodiu* ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), exprimată în moli pe litru, este dată de relația următoare:

$$C = \frac{m}{V \times 49,0317}$$

În care,

m - masa de dicromat de potasiu ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), în miligrame; V - volumul de soluție titrată de tiosulfat de sodiu utilizat, în mililitri.

3.3.4. Amidon, soluție 1 % (m/m)

Se prepară o suspensie ($1 \pm 0,1$) g amidon în (5 ± 1) ml apă. La această suspensie se adaugă (90 ± 5) ml apă fiartă. Se agită soluția pentru dizolvare și se răcește.

Această soluție necesită răcire pentru a evita descompunerea amidonului și obținerea unui punct final de titrare imprecis. Se menține această soluție la rece și se utilizează timp de o săptămână.

NOTĂ - Există în comerț indicatori pentru titrarea iodului și aceștia pot fi folosiți în locul soluției de amidon, cu condiția verificării prealabile a eficacității lor.

3.4. Aparatură Material curent de laborator.

3.5. Mod de lucru

3.5.1. Soluție de analizat

Se prelevează cu o pipetă 1,0 ml eșantion pentru laborator și se transferă într-un vas conic de 250 ml. Se adaugă aproximativ 100 ml apă.

3.5.2. Determinare

Se adaugă 10 ml soluție iodură de potasiu și 5 ml acid acetic concentrat

Se titrează, la început, cu soluție titrată de tiosulfat de sodiu până aproape de dispariția colorației datorate iodului. Se adaugă 3 ml soluție de amidon și se continuă titrarea până la dispariția colorației albastru închis. Se notează volumul V_1 , de soluție titrată de tiosulfat adăugat.

3.5.3. Exprimarea rezultatelor

Conținutul de clor liber (Cl_2), C_1 exprimat în grame pe litru, este dat de următoarea relație:

$$C_1 = V_1 \times C \times 3,545$$

în care

V_1 - volumul soluției titrate de tiosulfat de sodiu utilizat,
în mililitri;

C - concentrația soluției titrate de tiosulfat de sodiu,
în moli la litru;

3,545 - masa de clor (Cl_2), corespunzătoare la 1 ml soluție de tiosulfat de sodiu $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,100$ mol/l, în miligrame.

