



# KORUMA KLOR ALKALİ SAN. VE TİC. A.Ş.

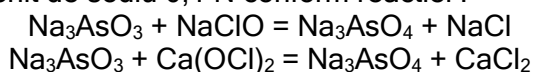
Deniz mah. Petrol Ofisi cad. No:43 Derince/Kocaeli

Tel : 0262-2392270 (3 Hat)/ Fax : 0262-2392278

## Determinarea clorului activ din hipocloritul de sodiu

### PRINCIPIUL METODEI

Clorul activ se reduce la Cl<sup>-</sup> cu arsenit de sodiu 0,1 N conform reactiei :



### REACTIVI SI MATERIALE

#### Reactivi:

-Apa distilata

-Hidrogenocarbonat de sodiu (bicarbonat de sodiu) pa si solutie 5%

Preparare solutie 5%:

- 25 g de hidrogenocarbonat de sodiu (bicarbonat de sodiu) se dizolva in 475 ml apa distilata.

-Amidon , solutie 0,6 %

Preparare:

-se cantaresc 0,6 g amidon, se amesteca cu putina apa rece, se toarna sub continua agitare in 100 cm<sup>3</sup> apa clocotita si se fierbe 3 minute. Se lasa sa se raceasca solutia si se decanteaza lichidul limpede de deasupra. Solutia se foloseste proaspat preparata.

-Hidroxid de sodiu, solutie 10% , 40 g/l

Preparare solutie 10%:

-se dizolva 10 g de NaOH in 90 ml apa distilata intr-un pahar Berzelius, iar dupa racire se transfera intr-un recipient etans.

Preparare solutie 40g/l:

-se cantaresc 40 g NaOH si se dizolva in 100 ml apa distilata intr-un pahar Berzelius, iar dupa racire se transfera solutia intr-un balon cotat de 1000 ml si se aduce la semn cu apa distilata.

-Acid sulfuric 1:35, 10%

Preparare solutie 1:35 :

-se adauga o parte volum acid sulfuric concentrat, reactiv chimic pur, peste 35 parti apa distilata sub agitare si racire intr-un pahar Berzelius, iar dupa racire se transfera in recipientul in care se pastreaza.

Preparare solutie 10%:

-se dizolva 10 g de acid sulfuric in 90 ml apa distilata intr-un pahar Berzelius, iar dupa racire se transfera intr-un recipient etans.

-Iod solutie 0,1 N

Preparare:

-se cantaresc 12,7 g iod reactiv p.a. si 35 g KI reactiv p.a. si se transfera intr-un balon cotat de 1000 cm<sup>3</sup>, se adauga 30 ml apa si se omogenizeaza pana la dizolvarea completa, se aduce la semn cu apa distilata si se omogenizeaza din nou. Solutia se pastreaza in sticla bruna.

Se poate prepara si din fixanal prin aducerea cantitativa a continutului acestuia in balon cotat de 1000 ml si aducerea la semn cu apa distilata.

Etalonarea solutiei de iod 0,1 N :

Etalonarea solutiei 0,1 N de iod se efectueaza conform prevederilor ASTM E 200.

Modul de lucru este urmatorul :

-se transfera circa 0,5 g standard primar trioxid de arsen (As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) intr-o fiola de cantarire si se usuca 1h la 105°C. Se raceste in exicator. Se cantaresc cu precizie 0,1 ± 0,005 g si se transfera intr-un pahar Berzelius de 300 ml. Se adauga 5 ml hidroxid de sodiu 40 g/l si se dizolva sub agitare si incalzire. Dupa dizolvare se

adauga 100 ml apa distilata si 5 ml acid sulfuric (1+35) si se omogenizeaza. Se adauga incet bicarbonat de sodiu pana nu mai apare efervescenta dupa care se adauga 1 g in exces, se agita pana la dizolvare. Se adauga 2 ml solutie de amidon si se titreaza cu solutie de iod 0,1N pana la albastru. Se calculeaza normalitatea solutiei 0,1N de iod cu formula :

$$N_{\text{iod}} = \frac{m_{\text{As}_2\text{O}_3} \times P_{\text{As}_2\text{O}_3} \times 1000 \times 4}{M_{\text{As}_2\text{O}_3} \times V_t} \quad \text{echiv/l}$$

in care :

- $m_{\text{As}_2\text{O}_3}$  - masa trioxidului de arsen luata in lucru, in g ;
- $P_{\text{As}_2\text{O}_3}$  - puritatea trioxidului de arsen ;
- $V$  - volumul de iod 0,1N consumat la titrare, in ml ;

- $M_{As_2O_3}$  - masa moleculara a trioxidului de arsen , in g/mol.

-Arsenit de sodiu, solutie 0,1N

Preparare:

-4,9455 g trioxid de arsen, uscat in prealabil la 105°C, se dizolva in solutie de 10% de hidroxid de sodiu, fierbinte, solutia obtinuta se trece intr-un balon cotat de 1000 ml, se adauga apoi doua sau trei picaturi de solutie 1% de fenolftaleina si apoi acid sulfuric 10% pana la decolorarea solutiei. Se adauga 500 ml solutie 5% de hidrogenocarbonat de sodiu, dupa care se aduce la semn cu apa distilata.

Se poate prepara din fixanal prin aducerea cantitativa a continutului in balon cotat de 1000 ml si aducerea la semn cu apa distilata.

Etalonarea solutiei de arsenit de sodiu 0,1 N:

Etalonarea solutiei 0,1 N de arsenit de sodiu se efectueaza cu solutie de iod de normalitate exact cunoscuta, in modul urmator :

-se introduc cate 20 ml solutie de arsenit de sodiu din biureta de 25 ml in 3-5 pahare Erlenmeyer de 300 ml .

Pentru a inlatura erorile de masurare, la adaugarea solutiei de arsenit de sodiu, se va proceda astfel: se lasa sa se scurga liber lichidul pana la gradatia de 19,5 ml, se asteapta 1 minut si se continua scurgerea in picaturi pana exact la gradatia de 20 ml.

Se titreaza cu solutie de iod 0,1N cu normalitatea exact determinata.

Se calculeaza normalitatea solutiei de arsenit de sodiu cu formula :

$$N_{\text{arsenit de sodiu}} = \frac{N_{\text{iod}} \times V_{\text{iod}}}{V_{\text{arsenit de sodiu}}} \quad \text{echiv/l}$$

in care :

- $N_{\text{iod}}$  - normalitatea solutiei de iod exact determinata, in echivalenti/l ;
- $V_{\text{iod}}$  - volumul de iod 0,1N consumat la titrare, in ml ;
- $V_{\text{arsenit de sodiu}}$  - volumul de arsenit de sodiu luat in lucru, in ml.

-Fenolftaleina, solutie 1% in alcool etilic

Preparare :

-se cantareste 1 g fenolftaleina, reactiv chimic pur, si se dizolva in 99 g alcool etilic 95 % vol.

-Iodura de potasiu - amidon, solutie

Preparare iodura de potasiu 1%:

-se dizolva 1 g de iodura de potasiu p.a. in 99 cm<sup>3</sup> apa distilata.

Preparare solutie de iodura de potasiu - amidon :

- se amesteca volume egale de solutie 1% de iodura de potasiu si solutie 0,6 % de amidon .

### ECHIPAMENTE

-Pipeta gradata de 10ml ;

-Balon cotat cu dop rodat de 1000 cm<sup>3</sup>, tip A;

-Fiola de cantarire ;

-Pahar Erlenmeyer de 300ml;

-Pipeta cotata de 25ml, tip A;

-Biureta Pellet de 25 ml, tip A;

-Placa de portelan ;

-Bagheta de sticla ;

-Sticla de ceas ;

-Balanta analitica

### MOD DE LUCRU

- Se cantaresc aproximativ 10 g hipoclorit de sodiu intr-o fiola de cantarire cu dop slefuit.
- Proba se trece cantitativ intr-un balon cotat de 1000 cm<sup>3</sup> si se aduce la semn cu apa distilata.Se agita pentru omogenizare, dupa care se lasa in repaus 10 minute.
- Din balonul cotat de 1000 cm<sup>3</sup> se iau cu pipeta 25 cm<sup>3</sup> si se introduc intr-un vas Erlenmayer de 300 cm<sup>3</sup>.
- Se adauga aproximativ 2 g hidrogenocarbonat de sodiu. Se agita pentru dizolvarea hidrogenocarbonatului de sodiu.
- Se titreaza cu solutie de arsenit de sodiu pana cand o picatura de solutie pusa in contact cu o picatura de amestec de solutie iodura de potasiu-amidon, pe o placa de portelan, nu se mai coloreaza in albastru.

### Calcul

Continutul de clor activ se exprima in procente si se calculeaza cu formula :

$$0,035453 \times N_{\text{arsenit de sodiu}} \times V_t \times r$$

$$\% \text{ Clor activ (Cl)} = \frac{\dots\dots\dots}{m} \times 100$$

- $N_{\text{arsenit de sodiu}}$  - normalitatea solutiei de arsenit de sodiu folosita la titrare, in echivalenti/l;
- $0,035453 \times N_{\text{arsenit de sodiu}}$  - cantitatea de clor, in g, corespunzatoare la  $1 \text{ cm}^3$  solutie de arsenit de sodiu de concentratie exacta  $N_{\text{arsenit de sodiu}}$ ;
- $V_t$  - volumul de arsenit de sodiu  $0,1N$  consumat la titrarea, in  $\text{cm}^3$ ;
- $r$  - reprezinta raportul dintre volumul solutiei din balonul cotat de  $1000 \text{ cm}^3$  si volumul luat in lucru pentru determinare;
- $m$  - masa probei luata in lucru, in g.

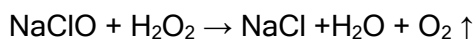
### **Determinarea continutului de hidroxid de sodiu si carbonat de sodiu din hipoclorit de sodiu**

#### **PRINCIPIUL METODEI**

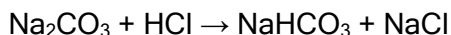
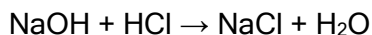
Dupa reducerea clorului activ cu apa oxigenata, alcalinitatea se titreaza cu acid clorhidric, mai intai fata de fenolftaleina, apoi fata de metiloranj.

Reactiile care au loc sunt urmatoarele:

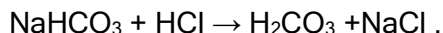
-la reducerea clorului activ cu apa oxigenata:



-la titrarea cu HCl, in prezenta fenolftaleinei, a hidroxidul de sodiu si a carbonatul la treapta de bicarbonat:



-la titrarea cu HCl, in prezenta de metiloranj, a bicarbonatului la treapta de acid carbonic:



#### **REACTIVI SI MATERIALE**

-Apa distilata

-Metiloranj, solutie 0,1%

Preparare : Se dizolva 0.1 g metiloranj, reactiv chimic pur, in  $100 \text{ cm}^3$  apa distilata .

-Fenolftaleina, solutie 1% in alcool etilic 96% vol.

Preparare: Se cantaresc 1 g fenolftaleina, reactiv chimic pur, si se dizolva in  $99 \text{ cm}^3$  alcool etilic 95 % vol .

-Rosu de metil, solutie 0,1% in alcool etilic

Preparare :

Se cantaresc 0.1 g rosu de metil, reactiv chimic pur si se dizolva in  $100 \text{ cm}^3$  alcool etilic 95 % vol .

-Acid clorhidric 0.1 N

Preparare: Se masoara 8,3 ml acid clorhidric concentrat (HCl cu densitate specifica 1,19), cu un cilindru de 100 ml, apoi se transfera intr-un balon cotat de 1000 ml, se dilueaza cu apa distilata pana la semn si se amesteca bine. Solutia se etaloneaza pentru determinarea exacta a normalitatii.

#### **Etalonarea solutiei de HCl 0,1 N :**

Etalonarea solutiei se efectueaza conform prevederilor ASTM E 200 – Standard practic pentru prepararea, standardizarea si depozitarea standardelor si solutiilor de reactivi pentru analize chimice, modul de lucru fiind urmatorul :

-se transfera circa 1 g standard primar de carbonat de sodiu anhidru ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) intr-o fiola de cantarire, apoi se usuca la temperatura indicata de producator (aproximativ  $250^\circ\text{C}$ ) timp de 4 ore. Se raceste in exicator. Pentru a standardiza o solutie 0,1 N, se cantareste cu precizie 0,1 +/- 0,01g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  uscat, apoi se transfera intr-un pahar conic de 300 ml. Se adauga 50 ml apa, se agita pentru dizolvarea carbonatului de sodiu, apoi se adauga 2 picaturi de indicator rosu de metil solutie 0,1 % in alcool etilic. Se titreaza cu solutie de acid clorhidric pana la prima aparitie a unei coloratii rosii, apoi se fierbe solutia cu grija, evitandu-se pierderile, pana la disparitia coloratiei.

-se raceste la temperatura camerei, apoi se continua titrarea alternand adaugarea solutiei de acid clorhidric cu fierberea si racirea, pana cand o coloratie slab roz nu trebuie sa dispara la incalzire.

- se calculeaza normalitatea solutiei 0,1N de HCl cu formula :

$$N_{\text{HCl}} = \frac{m_{\text{Na}_2\text{CO}_3} \times 2 \times P_{\text{Na}_2\text{CO}_3}}{M \times V} \times 1000, \text{ echiv/l}$$

in care :

- $m_{\text{Na}_2\text{CO}_3}$  - masa carbonatului de sodiu luata in lucru, in g;
- $P_{\text{Na}_2\text{CO}_3}$  - puritatea carbonatului de sodiu, material de referinta, specificata in certificatul de analiza, in g/g;
- M - masa moleculara a carbonatului de sodiu, in g/mol;
- V - volumul de HCl 0,1N consumat la titrare, in ml;

-Peroxid de hidrogen (Apa oxigenata) 3 %

Preparare: Se masoara 10 ml apa oxigenata de 30 %, reactiv chimic pur, si se dilueaza cu 90 cm<sup>3</sup> apa distilata. Se neutralizeaza cu hidroxid de sodiu, solutie 0,1N pana la coloratie slab roz.

-Iodura de potasiu-amidon, solutie

Preparare:

-Solutie de amidon 0,6%: Se cantareste 0.6 g amidon, reactiv chimic pur si se dizolva in 100 cm<sup>3</sup> apa distilata.

-Solutie iodura de potasiu 1 %: Se cantareste 1 g de iodura de potasiu, reactiv chimic pur si se dizolva in 100 cm<sup>3</sup> apa distilata.

Se amesteca volume egale de solutie 1% de iodura de potasiu si de solutie de amidon 0,6 %.

### ECHIPAMENTE

-Cilindru gradat de 100 ml;

-Pahar Erlenmeyer de 300 ml;

-Biureta Pellet, clasa A, de 25 ml ;

-Fiole de cantarire cu dop slefuit;

-Sticla de ceas;

-Pipete gradate de 10ml si de 25ml ;

-Balanta analitica

### Mod de lucru

- Circa 5 g hipoclorit de sodiu solutie, se cantaresc intr-o fiola de cantarire cu capac.
- Se trece cantitativ cantitatea de hipoclorit cantarita, intr-un vas Erlenmeyer de 250 cm<sup>3</sup> care contine circa 50 g apa proaspat fiarta si racita si se trateaza cu atata peroxid de hidrogen pana cand nu se mai produce efervescenta (15-20 cm<sup>3</sup>). Inlaturarea completa a clorului activ se controleaza punand in contact o picatura de solutie cu o picatura de iodura de potasiu-amidon. Daca clorul a fost indepartat nu apare coloratia albastra.
- In vasul Erlenmeyer se adauga doua-trei picaturi de fenolftaleina si se titraza cu solutie 0,1N de acid clorhidric pana la decolorare. Se noteaza volumul V.
- Se adauga 2-3 picaturi de metiloranj si se continua titrarea pana la virarea culorii in roz. Se noteaza volumul V<sub>1</sub>.

### Calcul

Continutul de hidroxid de sodiu , se exprima in procente si se calculeaza cu formula:

$$\% \text{ Hidroxid de sodiu} = \frac{0,04 \times N_{\text{HCl}} \times (V - V_1)}{m} \times 100$$

in care:

- 0,04 este cantitatea de hidroxid de sodiu, in g, corespunzatoare la 1 ml solutie de HCl cu normalitatea egala cu 0,1 echiv/l;
- V este volumul solutiei de HCl folosit la titrare fata de fenolftaleina, in ml;
- V<sub>1</sub> este volumul solutiei de HCl folosit la titrare fata de metiloranj, in ml;
- N<sub>HCl</sub> este normalitatea solutiei de HCl folosita la titrare, echiv/ l;
- m este masa probei de hipoclorit de sodiu luata in lucru, in g.

Continutul in carbonat de sodiu, se exprima in procente si se calculeaza cu formula:

$$\% \text{ Carbonat de sodiu} = \frac{0,053 \times N_{\text{HCl}} \times 2 \times V_1}{m} - 100$$

in care:

- 0,053 este cantitatea de carbonat de sodiu, in g, corespunzatoare la 1 ml solutie de HCl cu normalitatea egala cu 0,1 echivalent/l;
- $V_1$  este volumul solutiei de HCl 0,1N folosit la titrare fata de metiloranj, in ml;
- N este normalitatea solutiei de HCl folosita la titrare, echivalent/ l;
- m este masa probei de hipoclorit de sodiu luata in lucru, in g.

### Determinarea clorurilor

#### PRINCIPIUL METODEI

Dupa reducerea clorului activ cu arsenit de sodiu ,solutia neutralizata se titreaza cu azotat de argint,folosind ca indicator arseniatul de sodiu.

#### REACTIVI SI MATERIALE

- acid azotic 32%;
- azotat de argint solutie 0,1n;
- carbonat de sodiu,solutie 10%

#### MOD DE LUCRU

Solutia ramasa dupa titrarea clorului activ trebuie sa fie neutra fata de hartia de turnesol;in caz contrar ,se neutralizeaza cu acid azotic.

Observatie: se va evita un exces de acid care stanjeneste reactia.Eventualul exces de acid se neutralizeaza cu solutie de carbonat de sodiu, fata de hartia de turnesol.

Se titreaza cu solutie de azotat de argint pana la aparitia precipitatului de arsenit de argint.In tot timpul titrarii, solutia trebuie agitata puternic.

#### CALCUL

$$\text{Cloruri(Cl)} = \frac{0,003547 \times (V_1 - V) \times 20}{m} - 100$$

In care :

$V_1$  = Volumul sol.0,1n de azotat de argint folosit la titrarea clorurilor, in ml

V = Volumul sol.0,1n de azotat de argint folosit la titrarea clorului activ, in ml

m = masa probei luata in lucru, in g

### DETERMINAREA STABILITATII LA 35°C DUPA 24h (PRODUS DILUAT LA 130g/l) DIN HIPOCLORIT DE SODIU SOLUTIE

#### 1.Principiul metodei:

Proba de hipoclorit de sodiu este imbatranita timp de 24 ore la 35°C. Se determina continutul in clor activ la proba respectiva, inainte si dupa imbatranire si se calculeaza pierderea de clor activ.

#### 2.Reactivi si materiale :

- apa demineralizata ;
- etuva termoreglabila, capabila sa mentina temperatura de 35°C ±0,5°C;
- bidoane de polietilena tip Ace cu capacitate de 1000cm<sup>3</sup>;
- balanta tehnica;
- pahar de laborator.

#### 3.Mod de lucru :

Pentru proba de analizat (cu un continut de clor activ determinat conform metodei LA-MA-04-05 ed.vig), se calculeaza factorul de dilutie pentru a prepara in flaconul de tip Ace o silutie de hipoclorit de sodiu cu un continut de 130 ± 1 g/l clor activ. Se cantareste cantitatea de proba rezultata din calcul, se introduce in flaconul de tip Ace si se dilueaza cu apa demineralizata pana la 1000 cm<sup>3</sup>. Se agita timp de 10 minute. Se determina continutul in clor activ al probei astfel preparate utilizand metoda LA-MA-04-05 ed.vig.

Se introduce flaconul in etuva (adusa in prealabil la 35°C) si se lasa timp de 24 ore.

**Atentie!** Se va evita deschiderea etuvei. Aceasta se deschide numai in momentul in care se scoate proba.

Dupa trecerea acestui timp se scoate flaconul din cuptor si se lasa sa se raceasca timp de 2 ore. Se agita sticla si se determina continutul in clor activ conform metodei LA-MA-04-05 ed.vig.

#### **4. Calcul:**

Stabilitate = g/l clor activ initial - g/l clor activ dupa termostatare

### **DETERMINAREA OXIGENULUI ELIBERAT DIN HIPOCLORITUL DE SODIU SOLUTIE**

#### **1. Principiul metodei:**

Viteza de evolutie a oxigenului din solutiile de hipoclorit de sodiu incalzite, se evalueaza folosind un tub conic pentru centrifuga. Viteza de evolutie a oxigenului indica nivelul de impuritati metalice din hipoclorit.

#### **2. Aparatura :**

- termostat, capabil sa mentina temperatura la  $60 \pm 0,02^{\circ}\text{C}$  ;
- tub conic de  $100 \text{ cm}^3$  din borosilicat;
- cristalizor rotund cu fund gros si cu marginile drepte, din borosilicat;;
- suport din policlorura de vinil care sa acopere cristalizorul si sa-l mentina in pozitie verticala.

#### **3. Mod de lucru :**

Se stabileste temperatura termostatului la valoarea de  $60^{\circ}\text{C}$ . Se umple complet tubul cu proba, pana se observa un menisc convex la suprafata tubului atunci cand este tinut vertical. Se acopera tubul astfel incat sa nu mai patrunda bule de aer in tub. Se rastoarna tubul si se introduce in cristalizorul in care s-au transvazat in prealabil  $150 \text{ cm}^3$  proba. Se introduce instalatia astfel pregatita in termostat si se mentine timp de o ora.

Dupa termostatare se deschide usa termostatului si se citeste nivelul din tub.

#### **4. Exprimarea rezultatelor:**

Nivelul probei citite dupa termostatare , se exprima in  $\text{cm}^3$ .

### **DETERMINAREA SPUMEI LA HIPOCLORITUL DE SODIU SOLUTIE**

#### **1. Principiul metodei:**

Metoda consta in determinarea timpului in care o solutie de hipoclorit de sodiu formeaza spuma.

#### **2. Aparatura si materiale :**

- balon cotate de  $500 \text{ cm}^3$  prevazut cu dop rotat ;
- cronometru.

#### **3. Mod de lucru :**

In balonul cotate se introduc  $450 \pm 10 \text{ cm}^3$  proba si se sigileaza. se porneste cronometrul si in acelasi timp se agita flaconul timp de 15 secunde. Dupa trecerea acestui interval de timp se opreste agitarea balonului si se scoate capacul. Cand spuma a disparut se opreste cronometrul si se citeste timpul total.

#### **4. Exprimarea rezultatelor:**

Timpul total citit in momentul opririi cronometrului.

