

METODI VII

METODI

DI DETERMINAZIONE

DEL CLORO

Metodo VII.1

Determinazione dello ione cloro in assenza di sostanza organica

1. Oggetto

Il presente documento stabilisce il procedimento da seguire per dosare lo ione cloro in assenza di sostanza organica.

2. Campo di applicazione

Il presente metodo è applicabile a tutti i concimi esenti da sostanza organica.

3. Principio

I cloruri, solubilizzati in acqua, vengono precipitati in ambiente acido mediante un eccesso di soluzione titolata di nitrato d'argento. L'eccesso di argento viene titolato con una soluzione di solfocianato ammonico di normalità nota in presenza di solfato ferrico-ammonico (secondo Volhard).

4. Reattivi

Acqua distillata o demineralizzata esente da cloruri.

4.1. Nitrobenzolo o etere etilico.

4.2. Acido nitrico: 10 mol/l

4.3. *Soluzione d'indicatore:*

sciogliere 40 g di solfato ferrico-ammonico ($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$) in acqua e portare al volume di un litro.

4.4. Soluzione titolata di nitrato d'argento 0,1 mol/l.

Preparazione:

Data l'elevata igroscopicità del sale, che d'altra parte non può venir seccato senza il rischio di decomposizione, è consigliabile pesare circa 9 g del sale, scioglierli in acqua e portarli al volume di un litro per poi portare alla normalità prescritta di 0,1 mol/l con correzioni effettuate in seguito a titolazioni fatte mediante la soluzione 0,1 mol/l di nitrato d'argento (AgNO_3).

4.5. Soluzione titolata di solfocianato di ammonio 0,1 mol/l.

5. Apparecchiatura

5.1. Agitatore rotativo (35-40 rotazioni al minuto).

5.2. Burette di precisione.

5.3. Pallone tarato da 500 ml.

5.4. Beuta da 250 ml (Erlenmeyer).

6. Preparazione del campione

Si veda il metodo I.3.

7. Modo di operare

7.1. *Pesata e preparazione della soluzione da sottoporre all'analisi*

Pesare con l'approssimazione di 0,001 g una quantità di campione preparato pari a 5 g, trasferirla in un pallone tarato da 500 ml ed aggiungere 450 ml d'acqua. Agitare per mezz'ora nell'agitatore rotativo (5.1), indi portare al volume di 500 ml con acqua distillata, omogeneizzare e filtrare in un beaker.

7.2. *Determinazione*

Prelevare una parte aliquota del filtrato contenente non più di 0,150 g di cloruro, ad esempio 25 ml, 50 ml o 100 ml, rispettivamente equivalenti a 0,25 g, 0,5 g ed 1 g di sostanza. Se la quantità prelevata è inferiore a 50 ml bisogna portarla al volume di 50 ml con acqua distillata.

Aggiungere 5 ml di acido nitrico 10 mol/l (4.2), 20 ml di soluzione d'indicatore (4.3) e due gocce di soluzione titolata di solfocianato ammonico prelevandole da una buretta di precisione azzerata a tale scopo.

Aggiungere successivamente prelevandola da una buretta una quantità di soluzione titolata di nitrato d'argento (4.4) tale da determinarne un eccesso di 2-5 ml. Aggiungere quindi 5 ml di nitrobenzolo o 5 ml di etere etilico (4.1) ed agitare bene per coagulare il precipitato. Titolare l'eccesso di nitrato d'argento con solfocianato ammonico 0,1 mol/l (4.5) fino all'apparire di una colorazione rosso-mattone che persista dopo leggera agitazione.

Nota

Il nitrobenzolo o l'etere etilico (ma principalmente il nitrobenzolo) proteggono il cloruro d'argento dalla reazione con gli ioni solfocianici, rendendo così molto netto il viraggio.

7.3. *Prova in bianco*

Effettuare una prova in bianco (senza campione) nelle medesime condizioni sperimentali e tenerne conto nel calcolare il risultato finale.

7.4. *Prova di controllo*

Prima di effettuare le analisi controllare la precisione della tecnica su una parte aliquota di una soluzione titolata di cloruro di potassio preparata di fresco e contenente una quantità conosciuta di cloro dell'ordine di 100 mg.

8. Espressione dei risultati

Esprimere il risultato della determinazione in percentuale di ioni cloro contenuti nel campione così come ricevuto per l'analisi.

Calcolare la percentuale di cloro (Cl) applicando la formula:

$$\% \text{ Cl} = 0,003546 \frac{(V_z - V_{cz}) - (V_a - V_{ca}) \times 100}{M}$$

dove:

V_z = numero di ml di soluzione di nitrato d'argento 0,1 mol/l,

V_{cz} = numero di ml di soluzione di nitrato d'argento 0,1 mol/l utilizzati nella prova in bianco,

V_a = numero di ml di soluzione di solfocianato ammonico 0,1 mol/l,

V_{ca} = numero di ml di soluzione di solfocianato ammonico 0,1 mol/l utilizzati nella prova in bianco,

M = massa in g della parte aliquota prelevata (7.2).

Posizione nazionale:

Gazzetta Ufficiale del 15/01/04 , 2° Serie Speciale, n. 4, Metodo 6.1

Posizione internazionale:

Regolamento CE n. 2003 del 13/10/2003, Allegato IV, Metodo 6.1

