 Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy - zkoušení hnojiv	Vydání	1
	20020.1 – Stanovení obsahu chloridů rozpustných ve vodě potenciometricky	Revize	0

STANOVENÍ OBSAHU CHLORIDŮ ROZPUSTNÝCH VE VODĚ POTENCIOMETRICKY

1 Rozsah a účel

Metoda je určena pro stanovení obsahu chloru jako chloridového iontu v hnojivech.

Pro stanovení se použije výluh připravený podle JPP ÚKZÚZ, postup 20061.1 Příprava vodného výluhu třepáním za studena, část 5.2 nebo 5.3.

2 Princip

Chloridové ionty se ve vodném výluhu stanoví potenciometrickou titrací dusičnanem stříbrným v kyselém prostředí.

3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- 1 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).
- 2 Kyselina dusičná, koncentrovaná, HNO_3 , 65 %, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ g/ml}$.
- 3 Kyselina dusičná, zředěná, $c(\text{HNO}_3) = 1 \text{ mol/l}$.

Příprava: Do 1000ml odměrné baňky s asi 500 ml vody (1) se přidá 69 ml kyseliny dusičné (2). Po vytemperování na laboratorní teplotu se baňka doplní vodou (1) po značku.

- 4 Dusičnan stříbrný, AgNO_3 .
- 5 Odměrný roztok AgNO_3 , $c(\text{AgNO}_3) = 0,02 \text{ mol/l}$.


Příprava: V 1000ml odměrné baňce s asi 500 ml vody (1) se rozpustí 3,3975 g dusičnanu stříbrného (4) a roztok se doplní vodou (1) po značku. Roztok se uchovává v tmavé lahvi.

- 6 Chlorid sodný, NaCl .

Příprava: Před použitím se potřebné množství vysuší 2 h při teplotě $(105 \pm 3) \text{ }^\circ\text{C}$.

- 7 Základní roztok chloridu sodného, $c(\text{NaCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Příprava: V 200ml odměrné baňce s asi 50 ml vody (1) se rozpustí 1,1689 g chloridu sodného (6) a doplní se vodou (1) po značku. Roztok je stálý 6 měsíců při uchování ve skleněné lahvi v chladu a temnu.

 Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy - zkoušení hnojiv	Vydání	1
	20020.1 – Stanovení obsahu chloridů rozpustných ve vodě potenciometricky	Revize	0

8 Pracovní roztok chloridu sodného, $c(\text{NaCl}) = 0,001 \text{ mol/l}$.

Příprava: Do 500ml odměrné baňky se pipetuje 5 ml základního roztoku chloridu sodného (7) a roztok se doplní vodou (1) po značku. Roztok se připravuje před použitím vždy čerstvý.

9 Chlorid draselný, KCl.

Příprava: Před použitím se potřebné množství vysuší 1 h při teplotě $(105 \pm 3) \text{ }^\circ\text{C}$.

10 Základní roztok chloridu draselného, $c(\text{Cl}^-) = 500 \text{ mg/l}$.

Příprava: V 500ml odměrné baňce s asi 100 ml zředěné kyseliny dusičné (3) se rozpustí 0,5255 g chloridu draselného (9) a doplní se zředěnou kyselinou dusičnou (3) po značku.

4 Přístroje a pomůcky

1 Analytické váhy s přesností 0,0001 g.

2 Automatický titrátor, např. TitroLine 6000.

3 Kombinovaná stříbrná elektroda s kapalným elektrolytem doporučovaná pro automatické titrátory, např. AgCl 62, SI ANALYTICS.

4 Rotační třepačka, (35 – 45) ot/min.

5 Magnetická míchačka s možností regulace otáček a magnetické míchadlo.


5 Pracovní postup

5.1 Stanovení faktoru pracovního odměrného roztoku dusičnanu stříbrného (5)

Do nízké 150ml kádinky se pipetuje 100 ml pracovního roztoku chloridu sodného (8), Do kádinky se vloží magnetické míchadlo, kádinka se umístí na míchačku, která se uvede do chodu. Do roztoku se ponoří dávkovací špička automatického titrátoru spolu s elektrodou a spustí se titrační program. Po ukončení titrace se запиše spotřeba odměrného roztoku dusičnanu stříbrného (5). Celý postup se opakuje minimálně třikrát. Průměrná hodnota spotřeby odměrného roztoku (5) se použije pro výpočet faktoru a přesné koncentrace odměrného roztoku dusičnanu stříbrného (5).

Faktor se vypočte podle vztahu:

$$f_{\text{AgNO}_3} = \frac{1000 \times n}{1,1688 \times V}$$

 Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy - zkoušení hnojiv	Vydání	1
	20020.1 – Stanovení obsahu chloridů rozpustných ve vodě potenciometricky	Revize	0

kde

- f_{AgNO_3} je faktor pracovního roztoku AgNO_3 (5),
 n navážka chloridu sodného (6) v g,
 V spotřeba odměrného roztoku dusičnanu stříbrného (5) v ml,
1,1688 počet molů NaCl odpovídající spotřebě 1 ml odměrného roztoku dusičnanu stříbrného (5)

Přesná koncentrace odměrného roztoku dusičnanu stříbrného $c_{\text{skuteč}}$ (5) v (mol/l) vypočítá podle vztahu:

$$c_{\text{skuteč.}} = c_{\text{teoret.}} \times f_{\text{AgNO}_3}$$

kde

- $c_{\text{teoret.}}$ je koncentrace připraveného pracovního roztoku AgNO_3 (5) (mol/l),
 f_{AgNO_3} faktor odměrného roztoku AgNO_3 (5).

Hodnota skutečné koncentrace dusičnanu stříbrného se zapíše do software přístroje.


5.2 Měření

5.2.1 Stanovení spotřeby pracovního odměrného roztoku dusičnanu stříbrného (5) na titraci blanku

Do 150ml kádinky se pipetuje 100 ml čerstvě připravené vody (1), jako blank. Přidá se 1 ml základního roztoku chloridu draselného (10). Následuje potenciometrická titrace roztoku podle postupu uvedeného v odstavci 5.1. Tento postup se opakuje minimálně třikrát, získané hodnoty spotřeb odměrného roztoku dusičnanu stříbrného (5) v ml se zaznamenají a vypočte se jejich aritmetický průměr. Poté se vypočtená hodnota zapíše do softwaru přístroje.

5.2.2 Stanovení koncentrace chloridů ve vzorku

Do 150ml kádinky se pipetuje 100 ml výluhu vzorku. Přidá se 1 ml základního roztoku chloridu draselného (10). Následuje potenciometrická titrace roztoku podle postupu uvedeného v odstavci 5.1. Po ukončení titrace přístroj zobrazí výsledky obsahu chloridů v mg/l. Stejným postupem se stanoví obsah chloridů ve slepém pokusu.

 Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský	Národní referenční laboratoř	Strana	4
	Jednotné pracovní postupy - zkoušení hnojiv	Vydání	1
	20020.1 – Stanovení obsahu chloridů rozpustných ve vodě potenciometricky	Revize	0

Poznámky

- 1 *Přídavkem konstantního objemu roztoku KCl (10) se upraví pH vzorku a zároveň se zlepší průběh titrační křivky pro dosažení nižší meze stanovitelnosti.*
- 2 *Potenciometrické stanovení chloridů je vhodné i v zakalených nebo zabarvených roztocích.*

6 Výpočet a vyjádření výsledků

Výsledky stanovení obsahu iontů chloru (W_{Cl}) v hmotnostních % se vypočtou podle vztahu:

$$W_{Cl} = \frac{(c_{vz} - c_{sl}) \times V \times V_1}{m \times a_1 \times 10000}$$

- c_{vz} je koncentrace chloridů v analyzovaném roztoku v (mg/l),
 c_{sl} koncentrace chloridů v roztoku slepého pokusu v (mg/l),
 V celkový objem výluhu vzorku v (ml),
 V_1 objem ředěného vzorku v (ml),
 m hmotnost navážky zkušební vzorku v (g).
 a_1 alikvotní podíl výluhu k ředění vzorku v (ml).

Poznámky

- 3 *Slepý pokus se neodečítá, je-li nižší než mez stanovitelnosti.*
- 4 *Pokud se použije ke stanovení automatický titrátor, software přístroje vyjádří výsledek obsahu chloru v mg/l.*

7 Literatura

- 1 Příloha č. 2 k Vyhlášce 309/2021 Sb ve znění pozdějších předpisů, postup č. 8.1.
- 2 ČSN P CEN/TS 17758 (654921) - Hnojiva a materiály k vápnění půd – Stanovení obsahu chloridů potenciometrickou titrací.
- 3 ISO 6227:1982 – Chemical products for industrial use – General method for determination of chloride.