ZESZYTY NAUKOWE POLITECHNIKI ŚLĄSKIEJ

Nr 106 Chemia z.24 1964

FRANCISZEK BUHL

Zakład Chemii Analitycznej
WSP Katowice

ZBIGNIEW GREGOROWICZ

Katedra Chemii Sanitarnej

POŚREDNIA CHROMIANOWA METODA OZNACZANIA JONÓW SIARCZANOWYCH W NIEKTÓRYCH PRODUKTACH PRZEMYSŁOWYCH

Szybkie oznaczanie jonów siarczanowych w analizie przemysłowej posiada pierwszorzędne znaczenie. Pomimo bogatej literatury dotyczącej objętościowych metod oznaczania jonów siarczanowych oznacza się je bardzo często w analizie technicznej wagowo w postaci siarczanu barowego. Wyniki wspomnianej metody wagowej obarczone są błędami, których powodem jest obecność obcych jonów występujących zwykle w próbkach analizy przemysłowej. Poza tym metoda wagowa jest czasochłonna i niewygodna.

Poszukiwania w kierunku znalezienia szybkiej i dostatecznie dokładnej metody ilościowej skierowane są przede wszystkim na metody objętościowe, które podzielić można na:

1) metody bezpośrednie z indykacją wewnętrzną (wskaźniki adsorpcyjne) i zewnętrzną,
2) metody odwrotnego domiareczkowania,
3) chromianowe,
4) kompleksometryczne,
5) metody pośrednie, w których związki organiczne tworzą z jonami siarczanowymi trudno rozpuszczalne połączenia (np. benzydyna).

W pierwszych czterech przypadkach mogą być zastosowane do oznaczania jonów siarczanowych zarówno sole barowe jak i sole ołowiawe.

Objętościowe chromianowe metody oznaczania jonów siarczanowych w końcowym etapie czynności oznaczania, polegają na strącaniu w postaci chromianu barowego nadmiarowych jonów barowych, dodanych w celu strącenia jonów siarczanowych i jodometrycznym oznaczaniu nadmiarowych jonów chromianowych.

Dotychczasowe rozwiązania metod chromianowych posiadają dwie zasadnicze wady:

1) oznaczanie jonów chromianowych odbywa się w obecności towarzyszących oznaczanym jonom siarczanowym obcych jonów oraz

2) jony chromianowe oznacza się jodometrycznie, metodą nie tanią i nie pozbawioną błędów.

W opracowanej nowej metodzie wyeliminowano wymienione niedogodności. Tok analizy jest następujący: z roztworu próbki po rozcieńczeniu do około 100 ml i ogrzaniu do wrzenia strąca się znaną objętością mianowanego roztworu chlorku barowego jony siarczanowe. Nadmiar jonów barowych strąca się w postaci chromianu barowego. Mieszaninę osadów siarczanu barowego i chromianu barowego po oziębieniu oddziela się od roztworu na nuczy szklanej 3G4. Po odmyciu osadu rozpuszcza się chromian barowy w kwasie solnym i miareczkuje chlorkiem cynawym wobec dwufenyloaminy.

Metodę opracowano w celu zastosowania jej do oznaczania jonów siarczanowych w kontroli technicznej procesu elektrolizy chlorku sodowego. Przeprowadzono serię oznaczeń jonów siarczanowych w solance zakwaszonej i ługu katodowym.