

Władysław AUGUSTYN, Maria KOZIELSKA, Krystyna DUBLIK
Katedra Chemii Ogólnej B

OZNACZANIE POTASU I SODU PRZY WYKORZYSTANIU UKŁADÓW,
ZAWIERAJĄCYCH JON FLUOROKRZEMIANOWY

Z badań nad układami zawierającymi jony: K^+ , Na^+ i SiF_6^{2-} wyniknęła korzystna metoda oznaczania potasu i sodu. Wstępną pracę w odniesieniu tylko do samego jonu potasowego omówiono wcześniej [1]. Obecnie przedstawiona metoda obejmuje oznaczenie obydwu kationów. Wyróżniają się w niej dwa etapy: oznaczenie gramorównoważnikowej sumy jonu sodowego i potasowego i oznaczenie samego jonu potasowego. Oznaczenie gramorównoważnikowej sumy $Na^+ + K^+$ opiera się o wydzielenie tych jonów w postaci trudno rozpuszczalnych związków Na_2SiF_6 i K_2SiF_6 działaniem zastosowanego w nadmiarze mianowanego roztworu $MgSiF_6$ w środowisku wodnoalkoholowym. W roztworze po reakcyjnym oznacza się stężenie jonów SiF_6^{2-} alkacydometrycznie. Gramorównoważnikową sumę jonów sodowych i potasowych określa wtedy wyrażenie:

$$R(Na^+ + K^+) = R_{IMgSiF_6} - R_{IIMgSiF_6} \quad (1)$$

R_{IMgSiF_6} i $R_{IIMgSiF_6}$ oznaczają odpowiednio przedkonwersyjną i po-konwersyjną ilość gramorównoważników fluorokrzemianu magnezowego. Gramorównoważnikową sumę kationów wykorzystuje się z kolei do przeprowadzenia oznaczenia samego jonu potasowego. Polega ono na wydzieleniu jonu K^+ w postaci K_2SiF_6 działaniem mianowanego $(NH_4)_2SiF_6$ w roztworze wodnym [1] bez współstrącania jonu Na^+ .

Ostatnie jest uwarunkowane określonym stosunkiem K^+/Na^+ w układzie reakcyjnym, pokonwersyjnym stężeniem jonów SiF_6^{2-} i temperaturą. Ilość oznaczanego jonu potasowego wynika z wyrażenia:

$$R_{K^+} = R_{ISiF_6^{2-}} - R_{IISiF_6^{2-}} + R_{IIISiF_6^{2-}}, \quad (2)$$

w którym $R_{ISiF_6^{2-}}$ i $R_{IISiF_6^{2-}}$ oznaczają odpowiednio przedkonwersyjną i pokonwersyjną ilość gramorównoważników $(Mg)_2SiF_6$, a $R_{IIISiF_6^{2-}}$ - zawartość gramorównoważników fluorokrzemianu potasowego w roztworze poreakcyjnym. Pokonwersyjną zawartość jonów SiF_6^{2-} oznacza się alkacydymetrycznie. Człon $R_{IIISiF_6^{2-}}$ zależy od temperatury i poreakcyjnego stężenia jonów SiF_6^{2-} . W temperaturze $20^\circ C$ i w obszarze stężeń SiF_6^{2-} $11 \cdot 10^{-2}$ - $18 \cdot 10^{-2}$ R/l ilość rozpuszczonego fluorokrzemianu potasowego w roztworze pokonwersyjnym wynika z doświadczalnie wyznaczonego wyrażenia:

$$R_{IIISiF_6^{2-}} = (-0,013 [SiF_6^{2-}] + 0,0087)V. \quad (3)$$

V - oznacza objętość układu reakcyjnego.

Oznaczenie sumy jonów Na^+ i K^+

25,0 ml przeznaczonego do analizowania roztworu, zawierającego sole sodu i potasu w ilości 20-60 g/l umieszcza się w kolbie miarowej, po czym dodaje mianowanego roztworu fluorokrzemianu magnezowego w 50%-owym metanolu lub etanolu o stężeniu $MgSiF_6$ 0,5-0,7 mol/l, dopełnia czystym alkoholem do 100,0 ml i miesza przez wytrząsanie. Po opadnięciu kryształów Na_2SiF_6 i K_2SiF_6 odpipetowuje się 25,0 ml klarownego roztworu poreakcyjnego, rozcieńcza wodą w kolbie stożkowej do ok. 100 ml i po dodaniu 5 ml nasyconego roztworu $CaCl_2$ miazeczkuje w temperaturze $20^\circ C$ mianowanym 0,5 n roztworem NaOH w obecności czerwieni Konga. Względny błąd oznaczenia oceniono $\pm 0,7\%$.

Oznaczenie jomu: K^+

Analizowany roztwór odmierza się dokładnie pipetą w takiej objętości, aby zawarta w niej sumaryczna ilość gramorównoważników Na^+ + K^+ oznaczona poprzednio, wynosiła od 0,008–0,02 R. i przenosi do kolby miarowej. Z kolei dodaje się z biurety mianowany wodny roztwór fluorokrzemianu amonowego o stężeniu bliskim 0,7 R/l w ilości 25,0 ml, dopełnia wodą do 100 ml, miesza przez wytrząsanie i umieszcza w kąpielii wodnej o określonej temperaturze np. 20°C. Następnie pobiera się 20,0 ml sklarowanego roztworu, rozcieńcza wodą w kolbie stożkowej dodaje 5 ml nasyconego roztworu $CaCl_2$, podgrzewa do wrzenia i miaręczkuje wobec czerwieni metylowej roztworem 0,5 n NaOH. Zawartość jomu potasowego oblicza się z wyrażenia 2. Względny błąd oznaczenia zależy od stosunku K^+/Na^+ . Oceniono, że gdy K^+/Na^+ zmienia swoją wartość w granicach 0,2–1,0 względny błąd zmienia się od $\pm 3,0$ do $\pm 0,5\%$.

LITERATURA

- [1] Augustyn W., Kozielska M.: Zeszyty Nauk. Pol. Śl. Chemia 24, 170 (1964).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛИЯ И НАТРИЯ ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ СИСТЕМ
СОДЕРЖАЩИХ ИОН ФТОРОСИЛИКАТА

THE DETERMINATION OF POTASSIUM AND SODIUM BY USING SYSTEMS
CONTAINING FLUOSILICATE ION