

3

**Определение содержания фосфорного ангидрида (фосфатов) в
установленной, так и охлаждающей воде на фотоэлектроколориметре.**

Для приготовления раствора лучше пользоваться КДРО, который кристаллизуется без воды. В случае его отсутствия можно пользоваться другими фосфатами, например, фосфатами натрия $\text{Na}_2\text{PO}_4 \cdot \text{NaHPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ или $\text{Na}_2\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. Так как они кристаллизуются с различным числом молекул воды, то в

состоит в образовании восстановленного фосфорно-молибденового комплекса, окрашенного в синий цвет. В качестве восстановителя используется двуххлористое олово (SnCl_2). Кислотность среды должна быть такой, чтобы свести к минимуму влияние кремниевой кислоты (до 0,6 N по H_2SO_4).

Состав рабочего раствора: калий фосфорнокислый концентрацией 10 мг PO_4^{3-} в 1 дм³, добавляют 0,1 N серной кислоты, содержащую реакцию сразу. Прокипятить в течение 1 минуты, охладить и довести до метилоранжу 0,1 N раствором содовой кислоты, его быстро **Средства измерений, реактивы:**

1. Фотоэлектроколориметр, грунт 0,1N раствором Na_2SnO_3 , калибратор 1%
2. Электроплитка
3. Колбы на 1 дм³ и 50 см³
4. Серная кислота H_2SO_4 (конц.).
5. Молибденово-кислый аммоний (МКА), 5% р-р.
6. Раствор двуххлористого олова SnCl_2 , 2% р-р
7. Основной стандартный раствор фосфорнокислого калия концентрацией 100 мг на 1 дм³.
8. Рабочий раствор фосфорнокислого калия концентрацией 10 мг PO_4^{3-} в 1 дм³.
9. Сульфит натрия Na_2SO_3 - 20% р-р.
10. Глицерин.

Приготовление реагентов:

1. Раствор H_2SO_4 : к 820 см³ дистиллированной воды прибавляют 180 см³ химически чистой H_2SO_4 уд.вес 1,84 г/дм³.

2. Раствор молибденово-кислого аммония (МКА): 50 г МКА не ниже ч.д.а. растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм³.

3. Раствор двуххлористого олова: могут быть использованы два способа приготовления
а) 2,5 г не окисленного $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 5 мл концентрированной HCL соляной кислоты при слабом нагревании. После растворения приливают 100 мл чистого глицерина и перемешивают стеклянной палочкой. Глицериновый раствор устойчив, его нет необходимости предохранять от контакта с воздухом. Окисления Sn^{+2} в Sn^{+4} не наблюдается в течение полугода;

б) 2 г двуххлористого олова $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (ч.д.а.) растворяют в 50 мл разбавленной 1:1 соляной кислоты в мерной колбе на 100 мл, добавляют 0,1- 0,2 г металлического олова в виде стружки и нагревают на слабом огне до растворения. После полного растворения объем довести дистиллированной водой до метки.

4. Растворы фосфорнокислого калия, основной и рабочий.
Реактив фосфорнокислого калия выдерживают в экскаторе над серной кислотой в течение суток.

а) Раствор №1 (основной стандартный раствор) готовят по формуле:
растворяют 0,1432 фосфорнокислого калия в 1 дм³ дистиллированной воды, полученный раствор содержит 100 мг PO_4^{3-} в 1 дм³.

б) Раствор №2 (рабочий раствор). Из основного стандартного раствора готовят рабочий раствор №2: берут 100 см³ основного стандартного раствора и разбавляют в 10 раз, доводят до 1 дм³ дистиллированной водой. Полученный раствор содержит 10 мг PO_4^{3-} в 1 дм³. Оба раствора

консервируют введением 1-2 капель хлороформа. Титр рабочего раствора (раствор №2) не устанавливают, так как это фосфорнокислый калий безводный реагент.

Для приготовления раствора лучше пользоваться KH_2PO_4 , который кристаллизуется без воды. В случае его отсутствия можно пользоваться другими фосфатами, например, фосфатами натрия $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{NaHPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ или $\text{NaHPO}_4 \cdot \text{NaHPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ или $\text{Na}_2\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. Так как они кристаллизуются с различным числом молекул воды, то в этом случае можно приготовить растворы приближенной концентрации с последующим определением титра.

Титр устанавливают следующим образом: 50 мл отобранного пипеткой раствора помещают в коническую колбу, добавляют к нему 2-3 капли 0,1% раствора метилоранжа и 0,1 Н раствора соляной кислоты, создавая кислую реакцию среды. Прокипятят содержимое колбы, его быстро охлаждают и точно нейтрализуют по метилоранжу 0,1 Н раствора соляной кислоты в оранжевый.

Нейтрализованной раствор титруют 0,1Н раствором NaOH , применяя индикатор 1% раствор фенолфталеина до устойчивой розовой окраски. Сразу же добавляют 4-5 г NaCl и если при растворении поваренной соды окраска исчезнет, то добавляют вновь 0,1Н раствора щелочи до появления отчетливой и устойчивой в течение 1 минуты розовой окраски.



Эквивалентный вес PO_4^{3-} в данной реакции равен молекулярному весу (94,98). Содержание PO_4^{3-} в запасном стандартном растворе будет равен:

$$\text{PO}_3/4 = a * K * 0,1 * 94,98 / 50$$

где, PO_4^{3-} - содержание PO_4^{3-} в запасном растворе мг/мл;

A - расход 0,1Н раствора NaOH на титрование,

K - коэффициент поправки к 0,1Н раствору NaOH . Сульфит натрия 20% раствор.

5 Раствор сернокислого натрия (сульфит натрия Na_2SO_3). Навеску сульфита натрия 20г переносят в мерную колбу на 100мл и доводят до метки дистilledированной водой.

Числение результатов

Результаты анализа находят, пользуясь графиком. Для построения графика в ряд мерных колб емкостью 50-мл вводят следующие объемы рабочего стандартного раствора фосфатов 0,1, 2, 3, 5, 7, 10, 15мл, что соответствует концентрации 0,01; 0,02; 0,03; 0,05; 0,07; 0,1; 0,15мг PO_4^{3-} , затем добавляют в каждую колбу по 5мл H_2SO_4 и по 2мл раствора молибдата аммония, после чего дистilledированной водой доводят объем во всех колбах до 40-45 мл, тщательно перемешивают содержимое каждой колбы и спустя 2 минуты, вводят 2-3 капли хлористого олова и по 0,5 мл сульфита натрия. Перемешав жидкости, доводят их объемы дистilledированной водой до метки, вновь хорошо перемешивают и через 5 минут колориметрируют с красным светофильтром, $\lambda=670-750$ нм помещая в кювету сравнения нулевую пробу.

Содержание фосфатов в охлаждающей воде рассчитывают по формуле:
 $\text{P}_2\text{O}_5 = C * 1000 * K / V$

где, C - концентрация P_2O_5 по графику в мг/л;

K - фактор пересчета PO_4^{3-} на P_2O_5 на P_2O_5 ; $K=0,75$;

V -объем пробы в мл.

Ориентировочный график
Примечание: Проведение анализа определения фосфатов в охлаждающей воде и построение градуировочного графика должно производиться в одинаковых условиях.

Выполнение определения.

В мерную колбу на 50 см³ вводят 5 см³ охлаждающей воды, добавляют 5 см³ H₂SO₄, 2 см³ молибденокислого аммония. Перемешивают, разбавляют до объема 40-45 см³ дистиллированной водой, вновь тщательно перемешивают через 2 минуты добавляют 5-10 капель раствора хлористого олова и 0,5 см³ сульфита натрия. Содержимое колбы перемешивают, затем доводят до метки дистиллированной водой и через 5 минут, окрашенную в синий цвет жидкость, колориметрируют на ФЭКе с красным светофильтром, длина волны $\lambda = 670-750$ нм в кювете с толщиной слоя 10 мм, сравнивая с контрольной пробой дистиллированная вода с теми же реактивами.

Строят градуировочный график зависимости оптической плотности растворов от массовой концентрации фосфатов, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию фосфатов, а по оси ординат значение оптической плотности. Расчетный график периодически следует проверять 1 раз в 3 месяца. График строят на миллиметровой бумаге.

График на фосфаты построен по точкам 1(0,15), 2(0,29), 6(0,81)

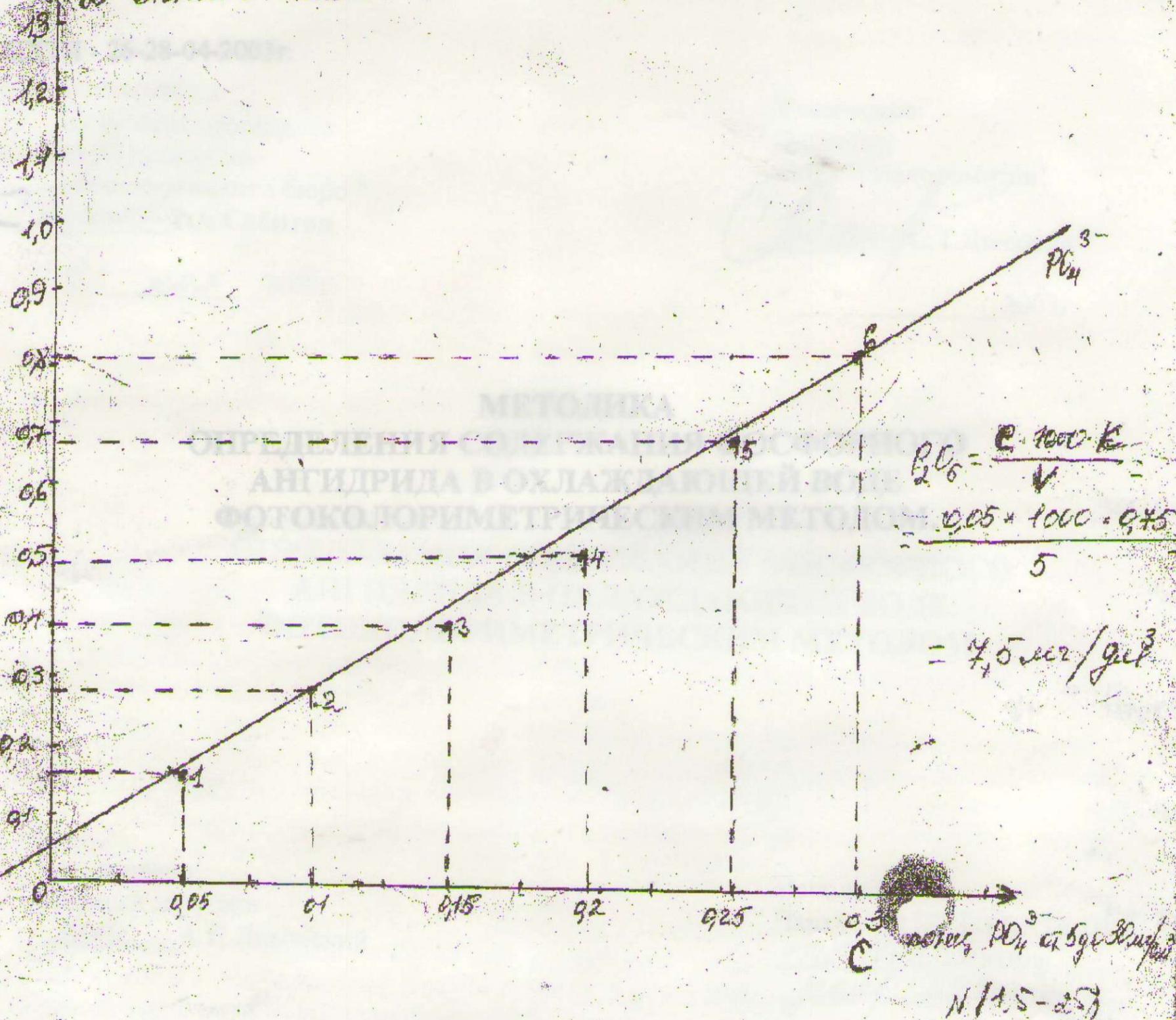
Количество мл	C-конц мг/см ³	Д-оптическая плотность
0	---	0,035
5	0,05	0,147
10	0,1	0,29
15	0,15	0,4
20	0,2	0,49
25	0,25	0,66
30	0,3	0,81

ГДС.
C- концентрация P₂O₅ по графику в мг/см³.
K- фактор пересчета PO₄³⁻ на P₂O₅; K=0,75.
V- объем пробы в см³.

Ориентировочный график

ОАО "РЕМЛОКОМОТИВ"

1. Θ -специал нест.



где,

C - концентрация P_2O_5 по графику в мг/см^3 .

K - фактор пересчета PO_4^{3-} на P_2O_5 ; $K=0,75$.

V - объем пробы в см^3 .