

CHLORIDE

1 PRINCIPE

Deze procedure vervangt de procedure AAC./2/IV/C.18 van mei 1994.

Chloriden kunnen bepaald worden door middel van ionenchromatografie of door een amperometrische titratie met zilvernitraat, in het waterig extract (cfr. CMA/2/IV/C.6.4.1.) en uitgedrukt als Cl⁻. De analysemethode met ionenchromatografie is beschreven in de compendiummethode CMA/2/I/C.3 en de amperometrische titratie in de onderstaande methode.

2 APPARATUUR EN MATERIAAL

Amperometer (voltmeter), voorzien van een meetelektrode (Ag-electrode) en een referentieëlektrode (calomel-electrode), een buret van 5 ml met onderverdeling van 0,01 ml, en een magnetische roerder.

3 REAGENTIA

- 3.1. Zilvernitraat 0,05 M: 8,494 g zilvernitraat (AgNO₃) oplossen in ong. 600 ml water, aanlengen tot 1 l en mengen. Bewaren in donker.
- 3.2. Carrez-I-oplossing: 219 g zinkacetaat (Zn(CH₃COO)₂·2H₂O) en 30 g ijsazijn (CH₃COOH 100 %) oplossen met water, aanlengen tot 1 l en mengen.
- 3.3. Carrez-II-oplossing: 106 g kaliumhexacyanoferraat (K₄Fe(II)(CN)₆·3H₂O) oplossen met water, aanlengen tot 1 l en mengen.

4 ANALYSEPROCEDURE

Uit het waterig extract (cfr. CMA/2/IV/C.6.4.1.) wordt 25 ml gepipetteerd, in een maatkolf van 50 ml. Ongeveer 0,5 g actieve-koolpoeder en 5 ml Carrez-I-oplossing (3.2.) toevoegen. Even schudden, 5 ml Carrez-II-oplossing (3.3.) toevoegen, aanlengen en mengen. Filtreren door een papieren ploofilter. Voor de blanco-oplossing wordt dezelfde bewerking uitgevoerd met 25 ml water.

Uit het filtraat wordt een aliquot van 5 tot 25 ml gepipetteerd, 2 tot 10 mg Cl bevattend, in een bekeerglas van 100 ml. Indien het chloorgehalte in het filtraat te hoog is, wordt dit in een gepaste verhouding verdund (verdunningsfactor = D) met water. Dezelfde bewerking uitvoeren met de blanco-oplossing. Aan de inhoud van het bekeerglas een roermagneetje en water toevoegen, tot een volume van ongeveer 50 ml. De elektroden van de amperometer (2.1.) onder de vloeistofspiegel brengen en zacht magnetisch roeren.

Terwijl 0,05 M zilvernitraat (3.1.) uit de buret in het bekeerglas wordt toegedruppeld, wordt, steeds onder magnetisch roeren, de potentiaal (mV) gemeten. De titratie stopzetten wanneer de potentiaalsprong voorbij is. Aan de hand van een titratiecurve, waarbij de potentiaal (mV)

wordt uitgezet in functie van het volume (ml) aan 0,05 M zilvernitraat, wordt het equivalentiepunt (ml) bepaald.

5 BEREKENING

Het chloride gehalte wordt uitgedrukt op vers analysemateriaal in mg/l en berekend met volgende formule :

$$\text{Chloride gehalte (mg Cl/l)} = \frac{17726 \cdot D \cdot (E_x - E_b)}{V}$$

E_x = het equivalentiepunt (ml) bekomen na titratie van de monsteroplossing

E_b = idem voor de blanco-oplossing

D = verdunningsfactor

V = het volume (ml) van het aliquot genomen uit het filtraat