

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/6 punt 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

- 2.1 amperometer (voltmeter), voorzien van een meetelectrode (Ag-electrode) en een referentieëlectrode (calomel-electrode), een buret van 5 ml met onderverdeling van 0,01 ml, en een magnetische roerder.

3 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

- 3.1 zilvernitraat 0,05 M:
- 8,494 g zilvernitraat (AgNO_3) oplossen in ong. 600 ml water, aanlengen tot 1 l en mengen. Bewaren in donker
- 3.2 Carrez-I-oplossing:
- 219 g zinkacetaat ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) en 30 g ijszijn (CH_3COOH 100 %) oplossen met water, aanlengen tot 1 l en mengen
- 3.3. Carrez-II-oplossing:
- 106 g kaliumhexacyanoferraat ($\text{K}_4\text{Fe}(\text{II})(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) oplossen met water, aanlengen tot 1 l en mengen

4 ANALYSEPROCEDURE

Uit het waterig extract (cfr. CMA/2/IV/6 punt 4.1) wordt 25 ml gepipetteerd, in een maatkolf van 50 ml. Ongeveer 0,5 g actieve-koolpoeder en 5 ml Carrez-I-oplossing toevoegen. Even schudden, 5 ml Carrez-II-oplossing 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 bekersglas 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 bekersglas een roermagneetje en water toevoegen, tot een volume van ongeveer 50 ml. De elektroden van de amperometer onder de vloeistofspiegel brengen en zacht magnetisch roeren.

Terwijl 0,05 M zilvernitraat uit de buret in het bekersglas 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 :

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

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

Eb = idem voor de blanco-oplossing

D = verdunningsfactor

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