

Ćwiczenie 4

Oznaczanie chlorowodoru w powietrzu atmosferycznym

Chlorowódor jest bezbarwnym gazem, dobrze rozpuszczalnym w wodzie. Stężony roztwór tego gazu w wodzie (kwas solny) dymi na powietrzu. Dymiący posiada ostry, gryzący zapach. Chlorowódor ma szerokie zastosowanie w przemyśle chemicznym do syntezy związków organicznych i nieorganicznych, przy produkcji nawozów, gumy, mas plastycznych, karbonizacji materiałów włókienniczych, przerobu skóry, jedwabiu i barwników oraz w przemyśle metalurgicznym do trawienia metali. Chlorowódor powstaje i może przedostawać się do atmosfery w czasie pirolizy i spalania tworzyw sztucznych typu polichloroku winylu (np. podczas utylizacji odpadków).

Chlorowódor jest gazem drażniącym. W kontakcie z wodą, jako kwas solny, działa żrąco na błony śluzowe dróg oddechowych, spojówki i skórę. W dużych stężeniach wywołuje zmiany zapalne i martwicze dróg oddechowych, kończące się obrzękiem płuc i śmiercią. Niebezpieczne dla życia są stężenia 1500-2000 mg/m³, przy czasie narażenia 0,5 godziny. Mniejsze stężenia chlorowodoru i w czasie dłuższej ekspozycji powodują nieżyt dróg oddechowych i owrzodzenie błony śluzowej.

Najwyższe dopuszczalne stężenie w środowisku pracy wynosi 5 mg/m³, zaś dopuszczalne stężenie chwilowe 7 mg/m³.

Najwyższe dopuszczalne stężenia w powietrzu atmosferycznym: 0,2 mg/m³ (30 min.), 0,1 mg/m³ (średniodobowe) i 0,025 mg/m³ (średnioroczne).

Najczęściej wykorzystywanymi metodami oznaczania chlorowodoru w powietrzu atmosferycznym jest metoda turbidymetryczna oraz metoda kolorymetryczna.

Turbidymetryczne oznaczanie chlorowodoru

Zasada metody

Metoda opiera się na reakcji jonów chlorkowych z azotanem srebra, w wyniku której tworzy się koloidalny, opalizujący osad chlorku srebra. Intensywność zmętnienia badanego roztworu jest proporcjonalna do stężenia chlorków.

Odczynniki

1. Roztwór podstawowy chlorków.

0,2101 g chlorku potasowego, uprzednio wysuszonego do stałej masy w temperaturze 105 °C, rozpuścić w wodzie redestylowanej, w kolbie miarowej o pojemności 1 dm³.

1 ml tego roztworu zawiera 0,1 mg chlorków.

2. Roztwór roboczy chlorków.

Do kolby miarowej o pojemności 100 ml odmierzyć 10 ml roztworu podstawowego chlorków, uzupełnić wodą redestylowaną do kreski i wymieszać.

1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 0,01 mg chlorków.

3. 25%-owy roztwór HNO₃.

4. Roztwór AgNO₃ o stężeniu 0,1 M.

Aparatura

1. Aspirator do poboru próbek powietrza, umożliwiający pobieranie próbek przy przepływie powietrza 30-60 dm³/h.

2. Płuczki do pochłaniania gazu typu Poleżajewa o pojemności 25 ml.

3. Kolbki miarowe o pojemności 25 ml; pipety o pojemności: 1 ml, 2 ml, 25 ml.

4. Turbidynometr (TN-100).

Pobieranie próbek

Chlorowodór absorbuje się we wodzie. Przez dwie płuczki połączone szeregowo, zawierające po 20 ml wody redestylowanej, przepuszczać powietrze z szybkością 40 dm³/h w ciągu 60 minut.

Po pobraniu próbek roztwory z płuczek przenieść do kolbek o pojemności 25 ml.

Wykonanie oznaczenia

Przygotowanie skali wzorców.

Do kolbek miarowych o pojemności 25 ml odmierzyć kolejno następujące ilości odczynników:

Roztwór roboczy chlorków o stężeniu 0,01 mg/ml [ml]	Woda redestylowana [ml]	HNO ₃ o stężeniu 25% [ml]	AgNO ₃ o stężeniu 0,1 M [ml]	stężenie chlorków w kolbkach (po uzupełnieniu wodą do 25 ml) [mg/l]
0,0	20,0	1	2	0,00
1,0	19,0	1	2	0,4
2,5	17,5	1	2	1
5,0	15,0	1	2	2
7,5	12,5	1	2	3
10,0	10,0	1	2	4

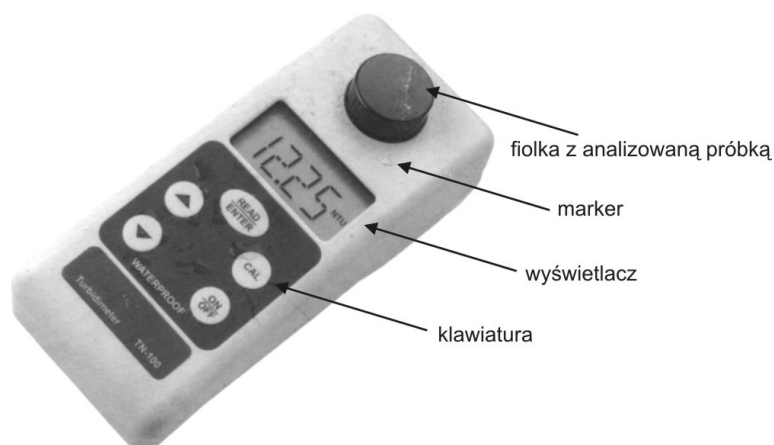
Roztwory w kolbkach uzupełnić wodą do kreski, wymieszać i umieścić na 20 minut do w ciemnym miejscu.

Przygotowanie próbek analitycznych

Do kolbek z pobranymi próbkami z płuczek zawierającymi HCl, podobnie jak w przypadku roztworów wzorcowych, dodać po 1 ml HNO₃, 2 ml AgNO₃ i uzupełnić wodą redestylowaną do kreski Kolbki również pozostawić w ciemnym miejscu na 20 minut.

Po upływie 20 minut zmierzyć wartości turbidancji roztworów wzorcowych oraz próbek badanych względem ślepej próby jako odnośnika.

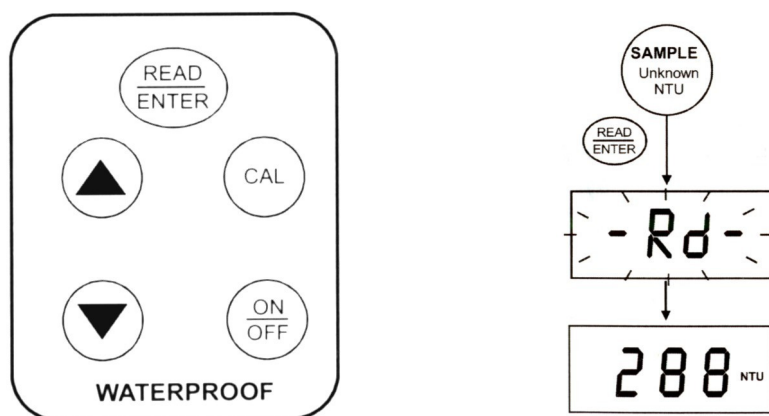
Obsługa przenośnego turbidymetru TN-100



Rys. 1 Przenośny spektrofotometr TN-100

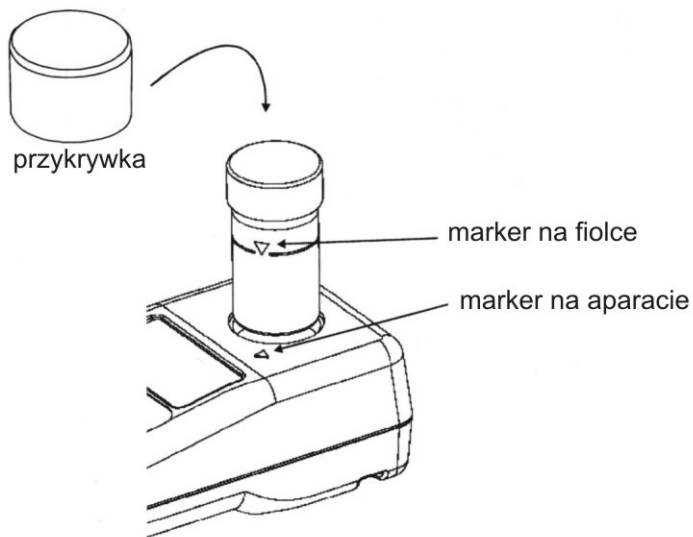
Spektrofotometr TN-100 (rys. 1) uruchamiamy poprzez naciśnięcie przycisku ON/OFF na klawiaturze (rys. 2). Po uruchomieniu przyrządu należy odczekać około 12 sekund następuje jego kalibracja a na wyświetlaczu pulsuje napis [-Rd-].

Badany roztwór (około 10 ml) wlewamy do specjalnej fiolki, napełniając ją do kreski. Naczynie zamykamy i umieszczamy w aparacie tak głęboko aby tylko nakrętka wystawała ponad obudowę. Zwracamy również uwagę, aby marker umieszczony na fiolce pokrywał się z markerem na spektrofotometrze (rys. 3). Przed pomiarem fiolkę należy przykryć specjalną przykrywką.



Rys. 2 Wykonanie pomiaru

Aby wykonać pomiar naciskamy klawisz READ/ENTER. Podczas pomiaru na wyświetlaczu pulsuje napis [-Rd-]. Wynik otrzymujemy w jednostkach mętności – NTU (Nephelometric Turbidity Units).



Rys. 3 Umieszczanie próbki w aparacie

Opracowanie wyników

1. Wykreślić krzywą wzorcową w układzie $NTU=f(c_{Cl})$.
2. Korzystając z krzywej wzorcowej, bądź z równania tej krzywej wyznaczonego metodą regresji liniowej, wyznaczyć stężenie chlorków w analizowanych roztworach.
3. Znając stężenia chlorków w badanych roztworach (odczytane z krzywej kalibracyjnej) obliczyć:
 - masę pobranych chlorków
 - stężenie chlorowodoru w powietrzu atmosferycznym w mg/m^3 , uwzględniając objętość przepuszczonego przez płuczki powietrza.