

**CHEMIA ŚRODKÓW BIOAKTYWNYCH I KOSMETYKÓW**  
**PRACOWNIA CHEMII ANALITYCZNEJ**

**Ćwiczenie 8**

**Argentometryczne oznaczanie chlorków metodą Fajansa**

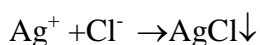
## Ćwiczenie obejmuje:

1. Oznaczenie miana roztworu  $\text{AgNO}_3$
2. Oznaczenie  $\text{Cl}^-$  metodą Fajansa

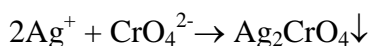
## WYKONANIE ĆWICZENIA

### 1. Oznaczenie miana $\text{AgNO}_3$

Roztwór chlorku (pH 6.5-10), zawierający pewną ilość chromianu (VI) potasu jako wskaźnika miareczkuje się bezpośrednio mianowanym roztworem azotanu (V) srebra (I).



W tych warunkach powstaje trudnorozpuszczalny w wodzie chlorek srebra. Nadmiar roztworu  $\text{AgNO}_3$  wytrąca chromian (VI) srebra (I), którego miodowe zabarwienie wskazuje końcowy punkt miareczkowania.



Oznaczeniu chlorków metodą Mohra przeszkadzają węglany, fosforany i aniony tworzące z jonami  $\text{Ag}^+$  w tym środowisku trudno rozpuszczalne związki.

### Stosowany sprzęt:

biureta 50 ml, statyw,  
kolby stożkowe 300 ml,  
pipeta miarowa,  
waga analityczna.

### Stosowane odczynniki i roztwory

KCl cz.d.a.  
Roztwór  $\text{AgNO}_3$  (~0.1 mol/l),  
 $\text{K}_2\text{CrO}_4$  5% roztwór.

### **Opis mianowania roztworu Ag(NO)<sub>3</sub> (0.1mol/l) na odważkę KCl**

1. Odważyć 0.15-0.2 g wysuszonego w 383 K KCl
2. Rozpuścić w 100 ml wody w kolbie stożkowej o pojemności 300 ml.
3. Następnie dodać 1 ml 5% roztworu K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> i miareczkować roztworem AgNO<sub>3</sub>. do pojawienia trwałej miodowej barwy roztworu.
4. Molowość roztworu określa się stosując następująca zależność:

$$C = \frac{m}{(V \cdot 0.074555)} \text{ mol/l}$$

gdzie :

m- odważka KCl [g],

V- objętość roztworu AgNO<sub>3</sub> [ml]

0.074555 - masa milimola KCl [g/mmol].

5. Uzyskane wyniki należy zapisać w załączonej na końcu skryptu tabeli, a następnie dokonać oceny statystycznej uzyskanej serii pomiarowej- opracowanie grupowe wg wzoru umieszczonego na końcu skryptu.

## **2. Oznaczenie chlorków metodą Fajansa**

Obojętny roztwór chlorków miareczkuje się bezpośrednio roztworem azotanu (V) srebra (I) wobec wskaźnika adsorpcyjnego eozyny. Zaletą stosowania eozyny jako wskaźnika jest możliwość przeprowadzenia miareczkowania w środowisku kwaśnym. Punkt końcowy miareczkowania następuje gdy osad chlorku srebra zabarwi się na różowo.

### **Stosowany sprzęt:**

kolba miarowa 100 ml,

kolby stożkowe 500 ml,

pipeta pełna 20 lub 25 ml,

pipety miarowe,

biureta 50 ml, statyw,

### **Stosowane odczynniki i roztwory**

zmianowany AgNO<sub>3</sub> (~0.1 mol/l) ,

CH<sub>3</sub>COOH roztwór,

eozyna 1% roztwór.

### Opis oznaczenia chlorków metodą Fajansa

1. Badany roztwór chlorków rozcieńczyć wodą destylowaną do kreski w kolbie miarowej na 100cm<sup>3</sup> i dokładnie wymieszać.
2. Przenieść określoną objętość roztworu przy pomocy pipety pełnej do kolby stożkowej o pojemności 500ml i rozcieńczyć wodą destylowaną do ok. 200cm<sup>3</sup>.
3. Dodać 1 cm<sup>3</sup> CH<sub>3</sub>COOH a następnie 2 cm<sup>3</sup> eozyny i miareczkować 0.1 mol/l roztworem azotanu(V) srebra(I).
4. Gdy w roztworze pozostaje ok. 0.5-1% początkowej zawartości chlorków następuje koagulacja osadu. Od tej chwili dodaje się roztwór AgNO<sub>3</sub> kroplami energicznie mieszając aż do raptownego zabarwienia się osadu na różowo.
5. Wykonać minimum 3 równoległe oznaczenia.
6. Obliczyć zawartość chlorków w próbce badanej ze wzoru:

$$m = V \cdot C \cdot 0.035457 \cdot w \text{ [g]}$$

gdzie :

V - objętość roztworu Ag(NO)<sub>3</sub> [ml]

C - stężenie roztworu AgNO<sub>3</sub>, [mol/l]

0.035457 masa milimola Cl<sup>-</sup> [g/mmol],

w - współmierność kolby i pipety

7. Wyniki oznaczeń zawartości chlorków w próbce przedstawić w tabeli:

Nr próbki	objętość roztworu Ag(NO) <sub>3</sub> V <sub>PR</sub> (ml)	stężenie Ag(NO) <sub>3</sub> C [mol/l]	współmierność w	masa Cl <sup>-</sup> [g]	średnia masa Cl <sup>-</sup> [g]*
1					
2					
3					

\*po odrzuceniu wyników wątpliwych

8. Jako wynik analizy przedstawić średnią arytmetyczną 3 wyników, jeśli różnica pomiędzy nimi nie przekracza 0.5 %.
9. W przypadku wyniku wątpliwego, wynik należy odrzucić i wykonać kolejne oznaczenie

Grupa.....

### Oznaczenie miana roztworu $\text{AgNO}_3$

Data.....

Identyfikator studenta	Numer oznaczenia	Miano $\text{AgNO}_3$ [mol/l]	Identyfikator studenta	Numer oznaczenia	Miano $\text{AgNO}_3$ [mol/l]
	1			31	
	2			32	
	3			33	
	4			34	
	5			35	
	6			36	
	7			37	
	8			38	
	9			39	
	10			40	
	11			41	
	12			42	
	13			43	
	14			44	
	15			45	
	16			46	
	17			47	
	18			48	
	19			49	
	20			50	
	21			51	
	22			52	
	23			53	
	24			54	
	25			55	
	26			56	
	27			57	
	28			58	
	29			59	
	30			60	

**Ocena statystyczna serii pomiarowej oznaczania miana roztworu.....**

- Wartość średniej arytmetycznej wynosi :

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i = \dots\dots\dots$$

- Wartość mediany wynosi:

$$M = \dots\dots\dots$$

- Wartość dominanty wynosi:

$$D = \dots\dots\dots$$

- Wariancja w ocenianej serii pomiarowej wynosi:

$$V = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1} = \dots\dots\dots$$

- Odchylenie standardowe:

$$s = \sqrt{V} = \dots\dots\dots$$

- Względne odchylenie standardowe:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \cdot 100\% = \dots\dots\dots$$

- Przedział ufności:

$$\bar{x} - \frac{t}{\sqrt{n}} \cdot s < \mu < \bar{x} + \frac{t}{\sqrt{n}} \cdot s$$

- Dla poziomu ufności P=95% ( $\alpha=0.05$ ) i k=n-1

$$t = \dots\dots\dots \quad \frac{t}{\sqrt{n}} = \dots\dots\dots \quad \dots\dots < \mu < \dots\dots$$

Wartość prawdziwa miana roztworu.....zawiera się z prawdopodobieństwem 95% w przedziale: .....±.....