

CHEMIA ŚRODKÓW BIOAKTYWNYCH I KOSMETYKÓW
PRACOWNIA CHEMII ANALITYCZNEJ

Ćwiczenie 9

**Zastosowanie metod miareczkowania strąceniowego do oznaczania
chlorków w mydłach metodą Volharda.**

Ćwiczenie obejmuje:

1. Oznaczenie miana roztworu AgNO_3
2. Oznaczenia miana roztworu NH_4SCN
3. Argentometryczne oznaczanie chlorków w mydłach

WYKONANIE ĆWICZENIA

1. Mianowanie roztworu azotanu srebra.

Miano roztworu azotanu (V) srebra oznacza się na w podobnych warunkach, jakich będą przeprowadzane oznaczenia. Najlepiej do tego celu wykorzystać chlorek sodu lub potasu. Oznaczenie wykonuje się metodą Mohra. Roztwór AgNO_3 rozkłada się powoli pod wpływem światła i dlatego roztwory AgNO_3 należy przechowywać w ciemnych butelkach.

Stosowany sprzęt laboratoryjny:

biureta 50 cm^3 , statyw,
kolby stożkowe 300 cm^3 ,
cylinder miarowy 5ml
waga analityczna.

Stosowane odczynniki i roztwory:

roztwór $\text{AgNO}_3 \sim 0,1 \text{ mol/dm}^3$
KCl cz.d.a. wysuszony
chromian (VI) potasu – roztwór ok. 5%.

Opis mianowania roztworu AgNO_3 (0.1 mol/l)

1. Na wadze analitycznej odważyć 0,15 – 0,20 g wysuszonego w 383 K KCl
2. Odważkę rozpuścić w 100 cm^3 wody w kolbie stożkowej na 300 cm^3 .
3. Następnie dodać 1 cm^3 5% roztworu K_2CrO_4 i miareczkować roztworem AgNO_3 do pojawienia się miodowej barwy roztworu, nie znikającej w ciągu 20 sekund intensywnego mieszania.
4. Stężenie mianowanego roztworu wyliczyć ze wzoru:

$$C_{AgNO_3} = \frac{m \cdot 1000}{V \cdot 74,555} \text{ (mol / dm}^3\text{)}$$

gdzie:

m – odważka KCl (g)

V – objętość roztworu AgNO₃ (cm³).

M_{KCl} = 74,555 (g/mol)

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

2. Mianowanie roztworu rodanku amonu.

Molowość roztworu rodanku amonu ustala się za pomocą mianowanego roztworu azotanu(V) srebra.

Stosowany sprzęt laboratoryjny:

biureta 50 cm³, statyw,

kolby stożkowe 300cm³,

cyylinder miarowy 5ml.

Stosowane odczynniki i roztwory:

zmianowany roztwór AgNO₃ ~0,1 mol/dm³,

roztwór NH₄SCN 0,1 mol/dm³,

siarczan (VI) amonu i żelaza (III) – roztwór ok. 10%.

Opis mianowania roztworu NH₄SCN (0.1 mol/l)

1. Do kolby stożkowej o pojemności 300 ml odmierzyć biuretą różne objętości (od 25 do 35 ml) mianowanego roztworu AgNO₃
2. Dodać 50cm³ wody, 1cm³ ałunu żelazowo-amonowego
3. Miareczkować roztworem NH₄SCN do wystąpienia czerwono-brązowego zabarwienia.
4. Stężenie mianowanego roztworu NH₄SCN wyliczyć ze wzoru:

$$C_{NH_4SCN} = \frac{C_{AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3}}{V_{NH_4SCN}} \text{ (mol / dm}^3\text{)}$$

gdzie:

C_{AgNO_3} - stężenie roztworu $AgNO_3$ [mol/l]

V_{AgNO_3} - odmierzona objętość roztworu $AgNO_3$ [ml]

V_{NH_4SCN} - objętość roztworu NH_4SCN odpowiadająca PK miareczkowania [ml]

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

3. Argentometryczne oznaczanie chlorków w mydlach.

Metoda polega na argentometrycznym oznaczaniu chlorków (metodą Volharda) po uprzednim rozkładzie próbki do badań (kwasem azotowym) i usunięciu kwasów tłuszczowych przez odsączenie. Ponieważ oznaczenie przebiega w środowisku rozcieńczonego kwasu azotowego do roztworu chlorków dodaje się nadmiar mianowanego roztworu azotanu srebra. Nie związane jony srebra odmiareczkuje się mianowanym roztworem rodanku amonu. Metoda nadaje się do oznaczania chlorków w mydlach handlowych (oprócz produktów złożonych). Metodę stosuje się do mydeł o zawartości chlorku sodu nie mniejszej niż 0,1%.

Stosowany sprzęt laboratoryjny:

biureta 50 cm³, statyw (2x),

kolba miarowa 200cm³,

kolby stożkowe 300cm³,

pipeta pełna 100cm³,

zlewka 100cm³,

lejek,

cylinder miarowy,

tryskawka.

łaźnia wodna,
waga pólanalityczna.

Stosowane odczynniki i roztwory:

~0,1 mol/dm³ mianowany roztwór AgNO₃,
~0,1 mol/dm³ mianowany roztwór NH₄SCN,
kwas azotowy stężony (70% - 80%),
siarczan (VI) amonu i żelaza (III) – roztwór ok. 10%.
Mydło w kostce

Opis argentometrycznego oznaczania chlorków w mydlach

1. W zlewce o pojemności 100cm³ odważyć ok. 5g rozdrobnionego (na jak najmniejsze kawałeczki) mydła z dokładnością 0,01g.
2. Próbkę rozpuścić w 50 cm³ gorącej wody. Roztwór przenieść ilościowo (małymi porcjami gorącej wody) do kolby miarowej na 200cm³.
3. Dodać 5cm³ kwasu azotowego i natychmiast (biureta) 25cm³ mianowanego roztworu AgNO₃.
4. Kolbę umieścić na wrzącej łaźni wodnej i ogrzewać tak długo aż na powierzchni roztworu wydzielią się całkowicie kwasy tłuszczowe a powstały chlorek srebra zbierze się na dnie w postaci serowatego osadu.
5. Następnie kolbę należy ochłodzić do temperatury pokojowej i uzupełnić jej zawartość wodą do kreski.
6. Roztwór wymieszać i przesączyć przez suchy sącdek z bibuły filtracyjnej. Pierwsze 10cm³ przesączu odrzucić a następnie zebrać co najmniej 110cm³ przesączu.
7. Pipetą pełną przenieść 100cm³ przesączu do kolby stożkowej o pojemności 300cm³, dodać 2cm³ alunu żelazowo-amonowego i miareczkować (energicznie mieszając) mianowanym roztworem NH₄SCN do chwili pojawienia się trwałego czerwono-brązowego zabarwienia.
8. Zawartość chlorków w mydle (w przeliczeniu na NaCl) obliczyć (w %) ze wzoru:

$$\text{Zawartość chlorków} = 0,0585 (25c_1 - 2vc_2) \frac{100}{m}$$

gdzie:

m – masa badanej próbki mydła (g)

v – objętość roztworu NH_4SCN użytego do miareczkowania (cm^3)

c_1 – stężenie roztworu AgNO_3 (mol/dm^3)

c_2 – stężenie roztworu NH_4SCN (mol/dm^3)

9. Wyniki oznaczenia zebrać w tabeli, której wzór przedstawiono poniżej:

Nr oznaczenia	Masa próbki mydła [g]	Objętość roztworu NH_4SCN zużyta do osiągnięcia PK miareczkowania [ml]	Miano roztworu AgNO_3 [mol/L]	Miano roztworu NH_4SCN [mol/L]	Zawartość chlorków wyrażona jako ułamek masowy w/w chlorku sodu [%]
1					
2					
3					

Grupa.....

Oznaczenie miana roztworu AgNO_3

Data.....

Identyfikator studenta	Numer oznaczenia	Miano AgNO_3 [mol/l]	Identyfikator studenta	Numer oznaczenia	Miano 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	

Grupa.....

Oznaczenie miana roztworu NH_4SCN

Data.....

Identyfikator studenta	Numer oznaczenia	Miano NH_4SCN[mol/l]	Identyfikator studenta	Numer oznaczenia	Miano NH_4SCN [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	

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:±.....