

**Pracownia analizy ilościowej**  
**dla studentów II roku Chemii**  
**specjalność *Chemia podstawowa i stosowana***

**Argentometryczne oznaczanie chlorków**  
**w mydłach**

## Ćwiczenie obejmuje:

1. Oznaczenie miana roztworu  $\text{AgNO}_3$
2. Oznaczenia miana roztworu  $\text{NH}_4\text{SCN}$
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  $\text{AgNO}_3$  rozkłada się powoli pod wpływem światła i dlatego roztwory  $\text{AgNO}_3$  należy przechowywać w ciemnych butelkach.

#### Stosowany sprzęt laboratoryjny:

biureta  $50 \text{ cm}^3$ , statyw,  
kolby stożkowe  $300 \text{ cm}^3$ ,  
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 $\text{AgNO}_3$ (0.1 mol/l)

1. Na wadze analitycznej odważyć 0,15 – 0,20 g wysuszonego w 383 K KCl
2. Odważkę rozpuścić w  $100 \text{ cm}^3$  wody w kolbie stożkowej na  $300 \text{ cm}^3$ .
3. Następnie dodać  $1 \text{ cm}^3$  5% roztworu  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  i miareczkować roztworem  $\text{AgNO}_3$  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 AgNO<sub>3</sub> (cm<sup>3</sup>).

M<sub>KCl</sub> = 74,555 (g/mol)

## 2. Mianowanie roztworu rodanku amonu.

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

### Stosowany sprzęt laboratoryjny:

biureta 50 cm<sup>3</sup>, statyw,

kolby stożkowe 300cm<sup>3</sup>,

cyylinder miarowy 5ml.

### Stosowane odczynniki i roztwory:

zmianowany roztwór AgNO<sub>3</sub> ~0,1 mol/dm<sup>3</sup>,

roztwór NH<sub>4</sub>SCN 0,1 mol/dm<sup>3</sup>,

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

### Opis mianowania roztworu NH<sub>4</sub>SCN (0.1 mol/l)

1. Do kolby stożkowej o pojemności 300 ml odmierzyć biuretą różne objętości (od 25 do 35 ml) mianowanego roztworu AgNO<sub>3</sub>
2. Dodać 50cm<sup>3</sup> wody, 1cm<sup>3</sup> ałunu żelazowo-amonowego
3. Miareczkować roztworem NH<sub>4</sub>SCN do wystąpienia czerwono-brązowego zabarwienia.
4. Stężenie mianowanego roztworu NH<sub>4</sub>SCN 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]

### 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 cm<sup>3</sup>, statyw (2x),

kolba miarowa 200cm<sup>3</sup>,

kolby stożkowe 300cm<sup>3</sup>,

pipeta pełna 100cm<sup>3</sup>,

zlewka 100cm<sup>3</sup>,

lejek,

cylinder miarowy,

tryskawka.

łaźnia wodna,  
waga pólanalityczna.

**Stosowane odczynniki i roztwory:**

~0,1 mol/dm<sup>3</sup> mianowany roztwór AgNO<sub>3</sub>,  
~0,1 mol/dm<sup>3</sup> mianowany roztwór NH<sub>4</sub>SCN,  
kwas azotowy stężony (70% - 80%),  
siarczan (VI) amonu i żelaza (III) – roztwór ok. 10%.

**Opis argentometrycznego oznaczania chlorków w mydlach**

1. W zlewce o pojemności 100cm<sup>3</sup> odważyć ok. 5g rozdrobnionego (na jak najmniejsze kawałeczki) mydła z dokładnością 0,01g.
2. Próbkę rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> gorącej wody. Roztwór przenieść ilościowo (małymi porcjami gorącej wody) do kolby miarowej na 200cm<sup>3</sup>.
3. Dodać 5cm<sup>3</sup> kwasu azotowego i natychmiast (biuretą) 25cm<sup>3</sup> mianowanego roztworu AgNO<sub>3</sub>.
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 10cm<sup>3</sup> przesączu odrzucić a następnie zebrać co najmniej 110cm<sup>3</sup> przesączu.
7. Pipetą pełną przenieść 100cm<sup>3</sup> przesączu do kolby stożkowej o pojemności 300cm<sup>3</sup>, dodać 2cm<sup>3</sup> ałunu żelazowo-amonowego i miareczkować (energicznie mieszając) mianowanym roztworem NH<sub>4</sub>SCN 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  $\text{NH}_4\text{SCN}$  użytego do miareczkowania ( $\text{cm}^3$ )

$c_1$  – stężenie roztworu  $\text{AgNO}_3$  ( $\text{mol/dm}^3$ )

$c_2$  – stężenie roztworu  $\text{NH}_4\text{SCN}$  ( $\text{mol/dm}^3$ )

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

Nr oznaczenia	Masa próbki mydła [g]	Objętość roztworu $\text{NH}_4\text{SCN}$ zużyta do osiągnięcia PK miareczkowania [ml]	Miano roztworu $\text{AgNO}_3$ [mol/L]	Miano roztworu $\text{NH}_4\text{SCN}$ [mol/L]	Zawartość chlorków wyrażona jako ułamek masowy w/w chlorku sodu [%]
1					
2					
3					