Pracownia klasycznej analizy ilościowej

Argentometryczne oznaczanie chlorków

Ćwiczenie obejmuje:

- przygotowanie i mianowanie ~ 0.1 M roztworu $AgNO_3$
- oznaczenie Cl^- metodą Fajansa
- przygotowanie i mianowanie ~ 0.1 M roztworu NH_4SCN
- oznaczenie Cl^- w mydłach metodą Volharda

Przygotowanie i mianowanie roztworu $AgNO_3$

Stosowany sprzęt: kolba miarowa 100 cm^3, kolby stożkowe 250-300 cm^3, pipeta pełna 20 (25) cm^3, pipety miarowe, zlewki, mały lejek, statyw, biureta 50 cm^3

Stosowane odczynniki: KCl, $AgNO_3$ cz.d.a., 5% r-r K_2CrO_4

Zasada metody

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

$$Ag^+ + Cl^- \rightarrow AgCl$$

W tych warunkach powstaje trudnorozpuszczalny w wodzie chlorek srebra. Nadmiar roztworu $AgNO_3$ wytrąca chromian (VI) srebra (I): $2Ag^+ + CrO_4 \rightarrow Ag_2CrO_4$

którego miodowe zabarwienie wskazuje końcowy punkt miareczkowania.

Przygotowanie roztworu $AgNO_3$

W celu przygotowania 1 dm^3 dokładnie 0.1M roztworu, należy odważyć 16.9890g odpowiednio czystego, wysuszonego przez 2 godz. w temperaturze 423 K i ostudzonego w eksykatorze $AgNO_3$. Odważkę należy rozpuścić w wodzie destylowanej i roztwór dopełnić wodą destylowaną w kolbie miarowej do objętości jednego litra. Roztwór ten należy przechowywać w butelce z ciemnego szkła z doszlifowanym korkiem. W przypadku, kiedy nie posiadamy wystarczająco czystego preparatu $AgNO_3$ roztwór przygotowujemy przez rozpuszczenie 17g $AgNO_3$ w 1 dm^3 wody destylowanej i wyznaczamy jego stężenie stosując chlorek sodu lub potasu jako substancję podstawową.

Nastawianie miana $AgNO_3$

Należy odważyć 0,15–0,2 g KCl wysuszonego w 383K rozpuścić w 100 cm^3 wody w kolbie stożkowej o pojemności 300 cm^3. Następnie dodać 1 cm^3 5% roztworu K_2CrO_4 i miareczkować roztworem $AgNO_3$ do pojawienia trwałej, mleczno-miodowej barwy roztworu. Stężenie $AgNO_3$ obliczyć na podstawie zależności:

$$C_{AgNO_3} = \frac{m_{KCl}}{0{,}07455 \cdot V_{AgNO_3}} \quad [mol/dm^3]$$

gdzie: m_{KCl} – odważka KCl [g]

V_{AgNO3} – objętość roztworu $AgNO_3$ [cm^3]

0,07455 – masa milimola KCl [g/mmol]

Oznaczanie chlorków metodą Fajansa

Stosowany sprzęt:

biureta 50 cm^3, statyw, kolby stożkowe 500 cm^3, pipeta miarowa, pipeta pełna 20 (25) cm^3

Stosowane odczynniki i roztwory:, ~0,1 M $AgNO_3$, 1% roztwór eozyny

Zasada metody

Obojętny roztwór chlorków miareczkuje się bezpośrednio roztworem azotanu (V) srebra (I) wobec wskaźnika adsorpcyjnego eozyny.

Wykonanie oznaczenia

Otrzymaną do analizy próbkę uzupełnić w kolbie wodą destylowana do kreski, dobrze wymieszać. Z badanego roztworu chlorków przenieść 20 cm^3 (25 cm^3) roztworu przy pomocy pipety pełnej do kolby stożkowej o pojemności 500 cm^3 i rozcieńczyć wodą destylowaną do ok. 200 cm^3. Dodać 2 cm^3 eozyny i miareczkować ~0,1M roztworem $AgNO_3$. Gdy w roztworze pozostaje ok. 0.5-1% początkowej zawartości chlorków następuje koagulacja osadu. Od tej chwili roztwór $AgNO_3$ dodaje się pojedynczymi kroplami, energicznie mieszając aż do raptownego zabarwienia się osadu na różowo. Zawartość chlorków w badanej próbce oblicza się na podstawie wzoru:

$$m = V_{AgNO_3} \cdot C_{AgNO_3} \cdot 0{,}035457 \cdot w \quad [g]$$

gdzie: V_{AgNO_3} – objętość roztworu $AgNO_3$ [cm^3]

C_{AgNO_3} – stężenie roztworu $AgNO_3$ [mol/dm^3]

0,035457 – masa milimola Cl^- [g/mmol]

w – współmierność kolby z pipetą

Oznaczanie chlorków w mydłach - metoda Volharda

Stosowany sprzęt laboratoryjny:

biureta 50 cm^3, statyw, kolby stożkowe 300 cm^3, cylinder miarowy, waga analityczna, kolba miarowa 200 cm^3, pipeta pełna 100 cm^3, zlewki, lejek, łaźnia wodna

Stosowane odczynniki i roztwory:

~0,1M roztwór $AgNO_3$, ~0,1M NH_4SCN, ałun żelazowo-amonowy – roztwór 10%, stężony HNO_3

Zasada metody:

Metoda polega na argentometrycznym oznaczaniu chlorków w mydle, po uprzednim przygotowaniu próbki do badań i usunięciu kwasów tłuszczowych. Oznaczenie chlorków wykonuje się metodą Volharda, polega ona na dodaniu do zakwaszonego roztworu chlorków nadmiaru mianowanego roztworu $AgNO_3$, nie związane jony srebra odmiareczkowuje się mianowanym roztworem NH_4SCN. Metodę stosuje się do mydeł o zawartości chlorku sodu nie mniejszej niż 0,1%.

Przygotowanie i mianowanie roztworu rodanku amonu

Ze względu na higroskopijność NH_4SCN należy przy przyrządzaniu roztworu odważyć większą ilość rodanku niż to wynika z obliczeń. W celu przygotowania 1 dm^3 0,1M roztworu NH_4SCN należy odważyć 7,6 g krystalicznego NH_4SCN i rozpuścić go w 1 dm^3 wody. Miano roztworu NH_4SCN oznacza się względem mianowanego roztworu $AgNO_3$. Należy w tym celu odmierzyć do kolb stożkowych o objętości 300 cm^3 przy pomocy biurety różne objętości mianowanego roztworu $AgNO_3$ (np. 25, 30, 35 cm^3), dodać 1 cm^3 ałunu żelazowo-amonowego i miareczkować roztworem NH_4SCN do wystąpienia zauważalnej zmiany barwy roztworu. Należy wykonać kilka równoległych oznaczeń.

Stężenie roztworu NH_4SCN obliczyć można z zależności:

$$c_{NH_4SCN} = \frac{c_{AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3}}{V_{NH_4SCN}} \text{ [mol/dm}^3\text{]}$$

gdzie: c_{AgNO_3} – stężenie roztworu $AgNO_3$ [mol/dm^3]

V_{AgNO_3} – odmierzona objętość $AgNO_3$ [cm^3]

V_{NH_4SCN} – objętość roztworu NH_4SCN potrzebna do osiągnięcia PK miareczkowania [cm^3]

Wykonanie oznaczanie chlorków w mydłach

W zlewce o pojemności 100 cm^3 odważyć z dokładnością 0,01g ok. 5g rozdrobnionego (na jak najmniejsze kawałeczki) mydła. Odważkę rozpuścić w 50 cm^3 gorącej wody. Roztwór przenieść ilościowo (małymi porcjami gorącej wody) do kolby miarowej na 200 cm^3. Dodać 5 cm^3 kwasu azotowego i natychmiast (biuretą) 25 cm^3 mianowanego roztworu $AgNO_3$. Kolbę umieścić na wrzącej łaźni wodnej i ogrzewać tak długo aż na powierzchni roztworu wydzielą się całkowicie kwasy tłuszczowe a powstały chlorek srebra zbierze się na dnie w postaci serowatego osadu. Następnie kolbę należy ochłodzić do temperatury pokojowej i uzupełnić jej zawartość wodą destylowaną do kreski. Roztwór wymieszać i przesączyć przez suchy sączek z bibuły filtracyjnej. Pierwsze 10 cm^3 przesączu odrzucić a następnie zebrać co najmniej 110 cm^3 przesączu. Pipetą pełną przenieść 100 cm^3 przesączu do erlenmajerki, dodać 2 cm^3 ałunu żelazowo-amonowego i miareczkować mianowanym roztworem NH_4SCN do chwili pojawienia się trwałego czerwonobrązowego zabarwienia.

Zawartość chlorków w mydle (w przeliczeniu na NaCl) obliczyć ze wzoru:

$$\text{Zawartość chlorków} = 0{,}0585 \cdot (25 \cdot c_{AgNO_3} - 2 \cdot V_{NH_4SCN} \cdot c_{NH_4SCN}) \frac{100}{m} \ [\%]$$

gdzie:

m – masa badanej próbki mydła [g]

c_{AgNO_3} – stężenie roztworu $AgNO_3$ [mol/dm^3]

V_{NH_4SCN} – objętość roztworu NH_4SCN potrzebna do osiągnięcia PK miareczkowania [cm^3]

c_{NH_4SCN} – stężenie roztworu NH_4SCN [mol/dm^3]