PRACOWNIA CHEMII ANALITYCZNEJ

Zastosowanie metod miareczkowania strąceniowego do oznaczania chlorków w mydłach

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 300cm^3,
cylinder miarowy 5ml
waga analityczna.

Stosowane odczynniki i roztwory:
roztwór $AgNO_3$ ~0,1 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 100cm^3 wody w kolbie stożkowej na 300cm^3.
3. Następnie dodać 1cm^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:

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

gdzie:

m – odważka KCl (g)

V – objętość roztworu $AgNO_3$ (cm^3).

M_{KCl} = 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^3,statyw,

kolby stożkowe 300cm^3,

cylinder miarowy 5ml.

Stosowane odczynniki i roztwory:

zmianowany roztwór $AgNO_3$ ~0,1 mol/dm^3,

roztwór NH_4SCN 0,1 mol/dm^3,

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

Opis mianowania roztworu NH_4SCN (0.1 mol/l)

1. Do kolby stożkowej o pojemności 300 ml odmierzyć biuretą różne objętości (od 25 do 35 ml) mianowanego roztworu $AgNO_3$
2. Dodać 50cm^3 wody, 1cm^3 ałunu żelazowo-amonowego
3. Miareczkować roztworem NH_4SCN do wystąpienia czerwonobrązowego zabarwienia.
4. Stężenie mianowanego roztworu NH_4SCN wyliczyć ze wzoru:

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

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 mydłach.

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 odmiareczkowuje się mianowanym roztworem rodanku amonu. Metoda nadaje się do oznaczania chlorków w mydłach handlowych (oprócz produktów złożonych). Metodę stosuje się do mydeł o zawartości chlorku sodu nie mniejszej niż 0,1%.

Stosowany sprzęt laboratoryjny:
biureta 50 cm^3, statyw (2x),
kolba miarowa 200cm^3,
kolby stożkowe 300cm^3,
pipeta pełna 100cm^3,
zlewka 100cm^3,
lejek,
cylinder miarowy,
tryskawka.
łaźnia wodna,
waga półanalityczna.

Stosowane odczynniki i roztwory:

~0,1 mol/dm^3 mianowany roztwór $AgNO_3$,

~0,1 mol/dm^3 mianowany roztwór NH_4SCN,

kwas azotowy stężony (70% - 80%),

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

Mydło w kostce

Opis argentometrycznego oznaczania chlorków w mydłach

1. W zlewce o pojemności 100cm^3 odważyć ok. 5g rozdrobnionego (na jak najmniejsze kawałeczki) mydła z dokładnością 0,01g.
2. Próbkę rozpuścić w 50 cm^3 gorącej wody. Roztwór przenieść ilościowo (małymi porcjami gorącej wody) do kolby miarowej na 200cm^3.
3. Dodać 5cm^3 kwasu azotowego i natychmiast (biuretą) 25cm^3 mianowanego roztworu $AgNO_3$.
4. 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.
5. Następnie kolbę należy ochłodzić do temperatury pokojowej i uzupełnić jej zawartość wodą do kreski.
6. Roztwór wymieszać i przesączyć przez suchy sączek z bibuły filtracyjnej. Pierwsze 10cm^3 przesączu odrzucić a następnie zebrać co najmniej 110cm^3 przesączu.
7. Pipetą pełną przenieść 100cm^3 przesączu do kolby stożkowej o pojemności 300cm^3, dodać 2cm^3 ałunu żelazowo-amonowego i miareczkować (energicznie mieszając) mianowanym roztworem NH_4SCN do chwili pojawienia się trwałego czerwonobrązowego 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					