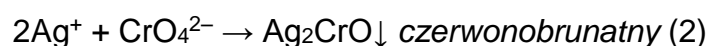
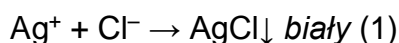




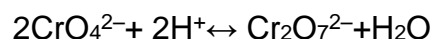
7. Oznaczanie jonów chlorkowych w preparatach kosmetycznych metodą miareczkowania bezpośredniego [metoda Mohra]

Zasada oznaczenia

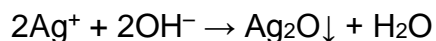
Metoda Mohra polega na miareczkowaniu roztworu zawierającego jony chlorkowe mianowanym roztworem azotanu (V) srebra (I). Wskaźnikiem w tej metodzie jest chromian (VI) potasu. Dodawany podczas miareczkowania roztwór azotanu (V) srebra (I) strąca początkowo jony chlorkowe w postaci trudno rozpuszczalnego osadu chlorku srebra, a gdy cała ilość jonów chlorkowych zostanie wytrącona, jedna kropla nadmiaru titranta powoduje zmianę zabarwienia zawiesiny z białej na czerwobrunatną (w PK o lekkim zabarwieniu), na skutek strącania osadu chromianu (VI) srebra (I). Powstanie tego osadu wskazuje na koniec miareczkowania jonów chlorkowych:



Odczyn roztworu powinien być **obojętny**, ponieważ w roztworze kwaśnym jony wodorowe łączą się z jonami CrO_4^{2-} , tworząc jony HCrO_4^- i $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$:



Powoduje to zmniejszenie stężenia jonów CrO_4^{2-} , a w bardziej kwaśnych roztworach osad nie wytrąca się wcale. Ponadto Ag_2CrO_4 , jako sól słabego kwasu, ulega rozpuszczeniu w kwaśnych roztworach, natomiast w roztworach silnie zasadowych ($\text{pH} > 10,5$) następuje wytrącenie osadu Ag_2O :



Metody Mohra nie można stosować do oznaczania chlorków w obecności anionów tworzących w roztworach obojętnych trudno rozpuszczalne sole srebra (Br^- , I^- , AsO_4^{3-} , PO_4^{3-} , CO_3^{2-}), kationów tworzących trudno rozpuszczalne chromiany (Ba^{2+} , Pb^{2+}) oraz substancji redukujących AgNO_3 do srebra metalicznego (np. jony Fe^{2+}).

Opis ćwiczenia

Oznaczenie jonów chlorkowych w soli do kąpeli lub peelingu do ciała metodą Mohra

Sprzęt:

- 3 kolby stożkowe
- Biureta
- Zlewka
- Pipeta
- Kolba miarowa 100 ml

Odczynniki:

- sól do kąpeli
- roztwór AgNO_3 $C = 0.05 \text{ M}$
- 5% roztworu chromianu (VI) potasu

Wykonanie oznaczenia

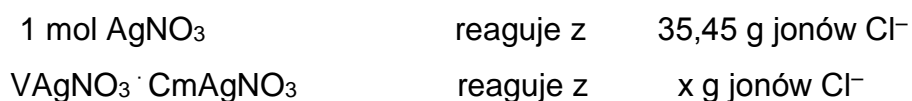
- odważyć na wadze analitycznej **ok. 0,085 g** soli do kąpeli lub **ok. 0,1g** peelingu do ciała z dokładnością do 0,0001g,
- odważkę zawierającą jony chlorkowe zawarte w soli do kąpeli przenieść ilościowo do kolby miarowej o pojemności 100 ml, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać [w celu ulepszenia rozpuszczania próbkę można delikatnie ogrzać w łaźni wodnej – nie doprowadzić do wrzenia !!!],



- 20 ml sporządzonego roztworu przenieść ilościowo do kolby stożkowej, a następnie dodać około 1 ml 5% roztworu chromianu (VI) potasu,
- miareczkować mianowanym roztworem AgNO_3 do momentu zmiany barwy zawiesiny z białej na brunatnoczerwoną; miareczkowanie powtórzyć jeszcze dwukrotnie,
- obliczyć średnią objętość zużytego do miareczkowania azotanu (V) srebra (I) i wykorzystać do obliczenia zawartości jonów chlorkowych w analizowanym roztworze.

Obliczenie zawartości chlorków

Z reakcji (1) wynika, że 1 mol azotanu (V) srebra (I) reaguje z 1 molem jonów chlorkowych. Liczbę moli azotanu (V) srebra (I), która była użyta podczas miareczkowania oblicza się ze wzoru: $n_{\text{AgNO}_3} = V_{\text{AgNO}_3} \cdot C_{\text{mAgNO}_3}$, natomiast zawartość jonów chlorkowych można obliczyć z następującej proporcji:



$$x = \frac{V_{\text{AgNO}_3} \cdot C_{\text{mAgNO}_3} \cdot 35.45}{1} \left[\frac{1 \cdot \frac{\text{mol}}{1} \cdot \text{g}}{\text{mol}} \right] = [\text{g}]$$

UWAGA! Obliczona ilość jonów chlorkowych odpowiada 1/5 jego zawartości w próbce.

Zawartość chlorków w próbce wynosi $y = x \cdot 5$

Zawartość jonów chlorkowych w g/100g produktu oblicza się wg wzoru:

$$[\text{Cl}^-] = y \cdot 100/m \text{ [g/100 g]}$$

gdzie: **m** – masa badanej próbki soli lub peelingu do ciała [g],

Obliczenie błędu oznaczenia zawartości chlorków



Błąd bezwzględny

$$E_{\text{bzw.}} = |y - \mu|$$

Błąd względny

$$E_{\text{wz.}} = |y - \mu| / \mu \cdot 100\%$$

gdzie:

y – całkowita zawartość chlorków w próbce

μ – wartość rzeczywista

Oznaczanie jonów chlorkowych w szamponach do włosów [metoda Mohra]

na podstawie normy branżowej BN-87 6140-08/12.

Sprzęt:

- 3 kolby stożkowe
- Biureta
- Zlewka
- Pipeta

Odczynniki:

- Szampon
- roztwór AgNO_3 C= 0.05 M
- 5% roztworu chromianu (VI) potasu

Wykonanie oznaczenia:

- w kolbie stożkowej na 100 ml odważyć **ok. 1g** badanego szamponu z dokładnością do 0,0001g,
- do próbki dodać 50 ml wody destylowanej i 2,5 ml 5% chromianu (VI) potasu, dokładnie wymieszać,



- miareczkować roztworem azotanu (V) srebra (I) do momentu zmiany barwy zawiesiny z białej na brunatnoczerwoną,
- miareczkowanie powtórzyć jeszcze dwukrotnie.

UWAGA! Podczas miareczkowania chronić próbkę przed bezpośrednim działaniem światła słonecznego.

Obliczenie zawartości chlorków

Zawartość % chlorków w próbce w przeliczeniu na NaCl (x) w badanym szamponie obliczyć wg wzoru:

$$x = \frac{V_{AgNO_3} \cdot C_{m_{AgNO_3}} \cdot 58.44}{m} \left[\frac{1 \cdot \frac{mol \cdot g}{1 \cdot mol}}{g} \cdot \% \right] = [\%]$$

gdzie: **m** – masa badanej próbki szamponu [g],

Obliczyć średnią zawartość chlorków w badanym szamponie.

Obliczenie błędu oznaczenia zawartości chlorków

Błąd bezwzględny

$$E_{bwz.} = |y - \mu|$$

Błąd względny

$$E_{wz.} = |y - \mu| / \mu \cdot 100\%$$

gdzie:

y – całkowita zawartość chlorków w próbce

μ – wartość rzeczywista