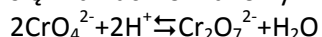


## 13B\_soap. Oznaczanie chlorków w szamponie metodą Mohra

Metody argentometryczne należą do grupy metod miareczkowych (wolumetrycznych) oraz są metodami strąceniowymi, tzn. w trakcie miareczkowania próbki wydziela się bardzo słabo rozpuszczalny produkt reakcji, w omawianych przypadkach jest to osad halogenków srebra(I)<sup>1</sup>. Najpopularniejsze są trzy metody z tej grupy, nazwane od ich odkrywców: Mohra<sup>2</sup>, Volharda i Fajansa. We wszystkich stosuje się mianowany roztwór AgNO<sub>3</sub>, a w metodzie Volharda dodatkowo mianowany roztwór KSCN lub NH<sub>4</sub>SCN.

W **metodzie Mohra** zawartość jonów chlorkowych w roztworze (można także oznaczać bromki, przeszkadzają aniony strącające srebro, m.in. PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, AsO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, kationy strącające chromiany, m.in. Ba<sup>2+</sup> i Pb<sup>2+</sup> oraz reduktory, które mogłyby zredukować Ag<sup>+</sup> do metalicznego srebra) oznacza się przez miareczkowanie roztworem azotanu(V) srebra(I), wskaźnikiem jest chromian potasowy, K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>. Gdy wszystkie jony chlorkowe przereagują z titrantem, nadmiar srebra reaguje z jonami chromianowymi tworząc czerwono-brązowy osad chromianu(VI) srebra. Metoda ta ma pewne ograniczenia: środowisko musi być obojętne lub słabo zasadowe (pH od 7 do 10.5), bowiem w kwaśnym jon chromianowy zamieni się w dwuchromianowy:



zaś dwuchromian srebra(I) jest rozpuszczalny w wodzie, zatem nie można zauważyć barwy chromianu srebra. Z kolei w środowisku zasadowym srebro wytrąci się jako wodorotlenek, a ten następnie może się rozłożyć do tlenku:



Ponadto w metodzie Mohra trzeba zwracać uwagę na ilość dodanego wskaźnika, bo może to znacząco wpływać na dokładność oznaczenia (porównaj rozpuszczalności chlorku srebra i chromianu srebra).

Obojętne (lub słabo alkaliczne) środowisko jest jedną z wad tej metody, bo przeszkadzają w niej wszelkie jony metali przejściowych, tworzące barwne wodorotlenki.

Podstawowe informacje o pozostałych metodach argentometrycznych (Fajansa i Volharda) można znaleźć w instrukcji nr 13 (*Analiza strąceniowa - Argentometryczne oznaczanie chlorków. Porównanie metod Mohra i Fajansa*).

W obecnym ćwiczeniu próbką jest szampon do włosów. Szampony zawierają środki antystatyczne, które zapobiegają nieprzyjemnemu elektryzowaniu się włosów w trakcie ich wycierania i suszenia. Bardzo często jest w tym celu stosowany zwykły chlorek sodu. Sole kwasu solnego są też czasem stosowane w mieszaninach buforujących szampony, które powinny mieć słabo kwaśny odczyn. Zawartość chlorków oznaczymy metodą Mohra, metodą znormalizowaną (norma BN-87 6140-08/12).

**Studenci proszeni są o przyniesienie na zajęcia szamponu do włosów w oryginalnym opakowaniu.**

### *Sprzęt i odczynniki*

- Mianowany roztwór AgNO<sub>3</sub> (przygotowują Panie Laborantki);
- Roztwór chromianu(VI) potasu jako wskaźnik (przygotowany wg normy PN-81/C-06501 tab.9)
- 2 kolby stożkowe Erlenmayera

### Procedura

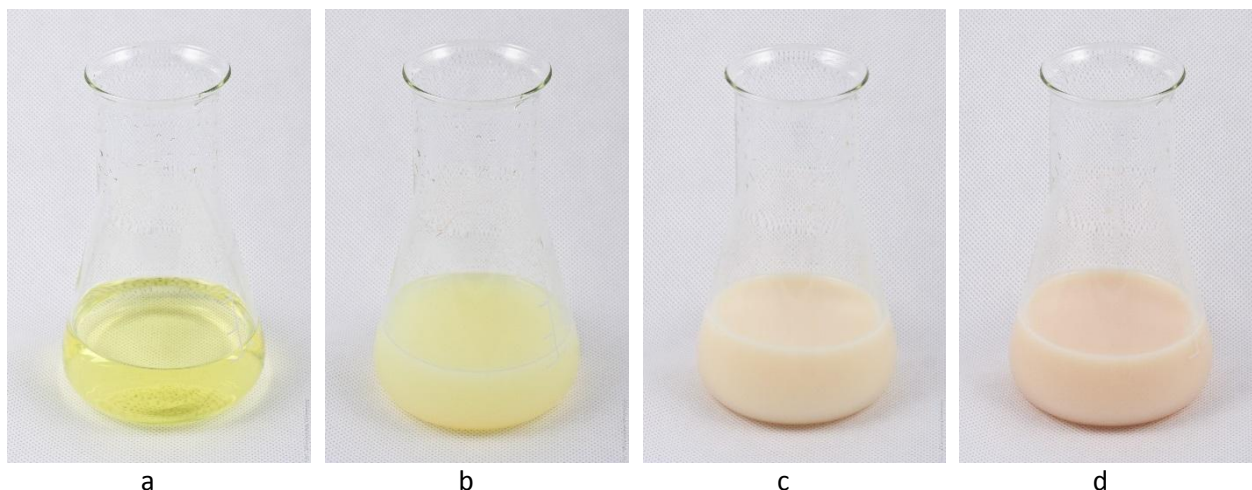
- Do kolby stożkowej (250 ml) odważyć próbkę badanego szamponu o masie ok. 5 g z dokładnością do 0,005 g
- Do kolby dodać 50 ml wody destylowanej, po czym zmierzyć uniwersalnym papierkiem wskaźnikowym odczyn pH roztworu. W przypadku alkalicznego odczynu dodać kwasu octowego aż

<sup>1</sup>. Halogenki to zwyczajowa nazwa soli kwasów halogenowodorowych: fluorków, chlorków, bromków i jodków, a niejako przez analogię także kwasów tworzonych przez astat oraz ununseptium, czyli syntetyczny pierwiastek o l.a. = 117, który został po raz pierwszy zsyntezowany w 2009 roku w laboratorium w Dubnej w Rosji.

<sup>2</sup>. Karl Friedrich Mohr (1806-1879) – niemiecki farmaceuta i chemik. Wynalazł sól zwaną solą Mohra. Twórca i konstruktor wagi do oznaczania ciężaru właściwego cieczy (waga Mohra).

do obojętnego odczynu. Lepszym (choć wychodzącym poza w/w normę) sposobem jest dodanie do rozcieńczonej próbki 2-3 kropel fenoloftaleiny. Jeśli roztwór się zabarwi, skorygować pH dodatkiem kwasu octowego do odbarwienia się roztworu.

- Dodać 2,5 ml wskaźnika (roztwór chromianu(VI) potasu), po czym miareczkować roztworem azotanu(V) srebra do pierwszego, trwałego czerwono-brunatnego zabarwienia. Podczas miareczkowania chronić próbkę przed bezpośrednim działaniem światła słonecznego.
- Powtórz dwukrotnie miareczkowanie, a w razie potrzeby nawet więcej.
- Oblicz masę chlorków w każdej próbce osobno:  $M_{Cl} = V_{AgNO_3} \cdot C_{AgNO_3} \cdot M_{AgNO_3}$ , gdzie V – objętość, c – stężenie molowe, M – masa molowa.
- Przelicz zawartości chlorków na 1000 g szamponu i uśrednij je.



Oznaczanie jonów chlorkowych metodą Mohra: a) roztwór chlorków przed miareczkowaniem z dodatkiem wskaźnika, b) przed PR (próbka niedomiareczkowana), c) PK miareczkowania, d) po PR (próbka przemiareczkowana). Fot. dr W. Wrzeszcz.

## Sprawozdanie

Sprawozdanie powinno zawierać następujące elementy:

- imię i nazwisko osoby przeprowadzającej analizę,
- datę analizy,
- reakcje,
- wszystkie otrzymane wyniki miareczkowań,
- obliczone masy jonów Cl<sup>-</sup> w pierwotnych próbkach,
- porównanie otrzymanych wyników i średnia z nich w przeliczeniu na 1000 g szamponu oraz ewentualny komentarz.

## **Odpady**

Wszystkie osady i roztwory zawierające srebro wylej do oznakowanych pojemników na pracowni.

## Źródła:

„Metodologia badań analitycznych kosmetyku. Materiały do seminariów i ćwiczeń dla studentów kosmetologii”, Pr. zbior. pod red. E. Brzezińskiej i K. Rzeszowskiej-Modzelewskiej, Uniw. Med. W Łodzi, 2008.

[http://chemistry-teaching-resources.com/Investigation\\_Ideas\\_files/Chloride%20by%20Fajans%20Method.pdf](http://chemistry-teaching-resources.com/Investigation_Ideas_files/Chloride%20by%20Fajans%20Method.pdf)

Wikipedia

podręczniki

## Sprawozdanie

Imię i nazwisko:				Data:	
Temat:		<b>Oznaczenie chlorków w szamponie metodą Mohra</b>			
Miano użytego roztworu $\text{AgNO}_3$ [M]:					
$M_{\text{Cl}}$ [g/mol]					
1.	Wskaźnik:				
	Reakcje:				
	Wzór na obliczenie zawartości $\text{Cl}^-$ metodą Mohra				
Lp.	Masa próbki szamponu $m_{\text{szamponu}}$ [g]	$V_{\text{AgNO}_3}$ [ $\text{cm}^3$ ]	$m_{\text{Cl}^-}$ [g]	Masa chlorków w przeliczeniu na 1000 g szamponu $m_{\text{Cl}^-}$ [g]	
1.					
2.					
3.					
4.					
Średnia zawartość $\text{Cl}^-$ w 1000 g szamponu [g]					
Uwagi:					