

Ćwiczenie 7

Oznaczanie siarczków metali alkalicznych i ziem alkalicznych

1. Cel i zakres stosowania

Metoda opisuje oznaczanie siarczków obecnych w produktach kosmetycznych. Obecność tioli lub innych środków redukujących (łącznie z siarczynami) (IV) nie przeszkadza w oznaczeniu.

2. Definicja

Stężenie siarczków oznaczone tą metodą jest wyrażone jako procent masowy siarki.

3. Zasada

Po zakwaszeniu środowiska, siarkowodor jest unoszony przez strumień azotu i wiązany w postaci siarczku kadmowego. Ten ostatni jest odsączony i przemyty, a następnie oznaczony jodometrycznie.

4. Procedura

1. Wprowadzenie siarczków

1.1. Pobrać opakowanie, którego poprzednio nie otwierano. Odważyć dokładnie w kolbie okrągłodennej (5.2.) masę (m) (wyrażoną w gramach) wyrobu odpowiadającą nie więcej niż 30 mg jonów siarczkowych. Dodać 60 ml wody i dwie krople cieczy przeciwdziałającej pienieniu.

1.2. Przenieść po 50 ml roztworu (4.7.) do każdej z dwóch kolb stożkowych (5.3.).

1.3. Umieścić wkraplacz, rurkę zanurzeniową i rurkę wylotową w kolbie okrągłodennej (5.2.). Przyłączyć rurkę wylotową do serii kolb stożkowych (5.3.) przewodami z PCV.

Uwaga: Aparatura wprowadzająca powinna przejść następujący test szczelności. Symulując warunki testu, zastąpić próbkę wyrobu przeznaczoną do wykonania oznaczenia przez 10 ml roztworu siarczku (przygotowanego jak z 4.4.) zawierającego "X mg" siarczku (oznaczonego jodometrycznie). Przyjęto "Y" jako liczbę miligramów siarczku stwierdzoną w końcu tej operacji. Różnica między ilością "X" i ilością "Y" nie powinna przekroczyć 3 %.

1.4. Przepuszczać azot (4.8.) przez 15 minut, z szybkością dwóch pęcherzyków gazowych na sekundę, w celu usunięcia powietrza zawartego w kolbie okrągłodennej (5.2.).

1.5. Ogrzewać kolbę okrągłodenną do 85 ± 5 °C.

1.6. Zatrzymać strumień azotu (4.8.) i dodać 40 ml kwasu chlorowodorowego (4.1.), kropla po kropli.

1.7. Kiedy prawie cały kwas został wkroplony, wprowadzić ponownie strumień azotu (4.8.); aby zapobiec wyciekowi siarkowodoru, należy pozostawić minimalną warstwę ciekłą (uszczelnienie).

1.8. Przerwać ogrzewanie po 30 minutach. Pozostawić kolbę (5.2.) do schłodzenia i kontynuować przepływ azotu (4.8.) przez co najmniej półtorej godziny.

2. Miareczkowanie

2.1. Przesączyć siarczek kadmu przez lejek z długą nóżką (5.4.).

2.2. Popłukać kolby stożkowe (5.3.) najpierw roztworem amoniaku (4.9.) i przelać go przez lejek. Następnie popłukać wodą destylowaną i użyć wodę do przemycia osadu zatrzymanego przez filtr.

2.3. Przemyć osad 100 ml wody.

2.4. Umieścić bibułę filtracyjną z lejka zawierającą osad w pierwszej kolbie stożkowej. Dodać 25 ml (n_1) roztworu jodu (4.3.), około 20 ml kwasu chlorowodorowego (4.1.) i 50 ml wody destylowanej.

2.5. Oznaczyć nadmiar jodu roztworem tiosiarczanu sodu (n_2) (4.2.).

5. Obliczenie

Zawartość siarczku w próbce, wyrażona jako procent masowy siarki, jest obliczana według następującego wzoru:

$$\% \text{ m/m siarki} = \frac{32 (n_1 x_1 - n_2 x_2)}{20 m}$$

gdzie:

n_1 - ilość (w mililitrach) zużytego standardowego roztworu jodu (4.3.),

x_1 - stężenie molowe tego roztworu,

n_2 - ilość (w mililitrach) standardowego roztworu tiosiarczanu (VI) sodu (4.2.),

x_2 - stężenie molowe tego roztworu,

m - masa (w gramach) próbki analitycznej.

6. Powtarzalność (ISO 5725)

Dla zawartości siarczku około 2 % (m/m) różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń wykonanych dla tej samej próbki nie powinna przekroczyć wartości absolutnej 0,2 % (m/m).