ARGENTOMETRIA

Oznaczanie chlorków metodą Mohra

Metoda polega na bezpośrednim miareczkowaniu obojętnego roztworu zawierającego chlorki mianowanym roztworem $AgNO_3$ w obecności jonów chromianowych jako wskaźnika. Azotan(V) srebra strąca trudno rozpuszczalny osad chlorku srebra

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

Gdy cała ilość jonów chlorkowych zostanie wytrącona, nadmiar roztworu $AgNO_3$ wytrąca chromian srebra, którego czerwonobrunatne zabarwienie wskazuje na koniec miareczkowania

$$2Ag^+ + CrO_4^{2-} \rightarrow Ag_2CrO_4 \downarrow$$

Odczyn badanego roztworu powinien być w zakresie $7 < pH < 10,5$, ponieważ w roztworach kwaśnych jony wodorowe łączą się z jonami CrO_4^{2-}

$$2CrO_4^{2-} + 2H^+ \rightarrow Cr_2O_7^{2-} + H_2O$$

Natomiast w roztworach zasadowych następuje wytrącenie osadu Ag_2O

$$2Ag^+ + 2OH^- \rightarrow Ag_2O + H_2O$$

Innymi jonami przeszkadzającymi są:

- Br^-, I^-, PO_4^{3-}, CO_3^{2-}
- Ba^{2+}, Sr^{2+}, Pb^{2+}, Fe^{2+}

Sposób wykonania

Otrzymany w kolbce miarowej roztwór rozcieńczyć wodą destylowaną do kreski. Następnie pobrać 10 cm^3 badanego roztworu (odczyn obojętny) i rozcieńczyć wodą destylowaną do ok. 70 cm^3. Dodać 1 cm^3 5 %-owego roztworu K_2CrO_4 i miareczkować 0,05 M roztworem $AgNO_3$, dobrze mieszając, do pojawienia się osadu o brunatnej barwie.

Obliczyć zawartość chlorków w otrzymanej do analizy próbce.

Oznaczanie chlorków metodą Volharda

Metoda polega na pośrednim oznaczaniu chlorków w środowisku rozcieńczonego kwasu azotowego(V). W badanym roztworze strąca się chlorki w postaci AgCl przez dodanie nadmiaru mianowanego roztworu $AgNO_3$

$$Ag^+ + Cl^- = AgCl \downarrow$$

Nie związane jony srebra odmiareczkowuje się mianowanym roztworem tiocyjanianu potasu (lub amonu)

$$Ag^+ + SCN^- = AgSCN \downarrow$$

Wskaźnikiem punktu końcowego miareczkowania są jony Fe^{3+}, które po strąceniu całej ilości srebra tworzą z jonami tiocyjanianowymi czerwony kompleks:

$$Fe^{3+} + SCN^- = Fe(SCN)^{2+}$$

Sposób wykonania:
Otrzymany w kolbce miarowej roztwór rozcieńczyć wodą destylowaną do kreski.
Do 10 cm^3 badanego roztworu dodać 5 cm^3 HNO_3 (1:1), rozcieńczyć wodą do objętości ok. 100 cm^3 i dodać 15 cm^3 0,05 M roztworu $AgNO_3$. Następnie dodać 1 cm^3 10 %-owego roztworu ałunu żelazowo-amonowego i mieszać zawartość kolby przez ok. 1 min. Nadmiar jonów srebra miareczkować 0,05 M roztworem KSCN do wystąpienia trwałego różowego zabarwienia roztworu przez powstający kompleks. Zawartość chlorku oblicza się z różnicy początkowej objętości roztworu $AgNO_3$ i objętości dodanego nadmiaru, którą określa się na podstawie zużytej objętości roztworu tiocujanianu.
Po odmiareczkowaniu $AgNO_3$ tiocyjanianem, nadmiar dodanego KSCN zaczyna reagować z uprzednio wytrąconym AgCl, na skutek czego roztwór się odbarwia.

$$AgCl + SCN^- = AgSCN + Cl^-$$

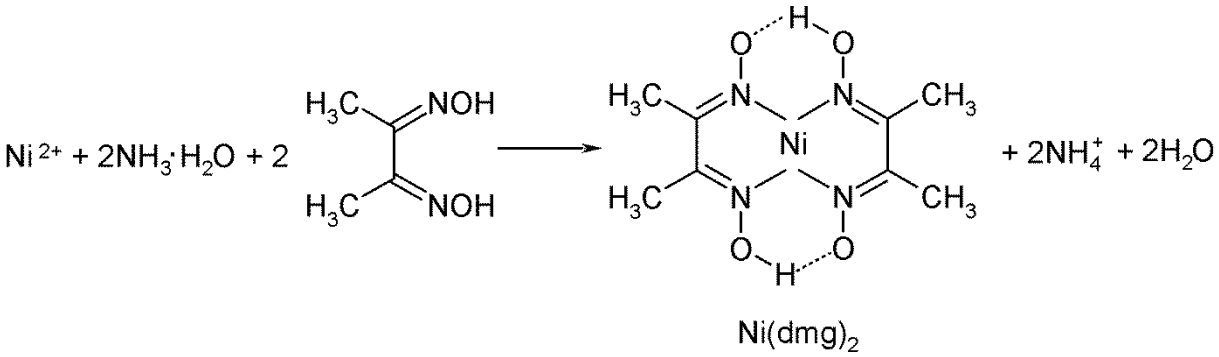
Barwa kompleksu $FeSCN^{2+}$ zanika w ciągu ok. minuty, dalszy dodatek KSCN przywraca chwilowo różowe zabarwienie, które następnie zanika na skutek powyższej reakcji. Dlatego zużycie tiocyjanianu będzie znacznie wyższe niż jest to konieczne do osiągnięcia punktu równoważności (PR). Błąd może być rzędu 10%.

ANALIZA WAGOWA

Wagowe oznaczanie niklu w postaci dimetyloglioksymianu niklu(II)

Metoda polega na wytrąceniu z roztworu amoniakalnego jonów niklu(II) dimetyloglioksymem (dmg). Otrzymujemy kłaczkowaty czerwony osad wewnętrznego chelatu, który jest trudno rozpuszczalny w wodzie.

Sposób wykonania:
Roztwór badany otrzymany w zlewce rozcieńczyć dodając cylindrem miarowym około 100 cm^3 wody destylowanej. Następnie dodać cylindrem miarowym 2 cm^3 HCl (1:1) i ogrzać prawie do wrzenia. Usunąć palnik i mieszając roztwór szklaną bagietką, dodać cylindrem miarowym 10 cm^3 dimetyloglioksymu (1% alkoholowy roztwór) oraz roztworu amoniaku (1:2), aż do wystąpienia jego wyraźnego zapachu. Wytrąca się czerwony osad:



$Ni(dmg)_2$

Następnie roztwór ogrzewać 45 minut w temperaturze około 70°C.
W przygotowanym wcześniej zestawie do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem umieścić szklany tygiel o znanej masie z dnem o porowatości G4. Osad przenieść na tygiel, następnie przemyć ścianki zlewki oraz bagietkę wodą destylowaną przenosząc pozostały osad. Osad na tyglu należy przemyć dwukrotnie gorącą wodą. Tygiel wraz z osadem umieścić w suszarce laboratoryjnej i wysuszyć w temperaturze 120°C w ciągu 90 minut.
Po tym czasie tygiel umieścić w eksykatorze i po ostygnięciu zważyć na wadze analitycznej. Procedurę powtarzać aż do osiągnięcia stałej masy.
Na podstawie masy pustego tygla i tygla zawierającego osad wysuszony do stałej masy ustalić masę osadu. Następnie obliczyć zawartość niklu(II) w analizowanym roztworze na podstawie masy uzyskanego osadu i wartości odpowiedniego mnożnika analitycznego.