
Ćwiczenie: Precypitometryczne oznaczenie jonów srebra(I) metodą Volharda

Wstęp

Metodę opracowaną przez J. Volharda wykorzystuje się do bezpośredniego oznaczenia jonów Ag^+ (lub pośredniego oznaczenia Cl^- po dodaniu do badanego roztworu nadmiaru mianowanego roztworu AgNO_3).

W metodzie tej zakwaszony rozcieńczonym HNO_3 roztwór soli srebra miareczkuje się mianowanym roztworem tiocyjanianu (najczęściej amonu lub potasu). Wskaźnikiem są jony Fe^{3+} dodane w postaci roztworu siarczanu(VI) amonu żelaza(III). Podczas miareczkowania wytraca się biały osad AgSCN . Gdy cała ilość jonów Ag^+ zostanie wytrącona, nadmiar roztworu titranta reaguje z jonami wskaźnika powodując powstanie brunatnoczerwonego zabarwienia na skutek utworzenia kompleksu FeSCN^{2+} . Roztwór musi mieć odczyn kwasowy, ponieważ w środowisku obojętnym lub zasadowym jony żelaza(III) uległyby hydrolizie (otrzymano by brunatny osad wodorotlenku żelaza (III)), co uniemożliwiłoby wyznaczenie punktu końcowego miareczkowania.

Odczynniki: mianowany roztwór NH_4SCN , 10% roztwór $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$, 6 mol/L roztwór HNO_3 .

Wykonanie

1. Otrzymaną do analizy próbkę w kolbie miarowej pojemności 100 mL uzupełnić wodą destylowaną do kreski a następnie dokładnie wymieszać
2. Biuretę napełnić titrantem tak, by nie pozostały w niej żadne pęcherzyki powietrza, ustawić poziom titranta w punkcie 0,00 mL
3. Pipetą jednomiarową przenieść 20,00 mL rozcieńczonej próbki do kolby Erlenmayera z szeroką szyjką, następnie dodać 5 mL roztworu HNO_3 i 1 mL roztworu $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$
4. Przygotowaną próbkę miareczkować mianowanym roztworem tiocyjanianu amonu do pojawienia się brunatnoczerwonego zabarwienia roztworu nad osadem nie znikającego pomimo energicznego mieszania przez 10 s (zmiany powinna być widoczna po dodaniu jednej kropli titranta)
5. Otrzymany wynik zanotować, a następnie wykonać drugie miareczkowanie.
6. Korzystając z wartości średniej, obliczyć zawartość jonów Ag^+ w otrzymanej próbce (wynik podać w gramach).