

Методы
осаждения

Аналитическая химия

1. Сущность методов осаждения

- **Метод осаждения объединяет титриметрические определения, при которых в результате реакции между определяемым веществом и рабочим раствором происходит реакция осаждения**

Требования к реакциям в методах осаждения:

- 1) осадок должен быть практически нерастворимым;**
- 2) осадок должен выпадать быстро;**
- 3) не должно происходить побочных реакций, влияющих на результат титрования;**
- 4) точка эквивалентности должна легко фиксироваться**

- **Точка эквивалентности наступает тогда, когда исследуемое вещество полностью переходит в осадок.**
- **Конец, реакции определяется с помощью индикаторов.**
- **В зависимости от названия рабочего раствора методы осаждения подразделяются:**
 1. **Аргентометрия**
 2. **Роданометрия**
 3. **Меркуриметрия**

Аргентометрический

метод анализа основан на применении в качестве рабочего раствора стандартного раствора нитрата серебра :



где Hal- являются Cl⁻, Br⁻, I⁻ и др.

Метод называется аргентометрией.

В зависимости от индикатора, рабочего раствора и условий титрования различают:

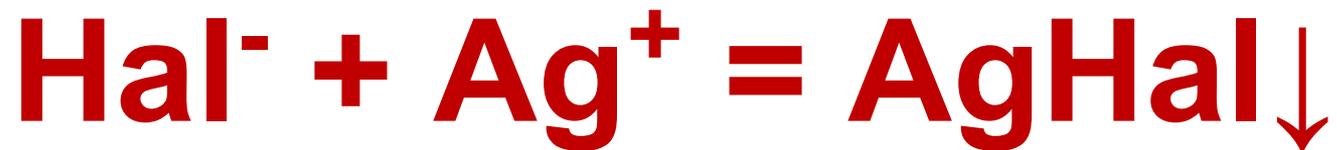
- ***метод Мора***
- ***метод Фольгарда***
- ***метод Фаянса***

Метод Мора (прямая аргентометрия) -

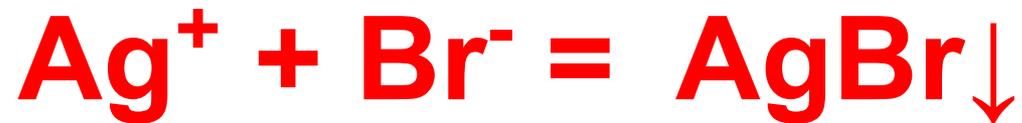
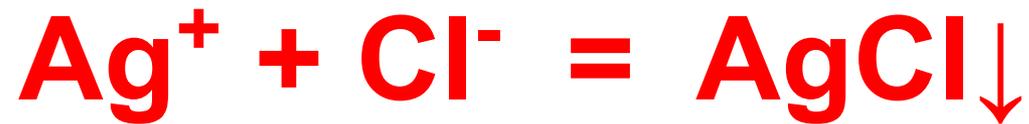
- **наиболее простой из всех методов аргентометрии и в то же время достаточно точный. Рабочим раствором в этом методе является 0,1М раствор нитрата серебра AgNO_3 .**
- **В основу метода Мора положена реакция взаимодействия ионов серебра с ионами хлора или брома:**

Метод Мора

Основной реакцией
титриметрической реакцией в
аргентометрии является:



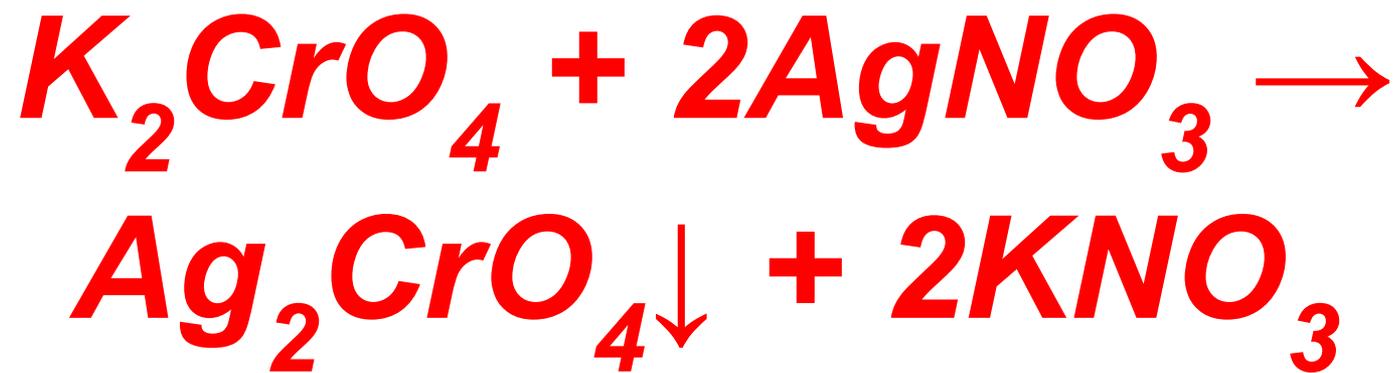
Методом Мора определяют:



- **Иодиды этим методом не определяют, так как выпадающий в осадок йодид серебра AgI сильно адсорбирует K_2CrO_4 , поэтому точку эквивалентности определить невозможно.**

Индикатором является раствор хромата калия K_2CrO_4 , дающий с ионами серебра красно-кирпичный осадок хромата серебра Ag_2CrO_4

В точке эквивалентности:



- Стандартизация 0,1 М раствора AgNO_3 проводится по 0,1 М раствору натрия хлорида

- **Растворимость AgCl (AgBr) значительно меньше, чем растворимость Ag_2CrO_4 , поэтому, если постепенно добавлять раствор AgNO_3 к раствору, содержащему ионы Cl^- (Br^-) и CrO_4^{2-} , вначале происходит образование труднорастворимой соли AgCl (AgBr).**



**После того как, ионы Cl^- или Br^-)
будут практически полностью
выделены в виде $AgCl$ или $AgBr$,
начинает выпадать осадок Ag_2CrO_4**



**Окраска титруемой смеси
изменяется, и таким образом
определяется конец титрования.**

Формула расчета

**массовой доли бромидов и
хлоридов:**

$f_{\text{экв}}(\text{NaBr})=1$

$$\omega(\text{NaBr}) = \frac{T(\text{AgNO}_3 / \text{NaBr}) \cdot V(\text{AgNO}_3) \cdot 100\%}{a}$$

Условия проведения метода:

- *среда: нейтральная*

2. Метод Фаянса

(прямая аргентометрия)

- *Титрант – 0,1М AgNO₃,*
- *индикаторы – эозинат натрия
(для Br⁻, I⁻),
бромфеноловый синий (Br⁻, I⁻, Cl⁻),*
- *среда – CH₃COOH (30%)*
- *Определяют чаще йодиды*

В основе метода лежит реакция



- Эозинат натрия в точке эквивалентности окрашивается в розово-малиновый цвета

Формула расчета:

$$\omega\%(KI) = \frac{T(AgNO_3 / KI) \cdot V(AgNO_3) \cdot K(AgNO_3) \cdot 100\%}{q(KI)}$$

3. Метод Фольгарда (обратная аргентометрия, роданометрия)

- Рабочим раствором является раствор роданида калия **0,1M KSCN** или аммония **0,1 M NH₄SCN**
- Метод Фольгарда является примером обратного титрования. Следовательно, в этом методе имеется **второй рабочий раствор** — титрованный раствор нитрата серебра **0,1M AgNO₃**. Поэтому метод Фольгарда можно назвать и *аргентометрией и роданометрией*.

Сущность метода

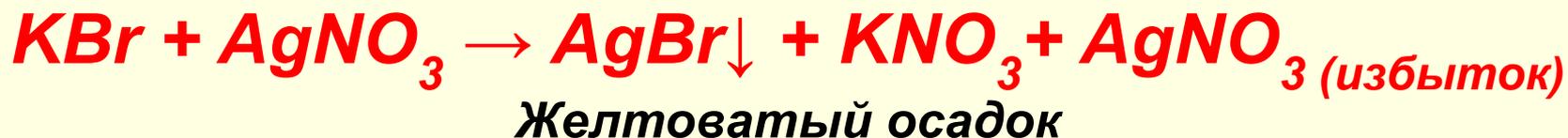
- Титранты – 1) 0,1М AgNO_3 ,
2) 0,1М NH_4SCN или KSCN ;
- Индикаторы – $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$
железоаммонийные квасцы
- Среда – HNO_3 (pH=3)
- Точка эквивалентности - кроваво красное окрашивание

Определение хлоридов и бромидов по методу Фольгарда сводится к следующему

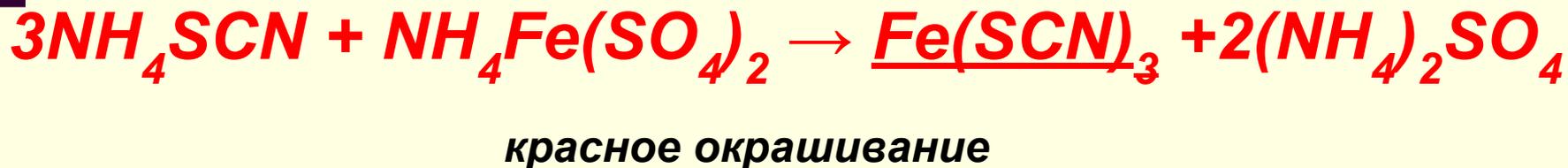
- *К определяемому раствору прибавляют из пипетки точно отмеренный объем титрованного раствора нитрата серебра; этот объем должен быть значительно больше, чем нужно для полного осаждения всего количества ионов Cl^- или Br^-)*
- *Избыток раствора серебра титруют раствором роданида калия или аммония.*

Химические реакции в основе

метода:



В конце титрования рабочий раствор взаимодействует с индикатором-железоаммонийными квасцами:



Преимущества перед другими методами

1. Сильнокислая среда,
2. Не мешают другие ионы;

■ Недостатки:

1. Меньшая точность (обратный метод)

Стандартизация 0,1 М раствора NH_4SCN или KSCN

- Проводится по 0,1 М раствору AgNO_3

Расчёт ведут по формуле обратного титрования:

$$M_3(\text{KBr}) \cdot V(\text{AgNO}_3) \cdot [C(\text{AgNO}_3) - C(\text{NH}_4\text{SCN})] \cdot V(\text{NH}_4\text{SCN}) \cdot 100\%$$

$$\omega\% = \frac{\text{-----}}{q(\text{KBr}) \cdot 1000}$$