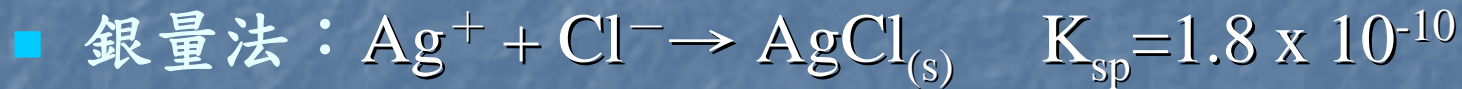


實驗五、沉澱滴定法

目的：使用沉澱滴定法，分析溶液中之氯離子濃度。

原理：



沉澱滴定法： K_{sp} 須很小，利用滴定產生沉澱，測定樣品中 Cl^- 含量。

■ 滴定終點判別方式：

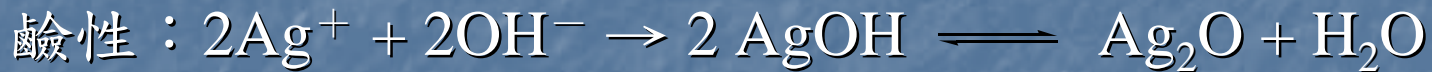
1. 莫爾法 (Mohr Method)
2. 裴恩法 (Fajans Method)
3. 服哈法 (Volhard Method)

莫爾法 (Mohr Method)

- 指示劑： CrO_4^{2-}

溶液 color : yellow \rightarrow 乳黃 \rightarrow 黃帶紅
 CrO_4^{2-} $\text{AgCl} + \text{CrO}_4^{2-}$ $\text{AgCl} + \text{Ag}_2\text{CrO}_4$

- 反應於中性或弱鹼性中進行：



pH 值調整： NaHCO_3 、 NaB_4O_7



- AgCl , $K_{\text{sp}} = 1.8 \times 10^{-10}$, 當量點 $[\text{Ag}^+] = 1.35 \times 10^{-5}$
- Ag_2CrO_4 , $K_{\text{sp}} = 2.5 \times 10^{-12}$, $[\text{CrO}_4^{2-}] = 1.4 \times 10^{-2}$
太濃影響變色, 降為 2.5×10^{-3}

$$\therefore [\text{CrO}_4^{2-}] = 2.5 \times 10^{-3} \Rightarrow [\text{Ag}^+] = 3.16 \times 10^{-5}$$

做空白滴定校正。

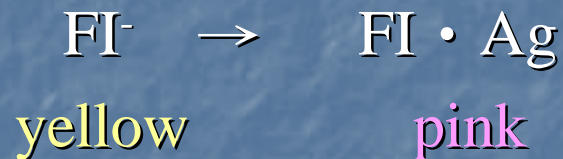
此法不適用於 I^- 、 SCN^- , $\because \text{AgI}$, AgSCN 表面會吸附 I^- , SCN^-

裴恩法 (Fajans Method)

- 吸附性指示劑 FI^-

有機染料 FI^- 吸附 Ag^+ 改變結構引起顏色變化

Cl^- 過量： $\text{AgCl} \cdot \text{Cl}^- + \text{FI}^-$ (yellow)



反應條件 pH 7~10, pH < 7 時 HF^- 不吸附

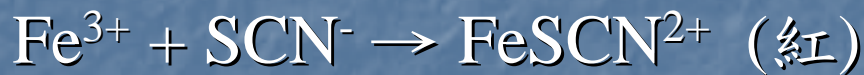
服哈法 (Volhard Method)

■ 指示劑： $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ ， (Fe^{3+})

1. 過量銀： $\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- \rightarrow \text{AgCl}_{(s)} \downarrow$ 過濾

2. 加 SCN^- 滴定剩餘的 Ag^+ 形成 AgSCN

Ag 用完時



3. 反應條件在酸下反應，因為鹼性生成 $\text{Fe}(\text{OH})_3 \downarrow$

配製藥品：

- 0.1 M AgNO_3 : 4.3 g / 250 mL
- sample sol'n : 0.5 g / 250 mL

實驗步驟：

(1) AgNO_3 的標定：

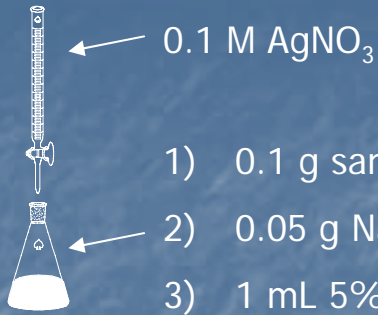


- 1) 0.1 g NaCl / 100 mL R.O.
- 2) 0.1 g dextrin
- 3) 2 d, 螢光黃

滴定顏色 yellow → pink,
紀錄滴定體積,
測定二次。

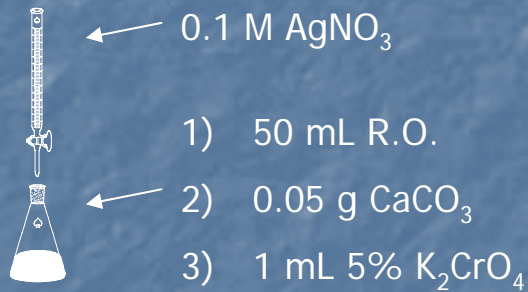
(2) Mohr method :

a)



滴定顏色 yellow → 白 → 磚紅
紀錄滴定體積，
測定二次。

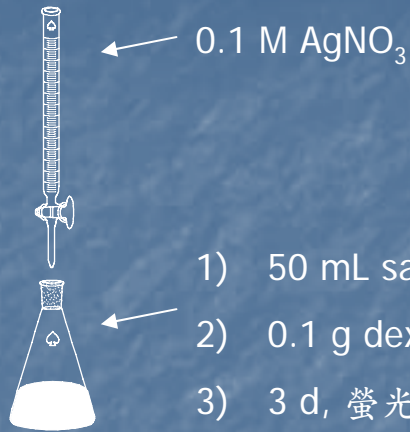
b) blank



滴定顏色 yellow → 白 → 磚紅
紀錄滴定體積，
測定二次。

(2) Fajans method :

a)



滴定顏色 yellow → pink,

紀錄滴定體積,

測定二次。