

## 14A. Kompleksonometryczne oznaczanie niklu

Informacje na temat kompleksometrii jako metod analitycznej, EDTA jako powszechnie stosowanego titranta oraz działania wskaźników kompleksometrycznych można znaleźć w instrukcji nr 14 („Kompleksonometryczne oznaczanie wapnia i magnezu obok siebie”).

Oznaczanie niklu jest ważne m.in. w analizie minerałów i stopów. Nikiel można stosunkowo dokładnie oznaczyć metodą wagową, strącając jego związek kompleksowy z dimetyloglioksymem, co jest tematem instrukcji nr 09. Jednak analizy wagowe, choć zazwyczaj bardzo dokładne, są zarazem dość czasochłonne. Jeżeli nie zależy nam na bardzo dużej dokładności oznaczenia, a bardziej na czasie, możemy oznaczyć nikiel dzięki jego dużej skłonności do tworzenia kompleksów, w tym przypadku z EDTA. W tej analizie, w warunkach jej przeprowadzania, przeszkadzają m.in. miedź i kobalt, które można oddzielić ekstrakcyjnie. Można też zamaskować niewielkie ilości miedzi tiosiarczanem sodowym. Jony żelaza(III), glinu oraz manganu trzeba usunąć przed miareczkowaniem lub – jeśli jest ich mało – zamaskować trietanolaminą. Z kolei jony wapniowców oraz lantanowców najlepiej jest strącić w postaci fluorków. Jak więc widać, w przypadku próbek naturalnych, a więc mogących zawierać domieszki innych metali, ta analiza przestaje być konkurencyjna w stosunku do wagowej...

Oznaczanie niklu za pomocą mianowanego roztworu EDTA prowadzi się w środowisku alkalicznym. Dobrze jest, jeśli na początku odczyn jest słabo amoniakalny, a pod koniec – dość silnie amoniakalny. Wskaźnikiem jest mureksyd, który zmienia barwę z żółtej na fioletową.

Reakcja kompleksowania niklu(II) za pomocą EDTA zachodzi niezbyt szybko, zatem dobrze jest prowadzić miareczkowanie stosunkowo powoli.

### Procedura

**Próbką może być minerał lub stop – wówczas przedyskutuj z prowadzącym sposób jego rozpuszczenia i ewentualnego zidentyfikowania oraz usunięcia domieszek przeszkadzających w analizie. Ostatecznie mamy do dyspozycji nikiel przeprowadzony do roztworu, w kolbie miarowej.**

**Uwaga:** Pierwsze miareczkowanie jest zawsze dla wzorca (“świadka”). Przemiareczkuj próbkę, dodając 2-3 mL titranta w nadmiarze. Następne oznaczenia prowadź aż barwa będzie identyczna z tym wzorcem.

1. Uzpełnij próbkę wodą do kreski, wymieszaj starannie zawartość kolby.
2. Pobierz pipetą porcję roztworu do kolby Erlenmeyera. Rozcieńcz wodą do ok. 100 mL. Dodaj nieco mureksydu, ok. 5 mL 10% roztworu  $\text{NH}_4\text{Cl}$  oraz kroplami stężonego amoniaku do pH około 8. pH można sprawdzić papierkiem uniwersalnym przy pierwszej próbie, potem wystarczy pamiętać, jaka była potrzebna objętość amoniaku i dodawać zawsze tyle samo.
3. Miareczkuj powoli za pomocą 0.01 M EDTA. Gdy barwa zaczyna się zmieniać, dodaj około 10 mL stężonego amoniaku i kontynuuj miareczkowanie aż do całkowitej zmiany barwy na fioletową.
4. Wykonaj punkty 2-3 przynajmniej trzykrotnie.

### Sprawozdanie

Sprawozdanie powinno zawierać następujące elementy:

- imię i nazwisko osoby przeprowadzającej analizę,
- datę analizy,
- reakcje,
- wszystkie otrzymane wyniki miareczkowań,
- obliczoną masę niklu w pierwotnej próbce (w gramach):  
 $m_{\text{Ni}} = V_{\text{EDTA}} \cdot C_{\text{EDTA}} \cdot M_{\text{Ni}} \cdot W$ , gdzie W to współmierność kolby z pipetą,
- ewentualny komentarz.

### Źródła:

podręczniki

Internet: Wikipedia i <http://www.titrations.info/complexometric-titration>

## Sprawozdanie

Imię i nazwisko:		Data:		
Temat:	<b>Kompleksonometryczne oznaczanie niklu</b>			
Objętość użytej kolby miarowej [cm <sup>3</sup> ]				
Pojemność użytej pipety miarowej [cm <sup>3</sup> ]				
Współmierność kolby z pipetą:				
Miano użytego roztworu EDTA [M]:				
M <sub>Ni</sub> [g/mol]				
Wskaźnik:				
Reakcje:				
Wzór na obliczenie zawartości Ni <sup>2+</sup>				
Lp.	V <sub>1,EDTA</sub> [cm <sup>3</sup> ]	Uwagi	Średnia V <sub>1,EDTA</sub> [cm <sup>3</sup> ]	m <sub>Ni<sup>2+</sup></sub> [g]
1.				
2.				
3.				
4.				
Uwagi:				