

14B. Kompleksonometryczne oznaczanie bizmutu

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”).

Bizmut jest składnikiem wielu specjalistycznych stopów, w tym stopu Wooda (tego, który topi się już w temperaturze +68°C. Stop Wooda zawiera aż 50% Bi).

Oznaczanie bizmutu może być potrzebne m.in. w analizie minerałów i stopów. Stosuje się zazwyczaj metody instrumentalne, głównie spektroskopowe. Ponieważ jednak bizmut bardzo chętnie reaguje z EDTA tworząc kompleksy trwałe nawet w środowisku kwaśnym, więc czasem warto zastosować tę metodę. W oznaczeniu przeszkadzają jony Fe(III), rtęci, a także np. toru czy cyrkonu. Jeżeli przeszkadzającymi jonami są tylko Fe^{+3} , można je zredukować przed miareczkowaniem do Fe^{+2} za pomocą dodatku kwasu askorbinowego. W oznaczeniu nie przeszkadza ołów (nawet w nadmiarze kilku tysięcy razy). Mogą natomiast przeszkadzać aniony kompleksujące, jak fosforany, cytryniany, winiany, szczawiany lub fluorki.

Oznaczanie bizmutu za pomocą mianowanego roztworu EDTA prowadzi się w środowisku kwaśnym, pH=2 do 3. Wskaźnikiem jest fiolet pirokatechinowy (100 mg w 100 mL wody), który zmienia barwę z niebieskiej na żółtą.

Reakcja kompleksowania bizmutu(III) 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 bizmut 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. Do kolby miarowej (o poj. 200 mL) z próbką dodaj ok. 25 mL 1 M HNO_3 i uzupełnij próbkę wodą do kreski, wymieszaj starannie zawartość kolby.
2. Pobierz pipetą (o poj. 20 mL) porcję roztworu do kolby Erlenmeyera. Rozcieńcz wodą do ok. 100 mL. Dodaj 3-4 krople wskaźnika. Jeżeli kolor jest fioletowy, oznacza to zbyt niskie pH, wówczas dodawaj kroplami stężony amoniak aż do uzyskania barwy niebieskiej.
3. Miareczkuj powoli za pomocą 0.01 M EDTA aż do całkowitej zmiany barwy na żółtą.
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 bizmutu w pierwotnej próbce (w gramach):
$$m_{\text{Bi}} = V_{\text{EDTA}} \cdot C_{\text{EDTA}} \cdot M_{\text{Bi}} \cdot W$$
, 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:	Kompleksonometryczne oznaczanie bizmutu			
Objętość użytej kolby miarowej [cm ³]				
Pojemność użytej pipety miarowej [cm ³]				
Współmierność kolby z pipetą:				
Miano użytego roztworu EDTA [M]:				
M _{Bi} [g/mol]				
Wskaźnik:				
Reakcje:				
Wzór na obliczenie zawartości Bi ²⁺				
Lp.	V _{1,EDTA} [cm ³]	Uwagi	Średnia V _{1,EDTA} [cm ³]	m _{Bi²⁺} [g]
1.				
2.				
3.				
4.				
Uwagi:				