

Oznaczenie żelaza i niklu w mieszaninie

/opracowały: inż. W. Jagiełło i dr M. Grotowska/

1. Oznaczenie żelaza chromianometrycznie

Sposób wykonania

Próbkę analizowanego roztworu (25,00 cm³), zawierającej żelazo i nikiel, zakwasić 5,00 cm³ 6 M HCl i ogrzać prawie do wrzenia. Do gorącego roztworu dodawać kroplami SnCl₂ (10 %-wy) do zaniku żółtego zabarwienia (10-20 kropli) i 1-2 kropli nadmiaru. Roztwór ochłodzić i dodać 10,00 cm³ 6 % HgCl₂ w celu usunięcia nadmiaru SnCl₂. Powinna wytracić się (niewielka ilość) jedwabistego, białego osadu Hg₂Cl₂ (jeśli osad jest szary lub czarny analizę należy powtórzyć).

Rozcieńczyć roztwór wodą do około 100 cm³, dodać 30 cm³ mieszaniny kwasów (6 M H₂SO₄ i stężonego H₃PO₄) i 3 krople 1% roztworu difenylaminosulfonianu sodu. Miareczkować powoli mianowanym roztworem K₂Cr₂O₇ energicznie mieszając. Kiedy zabarwienie roztworu stanie się szarozielone, miareczkować bardzo ostrożnie, po kropli, do barwy fioletowej. Próbka do pomiarów musi być przygotowana bezpośrednio przed miareczkowaniem.

2. Oznaczenie żelaza i niklu kompleksometrycznie

Sposób wykonania

Odmierzyć 25,00 cm³ analizowanego roztworu do kolby stożkowej i dodać 25,00 cm³ 0,05 M roztworu EDTA, celem skompleksowania całości żelaza i niklu. Następnie doprowadzić pH roztworu do wartości około 5-6 przy pomocy urotropiny (heksametylenotetraaminy – 2 małe płaskie łyżeczki porcelanowe) i dodać 5 kropli oranżu ksylenolowego.

Nadmiar EDTA odmiareczkować mianowanym roztworem Pb(NO₃)₂ do zmiany barwy z zielono-żółtej na „mocny koniak”. Obliczyć zawartość niklu, uwzględniając licznosc żelaza oznaczaną wcześniej metodą chromianometryczną.

Literatura

1. Z. S. Szał, T. Lipiec, Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej
2. J. Minczewski, Z. Marczenko, Chemia analityczna T-2
3. A. Cygański, Chemiczne metody analizy ilościowej

Zagadnienia obowiązujące do kolokwium lub kartkówki

Redoksymetria

1. Sporządzanie i mianowanie roztworu KMnO₄
2. Nadmanganometryczne oznaczanie żelaza
3. Chromianometryczne oznaczanie żelaza

Kompleksonometria

1. Stałe trwałości termodynamiczne i warunkowe kompleksów metali z EDTA (wpływ pH roztworu na procesy kompleksowania)
2. Mechanizm działania wskaźników stosowanych w kompleksometrii (przykłady)
3. Typy miareczkowań kompleksometrycznych
4. Kompleksonometryczne oznaczanie:
 - a) żelaza i niklu w mieszaninie
 - b) wapnia i magnezu
 - c) twardości wody

ZADANIA DOTYCZĄCE redoksymetrii i kompleksometrii

<http://www.zcha.pwr.wroc.pl/dydaktyka/zadania.pdf>

