

VÁŽKOVÉ A KOMPLEXOMETRICKÉ STANOVENÍ NIKLU V PEVNÉM VZORKU

N. Ladislavová, L. Habartová

(aktualizace textu za podpory C1_VSCHT_2019_050)

ÚVOD

Úkolem této práce je paralelní stanovení hmotnostního procenta niklu pomocí gravimetrie (vážková analýza) a chelatometrie (odměrná analýza). Vzhledem k časové náročnosti úlohy dbejte na dodržování naznačeného časového plánu a dobře si rozvrhněte průběh celé práce. Pro zefektivnění Vašeho výkonu je vhodné využít přiložené ilustrace a podrobně nastudovat poznámky k používání laboratorního vybavení. V následujících odstavcích je popsán teoretický základ obou použitých metod, chemikálie a vybavení, které budete v průběhu úlohy používat.

Předpoklad pro úspěšné absolvování vstupního testu a práci v laboratoři nejen při této úloze je nastudování materiálu [Obecné základy práce v analytické laboratoři](#), který je dostupný na webových stránkách Ústavu analytické chemie.

BEZPEČNOSTNÍ POKYNY

1. Pokud je chemikálie umístěna v digestoři, práce s ní probíhá také v digestoři a není povoleno jakékoliv její přenášení po laboratoři.
2. Při práci v digestoři je povinné používat ochranné brýle.
3. Důrazně se nedoporučuje pracovat v laboratorním plášti z umělých či vysoce hořlavých vláken, např. polyester.
4. Pokud dojde k rozlití chemikálie je nutné zasaženou plochu okamžitě uklidit, a to s ohledem na charakter chemikálie.
5. **Při potřísnění pokožky, okamžitě zahajte oplachování vodou (obyčejnou, nikoliv destilovanou) a upozorněte asistenta.**
6. **V případě jakéhokoliv úrazu (např. pořezání o laboratorní nádobí) neprodleně upozorněte asistenta.**
7. Během úlohy budete používat i hořlaviny; věnujte tedy pozornost výstražným informacím na obalu chemikálií. Pokud pracujete s hořlavinou, nepřibližujte se k plameni (plynová varná deska) ani k jiným zdrojům tepla (elektrická topná deska).
8. Nevracejte přebytečné chemikálie po navažování a odměřování zpět do zásobních lahví, jelikož může dojít ke kontaminaci.

Při porušení jakéhokoliv z výše uvedených pravidel, neuposlechnutí pokynů asistenta nebo laboranta, nebo při narušování výuky nevhodným chováním můžete být z laboratoře vyloučeni, a to kdykoliv během dne. Úlohu je potom nutné absolvovat znovu v náhradním termínu.

GRAVIMETRIE (VÁŽKOVÁ ANALÝZA)

CHEMIKÁLIE

Kyselina chlorovodíková
[HCl (1:1 V/V)]



- v digestoři
- žíravina
- při kontaktu s kůží opláchnout tekoucí vodou
- rozpouštění vzorku niklu



Bromthymolová modř



- na laboratorních stolech
- pH indikátor
- rozsah 6,0 (žlutá forma) – 7,6 (modrá forma)
- dávkování kapátkem (přiložte prst na kapátko a postupným uvolněním dávkujte)

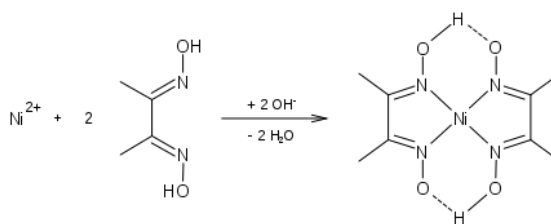
Amoniak
[NH₃ (1:1 V/V)]



- v digestoři
- žíravina
- při kontaktu s kůží opláchnout tekoucí vodou
- neutralizace prostředí před srážením niklu



Dimetylglyoxim
[1% v etanolu]



- na laboratorních stolech
- komplexotvorné činidlo (srážedlo)
- hořlavina, nevystavovat otevřenému ohni



LABORATORNÍ NÁDOBÍ

Filtrační kelímek



Odměrná baňka¹



Kádinka 250 ml



Tyčinka²



Odměrný válec³



Hodinové sklo⁴



Balónek⁵



Nedělená pipeta 50 ml⁶



Exsikátor⁷



Filtrační aparatura



Skleněná stříčka⁸



¹Odměrná baňka je kalibrována na dolití (značka IN). Odměření přesného objemu je v případě vodných roztoků dosaženo, když se meniskus kapaliny dotýká rysky vyznačené na odměrné baňce. V případě překročení rysky se musí celý postup opakovat, jinak se zanáší chyba do výsledku (zkreslený koeficient ředění).

²Tyčinka se v této práci využívá jako míchadlo, pro odhalení utajeného varu a jako „dávkový“ zařízení. Při dávkování po tyčince se kapalina lije pomalu na tělo tyčinky a stéká do roztoku, kam má být nadávkována. Při filtraci sraženiny použijte dávkování po tyčince pro vytvoření celistvého a rovnoměrného filtračního koláče sraženiny. Po použití k míchání a jako ochrana proti utajenému varu musí být tyčinka ponechána v příslušném roztoku.

³Odměrný válec je kalibrován na dolití (značka IN). Odměření požadovaného objemu je stejně jako v případě odměrné baňky dosaženo sledováním polohy menisku kapaliny vůči příslušné rysce na stupnici válce.

⁴Hodinové sklo slouží jako víko na kádinky a titrační baňky při tepelné úpravě vzorků. Pokud má být vzorek převeden kvantitativně, je nutné oplachovat i plochu hodinového skla, která byla v kontaktu se vzorkem a jeho parami.

⁵Balónek má tři základní polohy: **A** (na vrcholu) slouží k vyfouknutí balónku. Při stlačení polohy **S** (ve středu pod balónkem) dochází k nafukování balónku a vzniká podtlak, který táhne sloupec kapaliny do pipety. Poloha **E** (na straně) naopak pouští vzduch do soustavy, snižuje podtlak a dochází k vypouštění kapaliny z pipety. **Za žádných okolností nedržte pipetu s nasátou kapalinou a nasazeným balónkem ve vodorovné poloze ani ji neotáčejte špičkou vzhůru.** Kapalina by mohla natéci do těla balónku, čímž by došlo k jeho zničení. Balónek stačí na pipetu lehce nasadit, **nikdy nezasouvejte pipetu hluboko do ústí balónku!** Mohlo by dojít k deformaci nasávacího systému, případně zlomení pipety a kompletnímu zničení balónku.

⁶Pipeta je kalibrována na vylití (značka EX), tzn. kapalina vypuštěná z pipety zaujímá naměřený objem a kapky zbylé uvnitř po uplynutí výtokové doby nikdy nevyklepávejte. Pro správné dávkování držte pipetu v úhlu 45° oproti stěně kádinky. Před použitím pipetu propláchněte destilovanou vodou (celé tělo) a následně proveďte výplach několika mililitry vzorku (vylejte do odpadní baňky). Tím zamezíte možným kontaminacím.

⁷Exsikátor slouží k temperování filtračních kelímků. Exsikátor **nesmí zůstat dlouho otevřený**, snažte se minimalizovat expozici vnitřního prostředí okolní vlhkosti. Zábrus víka je namazán speciálním tukem, proto víko nikdy nepokládejte zábrusem na stůl, či jinou pracovní plochu. Víko exsikátoru obraťte a opřete o madlo a hranu. Při přenosu exsikátoru jej **držte** pod hmatníkem **oběma rukama**.

⁸Pro promývání vytáhněte píst injekční stříkačky a nasadte ji spolu s gumovou hadičkou na skleněnou stříčku. Pokud se vám zdá manipulace se stříkačkou nepraktická, můžete foukat vzduch do stříčky ústy.

PRAKTICKÉ POZNÁMKY

1. Do sušárny neumisťujte žádné laboratorní nádoby, kromě filtračních kelímků. Pokud chcete nádoby vysušit, použijte na oplach ethanol a sklo nechte stát volně na stole.
2. Analytické váhy jsou umístěny ve váhově mimo laboratoř D, na hlavní chodbě mezi laboratořemi B a C. Poznamenejte si kód váhovny a pracujte pouze na vahách určených pro laboratoř D. Každé váhy mají svou nepřesnost, proto si pro celou úlohu vyberte pouze jedny. Příspěvek chyby do měření pak bude stejný a nedojde ke zkreslení výsledku.
3. Vzorek a ostatní chemikálie navažujte na lodičku (hmotnost lodičky vytárujte), a to diferenčně. Po navážení přesypte vzorek do pracovní nádoby a opět zvažte lodičku se zbytkem chemikálie. Odečtěte hodnotu prvního vážení a zbytkového vážení. Výsledná hodnota je vaše reálná navážka.

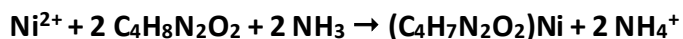
TEORIE VÁŽKOVÉ ANALÝZY (GRAVIMETRIE)

Gravimetrie patří mezi selektivní neinstrumentální analytické metody. Základním principem je převedení vzorku na málo rozpustnou sraženinu (**vylučovací forma**) a následné upravení této sraženiny na **formu k vážení**, která musí mít, vzhledem k analytickým výpočtům, přesně definované složení. Selektivita metody se odvíjí od zvolených podmínek a použitého srážedla. U anorganických srážedel, jako jsou například sulfan, nebo kyselina sírová, musí být vylučovací forma převedena na formu k vážení. U organických srážedel (dimetylglyoxim a 8-chinolinol) je vylučovací forma většinou totožná s formou k vážení. Díky selektivitě metody lze stanovovat ionty jednoho prvku i ve složitějších maticích. V rámci této laboratorní úlohy se však stanovují ionty Ni^{2+} z jednoduché matrice.

Sraženiny rozdělujeme na dvě formy: krystalickou a amorfní. Krystalická forma je pro analýzu vhodnější díky vyšší čistotě a lepší filtrovatelnosti. Kvalita a čistota sraženiny se odvíjí od podmínek srážení. Srážecí činidlo se zpravidla přidává po dávkách za pomalého míchání. V mnoha případech se nechává sraženina zrát. Tento proces umožňuje sraženině se „zabalit“ (rekrytalizovat), díky čemuž je snáze filtrovatelná a zvyšuje se tím i její čistota.

V dalším kroku je nutné oddělit sraženinu od matečného roztoku. Filtrovat sraženinu lze přes filtrační papír, nebo pomocí filtračních kelímků. Vzhledem k tomu, že sraženinu niklu není potřeba žíhat, bude filtrace probíhat přes filtrační kelímek za sníženého tlaku. Po vysušení kelímků se sraženinou do konstantní hmotnosti se pomocí výpočtů stanoví hmotnostní procento sledovaného prvku ve sloučenině.

V této práci bude srážení probíhat pomocí dimetylglyoximu za vzniku červeného komplexu bis(diacetyldioximato)nikelnatého:



PRACOVNÍ POSTUP

Příprava filtračních kelímků

V sušárně jsou umístěny Petriho misky s opláchnutými filtračními kelímkami (vždy 3 ks). Kelímky zůstanou v sušárně celé dopoledne, resp. do chvíle, než vám budou zrát všechny sraženiny na elektrické plotně (popsáno dále). Práci je nutné dobře načasovat. Sraženina zraje 30 minut, což je stejná doba, po jakou se kelímky musí temperovat v exsikátoru. Pokud tedy kelímky vyndáte ze sušárny včas, můžete po jejich zvážení hned filtrovat. Pokud si nejste jistí, zeptejte se asistenta a dbejte jeho pokynů.

Poznámka: Po každém časovém intervalu v sušárně **musíte umístit kelímky do exsikátoru** alespoň na půl hodiny. V sušárně je 120°C , a pokud vystavíte kelímek teplotnímu šoku, mohl by prasknout. Temperováním v exsikátoru také zamezíte kondenzaci vzdušné vlhkosti

ve fritě. **Manipulujte s kelímky pouze kleštěmi** až do okamžiku, dokud nebudete filtrovat sraženiny, jinak může dojít ke zkreslení výsledků zanesením vlhkosti a nečistot z pokožky rukou.

Příprava sraženiny

Do kádinky navažte 0,5 g až 0,6 g vzorku. V digestoři si do odměrného válce odlijte 20 ml zředěné HCl (1:1 V/V). Kyselinu pomalu přidávejte ke vzorku a míchejte. Vznikne čirý zelený roztok. Pokud je vzorek šedý a zakalený, umístěte kádinku opatřenou hodinovým sklem na plynovou plotnu. Roztok zahřívejte do doby, než zezelená a vyčeří se.

Čirý roztok se kvantitativně převede do 250ml odměrné baňky (pokud jste vzorek zahřívali, nezapomeňte opláchnout stěny kádinky a sklo) a doplní se destilovanou vodou po rysku. Pro vlastní stanovení pipetujte 50 ml vzorku do 250ml kádinky a doplňte přibližně na 100 ml. Takto **připravte celkem 3 kádinky** s roztoky.

Pro indikaci pH roztoku (Obr. 1) se používá **bromthymolová modř**. Do každé kádinky přidejte 3 kapky indikátoru (pokud přidáte méně, nebo více, budou se lišit v intenzitě zabarvení, ale vlastní stanovení nebude ovlivněno) a neutralizujte **amoniakem** na pH $\approx 7,5$. Ideálně by měl mít roztok světle modrou barvu (Obr. 2). Pokud se roztok zabarví do tmavě modré, můžete přidat pár kapek HCl. Tento krok však proveďte v případě nutnosti pouze jednou, čímž zamezíte zbytečnému přesolení roztoku.

Tip: Barevná změna je poměrně rychlá. Přidávejte amoniak po tyčince a roztok míchejte. Pokud po přidání amoniaku zůstává modrá stopa za kapkou, značí to, že se blížíte k pH = 7.



Obr. 1 - Zbarvení roztoku s bromthymolovou modří při jednotlivých stupních pH



Obr. 2 - Barevná škála roztoku při ideálním lehce zásaditém pH

Neutralizovaný roztok zahřívejte 20–30 minut na varné desce na 50–60° C (kádinku s roztokem udržíte v ruce) a přidejte 20 ml dimethylglyoximu. **Glyoxim je hořlavina, do kádinky ho z odměrného válce dávkujte na pracovním stole, nikoliv v digestoři v blízkosti plamene.** Glyoxim přidávejte po částech po tyčince, opatrně a pomalu míchejte a pozorujte vznik objemné červené sraženiny. Po přidání srážedla přesuňte kádinku na elektrickou plotnu

a nechte sraženinu zrát nejméně 30 minut. **Mezi zahříváním, přidáním srážedla a umístěním na plotnu by měly být minimální časové prodlevy – roztok nesmí vychladnout.**

Tip: K eliminaci prodlev mezi kroky je dobré srážet vzorky postupně, ne pro všechna tři stanovení současně. Neutralizovaný roztok umístěte na plynovou desku a odměřte si na laboratorním stole 20 ml srážedla. Poté sundejte kádinku z topné desky, přidejte srážedlo a umístěte kádinku zpět na elektrickou topnou desku. Pro udržení časové posloupnosti filtrujte jako první sraženinu, která je nejdéle na topné desce.

Před filtrací musíte mít k dispozici následující:

- suché a zvážené kelímky
- zralé sraženiny
- skleněnou stříčku
- teplou destilovanou vodu na promývání (spotřeba na celou práci je zhruba 300 ml teplé destilované vody, dohodněte se ve dvojicích a velkou kádinku s destilovanou vodou umístěte na elektrickou desku 10–15 minut před zahájením filtrace)

Filtrace a sušení

Filtrační aparaturu připojte k vodní vývěvě a nasadte filtrační kelímek (podtlak vám pomůže kelímek správně umístit do hrdla). Rostok se sraženinou nalévejte do kelímku po tyčince a vytvořte kompaktní filtrační koláč. Tím dojde ke zvýšení účinnosti filtrace. Maximální objem roztoku ve filtračním kelímku je do poloviny jeho výšky. Poté, co zfiltrujete celý objem kádinky, teplou vodou ze stříčky opláchněte stěny kádinky (3x) a tyčinku. Odpojte aparaturu od vývěvy, vyjměte kelímek a umístěte zpět do sušárny (od této chvíle opět manipulujte s kelímkem pouze kleštěmi). Celý proces opakujte i pro zbývající dvě sraženiny.

Poznamenejte si čas vložení posledního kelímku do sušárny. Po hodině kelímky vyndejte, umístěte na 30 minut do exsikátoru a poté zvažte. Tento proces opakujte, dokud kelímky nedosáhnou konstantní hmotnosti (tj. dvě po sobě jdoucí vážení kelímku se liší o méně než 0,5 mg = 0,0005 g).

Poznámka: Při filtraci může vzorek „propadnout“ přes fritu do odpadního filtrátu. Pokud máte ve filtrační nádobě pouze filtrát ze vzorku, se kterým právě pracujete, můžete ho vrátit zpět do kádinky a znovu zfiltrovat. V případě, že filtrujete například už třetí vzorek a filtrát po prvním a druhém jste nechali v nádobě, filtraci již opakovat nelze (z důvodu možné kontaminace zbytky z předchozích kroků). Doporučuje se tedy vylít filtrát po dokončení jednotlivých filtrací. V případě nejasností se obraťte na asistenta.

VÝPOČET

$$M(\text{sraženina}) = 288,94 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$$

$$M(\text{Ni}) = 58,6934 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$$

Výsledek uveďte v hmotnostních procentech niklu.

CHELATOMETRIE (ODMĚRNÁ ANALÝZA)

CHEMIKÁLIE

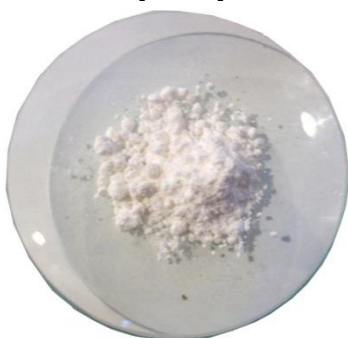
Chelaton 3
[Na₂EDTA]



- na laboratorních stolech
- disodná sůl kyseliny ethylendiamintetraoctové (Na₂EDTA; Na₂H₂Y; C₁₀H₁₆N₂Na₂O₈)
- příprava titračního činidla



Chlorid olovnatý
[PbCl₂]



- ve váhově
- stanovení koncentrace titračního roztoku
- $M = 278,1 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$



Kyselina dusičná
[HNO₃; $c = 1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$]



- v digestoři
- žíravina - při kontaktu s kůží opláchnout tekoucí vodou



Xylenolová oranž



- na laboratorních stolech
- indikátor pro stanovení koncentrace titračního roztoku



Hexamethylenetetramin



- na laboratorních stolech
- též urotropin
- udržení pH



Kyselina chlorovodíková [HCl; 1:1 V/V]



- v digestoři
- žíravina - při kontaktu s kůží opláchnout tekoucí vodou
- rozpouštění vzorku niklu



Amonný tlumič



- v digestoři
- úprava pH před titrací vzorku



Murexid



- na laboratorních stolech
- indikátor při titraci vzorku

LABORATORNÍ NÁDOBÍ

Tyčinka



Titrační baňka



Hodinové sklo



Zásobní válec



Byreta¹



¹Byretu před zahájením titrace promyjte destilovanou vodou a následně roztokem, kterým budete titrovat (Na_2EDTA ze zásobního válce). Roztoky do byrety nalévejte z kádinky pro usnadnění manipulace. Pokud používáte nálevku, nezapomeňte jí před zahájením titrace sundat z byrety.

TEORIE ODMĚRNÉ ANALÝZY (CHELATOMETRIE)

Odměrná analýza funguje na základě reakce titračního činidla a stanovované látky, popřípadě s pomocným činidlem.

Podle charakteru reakce můžeme chelatometrické stanovení rozdělit na:

- neutralizační (acidi- a alkalimetrie)
- oxidačně-redukční (mangano- a jodometrie)
- komplexometrické (chelatometrie)
- srážecí (argentometrie)

Pro vlastní stanovení je nutné znát molární poměry probíhajících reakcí a přesnou koncentraci titračního činidla. Přidáváním titračního činidla do roztoku dochází k posunu celého systému směrem k bodu ekvivalence. Bod ekvivalence je moment, ve kterém dochází ke spotřebování veškerého vzorku a titrační činidlo se již dále nemá na co vázat. V případě molárního poměru 1:1 platí:

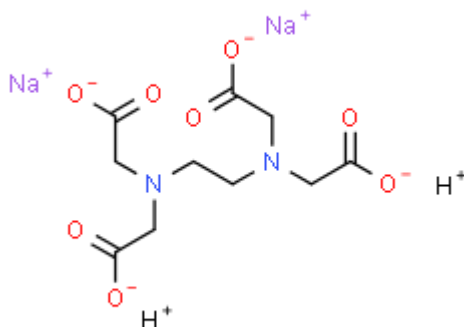
$$n(M) = n(\text{titrační činidlo})$$

Bod ekvivalence můžeme detekovat pomocí změny barvy roztoku, změny barvy indikátoru, nebo změny potenciálu na elektrodách v případě instrumentálních metod. Po dosažení bodu ekvivalence následuje ukončení titrace a zaznamenává se spotřeba titračního činidla (objem). Čím menší je objemová spotřeba mezi bodem ekvivalence a koncem titrace, tím přesnější stanovení je.

Příklad: Pozorujete barevnou změnu v bodě ekvivalence, ale do titrovaného roztoku spadne kapka činidla navíc. Tím dochází k zanesení chyby do výsledku, protože spotřebovaný objem v bodě ekvivalence a v momentě konce titrace (uzavření byrety) není stejný. Proto je vhodné stanovení opakovat vícekrát.

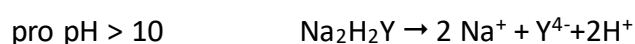
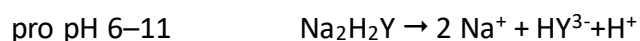
Vzhledem k zaměření laboratorní úlohy se text dále věnuje komplexometrickým reakcím, speciálně chelatometrii.

Komplexometrické reakce jsou založeny na tvorbě málo disociovaných a ve vodě dobře rozpustných komplexů kovů. V případě této laboratorní úlohy je komplexotvorným titračním činidlem disodná sůl kyseliny etylendiamintetraoctové ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$, Na_2EDTA – Obr.3; obchodní název Chelaton 3).



Obr. 3 – strukturní vzorec $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$

Disociace $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ je znázorněna v následujících rovnicích:



Schémata disociace ukazují, že koncentrace H^+ ovlivňuje rovnováhu reakce. Proto je třeba do roztoku přidávat pufr. Tento jev lze však také využít při stanovení dvou a více kovů v jednom roztoku při různém pH.

Barevná změna v bodě ekvivalence u chelatometrie je způsobena tím, že titrační činidlo naváže všechny volné ionty kovu a poté začne tvořit komplex s ionty vázanými v metalochromním indikátoru. Základním předpokladem je, že komplex tvořený iontem kovu a titračním činidlem je stabilnější, než komplex tvořený iontem kovu a metalochromním indikátorem, a že barevný přechod mezi MInd^- a HInd^{2-} je dostatečně markantní.

PRACOVNÍ POSTUP

Stanovení koncentrace titračního činidla

Nejdříve si připravte zásobní roztok Na_2EDTA o koncentraci $0,02 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$. Do zásobního válce odpipetujte 50 ml Na_2EDTA a dolijte destilovanou vodou na objem 500 ml. Zásobní roztok promíchejte.

V dalším kroku je nutné stanovit přesnou koncentraci (titr) zásobního roztoku. **Titř stanovte celkem 3×.** Do titrační baňky diferenčně navažte 0,12 g PbCl_2 a přidejte 50 ml destilované vody, okyselte 2 až 3 kapkami HNO_3 . Roztok nechte projít varem na plynové topné desce (vyčkejte, dokud se veškerý chlorid úplně nerozpustí) a poté dolejte dalších 50 ml destilované vody. Do zchlazeného roztoku přidejte indikátor **xylenolovou oranž** a po malých částech dávkujte **hexamethylenetetramin (urotropin)**. Roztok by se měl zbarvit do červenofialova (Obr. 4).

Vypočítanou koncentraci titračního činidla budete potřebovat pro výpočet hmotnostních procent niklu při samotném stanovení.

Pozor! Pokud je roztok po přidání urotropinu zakalený, přidejte ještě pár kapek HNO_3 .

Titraci provádějte **vaším** zásobním roztokem do čistě žlutého zbarvení (Obr. 5). Pokud si nejste jisti koncem titrace, запиšte si aktuální spotřebu a přidejte urotropin. Když se barva roztoku nemění, titrace je u konce.

Pozor! Barevná změna není okamžitá, proto titrační činidlo přidávejte po kapkách a roztokem stále míchejte. Časová prodleva barevné změny se pohybuje v řádech jednotek vteřin.



Obr. 4 - Barevná škála roztoku po přidání urotropinu před titrací



Obr. 5 - Barevná škála po dokončení titrace

Stanovení koncentrace titračního činidla

Celkově budete stanovení provádět 3×. První navážku 0,2 až 0,3 g vzorku navažte diferenčně do titrační baňky a přidejte 2–5 ml destilované vody. Postupně rozpouštějte HCl (přidávejte, dokud roztok pění) a poté roztok krátce povařte na plynové desce (nezapomeňte na hodinové sklo). Nechte vychladnout na laboratorní teplotu. Opláchněte stěny a spodní stranu hodinového skla zpět do titrační baňky a přidejte 50 ml destilované vody. Upravte pH roztoku **amonným tlumičem** do světle modrého zbarvení (Obr. 6).



Obr. 6 - Barevná škála roztoku při ideálním lehce zásaditě pH

Doplňte dalších 50 ml destilované vody a přidejte indikátor **murexid**. Žlutý (Obr. 7) čirý roztok titrujte do červenofialového zbarvení (Obr. 8). V blízkosti bodu ekvivalence dojde k zhnědnutí roztoku. Při pozorování tohoto přechodu se doporučuje uzavřít byretu a roztok míchat minimálně po dobu 5 až 10 sekund (časová prodleva barevné změny je poměrně dlouhá). Pokud se zabarvení nemění, přidejte další kapku titračního činidla a proces opakujte, dokud roztok nezežloutne. Pokud si nejste jisti koncem titrace, запиšte si spotřebu a přidejte další kapku. V případě, že roztok už barvu nemění, poslední zapsaná hodnota odpovídá konci titrace. Pokud pozorujete barevnou změnu, opět si запиšte spotřebu a přidejte další kapku titračního činidla.

Další dvě navážky vzorku volte tak, aby spotřeba titračního činidla byla 25 ml. Tedy pokud je například pro první navážku $m_1 = 0,2300$ g spotřeba titračního činidla $V_1 = 17,2$ ml, pro další titraci je potřeba navážít 0,3343 g vzorku.



Obr. 7 - Barevná škála roztoku po přidání murexidu před titrací



Obr. 8 - Barevná škála po dokončení titrace

VÝPOČET

$$M(\text{PbCl}_2) = 278,1 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$$

$$M(\text{Ni}) = 58,6934 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$$

Výsledek uveďte v hmotnostních procentech niklu.

Při výpočtech průměrujte až finální výsledky, nikdy ne mezivýpočty.

Všechna čísla zaokrouhluje na 4 desetinná místa, výsledná procenta na 2 desetinná místa.