

Ćwiczenie 9/10

Wagowe oznaczanie niklu w postaci dimetylogliksymianu niklu(II)

Metoda polega na wytrąceniu z roztworu amoniakalnego jonów niklu(II) dimetylogliksymem (dmg). Otrzymujemy kłaczkowaty czerwony osad wewnętrznego chelatu, który jest trudno rozpuszczalny w wodzie.

Roztwór badany otrzymany w zlewce rozcieńczyć dodając cylindrem miarowym około 100 ml wody destylowanej. Następnie dodać cylindrem miarowym 2 ml HCl (1:1) i ogrzać prawie do wrzenia. Zlewkę zdjąć z palnika i mieszając roztwór szklaną bagietką, dodać cylindrem miarowym 10 ml dimetylogliksymu (1% alkoholowy roztwór) oraz roztworu amoniaku (1:2), aż do wystąpienia jego wyraźnego zapachu. Wytrąca się czerwony osad.

Następnie roztwór ogrzewać 45 minut w temperaturze około 70 °C. W przygotowanym wcześniej zestawie do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem umieścić szklany tygiel o znanej masie z dnem o porowatości G4. Osad przenieść na tygiel, następnie przemyć ścianki zlewki oraz bagietkę wodą destylowaną przenosząc pozostały osad. Osad na tyglu należy przemyć dwukrotnie gorącą wodą. Tygiel wraz z osadem umieścić w suszarce laboratoryjnej i wysuszyć w temperaturze 105 °C w ciągu 45 minut. Po tym czasie tygiel umieścić w eksykatorze i po ostygnięciu zważyć na wadze analitycznej. Procedurę powtarzać aż do osiągnięcia stałej masy. Na podstawie masy pustego tygla i tygla zawierającego osad wysuszony do stałej masy ustalić masę osadu. Następnie obliczyć zawartość niklu(II) w analizowanym roztworze na podstawie masy uzyskanego osadu i odpowiedniego mnożnika analitycznego.