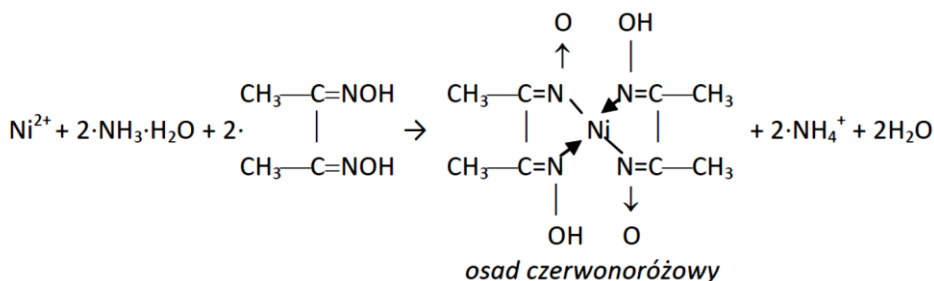


## Analiza wagowa

### Oznaczanie niklu w postaci kompleksu z dimetyloglioksymem

Nikiel(II) tworzy osad z dimetyloglioksymem ( $C_4H_6(NO)_2$ , związek organiczny). Tworzący się czerwony kompleks chelatowy wytrąca się ilościowo z roztworu o pH od 5 do 9 za pomocą buforu amonowego.



Chociaż z reakcji wynika, że następuje utrata tylko jednego protonu grupy oksymowej (NOH) każdej z cząsteczek dimetyloglioksymu, w rzeczywistości reakcja chelatowania polega na połączeniu niklu poprzez cztery pary elektronowe atomów azotu, a nie przez elektrony atomów tlenu. Reakcja zachodzi w roztworze z dodatkiem buforu amonowego, tak aby pH nie spadło poniżej 5. Przy zbyt niskim pH reakcja zaczyna przesuwac się w lewo, w kierunku tworzenia niezwiązanych jonów  $\text{Ni}^{2+}$ . Prowadzi to do rozpuszczania utworzonego wcześniej osadu  $\text{Ni}(\text{dmg})_2$ . Jako czynnik strącający stosuje się alkoholowy roztwór dimetyloglioksymu (DMG), bowiem DMG jest słabo rozpuszczalny w wodzie (w temp.  $25^\circ\text{C}$  zaledwie 0,063 g w 100 mL). Jest zatem bardzo ważne, aby nie dodawać nadmiernej ilości DMG, gdyż może krystalizować wraz z chelatem. Po odfiltrowaniu i przemyciu osadu oraz jego wysuszeniu, z jego masy można policzyć zawartość niklu w pierwotnej próbce.

#### Wykonanie oznaczenia

- szklany tygiel z dnem ze spieku szklanego, o gęstości G4 przygotowany wcześniej (wysuszony do stałej masy), należy wyjąć szcypcami z eksykatora i zważyć na wadze analitycznej,
- do otrzymanej w zlewce próbki zawierającej jony  $\text{Ni}^{2+}$  dodać 100 mL wody destylowanej,
- następnie dodać 2 mL 6 mol/L HCl i ogrzać do około  $80^\circ\text{C}$ ,
- odsunąć palnik, ostrożnie dodać do zlewki 10 mL 1% alkoholowego r-ru dimetyloglioksymu i wymieszać,
- następnie dodawać powoli, mieszając bagietką szklaną, roztwór amoniaku (1:2) do wytrącenia czerwonego osadu i wyraźnie wyczuwalnego zapachu amoniaku,
- zlewkę umieścić nad palnikiem i ogrzewać w temp.  $70^\circ\text{C}$  przez 40 min.,
- po ostygnięciu roztworu, należy przefiltrować go pod próżnią przez szklany tygiel G4,
- przemyć osad na sączku niewielką ilością ciepłej wody destylowanej,
- umieścić tygiel z osadem w suszarce na czas nie krótszy niż 90 min. w temp.  $110\text{-}120^\circ\text{C}$ . Następnie przenieść tygiel z osadem do eksykatora, pozostawiając do wystygnięcia na około 30 min. i zważyć go na wadze analitycznej.
- czynność powtarzać do osiągnięcia stałej masy tygla z osadem.
- obliczyć zawartość  $\text{Ni}^{2+}$  w badanej próbce (mnożnik analityczny 0,2032).