

تجزیه وزن سنجی

آزمایش ۶

اندازه گیری نیکل به صورت نیکل دی متیل

گلی اکسیمات

تجزیه وزن سنجی

□ وزن سنجی یکی از روش های تجزیه کمی است که در آن جسم مورد سنجش به یک عنصر یا یک جسم خالص شناخته شده جامد (رسوب) تبدیل شده و سپس با وزن کردن جسم حاصل (رسوب)، مقدار ماده مورد نظر مشخص می گردد.

□ در رسوبگیری شرایط عمل باید طوری باشد که از یک طرف حلالیت رسوب تشکیل شده به کمترین مقدار ممکن برسد و از طرف دیگر تا آنجا که ممکن است رسوب های تشکیل شده درشت باشند. زیرا هرچه ذرات جامد درشت تر باشند صاف کردن آن ها راحت تر و خلوص رسوب های تشکیل شده بالاتر می گردد.

✓ اندازه ذرات جامد تشکیل شده در فرآیند رسوبگیری تحت تاثیر عواملی مانند دما، حلالیت رسوب در محیطی که رسوب در آن تشکیل می شود، غلظت واکنش دهنده ها و سرعت اختلاط آن ها قرار می گیرد.

✓ دمای بالا، حلالیت زیاد رسوب، کم بودن غلظت واکنشگرها و اضافه نمودن آهسته عامل رسوب دهنده توأم با خوب به هم زدن باعث درشت شدن ذرات رسوب می شود.

□ از روش وزن سنجی می توان برای اندازه گیری کلسیم در کلسیم کربنات، باریم در باریم کلرید، منیزیم در منیزیم سولفات، آهن در محلول آهن (III) و نیکل در نمک نیکل و در فولاد استفاده کرد.

□ برای اندازه گیری نیکل که هدف این آزمایش می باشد می توان نیکل موجود در نمونه مورد سنجش را با استفاده از محلول الکلی دی متیل گلی اکسیم به صورت $[\text{Ni}(\text{C}_4\text{H}_7\text{O}_2\text{N}_2)_2]$ رسوب داد و پس از خشک کردن و توزین رسوب، سنجش موردنظر را انجام داد.

□ محلول های مورد نیاز:

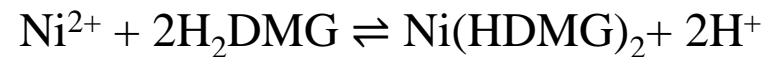
- محلول هیدروکلریک اسید 6 M

- محلول آمونیاک 6 M

- محلول ۱٪ وزنی - حجمی دی متیل گلی اکسیم در اتانول

✓ مقدار گرم مجهولی از نمک نیکل نیترات $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ بصورت محلول به شما داده می شود. این مقدار نامشخص را تا حجم ۴۰ میلی لیتر رقیق کنید. محلول را تا $70-80^\circ\text{C}$ گرم کرده و به آن 5 mL معرف دی متیل گلی اکسیم اضافه کنید. سپس فوراً محلول رقیق آمونیاک را قطره قطره به محلول اضافه کرده و محلول را به هم زنید تا آنکه تشکیل رسوب شروع شود. اضافه کردن آمونیاک را ادامه دهید تا زمانی که حضور مقدار کم آمونیاک توسط بوی آن تشخیص داده شود. رسوب را به مدت ۲۰ تا ۳۰ دقیقه در همین دما نگه دارید و سپس کامل شدن عمل رسوبگیری را آزمایش کنید تا زمانی که دیگر رسوبی تشکیل نشود. اجازه دهید رسوب به مدت یک ساعت به همان حال باقی بماند تا محلول سرد شود. یک کاغذ صافی برداشته، وزن کرده و وزن آن را یادداشت کنید. سپس کاغذ صافی را داخل یک قیف قرار داده و قیف را داخل یک ارلن بگذارید. محلولی که در آن رسوب تشکیل شده را بر روی کاغذ صافی ریخته تا محلول از کاغذ صافی عبور کند و رسوب جامد بر روی کاغذ صافی باقی بماند. به این عمل صاف کردن گویند. محلول زیر صافی را دور بریزید. سپس ۳ مرتبه رسوب را با 50 mL آب مقطر شستشو دهید. یعنی آب مقطر را از روی رسوب عبور دهید تا یون های کلرید و هرچه ناخالصی وجود دارد از بین برود. چند میلی لیتر از محلول شستشو را در یک لوله آزمایش ریخته با HNO_3 اسیدی کرده و ۱ تا ۲ قطره $0.1 \text{ M}, \text{AgNO}_3$ به آن اضافه کنید. اگر محلول زیر صافی کدر شد یعنی در رسوب یون های کلرید وجود داشته که با نقره نیترات رسوب تشکیل داده و محلول را کدر کرده است بنابراین عمل شستشو را باید تکرار کرد تا زمانی که با افزودن نقره نیترات محلول زیر صافی کدر نشود. بعد از شستشوی کامل، کاغذ صافی حاوی رسوب را به مدت ۲۴ ساعت داخل کمد گذاشته تا رسوب خشک شود. سپس کاغذ صافی حاوی رسوب را وزن کرده و وزن کاغذ صافی تنها که قبلاً وزن کرده بودید را از آن کم کرده تا وزن رسوب حاصل به دست آید. حال با توجه به وزن رسوب که $\text{Ni}(\text{HDMG})_2$ می باشد وزن و غلظت نمک نیکل نیترات که به عنوان مجهول داده شده بود را

محاسبه می کنید.



$$\left. \begin{array}{l} \text{وزن کاغذ صافی} = A \\ \text{وزن کاغذ صافی و رسوب} = B \end{array} \right\} \text{Ni}(\text{HDMG})_2 \text{ رسوب} = B - A = \mathbf{C} \text{ گ}$$

$$? \text{ g Ni}(\text{NO}_3)_2 = \mathbf{C} \text{ g Ni}(\text{HDMG})_2 \left(\frac{1 \text{ mol Ni}(\text{HDMG})_2}{292.94 \text{ g Ni}(\text{HDMG})_2} \right) \left(\frac{1 \text{ mol Ni}^{2+}}{1 \text{ mol Ni}(\text{HDMG})_2} \right) \left(\frac{1 \text{ mol Ni}(\text{NO}_3)_2}{1 \text{ mol Ni}^{2+}} \right) \left(\frac{182.7 \text{ g Ni}(\text{NO}_3)_2}{1 \text{ mol Ni}(\text{NO}_3)_2} \right) = \mathbf{D} \text{ g Ni}(\text{NO}_3)_2$$

$$? \text{ mol/L Ni}(\text{NO}_3)_2 = \mathbf{D} \text{ g Ni}(\text{NO}_3)_2 \left(\frac{1 \text{ mol Ni}(\text{NO}_3)_2}{182.7 \text{ g Ni}(\text{NO}_3)_2} \right) \left(\frac{1}{0.04 \text{ L}} \right) = \mathbf{E} \text{ mol/L Ni}(\text{NO}_3)_2$$

$$\downarrow \\ = 40 \text{ mL}$$