

Министерство образования Республики Беларусь
Учреждение образования
«Белорусский государственный педагогический университет
имени Максима Танка»

Суханкина Н.В., Козлова-Козыревская А.Л.

**АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ.
КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ**

Практикум

Минск
2017

УДК 543.2 (075.8)
ББК 24.4я73
С71

Печатается по решению редакционно-издательского совета БГПУ

Рецензенты:

Мельситова И. В., доцент кафедры аналитической химии БГУ,
кандидат химических наук, доцент;
кафедра химии УО «Витебский государственный университет
имени П.М. Машерова» (заведующий О. М. Балаева-Тихомирова)

Суханкина, Н.В.

Аналитическая химия. Количественный химический анализ: практикум / Н. В. Суханкина, А. Л. Козлова-Козыревская. – Минск : БГПУ, 2017. – 96 с.
ISBN 978-985-541-386-9.

В пособии излагается сущность гравиметрического и титриметрического методов анализа, описываются техника работы и основные аналитические операции, приводятся методики определения различных веществ методами осаждения и отгонки, кислотно-основного, комплексонометрического и окислительно-восстановительного титрования.

Адресуется студентам педагогических вузов, обучающихся по химико-биологическим специальностям, а также магистрантам и аспирантам при изучении ими современных методов химического анализа.

ISBN 978-985-541-386-9

УДК 543.2 (075.8)
ББК 24.4я73

© Суханкина Н. В.,
Козлова-Козыревская А. Л., 2017
© оформление. БГПУ, 2017

Работа 1.2. Определение содержания никеля в водном растворе методом осаждения

Сущность работы

Определение никеля в растворе основано на количественном осаждении ионов Ni^{2+} спиртовым или аммиачным раствором диметилглиоксима (реактив Чугаева, $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2\text{N}_2$) в виде кристаллического ало-красного осадка внутрикомплексной соли. Реакция протекает в аммиачной среде по уравнению:



Эта реакция весьма специфична. Осадок диметилглиоксимата мало растворим в воде ($K_s[\text{Ni}(\text{C}_4\text{H}_7\text{O}_2\text{N}_2)_2] = 4,3 \cdot 10^{-24}$), но растворим в кислотах. Поэтому осаждение заканчивают в слабощелочной среде в присутствии аммонийной буферной смеси. Избыток осадителя должен быть незначительным, особенно, если используется спиртовый раствор осадителя, так как растворимость соединений никеля заметно увеличивается с увеличением концентрации спирта. Образующийся осадок достаточно чистый и очень объемистый, поэтому в анализируемой навеске должно быть малое количество никеля.

Диметилглиоксимат никеля предпочитают переводить в гравиметрическую форму высушиванием, состав высушенного осадка отвечает формуле $[\text{Ni}(\text{C}_4\text{H}_7\text{O}_2\text{N}_2)_2]$. Фильтрация и промывание осадка проводится в стеклянном фильтрующем тигле под вакуумом. Высушивание тигля под вакуумом с осадком проводится до постоянной массы при $t=120^\circ\text{C}$.

Реактивы и оборудование

- HCl , концентрированная

- 1% спиртовой раствор диметилглиоксима ($C_4H_8O_2N_2$)
- 10% раствор аммиака
- стакан химический на 300-400 мл; палочка стеклянная с резиновым наконечником; стеклянный фильтрующий тигель № 3 или № 4; промывалка

Методика определения и расчет

К полученному для анализа раствору соли никеля (в стакане емкостью 300–400 мл) добавляют 5 капель концентрированной соляной кислоты, разбавляют дистиллированной водой до 200 мл и нагревают до 80–90°C (но не до кипения!).

Затем в стакан прибавляют 2–3 мл 10% раствора аммиака (до слабого запаха) и 20 мл 1% спиртового раствора диметилглиоксима. Дают раствору с осадком постоять 1 час и проверяют на полноту осаждения, добавляя по стенке стакана 2–3 капли раствора диметилглиоксима.

Затем осадок отделяют с помощью вакуум-насоса через плотный стеклянный фильтрующий тигель №3 или №4, который предварительным высушиванием при 110°C доводят до постоянной массы.

Осадок промывают 3–5 раз 1% раствором аммиака, 3–5 раз дистиллированной водой и сушат до постоянной массы в сушильном шкафу при 110°C.

Определив массу весовой формы (диметилглиоксимата никеля $[Ni(C_4H_7O_2N_2)_2]$), рассчитывают массу содержащегося в анализируемом растворе никеля.