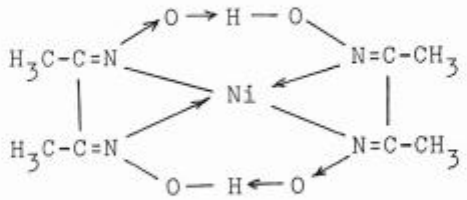
68. Nikkelionok meghatározása

A mérés elve: A nikkelionok minőségi kimutatására használatos dimetil-glioximos reakció mennyiségi meghatározásra is kiválóan alkalmas. A dimetil-glioxim a nikkelionokkal vörös színű, vízben gyakorlatilag oldhatatlan kelátkomplexet alkot:



A csapadék erős ásványi savakban oldódik. Ecetsavas, vagy ammóniás közegben választható le mennyiségileg. Ecetsav helyett célszerű acetátpuffert alkalmazni egyrészt az oldékonyság csökkentése céljából, másrészt azért, mert a lecsapás folyamán az oldat kissé savanyodik. A reakció során ui. a nikkelion a dimetil-glioxim protonjai helyettesíti. A sok ammóniumsó jelenléte nem zavar. A csapadék igen nagy térfogatú, nehezen mosható, ezért nem célszerű 50 mg nikkelnél többet leválasztani. Jól szűrhető, formában akkor válik le a nikkel-dimetil-glioxim, ha a reagenst erősen savas oldathoz adagoljuk és ammóniával fokozatosan növeljük a pH-t a kis oldékonyságnak megfelelő pH-tartományig (pH = 6-10). A nikkel teljes leválasztásához négyszeres mennyiségű dimetil-glioxim szükséges, amelyet 1%-os alkoholos oldat formájában adagolunk. Az alkoholos reagensoldat térfogata ne legyen nagyobb a vizes oldat fel térfogatánál, különben mérhető mennyiségű csapadék marad oldatban. A túlzott reagensfölösleget és a tartós forralást is kerülni kell, kevés alkoholt tartalmazó vízből a reagensfölösleg kicsapódik és meghamisítja a mérési eredményt.

Szükséges vegyszerek: 2 mólos sósav
1%-os alkoholos dimetil-glioxim
1:1 ammónium-hidroxid

Mérési eljárás: A vizsgálandó nikkelionos oldat 50 cm^3-ét, mely legfeljebb 50 mg nikkelt tartalmaz, analitikai pontossággal 400 cm^3-es fázőpohárba pipettázzuk, 2 mólos sósavval gyengén megsavanyítjuk és térfogatát desztillált vízzel kb. 150 cm^3-re egészítjük ki. Az oldatot felforraljuk, majd a láng elvétele után 1-2 percig várunk és 30 cm^3 1%-os alkoholos dimetil-glioxim reagenst adunk hozzá. A forró oldatot 1:1 hígítású ammónium-hidroxiddal közömbösítjük, majd annyi ammóniát adunk hozzá, hogy éppen ammónia szagú legyen (az oldat egy cseppje a vörös lakmusz színét éppen kékre színezze). Semlegesítés közben leválik a vörös színű csapadék. Az oldatot óraüveggel lefedve vízfürdőn két óra hosszat állni hagyjuk, majd a csapadékot előzőleg 120 °C-on szárított és lemért tömegű G3-as üvegszűrőre visszük és forró vízzel kimossuk. A lecsapás teljességéről a szűrlethez adott néhány csepp dimetil-glioxim oldattal győződünk meg. A tégelyt a csapadékkal 120 °C-on tömegállandóságig (kb. 2 óra) szárítjuk, majd lehűlés után mérjük. Mérési alak: $NiC_8H_{14}N_4O_4$,

Megjegyzés: a csapadékos oldatot nem célszerű 10-12 óráin át hidegen állni hagyni, mert könnyen kiválik a dimetil-glioxim is fehér tűs kristályok alakjában. Tégelytisztítás: a csapadék főtömegét a tégelyből eltávolítjuk, a maradékot pedig meleg 1:1 hígítású sósavval oldjuk ki.

Feladat: Számítsuk ki az oldat nikkelion koncentrációját g/dm^3-ben.

Átszámítási szorzószám: $Ni/NiC_8H_{14}N_4O_4$ = 0,2032