

實驗四 鎳的重量分析

一、目的

學習重量分析法的原理、操作技巧、燒結玻璃濾器之使用及測量恆重並定量鎳成份。



圖 4-1 水流式抽濾裝置



圖 4-2 將燒結玻璃濾器放入烘箱



圖 4-3 將燒結玻璃濾器放入乾燥器



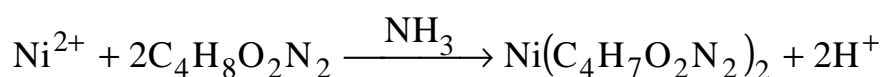
圖 4-4 秤燒結玻璃濾器達恆重

二、原理

定量分析方法(Quantitative analytical method)依照最後測量的性質，分為四種類型。重量分析法(Gravimetric method)秤量與待分析物形成化學反應所產生相關化合物的重量。體積分析法(Volumetric method)則是測量與待分析物完全作用完所需要的體積。電分析法(Electroanalytical method)是測量待分析物進行電化學反應的電位(Electrical potential)、電流(Electrical current)、電量(Electric charge)、或電阻(Electric resistance)等性質。光譜法(Spectroscopic method)則是測量相關待分析物的光譜吸收。

重量分析法是完全以秤量操作(Weighing operation)所進行的分析方法，最常用的是沉澱法(Precipitation methods)。將待分析物與沉澱試劑作用形成已知成份的沉澱物，將沉澱物過濾、洗滌、乾燥、灼熱、冷卻、秤重直到恆重，並計算待測物的含量。

本實驗欲測量待分析物中鎳成份的重量，在氨水溶液中，鎳與二甲基乙二醛肟(Dimethylglyoxime, DMG)形成紅色沉澱物(Nickel dimethylglyoximate)。



此沉澱物之重量秤至恆重後，利用下式得鎳重。

$$\text{Ni重} = \frac{\text{沉澱物重量}}{\text{沉澱物分子量}} \times \frac{1 \text{ 莫耳 Ni}}{1 \text{ 莫耳沉澱物}} \times \frac{\text{Ni 原子量}}{1 \text{ 莫耳 Ni}}$$

沉澱物經過一連串的沉澱、過濾，多次洗滌等過程，含有相當的水份，經由多次烘乾、冷卻過程去除所吸附的水。沉澱物必須秤重，秤到得到恆重(constant weight)。所謂的恆重即為烘乾一段時間後，移至乾燥器(desiccator)內冷卻再秤重。若干次的烘乾、冷卻、秤重之後，所得到的重量必須在 0.3 毫克(mg)的變動範圍內。

此實驗方法常運用於鋼(Steel)中鎳的成份分析。加入沉澱試劑(Precipitating reagent)需控制在鹼性溶液，否則鈀(Palladium)也會形成類似的反應。加入酒石酸鈉(Sodium tartrate)的目的是使其與鐵離子(Fe(III) ion)和鋁離子(Aluminum ion)形成水溶性的錯離子(Complex ion)，避免共沉澱(Coprecipitation)的發生。

三、藥品

A、自行配製取用

1. 酒石酸粉末(Tartaric acid, $C_2H_2(OH)_2(COOH)_2$): 粗秤 1 g。
2. 6 M 氨水(Ammonia aqua, $NH_{3(aq)}$), 10 mL: 吸取 4.5 mL 濃氨水稀釋至 10 mL。
3. 1 % (w/v) 二甲基乙二醛肟(Dimethylglyoxime, $DMG_{(ethanol)}$) 試劑, 25 mL: 粗秤 0.25 g 的 $DMG_{(s)}$ 溶於 25 mL 的酒精中。
4. 3 M 醋酸銨(Ammonium acetate, $NH_4C_2H_3O_2$), 50 mL: 取 11.55 g $NH_4C_2H_3O_2_{(s)}$ 溶解配製 50 mL。(兩人配製一份)

B、助教配製

1. 甲基紅指示劑(Methyl red, $C_{15}H_{15}N_3O_2$): 0.02 % (w/v) in 60 % (v/v) ethanol。
2. 沖洗液(washing solution): 吸取 2 mL 6 M 氨水稀釋至 1 L, 每組用 15 mL。
3. 3 M 鹽酸(Hydrochloric acid, $HCl_{(aq)}$): 取 250 mL 濃鹽酸稀釋至 1 L。
4. 含 Ni^{2+} 樣品溶液: 硝酸鎳(Nickel(II) nitrate hexahydrate, $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$)。

四、器材

1. 燒結玻璃濾器(sintered-glass filter-crucible)(助教發給, 實驗後歸還)
2. 坩堝鉗(助教發給, 實驗後歸還)
3. 體積型吸量管: 25 mL
4. 計時器(助教發給, 實驗後歸還)
5. 水流式抽濾裝置(助教發給, 實驗後歸還)
6. 燒杯: 100 mL, 250 mL
7. 溫度計
8. 攪拌子



圖 4-5 燒結玻璃濾器

五、步驟

1. 清洗燒結玻璃濾器，在 110°C 烘箱中烘乾 1 小時(為節省時間，上述步驟由助教執行)，以坩堝鉗夾出置於乾燥器(desiccator)中冷卻，秤重記錄重量(同學由此步驟開始進行)。重複烘乾、冷卻、秤重直至得到恆重(constant weight, $\pm 0.3 \text{ mg}$)。
2. 以吸量管吸取 25 mL 樣品溶液，加入 100 mL 去離子水稀釋後，加熱到快沸騰，加入 1 g 酒石酸、5 滴甲基紅指示劑，再加 6 M 氨水直到溶液由淡紅色轉變成黃色。
3. 使溶液溫度維持在 70°C ，緩慢加入 25 mL DMG 試劑後，再緩慢加入 20 mL 3 M 醋酸銨，持續攪拌，使溶液溫度維持在 $60^{\circ}\sim 70^{\circ}\text{C}$ 之間，加熱半小時。
4. 冷卻至室溫，使用水流式抽濾裝置及秤過重之燒結玻璃濾器過濾沉澱物。
5. 各以 5 mL 的沖洗液(washing solution)沖洗沉澱物三次。
6. 重複步驟 1，烘乾、冷卻、秤重(濾器及沉澱物重)，重複數次直到恆重為止(待下次實驗收)。
7. 計算鎳的重量。
8. 清洗燒結玻璃濾器：以 3 M $\text{HCl}_{(\text{aq})}$ 浸泡坩堝約半小時，再以清潔劑清洗乾淨後，以去離子水沖洗，並烘乾。

六、實驗數據處理

1. 燒結玻璃濾器恆重：_____ g

	___時___分	___時___分	___時___分	___時___分
重量(g)				
	___時___分	___時___分	___時___分	___時___分
重量(g)				

2. 燒結玻璃濾器+沉澱物恆重：_____ g

	___時___分	___時___分	___時___分	___時___分
重量(g)				
	___時___分	___時___分	___時___分	___時___分
重量(g)				

3. 沉澱物重：_____ g

4. 鎳成份重量

(算式)

$$\frac{\text{重量}}{\text{重量}} = \text{_____ mg}$$

5. 技術試分數：_____ (由助教評定)

鎳成份重量標準值：_____ mg (由助教告知)

相對誤差：_____ = _____ %

七、實驗問題：

1. 何謂共沉澱(coprecipitation)？
2. 請詳細說明四種共沉澱的方式。
3. 實驗過程中，沉澱物持續在 60°C 加熱半小時的目的為何？(本應為加熱 1 小時，受實驗時間限制才縮短)

4. 實驗過程中，加熱半小時中沉澱物的變化如何？

5.

(a) 如何判斷“恆重”？

(b) 得恆重的目的為何？

(c) 得恆重的過程描述(包括時間，次數，重量變化等)。

八、實驗廢(固)液處理：

九、實驗心得與討論：

誤差討論：

心得：