**تجربة رقم) 3) تقدير النيكل على هيئة معقد ثنائي مثيل كلاي أوكزيم**

**Determination of Nickel as Dimethyl glyoxime complex.**

**يعتبر ثنائي مثيل كلاي اوكزيم وهو كاشف أنتقائي (DMG) من اقدم المرسبات العضوية المعروفة ومع ذلك فهو لا يزال من أحسنها لأنه يعطي راسب ذو معامل وزني كبير إذ أنه حامض ضعيف صيغته (CH3C=NOH)2 ويذوب قليلا في الماء فيعطي أيونا واحدا من الهيدروجين عند تأينه:**

****

**يذوب هذاالكاشف في الكحول لذلك يستخدم محلوله الكحولي بصورة خاصة لترسيب النيكل كميا فالنيكل الثنائي Ni+2 يترسب متحدا مع جزيئتين من الثنائي مثيل كلاي اوكزيم محررا أيونين من الهيدروجين يتعادلان بدورهما مع زيادة من هيدروكسيد الامونيوم حسب التفاعل التالي:**

****

**في المعادلة أعلاه الأمونيا قادمة من أستخدام (هيدروكسيد الأمونيوم NH4OH)**

**يكون الراسب أحمر اللون قليل الذوبان جدا في الماء ويمكن تجفيفه عند درجة حرارة (110 – 120 م0) ولكنه يذوب في الحوامض المعدنية المخففة (حتى الهيدروجين المتحرر عند اتحاد الكاشف مع النيكل بسبب زيادة في ذوبانية الراسب).**

**ملاحظة : ثنائي مثيل كلايوكزيم يرسب البلاديوم في الوسط الحامضي ويرسب النيكل في الوسط القاعدي**

**ملاحظة : يتكون المعقد المخلبي عندما تكون PH المحلول من (5-9) أي الوسط يكون قاعدي وإن هذا المعقد المخلبي يتكون نتيجة الى الزوج الالكتروني عل النايتروجين وليس الزوج الالكتروني على الأوكسجين كما مبين في الشكل ادناه :**

****

**أن الغرض من أضافة المحلول المائي للأمونيا هو منع PH المحلول من النزول الى أقل من 5 حيث أن نزول الـ PH الى اقل من خمسة (يكون الوسط حامضي ) سوف يؤدي الى تفكك المعقد المخلبي وعودته الى المحلول الأم .**

**أن الإضافة القليلة من العامل المرسب داي مثيل كلايوكزيم (DMG) لايؤثر على الراسب ولكن يجب تجنب أضافة زيادة منه لان زيادته تؤدي الى ترسب الكاشف نفسه .**

**إن الراسب الأحمر المتكون Ni(DMG)2  يذوب في الحوامض المعدنية لذلك فإن أضافة زيادة من الكاشف (DMG) سوف يؤدي الى تبلور الراسب مع المعقد المخلبي .**

**إذا في هذه التجربة النموذج المستخدم هو ملح النيكل مذاب في محلول كحولي متكون من أذابة ( DMG وهو حامض ضعيف في كحول الأيثانول ) وبأضافة كمية قليلة من محلول الأمونيا المائي ومن ثم يتم ترشيح الراسب وغسله بالماء البارد ومن ثم تجفيفه الى حرارة (110-120)**

**وسط الترسيب : قاعدي**

**العامل المرسب: (DMG)**

**لون الراسب : أحمر**

**المواد المستخدمة للتجربة:**

**1- نموذج يحتوي على النيكل.**

**2- محلول الأمونيا المخففة.**

**3- حامض الهيدروكلوريك المخفف .**

**طريقة العمل:**

**1- زن بدقة (0.1 غم) من نموذج النيكل في بيكر 400 مل مزود بمحرك زجاجي وأذبه في أقل كمية من الماء المقطر وحرك المحلول الى حد الأذابة.**

**2- أضف اليه (2 مل) من حامض الهيدروكلوريك المخفف (1:1) ثم أضف الماء المقطر الى حد (75 مل).**

**3- سخن المحلول على هيتر ثم أضف اليه (25 مل) من محلول (DMG) العامل المرسب وهو ساخن ثم أضف اليه بسرعة محلول الأمونيا المخففة قطرة فقطرة مع التحريك المستمر الى أن يتم الترسيب التام .**

**4 – أترك محتويات البيكر تركد على الهيتر لمدة ربع ساعة الى ظهور راسب احمر**

**5- حظر جهاز الترشيح ,زن ورقة الترشيح فارغة, رشح المحلول وأغسلهُ بالماء البارد.**

**6- جفف الورقة مع الراسب ثم وزنها بدقة وأحسب النسبة المئوية للنيكل.**

**الحسابات:**

$$ G.F=\frac{A.Wt. (Ni)}{M.Wt. Ni(DMG)2} =0.20314 $$

$$ Ni\%=\frac{wt. Ni(DMG)2×G.F}{wt.of sample} ×100 $$

**أسئلة المناقشة:**

1. **ما هي خواص كاشف (DMG) ؟ ولماذا يستخدم لحد الآن كعامل مرسب؟**
2. **كاشف انتقائي**
3. **معقد مخلبي**
4. **حامض عضوي ضعيف**

 **4 - يتأين ويفقد البروتون كما في المعادلة**

****

**لأنه يعطي راسب ذو معامل وزني كبير**

**2- ما هي مواصفات Ni(DMG)2؟**

**1. لون الراسب أحمر**

**2. ذوبانيته منخفضة للغاية في الماء**

**3- يمكن تجفيفه عند درجة حرارة (110-120م)**

**4. يذوب في الحوامض المعدنية المخففة .**

1. **لماذا يضاف حامض الهيدروكلوريك المخفف ؟**

**وذلك لأتمام عملية الأذابة للنموذج الأصلي .**

1. **لماذا تتم عملية ترسيب المعقد Ni(DMG)2 في وسط قاعدي ؟**

**وذلك لأن العامل المراسب يعمل على ترسيب النيكل فقط في وسط القاعدي. أما في الوسط الحامضي ، يعمل العامل المرسب على ترسيب مجموعة من الأيونات باستثناء النيكل ، مثل البلاديوم**

1. **ما هو التركيب الكيميائي لراسب Ni(DMG)2 ؟**

