

## ANÁLISIS GRAVIMETRICO

El análisis gravimétrico es una de las principales divisiones de la Química Analítica, en la cual la cantidad de analito se determina por medio de una pesada. Éste se separa de los demás componentes de la mezcla, así como del solvente.

El método más utilizado de separación es el de precipitación, otros métodos importantes son electrólisis, extracción con solventes, cromatografía y volatilización.

### ANÁLISIS POR PRECIPITACIÓN

El precipitado debe ser tan poco soluble, de manera tal que el constituyente en cuestión precipite cuantitativamente y la cantidad de analito que no precipite no sea detectable analíticamente.

La sustancia que se pesa debe tener una composición estequiométrica definida o ser convertible en ella de manera simple y, por último, ser de alta pureza. Este último requisito es el más difícil de cumplir.

### CÁLCULOS EN EL ANÁLISIS GRAVIMÉTRICO

En el procedimiento gravimétrico usual, se pesa el precipitado y a partir de este valor se calcula el peso de analito presente en la muestra analizada. Por consiguiente, el porcentaje de analito A es:

$$\% A = (\text{peso de } A / \text{peso de la muestra}) * 100$$

Para calcular el peso de analito a partir del peso del precipitado, con frecuencia se utiliza un *factor gravimétrico*. Este factor se define como el valor numérico de la *relación de un equivalente gramo del constituyente buscado, a un equivalente gramo del compuesto pesado*.

$$\text{Peso de } A = \text{peso del precipitado} * \text{factor gravimétrico}$$

Por lo tanto:

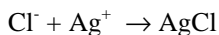
$$\% A = (\text{peso del precipitado} * \text{factor gravimétrico} / \text{peso de la muestra}) * 100$$

**Ejemplo:**

Una muestra de 0,6025 g de un cloruro soluble, da un precipitado de cloruro de plata que pesa 0,7134 g. Calcular el porcentaje de cloruro en la muestra.

**Solución:**

Reacción:



Elemento buscado : Cloruro

Precipitado conocido: Cloruro de plata

Entonces el factor gravimétrico será:

$$F = \text{Peso molecular de Cl} / \text{Peso molecular de AgCl} = 35,453 / 143,321 = 0,2474 \text{ g}$$

Por lo tanto el peso de cloruro presente en el precipitado será:

$$\text{Peso Cl} = F * \text{peso AgCl} = 0,2474 * 0,7134 = 0,1764 \text{ g Cl}$$

$$\underline{\% \text{ Cl}} = (\text{Peso de Cl} / \text{Peso muestra}) * 100 = (0,1764 / 0,6025) * 100 = \underline{\underline{29,3 \%}}$$

Para establecer un factor gravimétrico se deben señalar, en primer lugar, el peso molecular o el peso atómico del analito en el numerador y el de la sustancia pesada en el denominador; en segundo lugar, el número de átomos o moléculas que aparecen en el numerador y en el denominador deben ser equivalentes químicamente (esto es, surgir de la relación estequiométrica).

**EJEMPLOS DE ALGUNOS FACTORES GRAVIMÉTRICOS:**

<b><u>SUSTANCIA PESADA</u></b>	<b><u>SUSTANCIA BUSCADA</u></b>	<b><u>FACTOR GRAVIMETRICO</u></b>
<b>BaSO<sub>4</sub></b>	<b>S</b>	<b>S / BaSO<sub>4</sub></b>
<b>BaSO<sub>4</sub></b>	<b>SO<sub>3</sub></b>	<b>SO<sub>3</sub> / BaSO<sub>4</sub></b>
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>FeO</b>	<b>2 FeO / Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub></b>	<b>2 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> / 3 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>
<b>Mg<sub>2</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub></b>	<b>MgO</b>	<b>2 MgO / Mg<sub>2</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub></b>
<b>Mg<sub>2</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub></b>	<b>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	<b>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> / Mg<sub>2</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub></b>

## FORMACIÓN Y PROPIEDADES DE LOS PRECIPITADOS

El diámetro de los iones es el de algunas décimas de angstroms ( $1 \text{ \AA} = 10^{-10} \text{ m} = 10^{-8} \text{ cm}$ ). Cuando se sobrepasa el producto de solubilidad de un compuesto, los iones comienzan a unirse, formando una red cristalina que crece lo suficiente para que la fuerza de gravedad la lleve al fondo del recipiente.

Como regla general, se dice que una partícula (esférica) debe tener un diámetro mayor de  $10^{-4} \text{ cm}$ , aproximadamente, para que pueda precipitarse en una solución.

Durante el proceso de crecimiento de la partícula, ésta pasa por una etapa coloidal, cuyo diámetro va de  $10^{-4}$  a  $10^{-7} \text{ cm}$ .

Podemos representar el proceso de precipitación como:

iones en solución	®	partículas coloidales	®	precipitados
$10^{-8} \text{ cm}$	®	$10^{-7}$ a $10^{-4} \text{ cm}$	®	$>10^{-8} \text{ cm}$

Cuando comienza la precipitación, se forman pequeñas partículas llamadas *núcleos*. Sobre éstas, se pueden depositar partículas más pequeñas que causarán el crecimiento de los núcleos.

Si la velocidad de formación de los núcleos, proceso llamado *nucleación*, es pequeña comparada con la velocidad de crecimiento de los núcleos, al final del proceso se producen menos partículas con un tamaño real relativamente grande. Este tipo de material se filtra con mayor facilidad y con frecuencia es más puro que el que se forma con partículas pequeñas. Para obtener este resultado, la precipitación se lleva a cabo mezclando lentamente soluciones diluídas bajo condiciones en las que aumenta la solubilidad del precipitado evitando la sobresaturación.

Además de controlar las condiciones durante el proceso real de precipitación, el analista tiene otro recurso después que se forma el precipitado. Éste es *digerir* o *añejar* el precipitado, lo cual consiste en permitir que el precipitado esté en contacto con el licor madre durante algún tiempo antes de filtrarlo, con frecuencia a una temperatura elevada.

## **PUREZA DE LOS PRECIPITADOS**

El problema más difícil al que se enfrenta el analista en gravimetría es el obtener un precipitado con elevado grado de pureza. Éste puede contaminarse durante su formación o luego de terminada la precipitación, por los siguientes procesos:

### **COPRECIPITACIÓN:**

Es el proceso mediante el cual una sustancia, que en condiciones normales es soluble, es acarreada junto al precipitado deseado.

Puede ocurrir por formación de cristales mezclados, permitiendo que la impureza penetre en la red cristalina del precipitado, a lo que se llama *oclusión*; o por *adsorción* de iones que son arrastrados con el precipitado durante el proceso de coagulación.

En la coprecipitación por oclusión, las sustancias contaminantes pueden ser iones extraños o el mismo disolvente; mientras que en la adsorción las impurezas son solamente iones retenidos en la superficie del precipitado.

### **Métodos de minimización de la coprecipitación:**

↳ *Adición de dos reactivos*: se puede utilizar para controlar la concentración de la impureza y la carga eléctrica de las partículas elementales de las partículas elementales del precipitado. En el caso de los óxidos hidratados, la carga se puede controlar utilizando el pH adecuado.

↳ *Lavado*: empleado con precipitados gelatinosos y coagulados, se debe adicionar al agua de lavado un electrólito para evitar la peptización.

↳ *Digestión*: es útil para los precipitados cristalinos, algo benéfica para los precipitados coagulados, pero no se emplea para precipitados gelatinosos.

↳ *Reprecipitación*: se utiliza cuando se puede disolver el precipitado con facilidad, principalmente en el caso de óxidos hidratados y sales cristalinas de ácidos débiles.

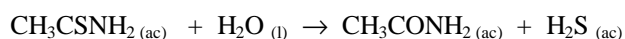
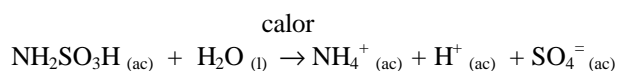
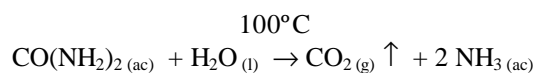
↳ *Separación*: se realiza antes de formar el precipitado, separando la impureza o cambiando su naturaleza química por medio de alguna reacción.

↳ *Precipitación homogénea*: la velocidad de formación del precipitante en la solución que contiene el constituyente a precipitar se controla cinéticamente, evitando regiones locales de alta concentración, de manera de mantener la sobresaturación siempre pequeña.

El precipitante se produce como resultado de una reacción que ocurre dentro de la solución, dando lugar a la formación de núcleos relativamente pequeños, los cuales crecerán a medida que continúa la formación de precipitante, generando cristales grandes con alto grado de perfección y pureza.

El precipitante puede generarse por variación de pH, con un reactivo que consuma lentamente iones hidrógeno o hidroxilos, o bien por descomposición lenta de un compuesto adecuado.

Por ejemplo:



#### **POSPRECIPITACIÓN:**

Se denomina de esta manera al proceso mediante el cual se deposita una impureza luego de haber precipitado la sustancia deseada. Difiere de la coprecipitación por el hecho de que la contaminación aumenta al dejar el precipitado deseado con el licor madre; por lo cual debe filtrarse inmediatamente después de su formación.

Por ejemplo:

El oxalato de magnesio forma soluciones sobresaturadas estables y, a menos que se tomen precauciones, posprecipita sobre el oxalato de calcio cuando se digiere por largo tiempo la suspensión antes de la filtración.

Se ha encontrado que el sulfuro mercúrico promueve la posprecipitación del sulfuro de cinc a pH en que este último no precipitaría. En este caso y en otros de similares características, se prefiere actualmente la denominación de precipitación inducida, ya que durante la formación del sulfuro de mercurio (II) éste adsorbe con frecuencia iones sulfuro en la interfase del sólido y la solución, rebasando el producto de solubilidad del sulfuro de cinc más en la interfase que en el seno de la solución, por lo que aumenta la velocidad de precipitación.



## **TRABAJO PRÁCTICO N° 1:**

### **BALANZA ANALÍTICA**

#### **BALANZAS DE UN SOLO PLATILLO:**

Constan de un platillo y un conjunto especial de pesas (generalmente de acero inoxidable de densidad 7,76 y composición Fe-Cr-Ni con 25 % de Cr y 20 % de Ni) ubicados sobre un brazo, que son balanceados por un peso fijo en el otro. Los brazos no son iguales y sólo se usan dos cuchillas. Una escala óptica permite hacer pesadas de 0,1 g con aproximación de 0,1 mg.

Utilizan amortiguación neumática: este tipo de amortiguación tiene unidos a la cruz unos grandes pistones que se mueven holgadamente dentro de cilindros fijos. Así las oscilaciones se amortiguan tan completamente que si se sobrecarga levemente uno de los platillos, el fiel se moverá hacia un lado al liberar los platillos y se detendrá al final del recorrido. Al pesar, simplemente, se anota el punto de reposo.

La escala está graduada de modo que corresponda a miligramos y el punto en el que se detiene el fiel se lee con un microscopio interno. Así pueden leerse directamente pesos menores de 100 mg con aproximación de 0,1 mg.

Las ventajas de este tipo de balanzas frente a las de dos platillos son: velocidad, conveniencia y sensibilidad independiente de la carga (ya que ésta es constante)

Las desventajas de estas balanzas monoplato es su sensibilidad a los cambios de temperatura en mayor medida que las de brazos iguales (como por ejemplo el calor producido por la lámpara de iluminación de la escala) así como a leves flexiones de la mesa de la balanza.

#### **REQUISITOS DE UNA BALANZA ANALÍTICA:**

- ↵ Debe ser exacta
- ↵ Debe ser estable
- ↵ Debe ser sensible
- ↵ El período de oscilación de la balanza no debe ser muy largo

## **VARIACIONES EN EL PESO O CONDICIÓN, DE UNA SUSTANCIA O RECIPIENTE, DURANTE LA PESADA:**

### **↳ Adsorción de humedad:**

Los crisoles de porcelana calcinados y enfriados no adsorben agua en forma considerable en el tiempo que dura la pesada, los objetos grandes de vidrio pueden aumentar sensiblemente de peso.

La adsorción de humedad de la sustancia que se pesa es más seria que la del recipiente, es útil emplear pesafiltros para pesar sustancias higroscópicas ya que pueden cerrarse herméticamente.

### **↳ Electrificación de recipientes:**

Debido a la electricidad estática, los recipientes de vidrio dan un peso erróneo, sintiendo la superficie cargada una atracción por las paredes o piso de la balanza, especialmente si la humedad relativa ambiente es baja (menor al 40 % RH). Exponiendo el recipiente a luz ultravioleta o a una descarga eléctrica de alta frecuencia se puede disipar la carga.

### **↳ Diferencias entre la temperatura del recipiente y la de la balanza:**

El peso aparente de un objeto más caliente que la balanza será menor que el peso verdadero debido a las corrientes de convección ascendentes alrededor del objeto, que lo empujarán hacia arriba.

Por ejemplo, un crisol tapado de 25 ml cuya temperatura se encuentra 1°C sobre la temperatura de la balanza, pesará 0,1 mg menos que el real.

Estos errores pueden surgir cuando los crisoles no se enfrían suficientemente en un desecador luego de la calcinación. Un crisol de porcelana debe enfriarse no menos de una hora en desecador, si primero se deja enfriar un minuto al aire luego de un calentamiento fuerte.

Cuando se pesa utilizando un pesafiltros, se recomienda tomar el mismo con una tira de papel de filtro doblado para evitar calentarlo con los dedos.

## REGLAS PARA EL USO DE LA BALANZA:

↵ **La balanza debe colocarse en un lugar adecuado**, en un cuarto separado del laboratorio para protegerla de los vapores. No debe estar cerca de una ventana o calefactor. Debe colocarse sobre una base firme para protegerla de las vibraciones tanto como sea posible. No debe recibir luz solar directa ni corrientes de aire.

↵ La balanza debe **estar a nivel**

↵ **Se debe mantener arrestada. No deben dejarse elementos sobre el platillo.**

↵ **Siempre se debe colocar el objeto a pesar con la balanza arrestada.** El punto cero debe determinarse antes de cada pesada. Antes de quitar el objeto pesado, se debe arrestar nuevamente la balanza.

↵ **Siempre que se pesa se debe tomar la aproximación del peso con la llamada *media pesada***, luego que se carga el peso aproximado se pasa a la *pesada completa* para ajustar los miligramos exactamente. **No se debe emplear la pesada completa cuando el platillo se encuentra cargado y la balanza indica 0,0000 g** pues se sobrecargaría pudiendo alterarse su delicado mecanismo.

↵ **Todas las sustancias deben pesarse en algún recipiente** para evitar el ataque de los platillos. Los recipientes adecuados son pesafiltros, vidrios de reloj, crisoles, y en casos especiales, pequeños erlenmeyers o vasitos de precipitados. Cuando se empleen líquidos corrosivos y sólidos volátiles se deben pesar en recipientes herméticamente cerrados.

↵ **Los objetos a pesar deben tener la temperatura de la balanza.**

↵ **La balanza no debe sobrecargarse nunca.**

↵ La balanza **debe mantenerse limpia**, pero no se deben emplear líquidos para limpiar los platillos.

↵ Si pareciera haber alguna duda con la balanza o si se debe hacer algún ajuste, debe consultarse al Jefe de trabajos prácticos inmediatamente.



## TRABAJO PRÁCTICO N° 2:

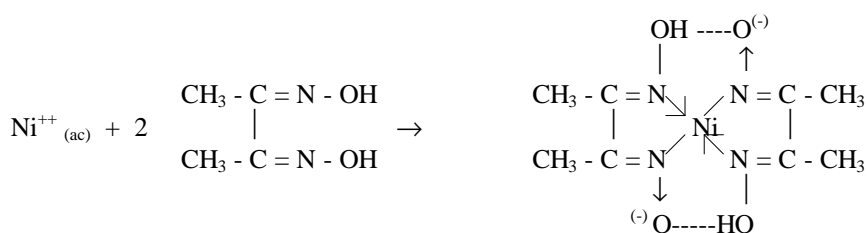
### DETERMINACIÓN DE NÍQUEL EN UNA SAL SOLUBLE DE NÍQUEL

#### CONSIDERACIONES TEÓRICAS:

El ion  $\text{Ni}^{++}$  precipita cuantitativamente en forma de dimetilglioximato de níquel por adición directa de una solución alcohólica de dimetilglioxima a una solución ligeramente ácida y caliente de un compuesto de níquel, con el agregado posterior de un débil exceso de amoníaco (pH entre 5 y 9).

Tschugaeff sintetizó por primera vez la dimetilglioxima en 1905 siendo Brunck quien la empleó en determinaciones de níquel en aceros en 1907.

La dimetilglioxima da un precipitado rojo voluminoso en presencia de níquel.



*Dimetilglioximato de Níquel (rojo rosado)*

Este precipitado es soluble en ácidos minerales y, si bien, la reacción se produce en un medio acético, se efectúa la precipitación en medio amoniacal o en solución reguladora de ácido acético-acetato de amonio.

Su fórmula corresponde a un complejo interno cuya característica es estar formado por una molécula orgánica que se une a un catión mediante un enlace heteropolar o salino y otro coordinado o dativo, formándose una molécula cíclica. Se trata de un quelato y en el caso del níquel resulta un ciclo de 5 elementos. Es un compuesto fuertemente coloreado como consecuencia de la formación de un anillo no saturado. Es insoluble en agua y soluble en disolventes orgánicos que tengan cierta afinidad con el ciclo formado.

La dimetilglioxima se puede considerar como un ácido monoprótico, relativamente débil en agua.

En la estructura del quelato puede designarse por Dmg a la parte que representa al ion dimetilglioximato que actúa como ligando y H al protón que se ioniza. En consecuencia el ácido progenitor, dimetilglioxima, será HDmg. A valores de pH menores de 4 existen pocos iones

dimetilglioximatos libres en agua, debido a que el equilibrio ácido-base favorece al ácido no disociado.

La dimetilglioxima ( y otras dioximas ), constituyen un reactivo especial para el níquel, ya que aunque forma complejos enteramente estables con el cobre, cobalto, cinc y otros metales, estos son solubles en agua. La insolubilidad del  $\text{Ni(Dmg)}_2$  en agua tiene su origen en un factor estructural, la molécula tiene una configuración plana, los grupos  $-\text{OH}$  y  $\text{O}^-$  están unidos por lazos internos (puentes hidrógeno intramoleculares) y no son fácilmente solvatados, por lo cual su solubilidad en agua es baja. Además el níquel tiende a formar en el sólido un débil lazo metal-metal, lo que puede contribuir a la insolubilidad del  $\text{Ni(Dmg)}_2$ .

Los dimetilglioximatos de cobre (II) y cobalto (II) (el diámetro de estos cationes es mayor que el del  $\text{Ni}^{++}$ ) no tienen la estructura plana del complejo de níquel (II) y dado que el anillo del quelato no se encuentra en un mismo plano, los grupos  $-\text{OH}$  pueden enlazarse a moléculas de agua y el enlace metal-metal se ve impedido de producirse.

#### **INTERFERENCIAS:**

$\text{Fe}^{+++}$ ,  $\text{Al}^{+++}$ ,  $\text{Bi}^{+++}$  y  $\text{Cr}^{+++}$  : forman hidróxidos en medio amoniacal. Se evitan agregando un tartrato o citrato soluble

$\text{Fe}^{++}$  : da coloración roja. Se evita oxidando con  $\text{H}_2\text{O}_2$  ó persulfato antes de añadir amoníaco

$\text{Pd}^{++}$  en medio clorhídrico o sulfúrico: precipita  $\text{Pd(Dmg)}_2$  amarillo, de composición similar al compuesto  $\text{Ni(Dmg)}_2$

$\text{Co}^{++}$  y  $\text{Cu}^{++}$  : retrasan la precipitación. El  $\text{Co}^{++}$  forma un complejo similar de color pardo rojizo, más estable que el de Níquel, pudiendo llevar la concentración de dimetilglioxima a valores que no satisfagan el producto de solubilidad de precipitación del complejo de Níquel. El  $\text{Cu}^{++}$  forma un complejo soluble, color pardo, que obstaculiza la percepción del precipitado rojo del Níquel, se elimina agregando una gota de sulfito ácido y otra de tiocianato de potasio reduciendo al  $\text{Cu}^{++}$  a  $\text{Cu}_2^{++}$  y formando  $\text{Cu}_2(\text{SCN})_2$ .

Al hervir la solución con la solución con el reactivo dimetilglioxima, el  $\text{Au}^{+++}$  se reduce a  $\text{Au}^0$ .

El  $\text{Ca}^{++}$  y otros cationes metálicos que puedan estar presentes, forman complejos solubles, por lo cual ante su presencia deberá utilizarse un exceso de reactivo.

#### **REACTIVOS:**

La **dimetilglioxima** es muy poco soluble en agua ( 0,4 g/l) pero soluble en alcohol y en álcalis como consecuencia de su carácter ácido, por lo que se la emplea en solución alcohólica al 1% (en alcohol puro o absoluto)

1 ml de esta solución es suficiente para precipitar 0,0025 g de níquel.

La sal de sodio de la dimetilglioxima ( $\text{NaDmg} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) es soluble en agua y se emplea en solución acuosa al 2-3 %

Un ligero exceso de reactivo no tiene acción sobre el precipitado pero debe evitarse un gran exceso porque:

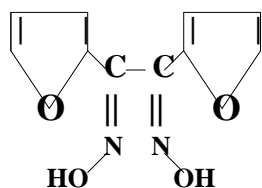
↳ puede precipitar dimetilglioxima al ser poco soluble en agua

↳ el complejo  $\text{Ni}(\text{Dmg})_2$  es más soluble en una mezcla alcohol-agua (con más del 50 % de alcohol) que en agua pura. También se solubiliza en ácidos minerales, amoníaco concentrado y en agua caliente (alrededor de 0,6 mg/l)

Como ya se ha mencionado, el reactivo se agrega a una solución caliente ligeramente acidificada, de una sal de níquel, y luego se alcaliniza ligeramente. Esta técnica permite obtener un precipitado más fácil de filtrar que por precipitación directa en frío o de solución amoniacal.

El  $\text{Ni}(\text{Dmg})_2$  puede secarse a 110-130°C sin sufrir alteraciones, para obtener una composición definida y poder pesarlo adecuadamente.

En forma alternativa puede emplearse **difurilglioxima**, que en presencia de níquel da un precipitado rojo en solución amoniacal. El complejo es menos soluble que la  $\text{Ni}(\text{Dmg})_2$  y tiene menos Ni, obteniéndose así un precipitado de mayor peso para la misma cantidad de níquel. Es decir, el factor gravimétrico es menor. La gran ventaja de la difurilglioxima es su solubilidad en agua, lo que evita la posible contaminación con el reactivo en el precipitado del difurilglioximato de níquel. Corrientemente se emplea en solución acuosa al 2 %. El principal inconveniente de este reactivo alternativo es su precio elevado.



*Difurilglioxima*

## **MATERIALES:**

Vidrio de reloj  
Varilla de vidrio  
Vaso de precipitados  
Cuba hidroneumática  
Pipetas  
Termómetro  
Crisol filtrante de Gooch  
Trompa de vacío

Pinzas metálicas  
Kitasato  
Trípode  
Mechero  
Tela con centro de amianto  
Estufa  
Desecador  
Balanza

## **DROGAS:**

Sulfato de níquel hexahidratado P.a  
Ácido clorhídrico (1:1)  
Hidróxido de amonio (1:10)

Dimetilglioxima (1 % en etanol)  
Etanol (absoluto)  
Agua destilada

## **TÉCNICA OPERATORIA:**

↪ Calcular la cantidad de  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  a pesar, sabiendo que 1 ml de dimetilglioxima al 1 % precipita 0,0025 g de  $\text{Ni}^{++}$ , considerando que se desean consumir unos 30 ml de reactivo precipitante.

1 ml Dmg  $\rightarrow$  0,0025 g  $\text{Ni}^{++}$   
30 ml Dmg  $\rightarrow$  x = 0,075 g  $\text{Ni}^{++}$

58,71 g  $\text{Ni}^{++}$   $\rightarrow$  262,8588 g  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$   
0,075 g  $\text{Ni}^{++}$   $\rightarrow$  x = 0,3358 g  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

↪ Pesar al 0,1 mg, cerca de 0,3 g de  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  puro que contiene 0,075 g de  $\text{Ni}^{++}$ .

↪ Pasar la muestra a un vaso de precipitados de 400 ml provistos de un vidrio de reloj y varilla de vidrio.

↪ Disolver con 50 ml de agua y agregar 5 ml de HCl diluído (1:1) para disolver totalmente la muestra, ya que ésta no es completamente soluble en agua. Llevar a 200 ml con agua destilada. El medio HCl favorece la estabilización del catión  $\text{Ni}^{++}$ , que es ligeramente ácido. No puede emplearse ácido sulfúrico, pues por ion común se reduciría la solubilidad de la muestra.

↪ Calentar a 80°C para llegar a la máxima solubilidad

↪ Agregar 30 ml de dimetilglioxima (al 1 % en etanol ) y después, mientras se agita, añadir  $\text{NH}_4\text{OH}$  diluído (1:10) hasta que se forma el precipitado.

↪ Dejar en baño maría hasta que el precipitado coagule (asegurarse que el líquido del baño supere o al menos alcance al nivel del líquido en el interior del vaso). En el líquido que sobrenada, comprobar con unos ml de dimetilglioxima si queda  $\text{Ni}^{++}$  en la solución (en caso de dar negativo, verificar con unos ml de amoníaco la ausencia de precipitación).

↪ Dejar el precipitado en reposo, en frío, para asegurar la precipitación completa, durante una hora (no agitar). Verificar presencia de  $\text{Ni}^{++}$  en el sobrenadante.

↪ Filtrar por crisol filtrante de Gooch de vidrio sinterizado, previamente calentado en estufa a 110°C durante una hora, enfriado en desecador y pesado.

↳ Utilizar para el filtrado trompa de vacío, con succión muy suave. El filtrado debe ser claro, en caso que presente color verdoso indica pasaje de  $\text{Ni}^{++}$  a la solución, por lo que debe repetirse la operación de precipitación con dimetilglioxima en el líquido del filtrado.

↳ Lavar el precipitado con agua fría para eliminar cloruros, y secar a 110-120°C en estufa durante 1 hora. Dejar enfriar en desecador y pesar. Repetir hasta constancia de peso.

### CÁLCULOS:

#### PESO DE LA MUESTRA:

Peso vidrio de reloj	22,0983 g
Peso de la muestra	0,3479 g
Peso total	22,4462 g

#### PESO DEL PRECIPITADO:

Peso crisol	48,6217 g
Peso crisol + precipitado	48,8911 g
Peso precipitado	0,2694 g

#### PORCENTAJE DE $\text{Ni}^{++}$ :

$$\% \text{Ni}^{++} = (F * pp * 100) / Gm$$

donde:

F = factor gravimétrico =  $\text{Ni} / \text{Ni}(\text{Dmg})_2$

pp = peso del precipitado

Gm = gramos muestra

Peso molecular del  $\text{Ni}(\text{Dmg})_2 = 288,71 \text{ g/mol}$

por lo tanto:

$$\% \text{Ni}^{++} = 0,2033 * 0,2694 * 100 / 0,3479 = \underline{\underline{15,7 \%}}$$

#### RENDIMIENTO:

262,8588 g  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \rightarrow 288,71 \text{ g Ni}(\text{Dmg})_2$   
 0,3479 g  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \rightarrow x = \underline{\underline{0,3821 \text{ g Ni}(\text{Dmg})_2}}$   
**VALOR TEÓRICO**

0,3821 g  $\rightarrow$  100 %  
0,2694 g  $\rightarrow$  x = 70,5 %  
**VALOR EXPERIMENTAL**

El rendimiento también puede calcularse mediante el uso del factor gravimétrico, empleando la sal completa en el numerador del factor, a saber:

$$\% \text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = F * pp * 100 / Gm$$

$$= (262,8588 / 288,71) * (0,2694 * 100) / 0,3479 = \underline{\underline{70,5 \%}}$$

**ESQUEMA:**

