

তৌলিক বিশ্লেষণ

Gravimetric Analysis

At a Glance

Requirements of gravimetry, gravimetric estimation of chloride, sulphate, lead, barium, nickel, copper and zinc.

সূচনা (Introduction)

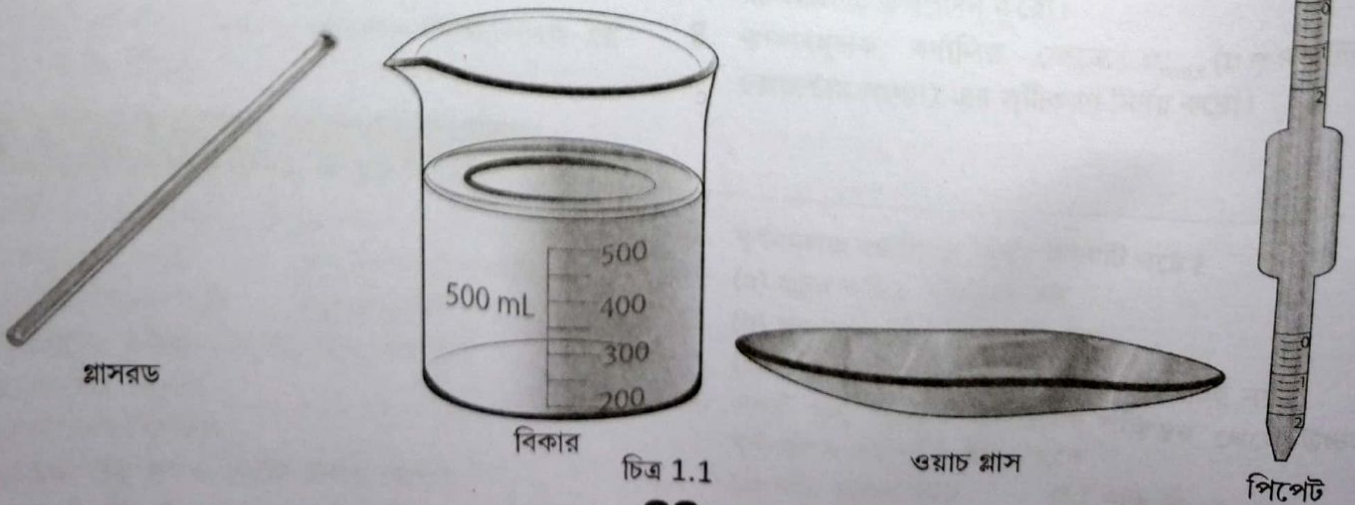
ক্ষারীয় মূলক বা অ্যাসিড মূলকের লবণকে উপযুক্ত দ্রাবকে দ্রবীভূত করে দ্রবণ থেকে উপযুক্ত বিক্রিয়ক দ্বারা অধঃক্ষেপ তৈরি করে অধঃক্ষেপের পরিমাণ গণনা করে মূলকগুলির পরিমাণ নির্ণয়ের পদ্ধতিকে তৌলমিতি বা গ্র্যাভিমিট্রি বলে।

যেমন— সালফেট অ্যাসিড মূলকের পরিমাণ নির্ণয়ের জন্য সালফেট লবণের দ্রবণে বেরিয়াম ক্লোরাইডের দ্রবণ বিক্রিয়ক যোগ করে বেরিয়াম সালফেটের অধঃক্ষেপ প্রস্তুত করা হয়। এই অধঃক্ষেপের ওজন থেকে সালফেটের পরিমাণ নির্ণয় করা হয়।

1.1 তৌলিক বিশ্লেষণের প্রণালীসমূহ (Techniques of Gravimetric Analysis)

তৌলিক বিশ্লেষণ সম্পন্ন করার জন্য যে প্রক্রিয়াসমূহ ব্যবহৃত হয়, সেগুলি হল ① অধঃক্ষেপণ, ② পরিশ্রাবণ, ③ ধৌতকরণ, ④ শুষ্ককরণ, ⑤ পোড়ানো বা ভস্মীকরণ এবং ⑥ ওজন নির্ধারণ। এগুলি সম্পর্কে নীচে আলোচনা করা হল—

① অধঃক্ষেপণ (Precipitation) : তৌলিক বিশ্লেষণের ক্ষেত্রে কোনো পদার্থের পরিমাণগত (quantitative) অধঃক্ষেপণ



চিত্র 1.1

অত্যন্ত গুরুত্বপূর্ণ বিষয়। সাধারণত অধঃক্ষেপণ প্রক্রিয়া বিকারে সম্পন্ন করা হয়। প্রথমে বিকারে পরীক্ষণীয় নমুনার লঘু দ্রবণ নিয়ে ব্যুরেট বা পিপেট থেকে অধঃক্ষেপণের জন্য ব্যবহৃত বিকারকের দ্রবণ ধীরে ধীরে যোগ করা হয় এবং কাঁচদণ্ড দ্বারা দ্রবণ খুব ভালোভাবে নাড়ানো হয়। এতে অতিসম্পৃক্তজনিত (supersaturation) সমস্যা কম হয় এবং কেলাসের আকার বড়ো হয়। দ্রবণ যদি ভালোভাবে না নাড়ানো হয় তাহলে সহ-অধঃক্ষেপণ বা কো-প্রেসিপিটেশন (Co-precipitation) ঘটনার মাধ্যমে দ্রবণে উপস্থিত অবাঞ্ছিত পদার্থ অধঃক্ষেপে অধিশোষিত (adsorbed) হয় এবং অধঃক্ষেপটি দূষিত হয়ে পড়ে। সাধারণত অধঃক্ষেপণের জন্য গরম লঘু পরীক্ষণীয় দ্রবণ ব্যবহার করা হয়, এতে সহ-অধঃক্ষেপণের সম্ভাবনা কমে এবং অধঃক্ষেপটি দানাदार আকার ধারণ করবে। ফলে অধঃক্ষেপ তঞ্জিত (coagulated) হয়ে দ্রুত থিতিয়ে পড়বে যা পরবর্তী ধাপে পরিষ্কারের জন্য সহজ হবে। অধঃক্ষেপণের শেষে অল্প বিকারকের দ্রবণ বিকারের গা বেয়ে ধীর গতিতে যোগ করে দেখা হয় অধঃক্ষেপণ সম্পূর্ণ হয়েছে কিনা, এরপর অধঃক্ষেপকে থিতানো হয়।

২ **পরিষ্কার (Filtration) :** অধঃক্ষেপণের পর অধঃক্ষেপকে পরিষ্কারের সাহায্যে পৃথক করা হয়। এই পরিষ্কার ফানেল ও ফিলটার পেপারের সাহায্যে করা হয়। কোনো কোনো ক্ষেত্রে সিন্টার্ড কাচের মুচি (sintered glass crucible) অথবা গুচ মুচি (Gooch crucible)-ও ব্যবহার করা হয়। তৌলিক বিশ্লেষণের ক্ষেত্রে এমন ফিলটার কাগজ ব্যবহার করা হয় যাকে, পোড়ালে অবশিষ্ট অদাহ্য পদার্থের পরিমাণ নগণ্য হয়। এবুপ ফিলটার পেপারকে ছাইবিহীন (ashless) ফিলটার ব্যবহার বলে। সাধারণত এক্ষেত্রে 9.0 cm থেকে 12.0 cm ব্যাসের whatman ফিলটার কাগজ ব্যবহার করা হয়। ফিলটার কাগজের ব্যাস ও নম্বর অনুযায়ী এর ছাইয়ের পরিমাণ 0.000057 থেকে 0.00009 গ্রামের মধ্যে থাকে।

তৌলমিতিতে whatman ফিলটার কাগজের 40, 41 ও 42 নম্বর কাজে লাগে। 41 নম্বর ফিলটার কাগজের ছিদ্রের আকার বড়ো বলে একে থকথকে (gelatinous) ও ফ্লকুল্যান্ট (flocculant) অধঃক্ষেপ যেমন, $Fe(OH)_3$ এবং $Al(OH)_3$ পরিষ্কারে ব্যবহার করা হয়। 40 নম্বরে মাঝারি আকারের ছিদ্র থাকায় ক্যালশিয়াম অক্সালেট ($CaC_2O_4 \cdot H_2O$) অথবা $MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$ পৃথক করতে ব্যবহার করা হয়। যে সমস্ত অধঃক্ষেপ খুব সূক্ষ্ম (যেমন— $BaSO_4$) তাদের পরিষ্কারের জন্য whatman 42 ব্যবহার করা হয়।

সিন্টার্ড কাচের মুচি পাইরেক্স কাচ দিয়ে তৈরি। মুচির ছিদ্রের আকার মুচির নম্বর যেমন 1, 2, 3, 4 ইত্যাদি দিয়ে বোঝানো হয়। যত নম্বর কম হবে তত ছিদ্রের আকার বড়ো হবে, যেমন খুব সূক্ষ্ম অধঃক্ষেপ 4 নম্বর মুচি দিয়ে পরিষ্কার করা হয় এবং কম নম্বরের মুচি দিয়ে বড়ো আকারের অধঃক্ষেপ পরিষ্কার করা হয়।

৩ **ধৌতকরণ (Washing) :** পরিষ্কারের সাহায্যে অধঃক্ষেপকে পৃথক করে ফিলটার পেপার নেওয়ার পর কম আয়তনের তরল বা সামান্য তড়িৎবিশ্লেষ্য জলীয় দ্রবণ দিয়ে ভালো করে ধুয়ে এর সঙ্গে যুক্ত অশুদ্ধিসমূহ বের করে দিতে হয়। ধোয়ার জন্য যে তরল ব্যবহার করা হয় তা যেন— (i) অশুদ্ধিকে সম্পূর্ণরূপে ওই তরলে দ্রবীভূত করে, (ii) অধঃক্ষেপের দ্রাব্যতা হ্রাস করতে পারে। এটি করার জন্য এমন একটি তড়িৎবিশ্লেষ্য লবণ ব্যবহার করা হয় যার একটি আয়ন অধঃক্ষিপ্ত পদার্থের সম আয়ন (common ion) হয় যাতে অধঃক্ষিপ্ত পদার্থের দ্রাব্যতা হ্রাস পায়। যেমন— ক্যালশিয়াম অক্সালেট অধঃক্ষেপকে অ্যামোনিয়াম অক্সালেটের লঘু দ্রবণ দিয়ে ধোয়া হয়। (iii) ব্যবহৃত তরল অধঃক্ষেপকে পেপ্টাইজেশনের (peptisation) মাধ্যমে কোলয়ডীয় অবস্থায় পরিবর্তিত করে ফিলটার পেপারের মধ্য দিয়ে যেতে সাহায্যে করবে না। এতে পরীক্ষালব্ধ ফল (result) কম হওয়ার সম্ভাবনা থাকে, (iv) ধৌত তরল এমন হওয়া উচিত যে এর ব্যবহারে অধঃক্ষেপের কোনো আর্দ্রবিশ্লেষণ না ঘটে।

৪ **শুক্ককরণ (Drying) :** সাধারণত $110^\circ C$ থেকে $150^\circ C$ তাপমাত্রায় বায়ু ওভেনে (air oven) ফিলটার পেপার বা সিন্টার্ড গ্লাস কুসিবলে সংগৃহীত অধঃক্ষেপ শুক্ক করা হয়। এখানে অধঃক্ষেপে উপস্থিত জলীয় বাষ্প ও কোনো উদ্ভাবী পদার্থ দূর করে স্থির ওজনে আনার পর ওজন নেওয়া হয়।

৫ **ভস্মীকরণ (Ignition) :** ভস্মীকরণের মূল উদ্দেশ্য হল অধঃক্ষেপকে একটি নির্দিষ্ট স্থায়ী সংযুতিতে (composition) পরিণত করা যাতে অধঃক্ষেপের স্থির ওজন (constant weight) নেওয়া সম্ভব হয়। ভস্মীকরণ সিলিকা বা চিনামাটির কুসিবলে সম্পন্ন করা হয়।

অর্থাৎ, 143.5 g AgCl-এ ক্লোরাইড আছে 35.5 g

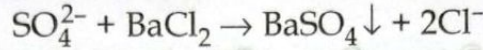
$$1 \text{ g AgCl-এ ক্লোরাইড আছে } \frac{35.5}{143.5} \text{ g}$$

$$(W_2 - W_1) \text{ g AgCl-এ ক্লোরাইড আছে } \frac{35.5}{143.5} \times (W_2 - W_1) \text{ g} = (W_2 - W_1) \times 0.2474 \text{ g}$$

সুতরাং, পরীক্ষণীয় নমুনায় উপস্থিত ক্লোরাইডের পরিমাণ = $(W_2 - W_1) \times 0.2474 \text{ g}$ ।

সালফেট (Sulphate)

- **নীতি (Principle) :** HCl দ্বারা অম্লীকৃত সালফেট মূলক ঘটিত যৌগের गरम জলীয় দ্রবণে BaCl₂-এর লঘু জলীয় দ্রবণ আন্তে আন্তে যোগ করলে বেরিয়াম সালফেট (BaSO₄) অধঃক্ষিপ্ত হয়।



ফিলটার করে অধঃক্ষেপকে জল দিয়ে ধুয়ে দহন প্রক্রিয়া সম্পন্ন করা হয় এবং অধঃক্ষেপটি ওজন করে তা থেকে সালফেট মূলকের (SO₄²⁻) পরিমাণ নির্ণয় করা হয়।

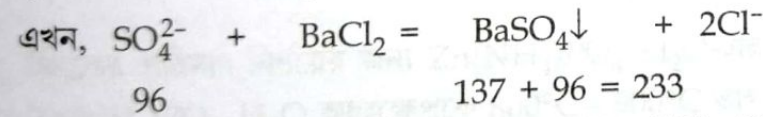
- **পদ্ধতি (Procedure) :** একটি বিকারে সালফেট নমুনার জলীয় দ্রবণ নিয়ে তাতে গাঢ় HCl যোগ করা হয়। দ্রবণকে উত্তপ্ত করা পর BaCl₂-এর জলীয় দ্রবণ ফোঁটা ফোঁটা করে যোগ করা হয় এবং নাড়ানো হয়। এইভাবে অধঃক্ষেপণ সম্পূর্ণ হওয়ার পর whatman 42 ফিলটার পেপার দ্বারা ফিলটার করা হয়। অল্প পাতিত জল দিয়ে অধঃক্ষেপ ধৌত করে অধঃক্ষেপ সমেত ফিলটার কাগজ ওজন করা পোসেলিন কুসিবলে রেখে 1 ঘণ্টা ধরে উত্তপ্ত করা হয়। তারপর ডেসিকেটরে ঠান্ডা করে ওজন করা হয়। উত্তাপন, শীতলীকরণ ও ওজন করা প্রক্রিয়াগুলি বার বার করে অধঃক্ষেপসহ কুসিবলটির স্থির ওজন নেওয়া হল।

- **পরীক্ষামূলক ফলাফল ও গণনা (Result and Calculation) :**

ধরা যাক, কেবলমাত্র কুসিবলের ওজন = W₁ g

BaSO₄ ও কুসিবলের ওজন = W₂ g

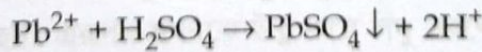
সুতরাং, উৎপন্ন BaSO₄-এর ওজন = (W₂ - W₁) g



$$\therefore \text{নমুনায় উপস্থিত সালফেট মূলকের ওজন } \frac{(W_2 - W_1) \times 96}{233} \text{ g} = (W_2 - W_1) \times 0.4120 \text{ g}$$

লেড (Lead)

- **নীতি (Principle) :** লেড লবণের জলীয় দ্রবণে লঘু H₂SO₄ যোগ করলে লেড সালফেটের অধঃক্ষেপ পড়ে।



উৎপন্ন মিশ্রণটি বাষ্পীভবনের দ্বারা শুষ্ক করার পর ঠান্ডা জল মিশিয়ে অধঃক্ষেপটি ফিলটার করা হয়। এই ফিলটার প্রক্রিয়াটি কুসিবলে সম্পন্ন করা হয়। এইভাবে প্রাপ্ত অধঃক্ষেপকে 500°C–600°C তাপমাত্রায় শুষ্ক করা হয়। প্রাপ্ত PbSO₄-এর ওজন থেকে লেডের পরিমাণ নির্ণয় করা হয়।

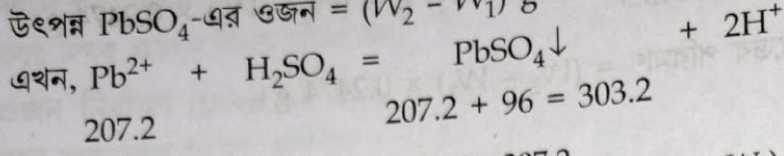
- **পদ্ধতি (Procedure) :** লেডের নির্দিষ্ট আয়তনের দ্রবণ গাঢ় H₂SO₄ সহযোগে পোসেলিন বেসিন বা পাইরেক্স বিকারে ধীরে ধীরে বাষ্পীভূত করা হয়। H₂SO₄-এর সাদা ধোঁয়া নির্গত হলে HNO₃ দূর হয় ও PbSO₄-এর অধঃক্ষেপ পড়ে। এই অধঃক্ষেপ ঠান্ডা জলে ধুয়ে কিছুক্ষণ রাখা হয়। তারপর সিন্টার্ড গ্লাস কুসিবলে ফিলটার করে অধঃক্ষেপকে 3% H₂SO₄ দ্রবণ দিয়ে ধোয়া হয়। অধঃক্ষেপসহ কুসিবলটি এরপর 100°C তাপমাত্রায় শুষ্ক করে স্থির ওজন নেওয়া হয়।

■ পরীক্ষামূলক ফলাফল ও গণনা (Result and Calculation) :

ধরা যাক, ক্রুসিবলের ওজন = W_1 g

উৎপন্ন $PbSO_4$ ও ক্রুসিবলের ওজন = W_2 g

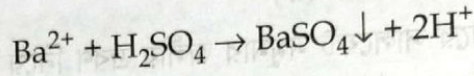
∴ উৎপন্ন $PbSO_4$ -এর ওজন = $(W_2 - W_1)$ g



∴ নমুনায় লেডের পরিমাণ = $\frac{(W_2 - W_1) \times 207.2}{303.2} = (W_2 - W_1) \times 0.6833$ g

2 বেরিয়াম (Barium)

■ নীতি (Principle) : HCl দ্বারা অম্লীকৃত বেরিয়াম ঘটিত যৌগের উষ্ণ দ্রবণে লঘু H_2SO_4 যোগ করলে বেরিয়াম সালফেট অধঃক্ষিপ্ত হয়।



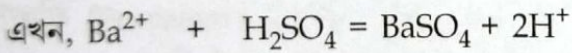
অধঃক্ষেপকে জল দিয়ে ধুয়ে খুব সতর্কতার সঙ্গে দহন প্রক্রিয়া সম্পন্ন করা হয় এবং অধঃক্ষেপটি ওজন করে নমুনায় উপস্থিত ধাতব বেরিয়ামের ওজন নির্ণয় করা হয়।

■ পদ্ধতি (Procedure) : পরীক্ষণীয় সালফেট নমুনার দ্রবণে সামান্য (প্রায় 1%) HCl মিশিয়ে দ্রবণকে ফুটন্ত অবস্থায় নিয়ে তার মধ্যে লঘু H_2SO_4 যোগ করা হয়। H_2SO_4 যোগ করার সময় কাচদণ্ড দিয়ে দ্রবণকে নাড়ানো হয়। এরপর অধঃক্ষেপসহ দ্রবণকে জলগাহে (water bath) উত্তপ্ত করলে $BaSO_4$ থিতিয়ে পড়ে। অধঃক্ষেপকে ফিলটার করে প্রথমে উষ্ণ জল দিয়ে এবং পরে বিশুদ্ধ জল দিয়ে ধুয়ে H_2SO_4 মুক্ত করা হয়। এরপর অধঃক্ষেপকে $900^\circ C$ তাপমাত্রায় স্থির ওজনে না আসা পর্যন্ত উত্তপ্ত করা হয়।

■ পরীক্ষামূলক ফলাফল ও গণনা (Result and Calculation) :

ধরা যাক, ক্রুসিবলের ওজন = W_1 g

$BaSO_4$ ও ক্রুসিবলের ওজন = W_2 g



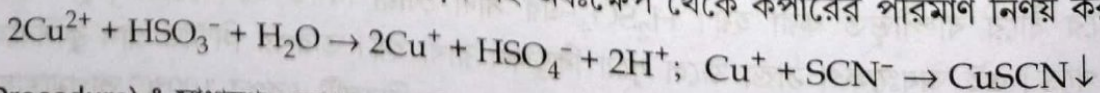
137 $\quad \quad \quad$ 233

উৎপন্ন $BaSO_4$ -এর ওজন = $(W_2 - W_1)$ g

∴ নমুনায় উপস্থিত Ba-এর পরিমাণ = $\frac{(W_2 - W_1) \times 137}{233}$ g = $(W_2 - W_1) \times 0.5880$ g

2 কপার (Copper)

■ নীতি (Principle) : কপার লবণের জলীয় দ্রবণকে HCl মিশিয়ে আম্লিক করে তাতে বিজারক পদার্থ হিসেবে সালফিউরাস অ্যাসিড (H_2SO_3) অথবা অ্যামোনিয়াম হাইড্রোজেন সালফাইড (NH_4HS) মেশানো হয়। এর ফলে কিউপ্রিক কপার (II) কিউপ্রাস কপারে (I) বিজারিত হয়। এরপর এতে অ্যামোনিয়াম থায়োসায়ানেট যোগ করলে সাদা বর্ণের কিউপ্রাস থায়োসায়ানেটের অধঃক্ষেপ পড়ে। এই অধঃক্ষেপ থেকে কপারের পরিমাণ নির্ণয় করা হয়।



■ পদ্ধতি (Procedure) : সাধারণত কপারের পরিমাণ নির্ণয়ের জন্য কপার সালফেট ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) ব্যবহার করা হয়। এই কপার লবণ (যাতে 0.1 g কপার থাকে)-এর জলীয় দ্রবণে HCl মিশিয়ে আম্লিক করে তাতে অল্প অতিরিক্ত

পরিমাণ সদ্য প্রস্তুত H_2SO_3 -এর সম্পৃক্ত দ্রবণ যোগ করা হয়। এরপর দ্রবণকে লঘু ও উত্ত্ব করে তাতে অ্যামোনিয়াম থায়োসায়ানেটের দ্রবণ ধীরে ধীরে যোগ করা হয় এবং দ্রবণকে নাড়ানো হয়। এর ফলে কিউপ্রাস থায়োসায়ানেটের সাদা অধঃক্ষেপ উৎপন্ন হবে। অধঃক্ষেপসহ দ্রবণকে কয়েক ঘণ্টা রাখা হয়। এবার গুচ বা সিন্টার্ড ক্রুসিবলের সাহায্যে অধঃক্ষেপকে ফিলটার করে অধঃক্ষেপকে সামান্য পরিমাণ অ্যামোনিয়াম থায়োসায়ানেট ও H_2SO_4 যুক্ত জল দিয়ে ধুয়ে নেওয়া হয় এবং শেষে 20% ইথানল দ্রবণ দিয়ে অতিরিক্ত অ্যামোনিয়াম থায়োসায়ানেট ধুয়ে দূর করা হয়। বিশুদ্ধ কিউপ্রাস থায়োসায়ানেটকে $110^\circ C - 120^\circ C$ তাপমাত্রায় শুষ্ক করে স্থির ওজন নেওয়া হয়।

■ পরীক্ষামূলক ফলাফল ও গণনা (Result and Calculation) :

ধরা যাক, গৃহীত নমুনার ওজন = W g

ক্রুসিবলের ওজন = W_1 g

অধঃক্ষেপসহ ক্রুসিবলের ওজন = W_2 g

এখন, $Cu(SCN) \equiv Cu$

121.5 63.5

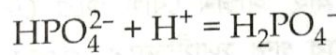
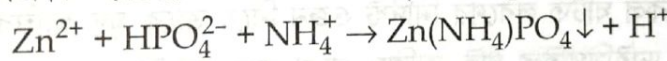
অধঃক্ষেপের ওজন = $(W_2 - W_1)$ g

সুতরাং, নমুনায় উপস্থিত কপারের ওজন = $\frac{(W_2 - W_1) \times 63.5}{121.5}$ g = $(W_2 - W_1) \times 0.5226$ g

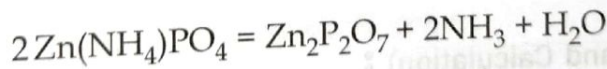
∴ নমুনায় উপস্থিত কপারের শতকরা পরিমাণ = $\frac{(W_2 - W_1) \times 0.5226 \times 100}{W}$ %

🔍 জিংক (Zinc)

■ নীতি (Principle) : জিংক লবণের প্রশম দ্রবণে অ্যামোনিয়াম ক্লোরাইড যোগ করে ডাইঅ্যামোনিয়াম হাইড্রোজেন ফসফেটের লঘু দ্রবণ দিলে জিংক অ্যামোনিয়াম ফসফেটের $(ZnNH_4PO_4 \cdot H_2O)$ অধঃক্ষেপ পড়ে।



জিংকের পরিমাণ নির্ণয়ের জন্য $Zn(NH_4)PO_4 \cdot H_2O$ -এর অধঃক্ষেপ নিয়ে $100^\circ C$ তাপমাত্রায় শুষ্ক করা হয় অথবা $Zn(NH_4)PO_4 \cdot H_2O$ অধঃক্ষেপকে $800^\circ C - 900^\circ C$ তাপমাত্রায় উত্তপ্ত করে উৎপন্ন $Zn_2P_2O_7$ -এর থেকে জিংকের পরিমাণ নির্ণয় করা হয়।



■ পদ্ধতি (Procedure) : সাধারণত জিংকের পরিমাণ নির্ণয়ের জন্য জিংক সালফেট লবণ ব্যবহার করা হয়। জিংক লবণের জলীয় দ্রবণে দু-ফোঁটা মিথাইল রেড সূচক যোগ করে তাতে 1 : 1 NH_4OH দ্রবণ যোগ করা হয় যতক্ষণ না দ্রবণের বর্ণ প্রশমনের জন্য কমলা হয়। এরপর দ্রবণকে উত্ত্ব করে লঘু দ্রবণে ডাইঅ্যামোনিয়াম হাইড্রোজেন ফসফেটের দ্রবণ যোগ করে মিশ্রণকে নাড়ানো হয়। এইভাবে অধঃক্ষিপ্ত $Zn(NH_4)PO_4$ -কে জলগাহে প্রায় 30-40 মিনিট দ্রবণ যোগ করে মিশ্রণকে নাড়ানো হয়। এইভাবে অধঃক্ষিপ্ত $Zn(NH_4)PO_4$ -কে জলগাহে প্রায় 30-40 মিনিট উত্তপ্ত করলে অধঃক্ষেপ কেলাসাকারে নীচে থিতিয়ে পড়ে। সাধারণ উত্ত্বতায় অধঃক্ষেপকে পূর্বে ওজন করা সিন্টার্ড গ্লাস ক্রুসিবলে ফিলটার করে পৃথক করে 1% ডাইঅ্যামোনিয়াম হাইড্রোজেন ফসফেট দ্রবণ দিয়ে ধুয়ে ক্লোরাইডযুক্ত করে ঠান্ডা করে ওজন নেওয়া হয়।

■ পরীক্ষামূলক ফলাফল ও গণনা (Result and Calculation) :

ধরা যাক, গৃহীত নমুনার ওজন = W g

ক্রুসিবলের ওজন = W_1 g

Zn(NH₄)PO₄ অধঃক্ষেপ ও ক্রুসিবলের ওজন = W₂ g

∴ উৎপন্ন Zn(NH₄)PO₄-এর ওজন = (W₂ - W₁) g

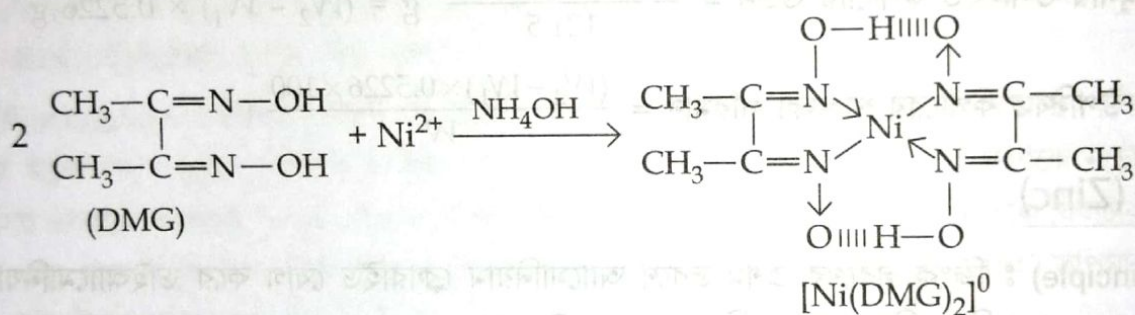
এখন, Zn(NH₄)PO₄ ≡ Zn
178.38 65.38

∴ নমুনায় বর্তমান জিংকের পরিমাণ = $\frac{(W_2 - W_1) \times 65.38}{178.38}$ g = (W₂ - W₁) × 0.3665 g

∴ নমুনায় বর্তমান জিংকের শতকরা পরিমাণ = $\frac{(W_2 - W_1) \times 0.3665 \times 100}{W}$

নিকেল (Nickel)

- নীতি (Principle) : নিকেল ঘটিত যৌগের মৃদু আম্লিক দ্রবণে প্রথমে ডাইমিথাইল গ্লাইঅক্সিম (Dimethyl glyoxime, DMG)-এর অ্যালকোহলীয় দ্রবণ যোগ করে এবং পরে অতিরিক্ত পরিমাণ NH₄OH যোগ করলে গোলাপী লাল (rose-red) বর্ণের নিকেল গ্লাই-অক্সিম জটিল যৌগ অধঃক্ষিপ্ত হয়। উৎপন্ন জটিল যৌগকে শুষ্ক করে নিকেলের পরিমাণ নির্ণয় করা হয়।



- পদ্ধতি (Procedure) : নিকেল ঘটিত লবণের নির্দিষ্ট ওজন নিয়ে তাকে মৃদু আম্লিক করে 70°C - 80°C তাপমাত্রায় উত্তপ্ত করা হয়। এই দ্রবণে ডাইমিথাইল গ্লাই অক্সিম যোগ করে ফোঁটা ফোঁটা করে NH₄OH যোগ করে দ্রবণটি নাড়ানো হয় যতক্ষণ অবধি না অ্যামোনিয়ার গন্ধ স্থায়ীভাবে পাওয়া যায়। তারপর দ্রবণকে ফুটন্ত জলগাহে 20-30 মিনিট রেখে দেওয়া হয়। এরপর অধঃক্ষেপকে ঠান্ডা করে সিন্টার্ড গ্লাস ক্রুসিবলে ফিলটার করা হয়। অধঃক্ষেপকে ঠান্ডা জল দিয়ে ধুয়ে ক্লোরাইড আয়ন দূর করা হয় এবং 110°C - 120°C তাপমাত্রায় উত্তপ্ত করে শুষ্ক করার পর ওজন করা হয়।

ফলাফল ও গণনা (Result and Calculation) :

ধরা যাক, গৃহীত নিকেল ঘটিত লবণের ওজন = W g

সিন্টার্ড গ্লাস ক্রুসিবলের ওজন = W₁ g

অধঃক্ষেপসহ ক্রুসিবলের ওজন = W₂ g

∴ অধঃক্ষেপের ওজন = (W₂ - W₁) g

আমরা জানি, Ni(C₄H₇O₂N₂)₂ ≡ Ni
288.69 58.69

∴ নমুনায় উপস্থিত নিকেলের পরিমাণ = $\frac{(W_2 - W_1) \times 58.69}{288.69}$ g = (W₂ - W₁) × 0.2032 g

∴ নিকেলের শতকরা পরিমাণ = $\frac{(W_2 - W_1) \times 0.2032}{W} \times 100$

