

GRAVİMETRİK ANALİZ (SÜLFAT TAYİNİ)

ANLAM VE ÖNEMİ:

Gravimetrik analiz; analizi yapılacak bileşenin numune içerisinde izole edilip stokiometrik olarak üretilen kimyasaldan tartım esasına göre hesaplanarak belirlenmesidir. Bu amaçla en çok kullanılan yöntem numune içinde analizi yapılacak maddenin kimyasal olarak çöktürülmesidir. Sudaki çözünürlüğü fazla olan Cl^- ve SO_4^{2-} gibi bileşenler kimyasal olarak çöktürülerek belirlenebilir.

Sülfat, tabiatta yaygın olarak bulunur. Konsantrasyonu birkaç mg/L'den birkaç bin mg/L'ye kadar değişir. Maden drenaj atıkları pritin oksidasyonu nedeniyle çevreye yüksek miktarda sülfat vermektedirler. Sodyum ve Magnezyum sülfat katalitik etkiye sahiptir.

GİRİŞİMLER

Askıda katı madde, baryum klorür çöktürme maddesi, nitrat ve sülfat pozitif hatalara neden olmaktadır. Alkali metal sülfatlar ise negatif hatalara neden olmaktadır.

REAKTİFLER

HCl (1+1)

BaCl₂ çözeltisi

100 gr BaCl₂.2H₂O 1 lt distile suda çözündürülür. Filtre kağıdından süzülür. Hazırlama esnasında filtre kağıdı asit ile yıkanır. Külsüz filtre kağıdı ince çökelekler için yeterince kalıcı ortam edecek yapıdadır. BaCl₂ çözeltisinin 1 ml'si yaklaşık olarak 40 mg SO₄ çöktürecek özelliğe sahiptir.

DENEYİN YAPILIŞI

Numunenin hacmi SO₄ içeriği 250 mL'de 50 mg olacak şekilde ayarlanır. HCl ilavesi ile pH 4.5-5.0 olacak şekilde ayarlanır. Böylece BaCO₃ ve Ba₃(PO₄)₂ çökmesi engellenmiş olur. Düşük ısıda numune ısıtılırken BaCl₂ ilavesi yapılır. BaSO₄ çökmesi tamamlanıncaya kadar

BaCl₂ ilavesine devam edilir ve çökelme bittikten sonra 2 mL fazladan BaCl₂ ilave edilir. Oluşan çökelek miktarı çok az ise 5 mL BaCl₂ ilavesi daha yapılır. Numunedeki sülfat BaSO₄ olarak çökeltildikten sonra filtreden (0.45 µm) süzülür. Oluşan çökelek 2 saatten az olmamak üzere tercihen bir gece etüvde 80-90 °C'de bekletilir. Desikatöre alınan kurutulmuş malzeme hassas terazide tartılır.

HESAPLAMA

$$SO_4 \text{ (mg/L)} = \frac{mgBaSO_4 \times 0.4115}{m \text{ inumune}}$$
$$* 0.4115 = \frac{MA_{SO_4^{2-}}}{MA_{BaSO_4}} = \frac{96}{233}$$