

- 
- \* Prof. Dr. Zehra YAZAN, PROF. DR. S. GÜL ÖZTAŞ
  - \* Ankara Üniversitesi, Fen Fakültesi, Kimya Bölümü

# Gravimetrik analiz yöntemleri

## Tekniklere göre sınıflandırma:

1. Klasik Analiz
2. Aletli Analiz
3. Gravimetrik, Titrasyon (Volumetrik) Analizi
4. Elektrokimyasal Analiz,
5. Spektrokimyasal Analiz,
6. Kromatografik Ayırma ve Analiz

## Gravi - metrik (tartım - ölçü)

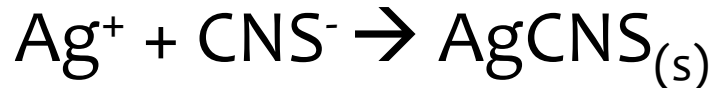
Tanım: Analitle kimyasal olarak ilişkili olduğu bilinen bileşime sahip bir maddenin ağırlığının belirlenmesine dayanan çökeltme veya volatilizasyon yöntemi .

## Gravimetrik Analizde 7 Adım:

- 1) Numune kurutulur ve tartılır
- 2) Numuneyi çözülür
- 3) Fazla çökeltici reaktifi eklenir
- 4) Çökeltiyi genellikle ısıtarak koagüle edilir
- 5) ana çökelti süzme işlemi ile ayrılır
- 6 Çökelti Yıkanır
- 7) Kurutun ve sabit hale getirilir. Kütle(0.2-0.3 mg)

## Çökürücü reaktifler:

### Seçici reaktif:



### **Spesifik reaktif :**

Dimetilglioksime (DMG)



# Çökeltilerin süzülebilirliği

Kolloidal süspansiyon:

- 1) Çapları  $10^{-7}$  ila  $10^{-4}$  cm arasındadır.
- 2) Çökmezler. Kolloidal haldedirler
- 3) Süzmek çok zordur.

## Kristal süspansiyonlar:

- 1) Çapları  $10^1$  ve 10 mm arasındadır.
- 2) Normalde kendiliğinden çökebilir
- 3) Kolayca süzülebilirir



## Bağıl aşırı doymuşluk

$$R.S. = (Q-S)/S$$

$S$  = Bir türün denge çözünürlüğü

$Q$  = Bir türün herhangi bir andaki derişimi.

$(Q-S)/S$  oran büyük olduğunda çökelti kolloidal olur.



$(Q-S)/S$  küçük olduğunda kristal çökelti oluşur

## Gravimetrik analizde önemli faktörler

### Çekirdekleşme:

Tek tek iyonlar / atomlar / moleküller,  
"çekirdekler" oluşturmak için birleşir

### Parçacık Büyümesi:

İyonların / atomların / moleküllerin birleşerek  
büyük taneciklerin oluşması

### Koloidal Süspansiyon:

Çökeltiyi oluşturan koloidal parçacıklar, yani  
yükü iyonlar nedeniyle askıda kalır.

**Pıhtılaşma( aglomerasyon ):** Süspansiyon halindeki koloidal partiküller, daha büyük süzülebilir partiküller oluşturmak için birleşir

**Peptitleşme:**

Pıhtılaşmış kolloidlerin inert elektrolit ile yıkanıp uzaklaştırılmasıyla yeniden çözünmesidir.

## Birlikte çökeltme:

Çözünmeyen çökelti ile taşınan normal olarak çözünen bileşiklerin çökeltiyle birlikte çökmesidir.

Dört çeşit birlikte çökme vardır.

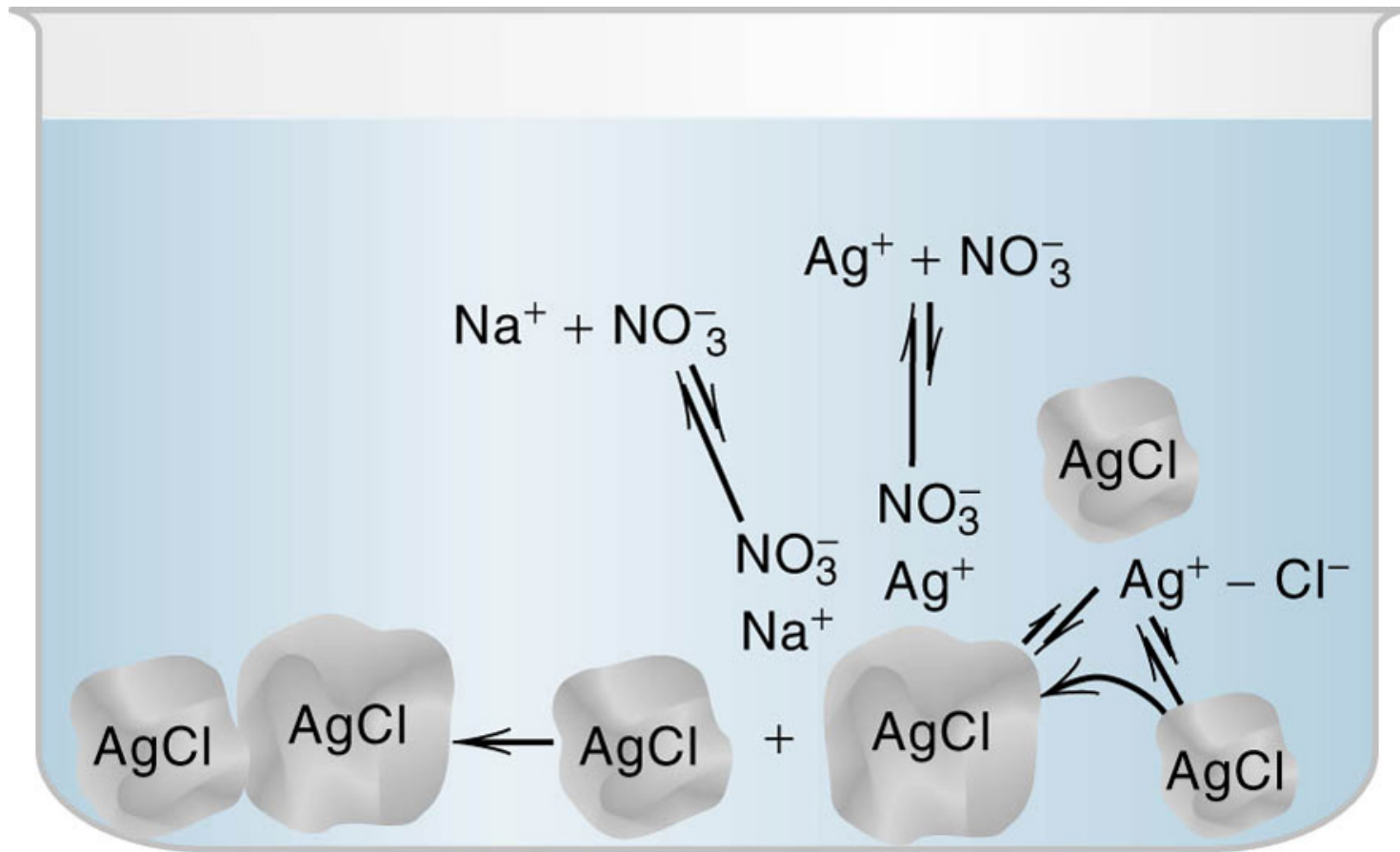
- 1) yüzey adsorpsiyonu,
- 2) hapsetme,
- 3) karışık kristaller,
- 4) mekanik sürüklenme

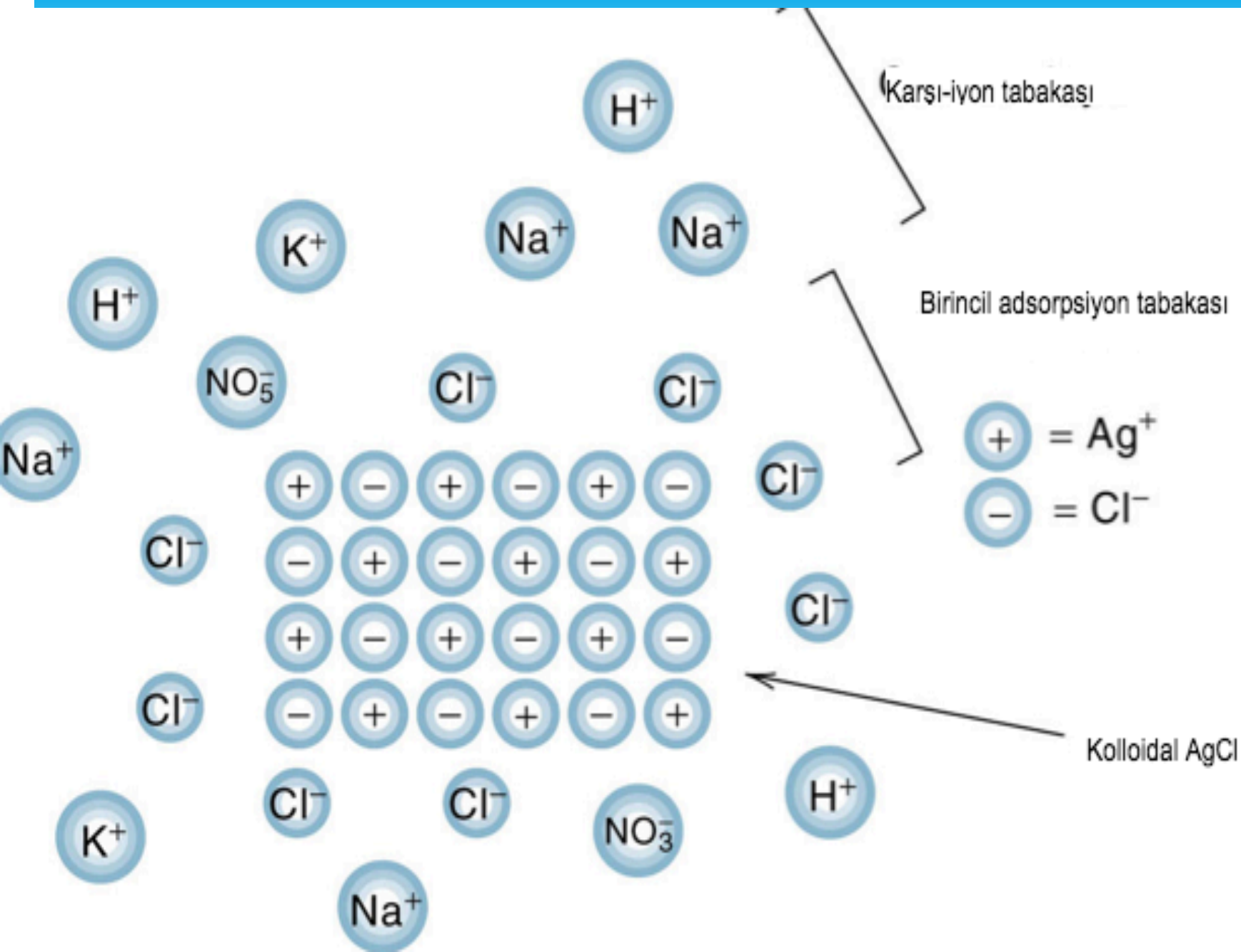
## Olgunlařtırma

ökelti oluřturulduđu özelti ile temas halinde saatlerce ısıtma işlemidir.

Yüksek sıcaklıkta olgunlařtırma sırasında:

- 1) Küçük paracıklar özünme ve büyük paracıklar halinde yeniden ökeltme eğilimindedir.
- 2) Tek paracıklar toplanır.
- 3) Adsorbe edilmiş safsızlıklar özelti haline gelme eğilimindedir.









Cl- fazla olduğunda partiküller üzerinde adsorbe olur ( birincil katman).

Bir karşı katyon tabakası oluşur.

Nötr çift katman, koloidal parçacıkların pıhtılaşmasına neden olur.

Su ile yıkamak karşı katmanı seyreltir ve birincil katman yükü partiküllerin koloidal duruma (peptitleşme) dönmesine neden olur.

Bu yüzden ısıtmada sırasında uçucu olan ( $\text{HNO}_3$ ) bir elektrolit ile yıkarız.

## Homojen çözüeltiden çöktürme

Bir çözüeltinin her tarafında çöktürücünün yavaş yavaş homojen bir şekilde oluşturulmasıdır.

# Gravimetrik analiz

Analit içeriğinin hesaplanması şu bilgileri gerektirir:

Kimya

Stokiyometrisi

Çökeltinin bileşimi

- Ölçülebilir forma dönüştürme
- Uçucu reaktiflerin uzaklaştırılması
- Bilinen bir kimyasal forma dönüştürme: Örnek:
  - $\text{CaC}_2\text{O}_{4(s)} \rightarrow \text{CaO}_{(s)} + \text{CO}_{(g)} + \text{CO}_{2(g)}$
  - Uçucu bileşenlerin uzaklaştırılması :
  - $\text{NaHCO}_{3(aq)} + \text{H}_2\text{SO}_{4(aq)} \rightarrow \text{CO}_{2(g)} + \text{H}_2\text{O} + \text{NaHSO}_{4(aq)}$