

Konu 4

Gravimetrik tek tayinler, Mg²⁺, Ni²⁺, Pb²⁺

Magnezyum tayini

Magnezyum, amonyak ile bazikleştirilmiş çözeltiler içinde amonyum fosfat ile magnezyum amonyum fosfat halinde çöktürülür ve magnezyum pirofosfat halinde sabit tartıma getirilir.

Çöktürücü olarak genellikle diamonyum fosfat veya disodyum fosfat kullanılır.

Beherdeki numuneye 10–15 mL saf su ilave edilir. Bunun üzerine sıçratmadan ve dikkatlice 5 mL derişik HCl ilave edilir. Beher ısıtılarak çözeltilerin berraklaşması sağlanır. Hacmi yaklaşık 15 mL ye seyreltilir. Bu çözeltiliye 10 mL saf suda çözülmüş 2.5 g amonyum fosfat ilave edilir. Karıştırılan çözeltiliye birkaç damla metil kırmızısı ilave edilir. Çözeltili mümkün olduğu kadar soğutulur. Sonra yavaş yavaş ve karıştırılarak derişik amonyak ilave edilir. Amonyak ilavesine renk sarıya dönüşünceye kadar devam edilir. Karıştırma esnasında baget beherin kenarlarına değdirilmez. Sonra 5 mL daha derişik amonyak ilave edilir ve birkaç dakika daha karıştırılır ve çökelti dinlendirilmeye bırakılır.

Çökelti orta gözenekli süzgeç kağıdından süzülür ve beherdeki bütün katı maddeler süzgeç kağıdına alınır. Çökelti 20 kat seyreltilmiş amonyakla yıkanır. Süzgeç kağıdı krozeğe alınır ve önce kurutulur ve sonra yakılır. Sıcaklık yavaş yavaş 900 °C ye kadar ısıtılır ve bu sıcaklıkta magnezyum pirofosfat halinde sabit tartıma getirilir.

Nikel tayini

Nikel genel olarak dimetilglioksimle çöktürülerek tayin edilir.

Numune behere alınır ve saf su ile hacmi 100–120 mL ye seyreltilir. 2–3 mL derişik HCl ilave edilir. Çözeltili 60–80 °C de ki su banyosunda ısıtılır. Çözeltili amonyak kokana kadar amonyak ile nötralleştirilir. Çökme sona erinceye kadar % 1 lik dimetilglioksim çözeltilisi ilave edilir. Bu esnada yine amonyak kokusu gelmelidir. 10–15 dakika beklenecek çökme kontrol edilir.

Çöktürücü ile çökmenin tamamlanıp tamamlanmadığı kontrol edilir. Çökme tamam ise su banyosu üzerinde 30 dakika kadar bekletilir ve cam krozeden süzülen çökelti su ile iyice yıkanır ve etüvde 110–120 °C de 1 saat bekletilerek nikel dimetilglioksimat halinde sabit tartıma getirilir.

Kurşun tayini

Kurşun çözeltilisi üzerine 2–3 damla derişik sülfürik asit ilave edilip beyaz dumanlar çıkıncaya kadar ısıtılır. Beher soğutulurken kenarları piset yardımıyla yıkanır. Yıkama suyu 15 mL yi geçmemelidir. Tekrar beyaz dumanlar çıkıncaya kadar ısıtılır. Tekrar soğutulur ve 50 mL su ilave edilerek 1 saat dinlendirilir. Dinlendirme esnasında ara sıra karıştırılır. çökelti süzgeç kağıdından süzülür. çökelti % 2 lik soğuk sülfürik asit ile yıkanır. Krozeğe alınarak kurutulur ve yakılır. Yakma esnasında sıcaklık 600 °C nin üzerine çıkılmamalıdır. Çünkü kurşun sülfat 800 °C de bozunmaya başlar. çökelti kurşun sülfat halinde sabit tartıma getirilir.