

Konu 5

Gravimetrik tek tayinler, Zn^{2+} , Fe^{3+}

Çinko tayini

Çinko amonyum fosfat ile çinko amonyum fosfat halinde çöktürüp, çinko pirofosfat halinde sabit tartıma getirilir..

İçinde çinko iyonları bulunan çözeltiye 5 mL derişik HCl ilave edilir ve ısıtılır. Su ile 50 mL ye seyreltilir. Buna 5 g amonyum klorür ve 3-4 mL derişik HCl konur ve su banyosunda ısıtılır. Sıcak çözeltiye büret veya pipetten karıştırarak 10 mL % 10 luk diamonyum fosfat ve birkaç damla metil kırmızısı ilave edilir. 1/3 oranında seyreltilmiş amonyak damla damla ilave edilerek bagetle karıştırılır. Renk sarıya döndüğünde çökme tamamlanır. Aşırı amonyak ilavesinde çökelti çözünebilir. Meydana gelen çökelti 2 saat su banyosunda bekletilir ve zaman zaman karıştırılır. Olgunlaşan çökelti mavi banttann süzülür, soğuk su ile 4-5 defa yıkanır. Önce düşük sıcaklıkta sonra 900 °C ye kadar ısıtılır ve çinko pirofosfat halinde sabit tartıma getirilir.

Demir tayini

3 damla derişik HCl ile asitlendirilmiş numune saf suyla yaklaşık 30 mL'ye seyreltilir. Üzerine 1-2 mL nitrik asit ilave edilerek kaynatılır ve numunedeki tüm demirin demir(III) haline dönüşmesi sağlanır. Bir pisetle beherin kenarları yıkanarak 100 mL'ye seyreltilir ve tekrar ısıtılır. Üzerine yavaş yavaş ve karıştırarak NH_3 damla damla ilave edilir. Çökmenin tamamlanması kontrol edilir. Dibe çöken kırmızı-kahverengi çökelti siyah banttann süzülür. Beherde kalan ve alınamayan çökelti seyreltik HCl de çözülüp tekrar amonyak ile çöktürülür ve süzülür. Yıkama suyu olarak sıcak su kullanılır ve süzüntü nötral olana kadar yıkamaya devam edilir. çökelti önce kurutulur sonra kül edilerek demir(III)oksit halinde sabit tartıma getirilir.