

Konu 2

Genel gravimetrik teknikler, çöktürme, süzme, yakma, sabit tartıma getirme, tartma teknikleri, Gravimetrik baryum tayini, krozelerin boş olarak sabit tartıma getirilmesi, baryumun çöktürülmesi

Çöktürme: Tayin edilecek türü, çözünürlüğü düşük olan bir yapı haline dönüştürerek, çözelti fazından ayrılması işlemidir. İleriki aşamalarda süzme işleminin kolay yapılabilmesi için çökeltinin mümkün olduğunca iri tanecikli olması istenir. Bu amaçla, seyreltik reaktif ilavesi, karıştırılarak reaktif ilavesi, sıcakta çöktürme, olgunlaştırma gibi işlemler uygulanır. Mümkün olduğu durumlarda homojen çöktürme işlemi ile kolay süzülebilir ve saflığı yüksek kristalli çökeltiler elde edilir.

Süzme: Çöktürülen maddenin karışımdan ayrılması için yapılan işlemdir. Süzme işlemi kağıt süzgeçler veya sinterlenmiş cam süzgeçler kullanılarak yapılabilir. Kağıt süzgeçler kullanılacaksa, tartma işlemi sırasında kağıdın kütlesinin hesaplamaları etkilememesi için, yakıldığında kül bırakmayan yüksek saflıktaki selüloz kağıt süzgeçler kullanılmalıdır. Süzülen maddenin tane büyüklüğüne bağlı olarak, sık gözenekli, orta gözenekli ve kaba gözenekli kağıt süzgeçlerden uygun olanı kullanılmalıdır. Yakma işlemi gerektirmeyen ve yaklaşık 100 -120 °C'da kurutulabilecek çökeltilerin süzülmesinde, yine farklı gözenek açıklığına sahip sinterlenmiş cam krozeler kullanılır.

Yakma: Kağıt süzgeçten yapılan süzme işleminde, sabit tartım işleminden önce kağıdın kurutulması ve hiç kalıntı bırakmayacak şekilde yakılması gereklidir. Kurutma işlemi 100 °C'taki bir etüvde yapılabileceği gibi, kısık bek alevinde ve alev krozenin ağız kısmına gelecek şekilde yapılır. Kuruma işleminden sonra kağıt yanmaya başlar. Yanma işlemi bitinceye kadar bek alevini şiddetlendirmemek gereklidir. Alev yine krozenin ağız kısmına yönlendirilmiş olmalıdır. İşlem sırasında kroze çevrilerek her tarafın homojen olarak yanması sağlanır. Siyah karbon tanecikler kalmadığında yakma işlemi tamamlanmış olur.

Sabit tartıma getirme: Krozelerin, içindeki madde bilinen bir bileşimde değişmez bir kütleye gelinceye kadar, ısıtma/kızdırma, soğutma ve tartma işlemlerine tutulmasıdır.