


**Талдаудың гравиметрлік әдісі,
сипаттамасы, түрі, тұнба алу
жағдайлары**




Гравиметрлік тәсіл дегеніміз - бұл анықталатын заттың не оның құрамдас бөліктерін химиялық таза күйінде немесе химиялық құрамы тұрақты, лайықты қосылыс күйінде бөліп массасын дәл өлшеуге негізделген сандық анализдің бір түрі.

Аналитикалық сигнал – масса.

Зерттелетін заттың массасы басқа ерігіштігі төмен затқа айналдырылып, оның массасы таразыда өлшеніп, салыстырмалы түрде анықталады.

Бұл әдіс келесі заңдарға негізделген:

- 1) Құрам тұрақтылық заңына;
- 2) Химиялық эквивалент заңына;
- 3) Химиялық реакцияларда қосылыстардың массасының сақталу заңына негізделген.



Анықтау шегі – 0,10%, дұрыстығы - 0,2%.

Гравиметрлік тәсілде **алмасу, орынбасу, ыдырау, комплекстүзу** реакцияларын пайдаланады.

Гравиметрлік талдау әдісі

Артықшылықтары

- Талдаудың жоғары дәлдігі;
- Жоғары қайталанымдылығы;
- Қарапайым орындалуы.

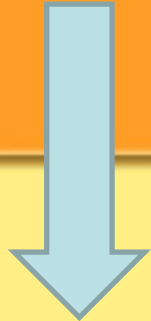
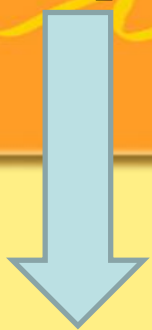
Кемшіліктері

- ұзақ орындалуы;
- Жоғары еңбек сиымдылығы

Қолданылуы:

- ✓ Көптеген заттардың химиялық құрамын анықтау үшін;
- ✓ Элементтердің атомды массаларын анықтау үшін.
- ✓ Гигроскопты ылғалдылықты анықтау үшін.
- ✓ Арбитражды талдауларда.

Гравиметрлік әдіс орындауына байланысты үш үлкен топқа бөлуге болады:



Тұндыру тәсілі

Анықталатын компонент химиялық тәсілмен суда нашар еритін, құрамы тұрақты қосылыс күйінде тұндырылады. Түзілген тұнбаны жуады, кептіреді, қыздырады, өлшейді.

Бөлу тәсілі

Анықталатын компонент зерттелетін үлгіден бос күйінде бөлінеді де, аналитикалық таразыда өлшенеді.

Айдау тәсілі

Анықталатын компонент ұиқыш қосылыс күйінде бөлінеді. Оны газ күйінде бөлу үшін қажетті реагент қосады, жоғары температурада қыздырады.

Анықталатын компонент



Тұндырылған форма



Гравиметрлік форма
(өлшенетін)

| | | | | |
|--|------------------|-------------------|--------------------|--------------------------------------|
| Ba^{2+} | SO_4^{2-} → | $BaSO_4$ | $T, ^\circ C$ → | $BaSO_4$ |
| Анықтала тын компонен т | тұндырғыш | Тұндырылған форма | | Гравиметрлік (өлшенетін) форма |

| | | | | |
|----------------------------------|---------------------------|----------------------|--------------------|-----------------------------------|
| Mg^{2+} | NH_4^+, HPO_4^{2-} → | $MgNH_4PO_4$ | $T, ^\circ C$ → | $Mg_2P_2O_7$ |
| Анықталатын компонент | тұндырғыш | Тұндырылған форма | | Гравиметрлік (өлшенетін) форма |



Гравиметрлік талдау әдістің негізгі сатылары:

1)Ерітіндіні даярлау;

2)Тұндыру;

3)Тұнбаны жетілдіру;

4)Тұнбаны сүзіп алу;



5)Тұнбану жуу;

6)Тұнбаны кептіру және қыздыру;



7)Өлшеу;

8)Есептеу.

Кристалдық тұнбаларды алу жағдайлары:

- 1) Сұйылтылған ерітінділерге тұндырғыштың сұйылтылған ерітіндісін қосады.
- 2) Тұндырғышты баяу, тамщылатып қосады.
- 3) Ерітіндіні шыны таяқшамен араластырып туру қажет. Бұл жағдайда аса қанық ерітінді түзілмейді және ірі кристалдар пайда болуына жағдай туады.
- 4) Тұндыру үрдісін ыстық ерітінділерден ыстық тұндырғышпен жүргізеді. Жоғары температурада ұсақ кристалдар ериді де, ірі кристалдық тұнба түзілуіне мүмкіндік береді.
- 5) Кейбір жағдайда тұнбаға түсіру үшін үрдісті ерігіштікті жоғарлататын жағдайда жүргізген дұрыс (қышқыл, комплекстүзуші реагент, т.б.)
- 6) Тұндырғышты табиғатына байланысты 1,5-2 есе артық мөлшерде қосады.
- 7) Тұнбаны жетілдіру үшін оны аналық ерітіндіде 1-24 сағатқа қалдырады.





Кристалдық тұнбалардың жетілдіру процесі

Кристалдық тұнбаны алғаннан кейін, оны ерітіндісімен бірге қалдырады (араластырмай). Бұл жағдайда таза, жақсы сүзілетін тұнба түзіледі. Тұнбаның тазаруы екі үрдіспен анықталады; үздіксіз еруімен және тұнба түзілуімен (қайта кристалдану).

Бұл уақытта кристалдар торының бос орындары ерітіндімен толтырылады, қатты фазадан бөгде қосылыстар жойылады да, нәтижесінде кристалдар тазарады.

Аморфты тұнбаларды алу жағдайлары:

Аморфты тұнбалар бір жағынан өз бетінде бөгде қосылыстарды жақсы адсорбциялайды, екіншіден олар коллоидты ерітінділерде тұзуі мүмкін. Сондықтан мұндай тұнбаларды алған кезде қажетті жағдай жасау керек:

- 1) Тұндыруды концентрлі реагенттермен жүргізеді. Бұл кезде адсорбцияның әсері төмендейді.
- 2) Тұндыруды жоғары температурада орындайды және ерітіндіні араластырып отырады.
- 3) Тұндыруды электролит қатысында жүргізеді.
- 4) Тұнбаға түсу үрдісі аяқталғаннан кейін, тұнба мен ерітіндіге 100 мл ыстық су қосып, араластырып, сүзіп алады. Тұнбамен ерітіндіні ұзық уақытқа қалдыруға болмайды.

Тұндырғышты таңдау

Тұндырғышты таңдағанда түзілетін тұнбаның ерігіштігіне сүйенеді. Көбіне ерігіштігі төмен қосылысқа тоқталады. Мысалы, барий суда нашар еритін бірнеше қосылыстар түзеді ($BaCO_3$, BaC_2O_4 , $BaCrO_4$, $BaSO_4$) бірақ сандық анықтауларда көбіне $BaSO_4$ пен $BaCrO_4$ пайдаланады, себебі бұл қосылыстардың ерігіштігі басқаларға қарағанда төмен және тұнбаларға қойылатын талаптарға сәйкес келеді.

Тұндырғышқа қойылатын талаптар:

- 1) Реагент анықталатын компонентпен іс жүзінде ерімейтін тұнба түзуі тиіс, яғни ерігіштігі 10-5 моль/л-ден жоғары болмау керек.
- 2) Реагент ауда тұрақты болу керек.
- 3) Тұндырғыш түзілген тұнбаның бетінде нашар адсорбцияланып, қыздырғанда ұшып кетуі тиіс.
- 4) Реагент спецификалық талғағыш болуы қажет, яғни тек анықталатын компонентпен әрекеттесіп, тұнба түзуі тиісті.

Тұндырылған түрге қойылатын талаптар:

- 1) Тұнба суда нашар еритін болуы тиіс және анықталатын компонент сандық жағынан толық тұнбаға түсуі қажет. *Тұндыру үрдісі толық болды деп есептелетін шарт – ол ерітіндіде анықталатын заттың қалған массасы 10-4 г тең болған жағдайда, яғни аналитикалық таразының сезгіштігі. Сондықтан анықталатын заттың ерітіндіде қалған мөлшері 10-6 моль/л тең болғанда, оны сандық жағынан тұнбаға толық түст деп есептейді. Бұл тұнбаға толық түсудің шарты.*
- 2) Тұнбаның құрамы кептірілгеннен немесе қыздырғаннан кейін белгілі формуласына сәйкес болуы тиіс. *Бұл кезде кездесетін қиыншылықтың бірі – тұнбаның өз бетінде бөгде электролиттермен ластануына байланысты. Бұл үрдісті төмендету үшін тұнбаның және ерітіндідегі бөгде электролиттердің табиғатына байланысты тұндыруды белгілі жағдайда орындау қажет, яғни температураны таңдау ерітінділерді бір-біріне қую ретін, концентрация, т.б.*
- 3) Түзілген тұнба химиялық таза және ерітіндіден сүзу арқылы дұрыс бөлінуі тиіс. *Бұл шарт көбіне тұнба кристалдарының шамасына тәуелді болады. Мысалы, $BaSO_4$ бейтарап ерітінділермен өте баяу тұндырғанда ұсақ кристалдар түзіледі, олар сүзіліп қағаздан өтіп, анализ қателігін жоғарлатады. Ал қышқылдық ортада өте баяу тұндырғанда ірі кристалдық тұнба түзіледі.*
- 4) *Тұндырылған түрі гравиметрлік түріне оңай ауысуы керек.*



Гравиметрлік (өлшенетін) түрге қойылатын талаптар:

Тұнбаның массасы тұрақты болғанша кептіреді, қыздырады – бұл тұндырылған түрінің гравиметрлік түріне ауысу шарты деп есептеледі.

- 1) Қосылыстың құрамы оның химиялық формуласына дәл сәйкес болуы тиісті. Себебі тек осы жағдайда заттың массасын өлшеп, оның құрамындағы анықталатын компоненттің мөлшерін анықтауға болады.*
- 2) Анализденетін заттың гравиметрлік түрінің химиялық құрамы тұрақты болуы қажет. Ол салыстырмалы төмен температурада (400-500 С) алынуы тиіс және одан жоғары температурада (700-800С) өзгермеуі керек. Сонымен қатар, аудағы H_2O , CO_2 , т.б. заттармен әрекеттеспеу керек.*
- 3) Гравиметрлік түрдің салыстырмалы молярлы массасы жоғары, ал анықталатын компоненттің үлесі төмен болған дұрыс. Негұрлым тұнбада анықталатын компоненттің массалық үлесі төмен болсағ анализ мәліметтерінде өлшеу қатесі соғұрлым төмен болады.*

Ұсынылатын әдебиеттер:

1. 1 Бадавамова Г.Л., Минажева Г.С. Аналитикалық химия. Оқулық. Алматы, Экономика. 2011.- 474 б.
2. 2 Исмаилова А.Г., Злобина Е.В., Долгова Н.Д. Аналитикалық химия пәні бойынша зертханалық жұмыстардың әдістемелік нұсқаулары және тапсырмалары. Алматы: Қазақ университеті, 2012. - 102б.
3. 3 Мендалиева Д.К. Аналитикалық химиядан есептер мен жаттығулар жинағы. Алматы, 2003, 217 б.
4. 4 Аргимбаева А.М. Талдаудың физика-химиялық әдістері. Алматы: Қазақ университеті, 2018. – 208б
5. 5 Исмаилова А.Г. Қоршаған орта объектілерін талдаудағы химиялық және аспаптық әдістер. Алматы: Қазақ университеті, 2018. - 156б
6. 6 Под редакцией академика Ю. А. Золотова. Основы аналитической химии. М.: Академия. 2014. - 400б