**11-ші зертханалық жұмыс**

**ГРАВИМЕТРЛІК ТАЛДАУ**

**Гравиметрияның мәні.** Гравиметрлік талдау заттар массасының сақталу және заттың құрам тұрақтылық заңдарына негізделген.

Гравиметрияның мәні құрамына анықталатын компонент кіретін заттың массасын өлшеуде тұрады. Ол үшін анықталатын компонентті нашар еритін қосылыс түрінде тұндырады (немесе элемент түрінде бөліп шығарады). Түзілген тұнбаны сүзу арқылы ерітіндіден бөліп алып, жуып, күйдіріп (немесе кептіріп) салмағын өлшейді.

Күйдіргенде заттың химиялық құрамы өзгеруі мүмкін. Сондықтан тұнбаның гравиметрлік және тұндырылған формаларын айыру қажет. Анықталатын компоненттің мөлшерін тұнбаның массасы және оның химиялық формуласы арқылы есептейді.

**Тұнбаның түзілуі**

Тұнбаның түзілуі — күрделі, көп стадиялы процесс. Ерітіндіге тұндырғыш қосқанда әуелі кристалдану туындыларының орталықтары құрылады — аз санды иондар немесе молекулалар бірігіп тұрақты қатты фаза түзеді. Тұнбаның түзілу процесін екі стадияға бөлуге болады:

1. Жаңа кристалдану орталықтарының құрылуы.

2. Бөлшектердің жаңа иондардың қосылуы нәтижесінде өсуі.

Егер тұндыру бірінші жолымен жүрсе, түзілген тұнба ұсақ бөлшектерден тұрады. Егер кристалдардың өсу процесінің жылдамдығы басым болса (екінші стадия), тұнба ірі бөлшектерден тұрады.

Тұнба бөлшектерінің түзілуі температураға, реагенттердің концентрацияларына, ерігіштігіне және араластыру жылдамдығына байланысты. Осы факторлардың әсерін білу үшін ерітіндінің салыстырмалы аса қанықтылыгы деген тусінік колданылады. Ол эмпирикалық формуламен былай өрнектеледі:

∆Р = Q - S/S

Q - тұнбаға түсетін заттың бастапқы мерзімдегі (tо) концентрациясы (моль/л),

S - заттың ерігіштігі (тепе-теңдікте) (моль/л).

Иондар көбейтіндісінің мәні ерігіштік көбейтіндісінің мәнінен артық болса, түнба МА түзіледі: [М+][А-] > ЕКMA, немесе Q – S > Q, яғни аса қанықтылық пайда болудан. Q - S айырмашылығы өскен сайын, немесе ерітіндінің салыстырмалы аса қанығу мәні жоғарылаған сайын уақыт бірлігінде түзілген кристалдану орталықтары көбейеді. Сол себепті тұнба көп санды ұсақ бөлшектерден құралады (аморфты тұнба).Егер салыстырмалы аса қанығу мәні аз болса, кристалдану орталықтары аз мөлшерде түзіледі, тұндырғыш қосқанда олардың мөлшері өседі, яғни ірі бөлшектерден тұратын тұнба түзіледі (кристалды тұнба).

Химик-аналитиктің мақсаты — ірі кристалды тұнба алу. Бұл сүзуді жылдамдату, кристалдардың сүзгіден өтіп кетпеуі, яғни тұнбаны жоғалтып алмау үшін кажет. (Салыстырмалы аса қанықтылық мәнінің неғүрлым аз болу жагдайын туғызу керек). Бүл мақсатқа тұнбаға түсетін заттың концентрациясын (Q) азайту және тұнбаның ерігіштігін ( S) көбейту арқылы жетуге болады. Нәтижесінде кристалды тұнбалар алу жағдайы мынадай:

1. Сүйытылған әлсіз ерітінділерді колдану. } Q төмендету үшін.

2. Ерітінділерді үздіксіз араластыру. } Q төмендету үшін.

3. Тұндырғышты тамшылатып қосу. } Q төмендету үшін.

4. Ерітіндіні қыздыру. } S жоғарылату үшін

5. Ерітіндіге тұнбаның ерігіштігін }S жоғарылату үшін

арттыратын реагенттерді қосу (мысалы, қышқылдар).

**Лабораториялық журналға мәлиметтерді жазу тәртібі**

Жұмыстың барлық этаптарын және фактылы мәліметтерін толық көрсету қажет.

1. Талдауды бастау күні және жұмыстың аты.

2. Әдістің мәні.

3. Орындау әдістемесі.

4. Өлшеу мәліметтері.

5. Есептеу.

6. Қорытынды.

**Барий хлориді үлгісінде барийді гравиметрлік әдіспен анықтау**.

Бұл әдіс сульфат иондары барий иондарымен әрекеттесіп, суда нашар еритін кристалды BaS04 тұнбасының түзілу қасиетіне негізделген:

ВаС12 + Na2S04  → BaS04 + 2NaCl

ЕК (BaS04) = 1,1∙10- 10. Барий сульфаты жоғарғы температураға төзімді болғандықтан оның тұнбаға түсетін және гравиметрлік формалары бірдей болады. Барий сульфаты ұсақ кристалдар құруға бейімді, сондықтан тұндыру кезінде ірі кристалдардың түзілуіне ерекше ұқыптылықпен қолайлы жағдайды жасауды кажет етеді.

Тұндыруды ыстық ерітінділерді ақырындап араластыра отырып жүргізеді. BaS04  ерігіштігін арттыру үшін ерітіндіге шамалы тұз қышқылын қосу қажет.

Реагенттер:

ВаС12 ∙ 2Н20, 5% ерітіндісі,

HС1, 2М ерітіндісі,

AgN03, 1% ерітіндісі.

Анықтау жолы. Талдауға қажетті барий хлоридінің массасын есептеп алып, өлшендіні аналитикалық таразыда өлшеп алады. Тұзды аналитикалық түрде стаканға ауыстырады және ерітеді. Тұндырғыш - күкірт қышқылы ерітіндісін дайындайды ( тұндырғыштың мөлшерін алдынала есептеп, 1,5 есе артығымен алады).

Барий сульфатын тұндыру. Құрамына еритін сульфаттар кіретін анализденетін ерітіндіні 300 мл-лік жоғары температураға төзімді стаканға құяды. Осы стаканға 140 мл дистилденген су, 2-3 мл НС1 қүйып ерітіндіні қайнағанға дейін қыздырады. Басқа 100 мл-лік стаканға 25 мл 5%-ті ВаС12 ∙ 2Н20 тұндырғыш ерітіндісін құяды. Тұндыруды ақырындап жүргізеді, ол үшін барий хлоридын зерттейтін ерітіндіге тамшылатып қосып, шыны таяқшамен араластырып отырады (стаканның түбіне және қабырғасына тигізбей).

Тұнба стаканның түбіне жиналған соң, оның толық түскендігін бірнеше тамшы тұндырғыш қосу арқылы тексереді. Ерітіндідегі тұнба кемеліне жетіп, толық тұнбаға түсу үшін келесі сабаққа дейін қалдырады (тұнба ескіру үшін).

**Барий** **сульфатын гравиметрлік әдіспен анықтау (жалғасы)**

Тұнбаны сүзу, жуу, қыздыру. Тұнба тығыз сүзгі (көк түсті белгілі) арқылы сүзіледі. Сонан кейін оны дистилденген сумен (хлорид иондары жоғалғанша) жуу керек. Су тұнбаға аз мөлшерде құйылады. Бірнеше рет жуылғаннан кейін жуынды суларды хлорид-иондарына тексереді. Тұнбаны декантация әдісімен сүзгішке аударады. Қүйғышты сүзгішпен бірге шамалы кептіру үшін кептіргіш шкафқа салады. Сонан соң тұнбаны сүзгішпен коса алдын-ала тұрақты массаға келтірілген тигельге салып 900°С температуралы муфельді пеште күйдіреді. Бірінші рет тигельді бір сағат күйдіреді, содан соң пештен алып, суытып, өлшейді. Екінші рет муфельде 30 минут ұстайды да суытып тағы өлшейді. Осы екі жағдайда өлшеген тигельдің массасы бірдей болмаса, үшінші рет тигельді пеште 20 минут күйдіріп өлшейді.