

2. GRAVIMETRIA

A tömegszerinti analízis során a meghatározandó komponenst kis oldhatóságú, jól definiált (sztöchiometrikus) összetételű, vagy hőkezeléssel azzá alakítható csapadék formájában leválasztjuk. A csapadékot szűrővel elkülönítjük a többi komponenstől, mossuk, szárítással vagy izzítással tömegállandóvá tesszük. A csapadék tömegéből a pontos összetételének ismeretében számítjuk ki a meghatározandó alkotórész mennyiségét. A gravimetriásan meghatározható csapadék:

- kis oldhatóságú, kvantitatíven leválízik
- jól szűrhető (ne legyen finomszemcsés)
- a rá tapadó szennyeződés vagy kísérő komponens kimosható anélkül, hogy akár csak a kis része is oldódna
- szárítással vagy izzítással tömegállandóvá tehető és tömegállandó alakja sztöchiometrikus összetételű.

A gravimetria igen nagy pontosságú eljárás, pl. műszeres analitikai mérésekhez használt kalibráló oldatok pontos koncentrációját gyakran ezzel a módszerrel határozzák meg.

2.1. A tömegszerinti analízis műveletei

Előkészítő műveletek: A gravimetriás eljárásoknál a csapadék tömegét a csapadékos és az üres tégely tömegének különbsége adja, ezért elengedhetetlen, hogy a tégelyeket mindkét esetben ugyanazok a fizikai hatások érhessék. Így mind az üres tégelyeket, mind az üvegszűrőket megfelelő tisztítás után a csapadék hőkezelésével egyező módon izzítani ill. szárítani kell. Az eszközöket ezután exsikkátorban hagyjuk lehűlni. Az üres tégelyek/üvegszűrők tömegét tégelyfogó segítségével a szűrés előtt analitikai mérlegben mérjük le. (Majd a csapadékot már tartalmazó eszközt is ugyanazon a mérlegben mérjük le!)

A csapadék leválasztása: A híg oldatból való leválasztás módszerét alkalmazzuk. A meghatározandó anyagból készített törzsoldat adott részletét magas főzőpohárba pipettázzuk és desztillált vízzel hígítjuk. A lecsapást *általában* kis túltelítettség mellett végezzük, ezért a reagenst keverés közben, cseppenként adjuk a forró oldathoz kis feleslegben.

A csapadék szűrése és mosása: A csapadékot szűrővel választjuk el az anyalúgtól, és a szűrőre gyűjtött csapadékot mosással szabadítjuk meg a tömegnövekedést (így mérési hibát) okozó szennyező anyagoktól.

A csapadék tulajdonságától és a további kezelésétől függően szűrőpapíron vagy üveg szűrőtégelyeken történik a szűrés.

Papíron szűrünk, ha a csapadékot izzítani kell. Csapadék szemcseméretének megfelelő porúsátmérőjű, hamumentes szűrőpapírt megnedvesítve a jénai üvegtölcsér falához simítjuk (légbuborékmentesen), úgy, hogy a széle kb. 1 cm-rel feljebb legyen a tölcser pereménél. (Általános szabály szerint a szűrőpapír a tölcser peremétől kb. 0,5 cm-rel lejjebb kell hogy elhelyezkedjen, de ezen gravimetriás meghatározások során praktikus okok miatt ettől eltérünk.) Az így előkészített szűrőt szűrőállványra helyezzük. A szűrlet felfogására tiszta poharat helyezünk a tölcser alá úgy, hogy a szűrő szára a pohár falához érjen, de merüljön bele a szűrletbe. Ezzel növeljük az összefüggő folyadékoszlop hosszát, és megelőzzük a leszűrt folyadék kifröccsenését.

Először mindig az oldat tisztáját öntsük a szűrőpapír oldalára (sosem a csúcsára) üvegbottal irányítva azt. A szűrőre öntött folyadék felszíne legalább 5 mm-el maradjon a szűrő pereme alatt. A folyadék tisztáját addig öntjük le, míg a csapadékos folyadék térfogata annyira lecsökken, hogy az üvegbottal felkavarva egy részletben a szűrőre önthető. Ez előtt célszerű a szűrlet felfogására szolgáló

poharat egy másik, tiszta pohárral kicserélni, mert ha a csapadék egy része átmegy a szűrőn, nem kell az egész folyadékmennyiséget újra szűrni. Az edényben maradt csapadékot a szűrlet felhasználásával is felvihetjük a szűrőre, így nem kell túllépnünk az előírt mosófolyadék mennyiségét. Az üvegbotot csak a csapadékos pohárban, vagy a szűrő felett lehet tartani. Mindig a poharat a szűrő fölé emelve vehetjük ki az üvegbotot a pohárból.

A mosófolyadékot kis részletekbe öntjük a pohárba, innen pedig a szűrőre (üvegbot segítségével), megvárva, hogy az előző részlet teljesen átfolyjon a szűrőn. A mosás akkor tekinthető befejezettnek, ha az ellenőrzésre használt reakció negatív (pl. kloridionok kimosását ezüstionnal ellenőrizzük). A szűrőpapíron szűrt csapadékot a mosás befejezése után szikkadni hagyjuk, majd a tölcserben a szűrőpapírt óvatosan összehajtogatjuk és az előzetesen izzított és lemért izzítótégelybe helyezzük.

A szűréshez különböző pórusátmérőjű zsugorított szűrőlapot tartalmazó *üvegszűrőket* is használhatunk, ha a csapadékot csak szárítani kell. Ennek számos előnye van a papíron való szűréssel szemben. Például, csökkentett nyomás segítségével (szívatóással) a szűrés és a mosás idejét jelentősen csökkenthetjük, a csapadék kimosása tökéletesebb. Hátrányuk viszont, hogy nem izzíthatók és csak körülményesen tisztíthatók. Az analitikai gyakorlatban legtöbbször a finomabb pórusú, G4-es jelzésű üvegszűrőket használjuk. A szűrőt gumiperemes kehelytölcserbe (un. tulipánba) helyezük és gumidugóval a szívópalackhoz illesztjük. Szűrésnél a papíron történő szűrésnél leírtak szerint járunk el, ügyelve arra, hogy a mosófolyadék mindig befedje a csapadékot. A mosófolyadék utolsó részletének leszívása után a tégelyt szárítószekrényben szárítjuk.

A csapadék hőkezelése: A csapadék kimosása után feladatunk a csapadék állandó tömegének, ill. állandó összetételének biztosítása. A tömegállandóságot a csapadék tulajdonságától függően szárítással vagy izzítással érhetjük el. Ettől függően a csapadékot szűrjük szűrőpapíron vagy üvegszűrőn.

Izzítás: Szűrőpapíron szűrt csapadékot mindig izzítani kell. Az izzítás porcelán-, kvarc-, vagy fémtégelyekben történik. A szűrőpapírt a hármás rétegnél fogva húzzuk ki, és még a tölcser felett összehajtogatjuk. A csomagot úgy helyezzük a tégelybe, hogy a hármás papírréteg felül legyen, és óvatosan a tégelybe nyomjuk. Az izzítókemencébe nyitott ajtó mellett előbb elhamvasztjuk a szűrőpapírt, és csak miután már nem lángol, csukjuk be az ajtót és izzítjuk a csapadékot az előírt ideig. Izzításnál a hőmérséklet 1000-1200 °C-t is elérhet. Az izzítás befejezése után a tégelyeket exsikkátorban hagyjuk lehűlni.

Szárítás: Üvegszűrőn szűrt csapadékot csak hőfokszabályozóval ellátott szárítószekrényben szárítunk. A csapadékot 100 °C-on szárítjuk, ha kristályvizet tartalmaz és 130 °C-on, ha kristályvizet nem tartalmaz. A tiszta szűrőtégelyt a csapadék szűrése előtt ugyanazon a hőmérsékleten szárítjuk, amelyen a csapadékot szárítani kívánjuk, majd exsikkátorban lehűtjük, és tömegmérésig ott tároljuk.

A csapadék mérése: Izzítás vagy szárítás után a porcelán- vagy szűrőtégelyeket csak tégelyfogóval vagy csipesszel foghatjuk meg mindaddig, amíg analitikai mérlegem nem mértük le őket. Izzítás után a tégelyeket 1-2 percig hűlni hagyjuk (legtöbbször a kemenceajtóra helyezve), majd szárítóanyagot tartalmazó exsikkátorban hagyjuk lehűlni (min. 30 percig) míg felülete a levegővel egyensúlyba kerül. Ez az un. légszáraz állapot. A szárítószekrényből kivett szűrőtégelyt várakozás nélkül azonnal az exsikkátorba helyezzük. A nem higroszkópos csapadékokat üres (nedvszívó anyag nélküli) exsikkátorban is hűthetjük. Az exsikkátorból fogóval kivett tégelyeket az analitikai mérlegem (ugyanazon, amelyen az üres tégelyeket mértük) állni hagyjuk néhány percig, hogy a környezet hőmérsékletét felvegyék. Azután a tömegmérésnél leírtak szerint járunk el.

Az elemzés eredményének kiszámítása: Az elemzéskor legalább három párhuzamos meghatározást végzünk. A vizsgálandó mintából mérőlombikban törzsoldatot készítünk és analitikai pontossággal kivett azonos részletekből választjuk le a csapadékot. A kapott csapadéktömegek számtani középértéke a számítás alapja (csak az 1 %-nál kisebb eltérést mutató tömegeket átlagolhatjuk). A keresett alkotórész mennyiségét mg-ban vagy tömegszázalékban adjuk meg.

A csapadék tömegéből (m), a keresett alkotórész (M_k) valamint a mért vegyület (M_m) molekulatömegéből a sztöchiometriai arányok figyelembevételével, egyszerű arányossággal kiszámíthatjuk a lecsapott oldatrészletben (V_p) a keresett anyag mennyiségét. A mérőlombik térfogatát (V_l) is figyelembe véve számítjuk ki a meghatározandó anyag összes mennyiségét.