

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна
Должность: проректор по учебной работе
Дата подписания: 31.12.2020 13:36:44
Уникальный программный ключ:
0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eabbf73e943df4a4851fda56d089

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Юго-Западный государственный университет»

Кафедра фундаментальной химии и химической технологии

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по учебной работе
О.Г. Локтионова
« 18 » _____ 2017 г.



ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Методические указания к выполнению лабораторных работ по дисциплине «Аналитическая химия», «Аналитическая химия и ФХМА» для студентов 2 курса по направлению подготовки 04.03.01 Химия, 18.03.01 Химическая технология, 28.03.01 Нанотехнологии и микросистемная техника.

« » 2017 г.

Курск 2017

Условия проведения лабораторных работ:

1. Предварительное ознакомление с правилами техники безопасности в химической лаборатории.
2. Предварительная защита теоретической части для получения допуска на выполнение работы.
3. Лабораторная работа оформляется в тетради для лабораторных работ.
4. Оформленные экспериментальные результаты лабораторной работы подтверждаются подписью преподавателя.
5. После проведения и оформления лабораторной работы обязательна ее защита.

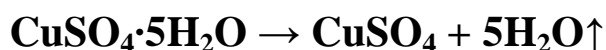
Гравиметрическим анализом называют метод количественного химического анализа, основанный на измерении массы определяемого вещества или его составных частей, выделяемых в виде соединений известного постоянного состава. Гравиметрические определения можно разделить на три группы: методы осаждения, отгонки и выделения.

Методы осаждения основаны на осаждении определяемого компонента в виде малорастворимого химического соединения, фильтровании, прокаливании (или высушивании) до постоянной массы и последующем определении массы полученного вещества.

Методы отгонки основаны на отгонке определяемого компонента в виде летучего соединения с последующим определением массы отогнанного вещества (прямое определение) или массы остатка (косвенное определение). Например, прямое определение CO_2 , выделяющегося при кислотном разложении карбонатов:



Пример косвенного определения – метод определения кристаллизационной воды в неорганических соединениях:



Метод отгонки применяют также для определения содержания SiO_2 с помощью плавиковой кислоты (образуется летучий SiF_4), а также при анализе некоторых нитратов, образующих летучие продукты реакции.

Методы выделения основаны на количественном выделении определяемого компонента из анализируемого раствора путем проведения химической реакции с последующим определением массы выделенного вещества. Этот принцип положен в основу электрогравиметрического метода анализа, в котором определяемый компонент выделяется из раствора в результате электрохимических реакций, протекающих на электродах.

Оборудование в гравиметрическом анализе. Оборудование, применяемое в гравиметрическом анализе, основные требования и рекомендации по его использованию приведены в табл.1.

Таблица 1 - Требования к оборудованию

Наименование оборудования	Требования к оборудованию
Стаканы	Используют химические стаканы различной вместимости. Для осаждения кристаллических осадков обычно используют стаканы с носиком вместимостью 200-250 мл, для осаждения аморфных осадков – 100-150 мл. При одинаковой вместимости лучше применять более низкие стаканы, т.к. их легче очищать от осадка.
Воронки	Могут быть различного диаметра, в зависимости от количества отделяемого осадка, должны иметь наклон стенок 60° и удлиненный кососрезанный конец.
Тигли	Фарфоровые тигли применяют для высокотемпературного прокаливания осадков (до 1200 °С). При работе с несколькими тиглями их надо пронумеровать специальной огнестойкой краской или концентрированными растворами хлорида железа, после нанесения надписи тигли прокаливают. Для высокотемпературного сплавления и прокаливания применяют металлические (платиновые, золотые, серебряные, никелевые, стальные), кварцевые и другие тигли. До окончания всех операций (взвешивание, прокаливание) тигли нельзя брать руками, а только при помощи металлических тигельных щипцов.
Стеклянные	Представляют собой стеклянные тигли с

<p>фильтрующие тигли</p>	<p>вплавленными фильтрующими пластинками из прессованного пористого стекла для фильтрования с последующим высушиванием в сушильном шкафу осадков, которые разлагаются при высоких температурах (AgCl, до $200\text{ }^\circ\text{C}$); осадков, получаемых действием органических осадителей на катионы металлов, – диметилглиоксимата никеля, гидроксихинолината алюминия и др.</p> <p>Существует несколько сортов стеклянных фильтрующих тиглей с различным размером пор, различаемых по номерам, при этом с увеличением номера фильтра пористость уменьшается. Фильтрующие тигли, изготовленные из плавленого кварца, можно применять при высоких температурах.</p>
<p>Тигель Гуча</p>	<p>Это фарфоровый тигель с сетчатым дном, на которое помещены фильтрующая подушечка из асбеста или кружочки из прессованного толченого стекла. Их можно нагревать до температуры не выше $1200\text{ }^\circ\text{C}$, но они непригодны для фильтрования студенистых осадков. Фильтрование через фильтрующие тигли проводят на установках (рис.1). Применение фильтрующих тиглей дает возможность снизить продолжительность гравиметрического анализа, повысить его точность и увеличить ассортимент компонентов, определяемых гравиметрическим методом.</p> <div data-bbox="794 1451 1273 1675" style="text-align: center;"> </div> <p>Рисунок 1 - Фильтрование через фильтрующие тигли на установках с использованием отсоса: 1 - колба, 2- предохранительное устройство.</p>
<p>Эксикатор</p>	<p>Применяют для охлаждения тиглей при доведении их массы до постоянного значения, а также для хранения прокаленных тиглей и высушивания. В качестве осушителя в эксикаторах применяют безводный CaCl_2, концентрированную серную</p>

	кислоту, пятиокись фосфора. При работе с эксикатором необходимо соблюдать правила: 1) следить, чтобы притертые части всегда были смазаны вакуумной смазкой; 2) переноса эксикатор, следует придерживать его крышку; 3) поместив горячий тигель в эксикатор, его крышку оставляют приоткрытой в течение 3-5 мин, пока воздух внутри эксикатора не прогреется; 4) нельзя оставлять эксикатор открытым; 5) открывая и закрывая эксикатор, крышку следует сдвигать в сторону, а не поднимать.
Стеклянные палочки	Применяют обычные и с резиновыми насадками (для снятия осадка со стенок и дна стаканов).
Часовые стекла	Для накрывания стаканов с осадками.
Промывалка	Используют для промывания тиглей и осадка на фильтре подходящим растворителем и водой.
Бумажные беззольные фильтры	Изготавливают из фильтровальной бумаги, обработанной, например, HCl, HF. Применяют в том случае, если продукты горения бумаги и уголь не будут оказывать влияния на состав осадка. Масса золы беззольных фильтров менее 0,1 мг, т. е. при взвешивании на обычных аналитических весах такая масса золы не скажется на результатах взвешивания. По плотности (пористости) фильтры маркируют цветной бумажной лентой, которой оклеивают упаковку фильтров: синяя лента – для мелкозернистых осадков типа BaSO ₄ ; белая лента – для среднезернистых типа CaC ₂ O ₄ красная лента – для крупнозернистых и аморфных осадков типа Fe(OH) ₃ . На этикетках указана зольность фильтров, обычно 0.00005 г.
Сушильный шкаф	Для высушивания пробы после фильтрования осаждаемой формы используют сушильный шкаф с интервалом рабочих температур до 150 °С.
Электроплитка	Пробы, содержащие бумажные фильтры, перед прокаливанием в муфельной печи озоляют на электроплитке с закрытой спиралью.
Муфельная печь	Для получения гравиметрической формы отфильтрованную осаждаемую форму после

	озоления прокаливают в муфельной печи с интервалом температур до 1200 °С.
Весы аналитические	Используют аналитические весы для определения массы проб с погрешностью взвешивания ± 0.0002 г.

Стеклянную посуду, применяемую в гравиметрическом анализе, моют моющими жидкостями (чаще применяют хромовую смесь – «хромпик»), водопроводной и затем дистиллированной водой. Если внутренние стенки стаканов неравномерно смачиваются водой (вода не стекает непрерывной пленкой), необходимо пропарить стаканы водяным паром. Фарфоровые тигли очищают механическим путем от загрязнений и протирают фильтровальной бумагой. При значительных загрязнениях тигли промывают раствором HCl (1:1) и ополаскивают дистиллированной водой.

Техника проведения гравиметрического анализа. Схема гравиметрического анализа по методу осаждения предусматривает последовательное выполнение следующих основных операций:

- 1) отбор пробы и подготовка ее к анализу;
- 2) взятие навески;
- 3) переведение навески вещества в раствор;
- 4) получение осаждаемой формы;
- 5) фильтрование;
- 6) промывание осадка;
- 7) высушивание осадка;
- 8) получение гравиметрической формы.

Получение осаждаемой формы. Цель этой операции – максимально полно перевести определяемый компонент из раствора в осадок (осаждаемую форму).

Растворы осадителей готовят из навесок, взятых на технических весах, в химических стаканах. После добавления всего объема осадителя (по каплям – в случае осаждения кристаллических осадков и порциями – в случае аморфных) осадку дают отстояться в условиях, предусмотренных методикой, и проверяют полноту осаждения. Для этого к раствору, находящемуся над осадком, капельной пипеткой добавляют каплю осадителя. Если в месте добавления капли раствор мутнеет, то

осаждение неполное и необходимо добавить новую порцию осадителя. При отсутствии помутнения полнота осаждения достигнута. стакан с осадком накрывают часовым стеклом, не вынимая стеклянной палочки, и оставляют для созревания. Кристаллические осадки оставляют на 6-24 ч для созревания при комнатной температуре или нагревают на водяной бане, после чего фильтруют. Аморфные осадки фильтруют сразу после осаждения.

Отделение осаждаемой формы. Основная цель этой операции – количественное отделение осадка от раствора и его очистка от адсорбированных загрязнений.

Осадок отделяют от раствора путем фильтрования через бумажный беззольный фильтр или фильтрующий тигель. Размер фильтра выбирают в зависимости от количества полученного осадка, осадком должна быть заполнена одна треть фильтра. Размер воронки подбирают так, чтобы расстояние между краем фильтра и краем воронки было не меньше 7 и не более 15 мм.

Фильтр складывают пополам, приглаживают и затем складывают еще раз примерно пополам. Затем разворачивают фильтр так, чтобы получился конус (отгибая одну створку образовавшегося уголка), и вкладывают его в стеклянную воронку так, чтобы он соответствовал по форме конусу воронки. Смачивают фильтр водой из промывалки и расправляют его, чтобы он плотно прилегал к воронке, не имел складок.

Воронку с фильтром вставляют в кольцо штатива над стаканом так, чтобы оттянутый конец воронки касался внутренней стенки стакана, что ускоряет фильтрование (рис. 2). Раствор, находящийся над осадком, переносят на фильтр способом декантации. Для этого на фильтр осторожно по стеклянной палочке, приставленной к носику стакана, сливают раствор, находящийся над осадком, стараясь не взмучивать осадок. Стеклянную палочку держат вертикально в левой руке, нижний конец ее должен касаться внутренней поверхности фильтра. Фильтр в воронке может быть заполнен жидкостью только так, чтобы ее уровень находился на 0.5 см ниже края фильтра. Стеклянную палочку после каждого приливания жидкости опускают в стакан.



Рисунок 2 - Декантация и перенос осадка на бумажный фильтр: а) декантация раствора; б) промывание оставшегося осадка промывной жидкостью.

После сливания большей части раствора осадок промывают декантацией. Для этого к осадку в стакане приливают небольшими порциями промывную жидкость, состав которой приводится в конкретных методиках анализа и зависит от структуры осадков. Промывную жидкость перемешивают с осадком в стакане, давая каждый раз отстояться осадку, и сливают жидкость с осадка на фильтр, как указано выше. Эту операцию повторяют 2-3 раза. Промывание декантацией значительно эффективнее, чем промывание на фильтре. Затем осадок количественно переносят на фильтр, для чего к нему приливают небольшими порциями промывную жидкость, взмучивают осадок стеклянной палочкой и сливают суспензию на фильтр.

Оставшийся в стакане осадок переносят на фильтр стеклянной палочкой с резиновым наконечником, тщательно удаляя частицы осадка со дна и стенок стакана. Частицы осадка со дна и стенок стакана можно также снять небольшим кусочком влажного беззольного фильтра с помощью стеклянной палочки, присоединяя этот кусочек к осадку на фильтре. Стакан и палочку ополаскивают промывной жидкостью, сливая ее на фильтр.

Промывание осадка на фильтре проводят небольшими порциями промывной жидкости, общий объем которой не должен превышать 100 мл. При добавлении промывной жидкости небольшими порциями к осадку достигается более полное удаление адсорбированных примесей с поверхности осадка. Для проверки полноты промывания осадка несколько капель фильтрата отбирают на часовое стекло и проводят качественную реакцию на ионы, от которых осадок отмывается. Промывание заканчивают при отрицательном результате пробы.

Приемы фильтрования с применением фильтрующих тиглей аналогичны описанным для бумажных фильтров.

Получение гравиметрической формы. Тигель прокаливают 15-20 мин в муфельной печи или в пламени газовой горелки в тех же

условиях, в которых будут прокаливать осадок, затем при помощи тигельных щипцов переносят в эксикатор, оставляют в весовой комнате для охлаждения до комнатной температуры, после чего взвешивают на аналитических весах. Повторяют прокаливание тигля в тех же условиях в течение 5 мин, охлаждают в эксикаторе и снова взвешивают на тех же аналитических весах и т. д. Массу тигля считают постоянной, когда изменение массы после двух последних прокаливаний будет не больше 0.0002 г. В лабораторном журнале делают запись по форме (табл.2):

Таблица 2 - Изменение массы тиглей в процессе прокаливания

Масса тиглей, г			
Первый тигель		Второй тигель	
1-е прокаливание	1-е прокаливание
2-е прокаливание	2-е прокаливание
3-е прокаливание	3-е прокаливание

Стеклянные фильтрующие тигли доводят до постоянной массы, высушивая их в сушильном шкафу при температуре высушивания осадка. Техника доведения их массы до постоянной, аналогична работе с фарфоровыми тиглями.

Влажный фильтр с осадком подсушивают перед помещением в тигель. Для этого воронку с фильтром накрывают листом бумаги, проколотым в нескольких местах, и помещают в сушильный шкаф при температуре 100 °С. Необходимо следить за тем, чтобы не пересушить фильтр (ломкость бумаги). Подсушенный фильтр с осадком осторожно вынимают из воронки, складывают, как показано на рис.3, и переносят в тигель, масса которого доведена до постоянной.



Рисунок 3 – Свертывание фильтра с осадком

Тигель помещают на электроплитку и озолют фильтр так, чтобы он не загорелся.

По окончании озоления осадок в тигле прокаливают в

муфельной печи при указанной в методике анализа температуре до получения постоянной массы тигля с гравиметрической формой.

При работе со стеклянными фильтрующими тиглями осадок в тигле высушивают до получения постоянной массы в сушильном шкафу при температуре, указанной в методике анализа.

Результаты взвешивания проб после прокаливания записывают в лабораторный журнал (табл.3).

Таблица 3 – Определение массы осадка

Масса тиглей, г					
Первый тигель			Второй тигель		
Масса пустого тигля	Масса тигля с осадком	Масса осадка	Масса пустого тигля	Масса тигля с осадком	Масса осадка
.....

Гравиметрическое определение методом осаждения

Лабораторная работа 1. Определение сульфатов в водном растворе

Цель работы: освоить методику определения сульфат-ионов осаждением в виде кристаллического белого осадка BaSO_4 и получением гравиметрической формы (BaSO_4) прокаливанием.



Данным методом определяют сульфатную серу, а также свободную, пиритную и сульфидную, предварительно окислив ее до сульфатной.

Используемые приборы, реагенты и методики их приготовления. Муфельная печь, аналитические весы, водяная баня, эксикатор, стеклянные палочки, стеклянные воронки, фарфоровые тигли, мерный цилиндр вместимостью 100 мл, щипцы тигельные, химические стаканы вместимостью 200-250 и 100 мл, фильтры беззольные «синяя лента», хлорид бария 3 М раствор, соляная кислота 6 М раствор.

Методика выполнения анализа. Рассчитанную и взвешенную на аналитических весах навеску сульфата (или аликвотную часть анализируемого раствора) переносят в химический стакан вместимостью 200-250 мл и приливают 100 мл дистиллированной воды. К полученному раствору добавляют 2 мл 6 М раствора HCl и нагревают почти до кипения на газовой горелке. В химический стакан вместимостью 100 мл помещают 50 мл дистиллированной воды и 6 мл 3 М раствора BaCl₂, нагревают почти до кипения на газовой горелке. Затем осторожно, по каплям, при постоянном перемешивании стеклянной палочкой приливают нагретый раствор BaCl₂ к горячему раствору сульфата, при этом палочка не должна касаться стенок стакана. Стакан с образовавшимся осадком ставят на кипящую водяную баню. Как только осадок осядет, и жидкость над ним просветлеет, проводят проверку полноты осаждения BaSO₄. Для этого к раствору над осадком приливают 2-3 капли горячего раствора BaCl₂, осторожно, не взмучивая осадка. Если при этом не наблюдается помутнения раствора, полнота осаждения достигнута, в противном случае приливают еще 1 мл горячего раствора BaCl₂, дают осадку осесть и снова проверяют полноту осаждения.

Затем стакан ставят на кипящую водяную баню на 2-3 ч для созревания осадка (или оставляют в рабочем шкафу до следующего занятия), после чего осадок фильтруют и промывают. Для фильтрования применяют бумажный беззольный фильтр «синяя лента». Промывная жидкость – дистиллированная вода, подкисленная 6 М раствором HCl (8-10 капель на 100 мл воды). Подсушивание, озоление фильтра и прокаливание осадка при температуре (600-800 °С).

Осаждению сульфат-ионов в виде BaSO₄ мешают анионы SiO₃²⁻, SnO₃²⁻, WO₄²⁻ и другие, образующие осадки соответствующих кислот при подкислении раствора. Осаждению мешают также ионы Fe³⁺, Al³⁺, Cl⁻, MnO₄⁻ и другие, соосаждаемые с BaSO₄. Мешающие ионы должны быть предварительно удалены из анализируемого раствора.

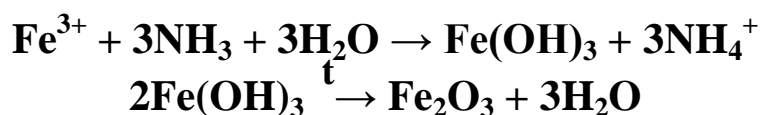
По массе полученного при прокаливании осадка определить содержание сульфат-ионов (С, г-йон/л) в анализируемом растворе по формуле:

$$C = mF \cdot 1000 / VM_{SO_4},$$

где m – масса гравиметрической формы, г; $F = 0.4116$ – гравиметрический фактор; V – объем анализируемого раствора, мл; $M_{SO_4} = 96$ – молекулярная масса сульфат-иона.

Лабораторная работа 2. Определение солей железа (III) в водном растворе

Цель работы: освоить методику определения солей железа, высаживаемого в виде аморфного осадка. Метод основан на осаждении железа (III) в виде аморфного коричневого осадка $Fe(OH)_3$ и получении гравиметрической формы (Fe_2O_3) прокаливанием:



Используемые приборы, реагенты и методики их приготовления. Муфельная печь, аналитические весы, водяная баня, эксикатор, стеклянные палочки, стеклянные воронки, фарфоровые тигли, мерный цилиндр вместимостью 100 мл, щипцы тигельные, химические стаканы вместимостью 200-250 и 100 мл, фильтры беззольные «красная лента».

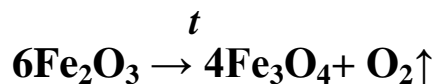
Аммиак, 10 % водный раствор; нитрат аммония, 2 % раствор; азотная кислота, концентрированная.

Методика выполнения анализа. Рассчитанную и взвешенную на аналитических весах навеску образца, содержащего Fe^{3+} (или аликвотную часть анализируемого раствора), переносят в стакан вместимостью 100 мл, подкисляют 2-3 каплями концентрированной HNO_3 для окисления ионов Fe^{2+} , возможно содержащихся в растворе, и для предотвращения гидролиза Fe^{3+} и нагревают на кипящей водяной бане до 70-80 °С.

К горячему раствору при постоянном перемешивании приливают 10 % водный раствор аммиака до появления устойчивого запаха, после чего к раствору с осадком приливают 100 мл горячей дистиллированной воды и ставят на кипящую водяную баню. После осаждения осадка, его фильтруют через бумажный беззольный фильтр «красная лента».

Осадок на фильтре промывают горячим 2 % раствором

нитрата аммония. Промывание заканчивают, когда проба дает отрицательную реакцию на полноту промывания. Промытый и подсушенный осадок озоляют и прокаливают в тигле при 1000-1200 °С. При длительном прокаливании возможно протекание следующих побочных реакций:



Для перевода Fe_3O_4 в Fe_2O_3 к охлажденной гравиметрической форме прибавляют 1-2 капли концентрированной HNO_3 и осторожно нагревают на пламени газовой горелки. При этом происходит окисление Fe^{2+} в Fe^{3+} .

Осаждению Fe^{3+} мешают катионы, осаждаемые водным раствором аммиака в виде гидроксидов (Be^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} и др.), анионы, которые в аммиачной среде образуют осадки с катионами, присутствующими в анализируемом растворе (PO_4^{3-} , AsO_4^{3-} , SiO_3^{2-} и др.), а также катионы, соосаждаемые $\text{Fe}(\text{OH})_3$, и ионы, образующие комплексные соединения с Fe^{3+} (F^- , PO_4^{3-} и др.). Все они перед проведением анализа должны быть удалены.

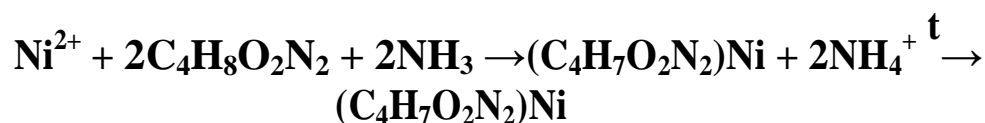
По массе полученного при прокаливании осадка определить содержание железа (С, г/мл) в анализируемом растворе по формуле:

$$C = mF/V,$$

где m - масса гравиметрической формы, г; $F = 0.6994$ – гравиметрический фактор; V – объем раствора, взятый для анализа, мл.

Лабораторная работа 3. Определение содержания никеля (II) в водном растворе

Цель работы: освоить методику определения ионов никеля (II) в водном растворе. Метод основан на образовании в аммиачной среде малорастворимого осадка диметилглиоксимата никеля ярко-розового цвета:



Используемые приборы, реагенты и методики их приготовления. Сушильный шкаф, аналитические весы, эксикатор,

фильтрующий стеклянный тигель № 3-20 (40 пор), колба Бунзена, водоструйный насос, стакан вместимостью 200 мл, диметилглиоксим, 1 % водный раствор динатриевой соли; соляная кислота, 2 М раствор; аммиак, 2 М раствор.

Методика выполнения анализа. Раствор, содержащий не более 30 мг никеля, разбавляют водой до 100 мл, подкисляют 2 М раствором HCl до слабокислой реакции, нагревают до 80 °С и добавляют раствор реагента в небольшом избытке. Необходимо добавить 5 мл реактива приблизительно на каждые 10 мг никеля, однако это соотношение должно быть увеличено, если в растворе присутствуют Co^{2+} и Fe^{2+} , образующие в этих условиях растворимые устойчивые хелаты. Затем добавляют 2 М раствор аммиака до появления запаха, что соответствует слабощелочной реакции (рН 8), и продолжают нагревать на водяной бане не более 1 ч. Не следует проводить длительного нагревания при доступе воздуха, так как в этих условиях может образоваться растворимый хелат никеля. После проверки полноты осаждения осадок фильтруют через стеклянный фильтрующий тигель и промывают теплой водой до исчезновения ионов Cl^- в промывных водах. Стеклянный тигель с осадком сушат в термостате при 110-120 °С до постоянной массы и взвешивают.

По массе (m , г) высушенного осадка определить содержание никеля (C , мг/мл) в анализируемом растворе по формуле:

$$C = 1000m \cdot F/V$$

Здесь $F = 0.2032$ – гравиметрический фактор; V – объем анализируемого раствора, мл.

Лабораторная работа 4. Гравиметрическое определение бария в $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Цель работы. Освоить методику количественного определения бария, используя гравиметрический метод. Ион Ba^{2+} образует ряд труднорастворимых солей: карбонат, оксалат, хромат, сульфат и др. Наименее растворимым является сульфат бария ($\text{ПР} = 1.1 \cdot 10^{-10}$). Это вещество удовлетворяет большинству требований, предъявляемых к осадкам в гравиметрическом анализе, но имеет склонность к образованию мелких кристаллов, которые при фильтровании могут проходить сквозь поры фильтра. Поэтому

следует обратить особое внимание на создание условий, благоприятствующих образованию крупнокристаллических осадков.

Приборы и материалы. Электроплитка, пипетки, асбестовая сетка, стеклянные палочки, тигли с крышками, муфельная печь, эксикатор с прокаленным CaCl_2 , щипцы, стаканы вместимостью 100 и 400 мл. Реактивы: $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 2 Н раствор HCl , 100 мл 2 Н раствора H_2SO_4 , воронки диаметром 60 мм, фильтр «синяя лента» диаметром 90 мм, разбавленная азотная кислота, конические колбы вместимостью 250 мл, раствор AgNO_3 , дистиллированная вода.

Методика выполнения анализа. Навеску $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (масса от 0.3 до 0.6 г) переносят в химический стакан вместимостью 400 мл, растворяют в 100 мл дистиллированной воды, прибавляют 3-5 мл 2 Н раствора HCl и нагревают на асбестовой сетке до начала кипения. Параллельно в другой колбе нагревают почти до кипения 3-5 мл 2 Н раствора H_2SO_4 , предварительно разбавленного 30 мл дистиллированной воды. Затем стакан с горячим раствором серной кислоты ставят на стол и медленно прибавляют при энергичном перемешивании палочкой горячий раствор хлорида бария (примерно по 2-3 капли в секунду).

После полного прибавления серной кислоты, палочку ополаскивают над стаканом стружкой воды из промывалки, накрывают часовым стеклом или листом бумаги и оставляют стоять не менее 12 часов для укрупнения (созревания) частиц осадка.

Для фильтрования осадка берут плотный фильтр «синяя лента», хорошо пригоняют к воронке и вставляют в коническую колбу. Затем декантируют жидкость над осадком по стеклянной палочке на фильтр, фильтрат проверяют на наличие мути (если мутный, следует профильтровать через тот же фильтр) и, если он прозрачный, выливают из колбы. После этого 3-4 раза промывают осадок декантацией горячей дистиллированной водой, слегка подкисленной соляной кислотой (2 мл 2 Н HCl на 100 мл воды), затем, взмутив осадок, его фильтруют. Приставшие к стенкам стакана частицы осадка удаляют стеклянной палочкой с надетым резиновым наконечником и смывают струей воды из промывалки. Осадок на фильтре промывают горячей дистиллированной водой до тех пор, пока в фильтрате жидкость, слегка подкисленная

азотной кислотой, не перестанет давать муть при добавлении нитрата серебра.

Подсушив фильтр с осадком, его переносят в доведенный до постоянного веса тигель, осторожно озоляют на электроплитке при закрытой крышке и прокаливают в муфельной печи 20 мин до обеления содержимого тигля, затем остужают в эксикаторе.

Рассчитывают содержание бария ($C_{Ba}, \%$) в навеске хлорида бария по формуле и сравнивают полученное значение с теоретическим (56.2 %):

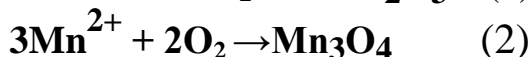
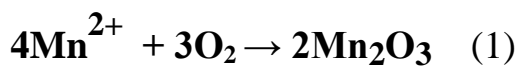
$$C_{Ba} = 100m \cdot F/G,$$

где m – масса полученного при прокаливании сульфата бария, г; $F = 0.5884$ – гравиметрический фактор; G – взятая для анализа навеска $BaCl_2 \cdot 2H_2O$, г.

Гравиметрическое определение методом измерения массы остатка (косвенным методом)

Лабораторная работа 5. Определение содержания двухвалентного марганца в солях сжиганием навески

Цель работы: освоить методику определения содержания двухвалентного марганца в солях на примере ацетата или хлорида марганца. Метод основан на высокотемпературном сжигании соли марганца до его оксида по реакции с последующим определением массы остатка:



Используемые приборы, реагенты и методики их приготовления. Муфельная печь, аналитические весы, эксикатор, стеклянные палочки, стеклянные воронки, фарфоровые тигли, щипцы тигельные.

Методика выполнения анализа. Взвешенную на аналитических весах навеску соли марганца (хлорид или ацетат марганца) помещают в подготовленный прокаленный тигель, ставят его в муфельную печь и поднимают температуру до 600-700 °С при сжигании по реакции (1) и до 1100-1300 °С при сжигании по реакции (2).

По массе (m , г) полученного оксида определить содержание

марганца (II) в анализируемом образце соли марганца (II) по формуле:

$$C_{Mn} = 100m \cdot F/G, \%$$

Здесь $F = 0.6960$ и 0.7203 в случае реакции (1) и (2), соответственно; G – навеска соли марганца (II), г.

Лабораторная работа 6. Определение содержания кристаллогидратной воды косвенным методом отгонки

Цель работы: освоить методику определения содержания воды в кристаллогидратах. Метод основан на измерении потери массы анализируемого образца при его высушивании в сушильном шкафу при фиксированной температуре. Конкретнее условия (температура, продолжительность высушивания и т.д.) определяются природой анализируемого объекта и указываются в методике анализа.

Используемые приборы, реагенты и методики их приготовления. Бюксы, весы аналитические, сушильный шкаф, эксикатор, пентагидрат сульфата меди.

Методика выполнения анализа. До проведения анализа рассчитывают оптимальную массу (m) исходной навески пентагидрата сульфата меди (II) $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, которую необходимо взять для определения содержания воды в этом соединении косвенным методом отгонки.

При выборе оптимальной массы исходной навески исходят из того, чтобы относительная ошибка определения не превышала $\pm 0.2\%$ при условии взвешивания образца на аналитических весах с точностью ± 0.0002 г. Массу исходной навески берут такой, чтобы масса удаляемых летучих веществ и масса остатка после их удаления была бы не менее 0.1 г. Расчет массы (m , г) проводят по формуле:

$$m = 0.1 \cdot 100/C, \text{ где}$$

C – теоретическое содержание кристаллизационной воды в кристаллогидрате, %:

$$C_{H_2O} = 100 \cdot M_{H_2O} / M_{CuSO_4 \cdot H_2O} = 100 \cdot 5 \cdot 18 / 249.7 = 36.04 \%$$

$$m = 0.1 \cdot 100 / 36.04 \approx 0.28 \text{ г}$$

Таким образом, оптимальная масса исходной навески не должна быть меньше 0.28 г.

Рассчитанную навеску анализируемого образца, взвешенную на аналитических весах с точностью ± 0.0002 г, помещают в сухой (предварительно взвешенный) бюкс или тигель, вносят в сушильный шкаф и выдерживают в течение примерно двух часов при заданной температуре (около 100-110 °С), при которой удаляются пары слабосвязанной воды и летучих веществ. Затем бюкс (тигель) быстро переносят в эксикатор с осушителем, охлаждают, выдерживая 30-50 мин при комнатной температуре, после чего бюкс (тигель) взвешивают вместе с содержимым на аналитических весах.

Описанную операцию повторяют, помещая снова образец в сушильный шкаф уже на менее продолжительное время: около часа. Повторные операции проводят до достижения постоянной массы бюкса (тигля) с образцом. Анализ обычно заканчивают тогда, когда разность между двумя последними взвешиваниями не превышает погрешности взвешивания на аналитических весах ± 0.0002 г.

Содержание кристаллизационной воды (С,%) в кристаллогидрате рассчитывают по формуле:

$$C = 100 \cdot m_{\text{ост.}} / m,$$

m – масса исходной навески кристаллогидрата, г; $m_{\text{ост.}}$ – масса остатка после высушивания кристаллогидрата, г.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Что называется гравиметрическим анализом?
2. Какие основные методы гравиметрического анализа вам известны? Какой из методов использовался в данной лабораторной работе?
3. Назовите основные этапы определения железа по методу осаждения.
4. Как производится взятие навески исследуемого вещества?
5. Как производится процесс осаждения?

6. Что понимают под гравиметрической формой? Какие основные требования к ней предъявляются?
7. Как осуществляется перевод осадка в гравиметрическую форму? Каким способом это осуществлялось в данной лабораторной работе?
8. От каких факторов зависят размер и число частиц осадка?
9. Какие требования предъявляются к осадителю в гравиметрическом анализе?
10. Какие требования предъявляются к осаждаемой и гравиметрической формам?
11. Как влияют на растворимость осадка присутствие одноименных с осадком ионов, рН среды, ионная сила раствора, конкурирующие реакции комплексообразования?
12. Какими причинами обусловлено загрязнение кристаллических осадков, аморфных осадков?
13. Обоснуйте условия осаждения кристаллических и аморфных осадков.
14. Какими преимуществами обладают органические осадители перед неорганическими? Какие органические осадители Вы знаете?
15. Предложите и обоснуйте состав промывной жидкости для промывания осадков: $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Al}(\text{C}_9\text{H}_6\text{NO})_3$, AgCl .
16. Какие фильтры применяют в гравиметрии для отделения осаждаемой формы?
17. Важнейшие органические и неорганические осадители.
18. Погрешности в гравиметрическом анализе.
19. Аналитические весы. Чувствительность весов и ее математическое выражение.
20. Примеры практического применения гравиметрического метода анализа.
21. Выпадет ли осадок AgCl при смешении равных объемов 0.2 М раствора NaCl и 0.1 М раствора AgNO_3 ?
22. Выпадет ли осадок $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ при смешении равных объемов 0.1 М раствора CaCl_2 и 0.05 М раствора Na_3PO_4 ?
23. Вычислить растворимость AgI : а) в воде; б) в 0.1 М растворе AgNO_3 ; в) в 0.01 М растворе KNO_3 .
24. Вычислить растворимость в 0.001 М растворе HCl : а) BaCO_3 б) AlPO_4 .

25. Вычислить растворимость: а) AgCl в 1 М водном растворе аммиака; б) FePO_4 в 1 М растворе NH_4OH .

Литература

1. Жебентяев А. И. , Жерносек А. К., Тануть Л. Е. Аналитическая химия. Химические методы анализа. М.: Новое знание, 2010. - 542 с.
2. Основы аналитической химии: учебник для вузов: в 2 кн. Кн. 2: Методы химического анализа / Моск. гос. ун-т; под ред. Ю.А. Золотова, - 3-е изд., перераб. и доп. - М.: высшая школа, 2004. - 503 с.
3. Основы аналитической химии. Задачи и вопросы: учебное пособие / под ред. Ю. А. Золотова. - 2-е изд., испр. - М.: Высшая школа, 2004. - 412 с.
4. Хаханина Т. И. Аналитическая химия [Текст]: учебное пособие, 2010. - 278 с.