

Визначення сухого залишку

Сухий залишок характеризує солеміст і кількість колоїдно-розчинених у воді речовин. Величина сухого залишку характеризує загальну кількість нелетких органічних і неорганічних речовин, які добре розчиняються у воді. У природних водоймищах значення сухого залишку не повинно перевищувати 1000 мг/дм³ (ДСТ 18164-72).

Визначення сухого залишку без додавання соди (проводиться в день відбору проби)

250-500 мл профільтрованої води випарюють в попередньо висушеній до постійної маси фарфоровій чашці.

- Випарюють на водяній бані з дистильованою водою.
- Сушать чашку з сухим залишком в термостаті при 110° С до постійної маси.
- Сухий залишок (X) в мг/л обчислюють за формулою

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 1000}{V_n}$$

де m- маса чашки з сухим залишком, мг

m₁ – маса пустої чашки , мг

V_n – об'єм води, мл.

Визначення сухого залишку з додаванням соди (проводиться в день відбору проби)

250-500 мл профільтрованої води випарюють в фарфоровій чашці попередньо висушеній до постійної маси при 150° С .

- Випарюють на водяній бані з дистильованою водою. Після того, як в чашку прилита остання порція води, вносять піпеткою 25 мл точного 1% розчину Na₂CO₃ з таким розрахунком, щоб маса прибавленої соди приблизно в 2 рази перевищувала масу визначуваного осаду. Для звичайних прісних вод достатньо 250 мг безводної соди (25 мл 1% розчину Na₂CO₃)

- Розчин добре перемішують скляною паличкою. Паличку обмивають дистильованою водою, збираючи воду в чашку з осадом.

- Сушать чашку з сухим залишком в термостаті при 150° С до постійної маси.
- Різниця в масі між чашкою з сухим залишком і початковою масою чашки з содою (1 мл розчину соди містить 10 мг Na₂CO₃) дає величину сухого залишку у визначуваному об'ємі.
- Сухий залишок (X) в мг/л обчислюють за формулою

$$X = \frac{m - (m_1 + m_2) \cdot 1000}{V_n},$$

де m- маса чашки з сухим залишком, мг

m₁ – маса пустої чашки , мг

m₂ – маса доданої соди , мг

V_n – об'єм води, мл

Розходження між результатами повторних визначень не повинні перевищувати 10 мг/л, якщо сухий залишок не перевищує 500 мг/л; при більш високих концентраціях розходження не повинно перевищувати 2 відн %.

Тести для самоконтролю

1. Для визначення масової частки Ca²⁺ застосовують гравіметричний метод аналізу

(осаджувач – розчин амоній оксалату). Указати гравіметричну форму:

- а) кальцій (II) оксид;
- б) кальцій (II) оксалат безводний;
- в) кальцій (II) хлорид;
- г) кальцій (II) карбонат;
- д) кальцій (II) гідроксид.

2. На аналітичних терезах можна зважувати з точністю до:

- а) 0,1 г;
- б) 0,01 г;
- в) 0,001 г;
- г) 0,0001 г;
- д) 1 г.

3. Указати перевагу гравіметричного аналізу:

- а) висока точність аналізу;
- б) висока чутливість та довготривалість аналізу;
- в) висока селективність та довготривалість аналізу;
- г) невисока чутливість та експресивність аналізу;
- д) невисока чутливість та висока точність аналізу.

4. Гравіметричне визначення карбонат-іонів у забрудненому препараті проводять методом:

- а) прямої відгонки;
- б) виділення;
- в) осадження;
- г) непрямой відгонки;
- д) виділення та непрямой відгонки.

5. Визначити, яка з наведених не є умовою осадження кристалічних осадів:

- а) осадження проводять з розведених розчинів;
- б) розчин осаджувача додають повільно, по краплях, при перемішуванні;
- в) осадження проводять з гарячого розчину гарячим осаджувачем;
- г) осад повинен «визріти» протягом декількох годин;
- д) осад фільтрують одразу після осадження.

6. Визначити, яка з наведених не є умовою осадження аморфних осадів:

- а) осадження проводять з концентрованих розчинів;
- б) розчин осаджувача додають швидко;
- в) осадження проводять з гарячих розчинів у присутності електроліту-коагулятора;
- г) осад повинен «визріти» протягом декількох годин;
- д) осад фільтрують одразу після осадження.

7. Повнота осадження досліджуваних іонів є визначальною при виборі осадової форми. Осадження вважається повним, якщо залишкова концентрація досліджуваних іонів у розчині над осадом не перевищує:

- а) 10^{-4} г/л;
- б) 10^{-7} г/л;
- в) 10^{-8} г/л;
- г) 10^{-6} г/л;
- д) 10^{-5} г/л.

8. До операцій гравіметричного аналізу не належить:

- а) відбір середньої проби;

- б) стандартизація титранту;
- в) взяття наважки;
- г) фільтрування та промивання осаду;
- д) прожарювання та зважування осаду.

9. До осадової форми висувають такі вимоги: мала розчинність, зручна структура, кількісний та швидкий перехід у гравіметричну форму. Тому для кількісного визначення вмісту Pb^{2+} -іонів їх осаджують у вигляді:

- а) $PbMoO_4$ (кристалічний, $DP = 4,0 \cdot 10^{-6}$);
- б) $PbCrO_4$ (аморфний, $DP = 1,8 \cdot 10^{-14}$);
- в) PbO_2 (кристалічний, $DP = 3,0 \cdot 10^{-66}$);
- г) $PbSO_4$ (дрібнокристалічний, $DP = 1,6 \cdot 10^{-8}$);
- д) $PbCO_3$ (аморфний, $DP = 7,5 \cdot 10^{-14}$).

10. Відносно до гравіметричного методу аналізу вірні всі перелічені твердження, зокрема:

- а) метод засновано на законі збереження мас;
- б) основною операцією є зважування на аналітичних терезах;
- в) немає необхідності у застосуванні стандартних розчинів;
- г) гравіметрія характеризується високою швидкістю;
- д) метод можливо застосовувати для визначення летких речовин, у т.ч. води.

11. Вибрати осадову форму для гравіметричного визначення ферум (III):

- а) $Fe_2(SO_4)_3$;
- б) $Fe(OH)_3$;
- в) FeO ;
- г) $FeCO_3$;
- д) $FeCl_3$.

12. Гравіметричне визначення вологи у фармацевтичних препаратах виконують методом:

- а) прямої відгонки;
- б) осадження;
- в) виділення;
- г) непрямої відгонки;
- д) виділення та непрямої відгонки.

13. Для визначення Fe^{3+} -іонів у воді застосовують реакцію осадження у вигляді $Fe(OH)_3$.

Указати гравіметричну форму:

- а) $Fe(OH)_3$;
- б) Fe_3O_4 ;
- в) $Fe(OH)_2$;
- г) FeO ;
- д) Fe_2O_3 .

14. Аналіз кристалогідрату натрій сульфату виконують гравіметричним методом, осаджуючи сульфат-іони розчином барій (II) хлориду. Після визрівання осад барій (II) сульфату промивають декантацією з використанням у якості промивної рідини:

- а) розчин амоній сульфату;
- б) розведений розчин сульфатної кислоти;
- в) дистильовану воду;

- г) розчин натрій сульфату;
- д) розчин барій (II) хлориду.