# **Лабораторне заняття № 7**

**Тема: ВАГОВИЙ АНАЛІЗ (ГРАВІМЕТРІЯ).**

**Мета:** засвоїти теоретичні основи гравіметричного методу аналізу. Оволодіти прийомами визначення кількісного вмісту кристалізаційної води, вологості, барію в кристалічному барію хлориді, феруму (ІІІ) в розчинах, проводити розрахунки на основі фізико-хімічних законів.

**Теоретичні положення**

В основі вагового методу аналізу лежать закони постійності складу і закон еквівалентів. Гравіметричний аналіз проводиться в двох варіантах: виділенням якого-небудь компонента в елементарному вигляді (методи відгонки) і у вигляді сполуки певного складу (методи осадження).

В методах відгонки певну складову частину досліджуваної речовини відганяють, визначаючи таким чином її вміст у речовині. Більш широко використовується у ваговому аналізі метод осадження.

Ваговим методом визначають кристалізаційну воду в солях, гігроскопічну воду в ґрунті, добривах, рослинному матеріалі.

Гравіметричним методом визначають вміст фосфору в фосфоритах, апатитах, фосфорних добривах, ґрунтах; вміст кальцію та магнію в вапняках, силікатах; вміст алюмінію та заліза у фосфоритах та іншій мінеральній сировині.

* 1. **Приклади вагових визначень**

**1.1.1.** **Визначення кристалізаційної води в кристалічному барію хлориді**

***Прилади та реактиви****:* скляні бюкси, сушильна шафа, ексикатор, аналітичні терези, барію хлорид (кристалогідрат).

***Хід роботи***

1. Чистий скляний бюкс висушують у сушильній шафі при 120-125°С до постійної маси і зважують на аналітичних терезах.
2. Сіль барію хлориду швидко розтирають у фарфоровій ступці і зважують (1- 3) г у приготовлений бюкс.
3. Бюкс із сіллю ставлять у сушильну шафу і витримують при температурі 120-125°С приблизно 2 години.
4. Після висушування бюкс ставлять в ексикатор і через 15 хвилин зважують. Висушування повторяють до постійної маси бюкса із сіллю. В даному аналізі запис результатів досліджень може мати наступний вигляд:

маса пустого бюкса – m1;

маса бюкса із сіллю до висушування – m2;

наважка солі – g = m2-m1;

маса бюкса із сіллю після висушування – m3;

маса кристалізаційної води в наважці – m = m2-m3.

Визначають вміст води в кристалогідраті (у %) за формулою:



**1.1.2.** **Визначення вологості речовин**

***Прилади****:* сушильна шафа, аналітичні терези, скляні бюкси, ексикатор.

***Хід роботи***

1. Висушують бюкс до постійної маси.
2. Зважують середню пробу (середня проба має бути складена з великої кількості малих порцій, які взяті в різних місцях матеріалу, що аналізуються).
3. Зважують у бюкс наважку (2-5 г ) подрібненого матеріалу і висушують при температурі 100-120°С до постійної маси. При визначені вологості ґрунту, кормів (сіна, соломи) підтримують температуру 100-105°С. Амонійні солі сушать при більш низькій температурі: (NH4)2SO4 – 100°C; NH4Cl – 80°C; сечовина – 65-70°С.
4. Визначають %-ний вміст води у зразку.

**1.1.3. Визначення барію в кристалічному барію хлориді (BaCl2·2H2O)**

***Прилади та реактиви****:* аналітичні терези, електроплитки, водяні бані, штативи з кільцем, сушильна шафа, муфельна піч, ексикатор, скляні бюкси, стакани, скляні палички, фільтри (синя стрічка), лійки, тиглі, барію хлорид (кристалогідрат).

***Розчини****:* хлороводневої кислоти (2н), сульфатної кислоти (0,2н), срібла нітрату (0,1 н).

Для визначення барію використовують метод осадження барію у вигляді малорозчинного барію сульфату:

BaCl2+H2SO4=BaSO4↓+2HCl

***Розрахунок наважки речовини***

Для аналізу рекомендується брати такі наважки речовини, щоб вага прожареного кристалічного осаду (G) була 0,5 г.

Величину наважки розраховують за формулою:



*Ma* – молярна маса речовини, що аналізують;

*Mв* – молярна маса вагової форми;

*q* – наважка речовини, що аналізують;

*G* – маса вагової форми;

*а, с* – коефіцієнти в рівнянні реакцій.

***Розрахунок об’єму розчинника***

Для гравіметричних визначень, які виконуються методом осадження, далі розраховують об’єм розчинника.

Наважку речовини, що аналізують, розчиняють у такому об’ємі розчинника, щоб отримати розчин із масовою долею речовини – 0,5-1 %.

;

*m(р-ну)=m(р-ка)+q*;

*.*

Отримуємо формули:

*m(р-ну)=*;

*m(р-ка)=m(р-ну)-q*;

,

*w* – масова доля розчиненої речовини;

*m(р-ка) –* маса розчинника;

*V(р-ка)* – об’єм розчинника;

*ρ(р-ка) –* густина розчинника.

***Розрахунок маси осаджувача***

Розрахунок маси осаджувача ведуть, виходячи зі стехіометричного співвідношення реагентів:

 аА + вВ = сС + dD;

Для повноти осадження використовують надлишок осаджувача, в 1,5 раза більше, ніж за рівнянням реакції.



*g* – наважка речовини, що аналізують.

***Хід роботи***

1. В бюксі або на годинниковому склі зважують точну наважку (0,5 г) кристалічного барію хлориду, кількісно переносять її у стакан, розчиняють в 50 мл води, додають 5 мл 2н HCl і нагрівають майже до кипіння.
2. У другому стакані нагрівають до кипіння півторакратний надлишок осаджувача – розчин (0,2н) H2SO4. По краплі додають гарячий розчин сульфатної кислоти до гарячого розчину барію хлориду, постійно помішуючи скляною паличкою.
3. Стакан з осадом та паличкою накривають папером і прогрівають на киплячій водяній бані.
4. Коли осад осадять, перевіряють повноту осадження іону Ва2+, для чого обережно по стінці стакану чи палички додають 1-2 краплі H2SO4 і спостерігають чи з'явиться муть. Потім залишають стакан з осадом для його дозрівання на декілька годин.
5. Рідину над осадом декантують на фільтр, не каламутячи осад. Осад промивають 2-3 рази методом декантування підкисленою дистильованою водою (5 мл 2н HCl на 100мл води). Кожний раз використовують 20-30 мл промивної рідини. Після цього осад промивають 2-3 рази дистильованою водою до виділення іонів Cl- (проба з AgNO3).
6. Осад кількісно переносять на фільтр. Фільтр з осадом підсушують у сушильній шафі разом із лійкою.
7. Висушений фільтр з осадом переносять у прожарений і точно зважений тигель і прожарюють осад у муфельній печі 10-15 хвилин при 300°С.
8. Переносять тигель в ексикатор для охолодження та зважують. Прожарювання повторяють до тих пір, поки різниця двох останніх зважувань буде не більше 0,0002 г.
9. Усі дані заносять у лабораторний журнал, визначають масу осаду і розраховують вміст барію у кристалічному барії хлориді.

Формула для розрахунку результатів аналізу:

;

*Х* – вміст частини, яку визначають у %;

*G* – маса вагової форми після прожарювання;

*М1* – молярна маса частини, яку визначають у грамах;

*Мв*– молярна маса вагової форми;

*g* – наважка речовини, яку аналізують у грамах.

**1.1.4. Визначення феруму (ІІІ) у розчинах**

***Прилади та реактиви****:* електроплитки, сушильна шафа, муфельна піч, штативи з кільцем, стакани, скляні палички, фільтри (біла стрічка), лійки, тиглі.

***Розчини****:* нітратна кислота (2н), амонію гідроксид (10 %), амонію нітрат (2 %), аргентум нітрат (0,1н).

Найбільш поширеним способом вагового визначення феруму є осадження його у вигляді гідроксиду й зважування отриманого оксиду.

FeCl3 + 3NH4OH → Fe(OH)3 + 3NH4Cl;

2Fe(OH)3 **Fe2O3 + 3H2O.

***Хід роботи***

1. Розчин, який аналізують (містить не більш 0,1 г феруму), підкислюють 3-5 мл 2н HNO3 і обережно нагрівають, не даючи рідині закипіти.
2. До гарячого розчину додають краплями 10%-вий розчин аміаку до появи слабкого запаху, після чого вміст стакану добре перемішують скляною паличкою і розбавляють приблизно до 80-100 мл гарячою дистильованою водою.
3. Дають рідині відстоятися 5 хвилин, після чого перевіряють повноту осадження додаванням 1-2 крапель розчину аміаку.
4. Зливають на фільтр (біла стрічка) шар рідини, промивають методом декантування декілька разів гарячим 2 % розчином NH4NO3 і кількісно переносять на фільтр.
5. Осад на фільтрі промивають до повного видалення іонів Cl- (перевірка промивних вод на іони Cl- дією AgNO3).
6. Промитий осад просушують у сушильній шафі разом із фільтром і переносять у прожарений до постійної маси тигель.
7. Фільтр обвуглюють на маленькому полум’ї спиртівки так, щоб він не загорівся. Потім проводять прожарювання у муфельній печі при температурі 800-900°С до постійної маси.
8. Результати аналізу записують у журнал. Розрахунок проводять так само як у попередній роботі.

***Контрольні запитання***

1. У чому суть гравіметричного методу аналізу?
2. Класифікація методів гравіметричного аналізу.
3. Назвіть операції вагового визначення методом осадження.
4. Яким вимогам мають відповідати осади в гравіметричного методі аналізу? Яких умов необхідно дотримуватися при осадженні кристалічних та аморфних осадів?
5. Дати визначення поняттям: осаджувана та вагова форми. Які вимоги висуваються до цих форм?
6. Для чого проводять визрівання осадів?
7. У чому суть виразу «прожарити тигель до постійної маси»?
8. Як визначають вміст кристалізаційної води в кристалогідратах? Який температурний режим витримують при висушуванні кристалогідратів?
9. Яку величину наважки рекомендують брати для аналізу? Як розрахувати величину наважки?
10. Які вимоги пред'являються до розчинника? Як розрахувати об'єм розчинника?
11. Які вимоги пред'являються до осаджувача? Як розрахувати масу осаджувача?
12. Які осади придатні для гравіметричних визначень Ca2+, Ba2+, Mg2+, Fe2+, Fe3+, Ni2+, Co2+, Zn2+, Bi3+ за значенням добутків розчинності?
13. Які вагові форми мають осади: CaCO3, Fe(OH)3, AgCl, BaSO4, CaC2O4?
14. Чому кальцій осаджують у ваговому аналізі (NH4)2C2O4? Чим краще осадити іон Ag+: розчином NaCl чи NH4Cl?
15. Яка з названих солей кальцію: CaSO4; CaCO3; CaC2O4 більш підходить для визначень Ca2+ ваговим методом?
16. При визначенні заліза (III) в розчинах, що аналізують перед додаванням осаджувача, підкислюють. Для чого це роблять?