

Лабораторна робота № 1.2

Гравіметричний (ваговий) аналіз

Гравіметричним аналізом називають метод кількісного хімічного аналізу, в основі якого лежить точне вимірювання маси, що визначає компонент проби, виділений в елементарному вигляді, або у вигляді сполук визначеного складу.

Кількісне визначення того чи іншого компонента речовини, що аналізується, полягає в ряді послідовних операцій: взяття середньої проби, підготовка речовини до аналізу; взяття наважки, її розчинення або сплавлення, тощо.

У підготовленому для аналізу розчині кількісне визначення його компонентів може бути здійснене різними методами (гравіметричним, титриметричним та іншими), кожному з яких властива своя техніка виконання операцій. У гравіметричному аналізі в підготовленому розчині проводять осадження компоненту, який визначається, у вигляді будь-якої малорозчинної сполуки, промивання осаду, висушування або прожарювання його, зважування й розрахунок результатів аналізу.

У проведенні аналізу від відбору середньої проби до розрахунків результатів немає другорядних неважливих деталей. Кожна операція вимагає охайного та ретельного виконання, тільки в такому випадку можна отримати надійні результати.

Визначення кристалізаційної води в барій хлориді

Воду можна визначити прямим або непрямим (посереднім) методами. Прямі методи полягають у поглинанні парів води, що виділяються при нагріванні аналізованої проби з поглиначем. Поглинач зважують до і після поглинання та за збільшенням маси визначають вміст води в пробі.

Більш простими є непрямі методи. Тут вміст води визначається за втратою маси в пробі, що нагрівається до певної температури або висушується в ексикаторі.

Цими методами звичайно визначають гігроскопічну воду. У деяких випадках висушування до постійної маси використовується для визначення кристалізаційної води в солях.

Визначення кристалізаційної води в барій хлориді непрямим методом засноване на тому, що барій хлорид легко втрачає кристалізаційну воду при температурі трохи вище 100°C ; зневоднена сіль, яка при цьому утворюється, нелетка й не розкладається навіть при більш високих температурах.

Хід аналізу

Попередньо готують для зважування бюкс, який являє собою скляну або металічну склянку зі щільно закритою кришкою. Для цього бюкс поміщають у сушильну шафу при температурі 105°C та висушують її до постійної маси. Зважування охолодженого в ексикаторі бюкса проводять на аналітичних вагах з точністю до 4-го знаку. Якщо різниця між двома послідовними зважуваннями не перевищує 0,2-0,4 мг, масу вважають постійною. Потім у бюкс відважують наважку вагою 1 г барій хлориду, попередньо подрібненого в ступі до грубого порошку. Зважування проводять з точністю до 4-го знаку. Бюкс з наважкою солі поміщають у сушильну шафу та висушують протягом однієї години при температурі 105°C . При цьому вода повинна випаруватися. Потім бюкс закривають кришкою, поміщають у ексикатор і після охолодження зважують. Операції висушування, охолодження та зважування повторюють до отримання постійної маси. Час наступного висушування складає 30-40 хвилин.

Відсотковий вміст кристалізаційної води визначають за втратою у вазі бюкси з наважкою після висушування.

В даному аналізі запис результатів досліджень може мати наступний вигляд:

маса пустого бюкса – m_1 ;

маса бюкса із сіллю до висушування – m_2 ;

наважка солі – $g = m_2 - m_1$;

маса бюкса із сіллю після висушування – m_3 ;

маса кристалізаційної води в наважці – $m = m_2 - m_3$.

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

$$\omega(H_2O) = \frac{m}{g} \times 100\%$$

Розрахунки

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

Величину наважки розраховують за формулою:

$$q = \frac{a \cdot Ma \cdot G}{c \cdot Mb}$$

Ma – молярна маса речовини, що аналізують;

Mb – молярна маса вагової форми;

q – наважка речовини, що аналізують;

G – маса вагової форми;

a, c – 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 %.

$$\omega = \frac{q}{m(p-ну)} \cdot 100\%;$$

$$m(p-ну) = m(p-ка) + q;$$

$$\rho(p-ка) = \frac{m(p-ка)}{V(p-ка)}.$$

Отримуємо формули:

$$m(p-ну) = \frac{q \cdot 100}{\omega};$$

$$m(p-ка) = m(p-ну) - q;$$

$$V(p-ка) = \frac{m(p-ка)}{\rho(p-ка)},$$

ω – масова доля розчиненої речовини;

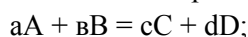
$m(p-ка)$ – маса розчинника;

$V(p-ка)$ – об'єм розчинника;

$\rho(p-ка)$ – густина розчинника.

Розрахунок маси осаджувача

Розрахунок маси осаджувача ведуть виходячи зі стехіометричного співвідношення реагентів:



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

$$m(B) = \frac{b \cdot M(B) \cdot g(A)}{a \cdot M(A)}$$

g – наважка речовини, що аналізують.

Формула для розрахунку результатів гравіметричного аналізу:

$$X = \frac{G \cdot M_1 \cdot 100}{g \cdot M_2};$$

X – вміст частини, яку визначають у %;

G – маса вагової форми після прожарювання;

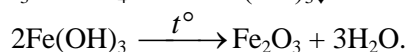
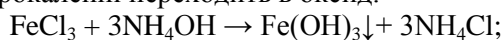
M_1 – молярна маса частини, яку визначають у грамах;

M_2 – молярна маса вагової форми;

g – наважка речовини, яку аналізують у грамах.

Визначення Феруму у солях

Визначення Феруму у солях засноване на його окисленні до тривалентного й осадженні у вигляді гідроксиду, що при прокаленні переходить в оксид:



Окислення проводять за допомогою нітратної кислоти.

Осаджуючи розчином амоніаку іони тривалентного Феруму, отримують ферум (III) гідроксид.

Оскільки ферум (III) гідроксид становить гідрофільний осад, його осадження необхідно проводити з концентрованих розчинів. Інакше осади отримуються дуже об'ємними й адсорбують на своїй поверхні сторонні іони.

З метою одержання легко фільтруючих, вільних від забруднення осадів, проводять осадження при температурі кипіння та дають осад деякий час постояти в теплому місці.

Необхідні реактиви:

1. Хлоридна кислота, розбавлена 1:1;
2. Нітратна кислота, концентрована;
3. Амоніак, розбавлений 1:1;
4. 0,5%-ний розчин аргентум нітрату.

Хід аналізу

Розраховують необхідну для аналізу наважку солі Мора або іншої солі Феруму (II), що містить від 40 до 60% домішків, враховуючи оптимальну масу прокаленого осаду 0,05-0,07г. Виважену на аналітичних вагах наважку аналізуючої солі переводять у склянку та розчиняють у 20 см³ води в присутності 5 см³ хлоридної кислоти 1:1. Нагрівають розчин до кипіння й окислюють Ферум (II), приливаючи по краплинам 1 см³ концентрованої нітратної кислоти. Спочатку розчин темніє внаслідок утворення FeSO₄*NO, а потім приймає жовтий колір. Окислення закінчується після 3-5 хвилин кипіння. До розчину, що містить іони Феруму (II), додають 50 см³ води, знову нагрівають і осаджують, перемішуючи амоніаком (1:1), який доливають до появи слабкого запаху.

Потім швидко приливають 200 см³ гарячої води, даючи осад зібратися на дні склянки, й одразу фільтрують крізь беззольний фільтр (червона стрічка). Коли весь розчин відфільтровано, осад декантують, тобто промивають у склянці невеликими порціями (30-40 см³) гарячої води. Потім осад переносять на фільтр, залишок часток на стінках склянки за допомогою палички і шматочку беззольного фільтру ретельно переносять туди ж.

Осад на фільтрі промивають гарячою водою до тих пір, доки промивні води, підкислені нітратною кислотою, не перестануть давати реакцію з аргентум нітратом.

Фільтр з осадом залишають на місці, щоб з нього стекла вода, а потім трішки підсушують його. Згорнувши кінці фільтру, його поміщають у виважений фарфоровий тигель, обережно обпалюють і прокалюють при 800⁰С до постійної ваги.

Проводять розрахунок вмісту Феруму (II) у солі.

Визначення Ніколу

Для осадження Ніколу використовують органічний реактив – диметилгліоксим, запропонований у 1905 році відомим російським хіміком Ю.А. Чугаєвим.

Іони Ніколу при дії диметилгліоксиму в середовищі амонію кількісно осаджують у вигляді гольчатого кристалевого осаду червоного кольору – комплексної солі ніколдиметилгліоксимату (напишіть рівняння реакції).

Якщо в розчині присутні іони Феруму (наприклад, при визначенні Ніколу в сталі), необхідно застосовувати комплексоутворювачі, які утримували би Ферум в розчині. До таких відносяться тартратна та цитратна кислоти, їх солі та інші.

Одержаний осад ніколдиметилгліоксимату відфільтровують і промивають. Визначення може бути закінчене двома шляхами:

1. висушуванням осаду до постійної маси при 120⁰С та виваженням у вигляді ніколдиметилгліоксимату;
2. прокалюванням осаду та виваженням у вигляді нікол оксиду.

Необхідні реактиви:

1. 1%-ний розчин диметилгліоксиму в амоніаку;
2. хлоридна кислота 1:1;
3. 1% -ний розчин амоніаку.

Хід аналізу

В розчин, що містить іони Ніколу, додають 2 см³ хлоридної кислоти, розбавляють теплою водою до 200 см³ і доливають 20 см³ розчину диметилгліоксиму. Потім додають амоніак до слабого запаху після перемішування, обережно нагрівають до 70⁰С і дають відстоятись 30 хвилин. Фільтрують крізь беззолний фільтр середньої щільності (біла стрічка).

Осад декантують 5 разів розбавленим розчином амоніаку (1%-ний розчин), переносять на фільтр і 5 разів промивають теплою водою.

Проводять пробу на повноту промивання від хлорид-іонів.

Трохи підсушений фільтр поміщають у виважений фарфоровий тигель і прожарюють у муфельній печі при 600⁰С до постійної маси. Перше промивання проводять 30 хвилин, повторне – 15 хвилин.

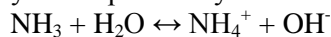
Осад NiO зважують і розраховують у ньому вміст Ніколу.

Визначення Магнію

Магній осаджують з кислого розчину натрій фосфатом або амоній фосфатом, з наступним додаванням надлишку амоніаку.

Напишіть рівняння реакції.

Осадженню Магнію амоніаком у вигляді гідроксиду перешкоджає присутність у розчині значної кількості іонів амонію, які зсувають рівновагу:



вліво, зменшуючи концентрацію гідроксид-іонів.

З метою отримання крупнокристалічних осадів осадження проводять повільно, в присутності хлоридної кислоти.

Так як осад, що утворився, MgNH₄PO₄·6H₂O, володіє великою розчинністю, осадження проводять на холоді з невеликих об'ємів розчину.

З цієї причини промивання осаду проводять не чистою водою, а розбавленим 1%-ним розчином амоніаку. При цьому одночасно усувають гідроліз солі MgNH₄PO₄, який веде до утворення ще більш розчинної солі MgHPO₄.

Напишіть рівняння реакції.

При спалюванні осаду необхідно виконувати певні умови, пов'язані зі здатністю осаду сплавлятися й обволікати незгорілі частки вугілля.

Внаслідок недотримання умов спалювання осадів, вони отримуються чорними та дають зовсім високі результати.

Необхідні реактиви:

1. концентрована хлоридна кислота;
2. 25%-ний розчин амоній гідроген фосфату;
3. амоніак, концентрований і розбавлений 1:20;
4. 0,5%-ний розчин аргентум нітрату.

Хід аналізу

До розчину, що містить сіль Магнію, додають 5 см³ концентрованої хлоридної кислоти, розбавляють до 100 см³ водою, додають декілька краплин індикатору метилоранжа (рожеве забарвлення) та 10 см³ 25%-ного розчину амоній гідрогенфосфату.

Потім повільно, безперервно помішуючи, доливають концентрований розчин амоніаку до переходу забарвлення розчину в жовте.

Перемішують протягом 5-10 хвилин, не торкаючись склянкою паличкою дна та стінок склянки. Потім створюють надлишок концентрованого розчину амоніаку (доливають приблизно 20 см³), перемішують ще 2 хвилини та залишають відстоюватися на 12 годин. Через 12 годин проводять пробу на повноту осадження, фільтрують крізь щільний фільтр (синя стрічка), декантують, а потім промивають осад на фільтрі розбавленим (1:20) розчином амоніаку.

Проба на повноту промивання проводиться після 4 промивань (за допомогою аргентум нітрату).

Для отримання білих осадів магній пірофосфату необхідно дуже обережно проводити спалювання та прожарювання осаду.

Краще всього тиглі з осадами помістити в холодний муфель, а потім поступово нагрівати його до певної температури (1000⁰С).

Розраховують кількість Магнію в одержаному для аналізу розчині в грамах.

Контрольні питання до лабораторної роботи 1.2

1. У чому полягає сутність гравіметричного методу аналізу?
2. Яка класифікація методів гравіметричного аналізу?
3. Яку величину наважки рекомендують брати для аналізу? Як розрахувати величину наважки?
4. Які вимоги становлять до розчинника? Як розрахувати об'єм розчинника?
5. Які вимоги становлять до осаджувача? Як розрахувати масу одержувача?
6. Які осадки придатні для гравіметричного визначення: Ca²⁺, Ba²⁺, Mg²⁺, Fe²⁺, Fe³⁺, Ni²⁺, Co²⁺, Zn²⁺, Bi³⁺ за значенням добутку розчинності?
7. Які вагові форми мають осадки: CaCO₃, Fe(OH)₃, AgCl, BaSO₄, CaC₂O₄?
8. Чому кальцій осаджують у ваговому аналізі (NH₄)₂C₂O₄, а не Na₂C₂O₄? Чим краще осаджувати іон Ag⁺: розчином NaCl або NH₄Cl?
9. Яка з перерахованих солей Кальцію: CaSO₄, CaCO₃, CaC₂O₄ більш підходить для визначення Ca²⁺ ваговим методом?
10. При визначенні Феруму (III) в розчинах аналізований розчин перед додаванням осаджувача підкислюють. Для чого це роблять?
11. Дайте визначення й характеристику поняттям: колоїд, пересичення, коагуляція, пептизація, співосадження, оклюзія.
12. Причини забруднення осадів в гравіметрії.
13. Способи промивання осадів.
14. За допомогою хімічних реакцій поясніть вплив концентрації:
 - а) Mg²⁺ на розчинність MgNH₄PO₄;
 - б) H₃O⁺ на розчинність CaCO₃;
 - в) Hg²⁺ на розчинність HgI₂