Министерство образования и науки Российской Федерации

Федеральное агентство по образованию

Государственное учреждение высшего профессионального образования

"ПОВОЛЖСКАЯ ГОСУДАРСТВЕННАЯ СОЦИАЛЬНО-ГУМАНИТАРНАЯ АКАДЕМИЯ"

Естественно-географический факультет

кафедра химии и методики ее преподавания

Аналитическая химия

КУРСОВАЯ РАБОТА

на тему: "Гравиметрический анализ"

Исполнитель –

студент 3 курса отделения

"Химия, биология" Жуков А. С.

Научный руководитель –

кандидат педагогических наук

доцент Гиренкова Л. К.

Самара 2009

**Содержание**

Введение

Глава I. Сущность гравиметрического анализа

1.1 Теоретические основы

1.2 Механизм реакции осаждения

1.3 Осаждаемая и гравиметрическая формы

1.4 Растворимость осадков

1.5 Загрязнение осадков

1.6 Получение осаждаемой формы

1.7 Фильтрование и промывание осадка

1.8 Получение гравиметрической формы

1.9 Применение гравиметрического метода анализа

Глава II. Весовые определения

2.1 Оборудование

2.2 Определение кристаллизационной воды в кристаллическом хлориде бария

2.3 Определение содержания серной кислоты в растворе

2.4 Определение содержания железа в растворе хлорида железа (III)

Глава III. Вопросы и задачи

Заключение

Библиография

**Введение**

Аналитической химией называется наука, занимающаяся изучением методов и приемов определения состава веществ и их смесей. Свое название аналитическая химия получила потому, что основным путем ее исследований является анализ, т. е. разложение сложных веществ на составляющие их элементы, точнее, ионы.

Аналитическая химия объединяет теорию химического анализа, качественный анализ и количественный анализ.

Аналитическая химия в целом относится к прикладным наукам, т. е. к наукам, имеющим прикладное практическое значение. Практическое значение аналитической химии весьма разнообразно.

Определение количественного состава исследуемого вещества, т. е. содержания отдельных составных частей его, является задачей количественного анализа. Гравиметрический анализ является одним из методов количественного анализа.

В гравиметрии определяемое вещество осаждают в виде малорастворимого соединения определенной стехиометрии. После выделения и высушивания осадок взвешивают на аналитических весах и по его массе и известной стехиометрии находят количество определяемого компонента.

Гравиметрические методы чрезвычайно точны, потому что на аналитических весах можно взвесить вещества с высокой степенью точности. Массу можно определить до пятой цифры после запятой.

**Глава I. Сущность гравиметрического анализа**

Гравиметрическим анализом называют метод количественного химического анализа, основанный на точном измерении массы определяемого вещества или его составных частей, выделяемых в виде соединений точно 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 до постоянной массы и последующем определении массы полученного вещества. При этом различают осаждаемую форму – форму, в виде которой определяемое вещество осаждают, и гравиметрическую форму – форму, в виде которой определяемое вещество взвешивают.

Методы отгонки основаны на отгонке определяемого компонента в виде летучего соединения с последующим определением массы отогнанного вещества (прямое определение) или массы остатка (косвенное определение).

Методы выделения основаны на количественном выделении определяемого компонента из анализируемого раствора путем 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.

Среди гравиметрических методов анализа наиболее широко применяют метод осаждения.

**1.1 Теоретические основы**

Задача количественного анализа – определение количественного содержания химических элементов в соединениях.

Количественный анализ – основное средство определения качества материалов, которое зависит от количества основных компонентов, примесей и т. д.

Методами количественного анализа проверяют правильность технологических процессов, решают многие вопросы исследовательско-прикладного характера: оценивают содержание ценных веществ в рудах, биологических объектах, присутствие токсических веществ в продуктах питания, медицинских препаратах, окружающей среде и т. д.

Весовой анализ основан на том, что из определенного взвешенного количества вещества (навески) посредством соответствующих химических реакций выделяют определенную составную часть в виде нерастворимого осадка. Этот осадок отфильтровывают, промывают и после прокаливания или высушивания взвешивают на аналитических весах. Затем по массе осадка вычисляют количество этой составной части.

Весовой анализ включает несколько этапов:

1. Отбор средней пробы и подготовка вещества к анализу.
2. Взятие навески.
3. Растворение навески.
4. Осаждение.
5. Определение полноты осаждения (проба на полноту осаждения).
6. Фильтрование и промывание осадка.
7. Определение полноты промывания.
8. Высушивание или прокаливание осадка.
9. Вычисление результатов анализа.

**1.2 Механизм реакции осаждения**

В процессе образования осадка различают три основных параллельно протекающих процесса: 1) образование зародышей кристаллов; 2) рост кристаллов; 3) объединение хаотично ориентированных мелких кристаллов.

В начальный момент смешивания реагирующих компонентов раствор, содержащий эти компоненты, пересыщается и образуются мельчайшие частицы осадка – зародыши. Зародыш кристалла – наименьший агрегат атомов, молекул или ионов, который образуется в виде твердой фазы при осаждении и способен к самопроизвольному росту. Образование зародышей в пересыщенном растворе может происходить как самопроизвольно, так и при введении в раствор твердых частиц осадка, которые могут служить центром образования зародышей. Нерастворимые частицы, содержащиеся в реактивах и растворителе, также являются центром образования зародышей. Время с момента смешивания растворов реагирующих веществ до появления зародышей называют индукционным периодом, продолжительность его зависит от концентрации реагирующих веществ, а также от природы осадка. Так, при осаждении творожистого осадка AgCl индукционный период незначителен, а при осаждении кристаллических осадков – достаточно велик.

Рост кристаллов происходит за счет диффузии ионов к поверхности растущего кристалла и осаждения этих ионов на его поверхности и определяется не только диффузионными процессами, но и структурой растущих кристаллов, дефектами кристаллической решетки, внедрением в нее различных ионов и т. д.

Число и размер частиц осадка зависят от соотношения скорости образования зародышей кристаллов и скорости роста кристаллов. Если скорость образования зародышей кристаллов мала по сравнению со скоростью роста кристаллов, образуется небольшое число крупных частиц – осадок крупнокристаллический, при обратном соотношении скоростей получается мелкодисперсный осадок, состоящий из большого числа мелких частиц. Скорости обоих процессов зависят от относительного пересыщения раствора, которое определяется выражением:

Относительное пересыщение=(C—S)/S,

где C – концентрация осаждаемого вещества в растворе, получаемая в момент внесения осадителя; S – растворимость.

**1.3 Осаждаемая и гравиметрическая формы**

При осаждении форма осадка может быть различной в зависимости от условий, в которых оно проводится. Важно подобрать такие условия, при которых не происходит потери вещества. Поэтому осаждение считают важнейшей операцией гравиметрического анализа. При его выполнении необходимо правильно выбрать осадитель, рассчитать его количество, соблюсти определенные условия осаждения, убедиться в полноте осаждения иона из раствора.

Осадок в процессе анализа приходится доводить до постоянной массы. Поэтому в гравиметрическом анализе различают две формы: осаждаемую и гравиметрическую.

***Осаждаемая форма*** – тот осадок, который получается в результате химической реакции между осаждаемым ионом и осадителем.

Например: Ba2+ + SO42– → BaSO4

К осаждаемой форме предъявляются следующие требования:

* малая величина растворимости, около 1•10–6 моль/л,
* осадок должен быть крупнокристаллическим,
* осаждаемая форма должна легко и полно превращаться в гравиметрическую форму.

***Гравиметрическая форма*** – то вещество, которое получается после прокаливания осаждаемой формы.

В некоторых случаях осаждаемая и гравиметрическая формы одинаковы (например, BaSO4). В других случаях их состав отличается друг от друга:

|  |  |
| --- | --- |
| Осаждаемая форма | Гравиметрическая форма |
| CaCO3 | CaO |
| Fe(OH)3 | Fe2O3 |
| Al(OH)3 | Al2O3 |

Требования, предъявляемые к гравиметрической форме:

1. Состав гравиметрической формы должен точно соответствовать определенной стехиометрической формуле.
2. Она не должна менять своей массы на воздухе из-за поглощения паров H2O и CO2 или частичного разложения.
3. Содержание определяемого элемента в гравиметрической форме должно быть как можно меньше, т. к. в таком случае погрешности взвешивания в меньшей степени сказываются на результате.

Перечисленные требования к осадкам в свою очередь определяют требования к осадителям:

1. Осадитель должен образовывать с исследуемым компонентом осадок, обладающий наименьшей растворимостью.
2. Осадитель должен быть летуч, чтобы примеси его можно было удалить при прокаливании.
3. Осадитель должен быть специфичным, т. е. осаждать избирательно.

**1.4 Растворимость осадков**

**Влияние ионной силы раствора.** В аналитической практике образование и растворение осадка всегда происходит в присутствии посторонних электролитов. Так, при взаимодействии, например, растворов, содержащих стехиометрические количества BaCl2 и Na2SO4, в системе наряду с образовавшимся BaSO4 и одноименными с осадком ионами Ba2+ и SO42– будут находиться разноименные с осадком ионы Na+ и Cl–. Нахождение в растворе электролита, содержащего разноименные с осадком ионы, увеличивает ионную силу раствора *I*. При этом существенное влияние оказывают как концентрация ионов, находящихся в растворе, так и их заряд:



где *Ci* – молярная концентрация *i*-го иона; *Z* – заряд *i*-го иона.

Таким образом, введение в насыщенный раствор малорастворимого вещества раствора электролита, не содержащего одноименных с малорастворимым веществом ионов, вызывает увеличение растворимости малорастворимого вещества.

**Влияние одноименных ионов.** Введение в раствор одноименных с осадком ионов приводит к сдвигу равновесия и, соответственно, к уменьшению растворимости осадка.

Следует отметить, что в некоторых случаях при введении в раствор избыточного количества ионов, одноименных с осадком, растворимость осадка может увеличиваться вследствие образования растворимых комплексов.

**Влияние pH среды.** Если осадок представляет собой соль слабой кислоты, то при добавлении более сильной кислоты анионы осадка, находящиеся в растворе, будут взаимодействовать с ионами водорода с образованием слабой кислоты. При этом равновесие сдвигается вправо за счет протекания реакций и растворимость осадка увеличивается.

**Влияние комплексообразующих реагентов.** При введении в систему раствор – осадок соединений, образующих устойчивые комплексы с катионами малорастворимого электролита, растворимость осадка увеличивается.

Следует отметить, что на растворимость осадков помимо перечисленных выше факторов также оказывают влияние: 1) температура; 2) применяемый растворитель; 3) конкурирующие окислительно-восстановительные реакции.

Таким образом, для удовлетворения основного требования, предъявляемого к осадку в гравиметрическом анализе, – его малой растворимости – необходимо вести осаждение в присутствии одноименных ионов, при строго определенном pH среды, в отсутствие мешающих комплексообразующих реагентов, окислителей или восстановителей, необходимо контролировать температуру, при которой проводится осаждение.

**1.5 Загрязнение осадков**

Основной причиной загрязнения осадка является соосаждение. Соосаждением называют одновременное осаждение растворимого компонента с макрокомпонентом из одного и того же раствора путем адсорбции, окклюзии, образования смешанных кристаллов или механического захвата частиц других фаз. Осадки при этом загрязнены веществами, произведение растворимости для которых не достигается.

Адсорбция – увеличение поверхностной концентрации растворенных веществ на границе раздела фаз. В соответствии с правилом адсорбции на поверхности осадка в первую очередь адсорбируются ионы, входящие в состав кристаллической решетки осадка и находящиеся в избытке. Под действием заряда к поверхности осадка притягиваются противоионы, которые удерживаются слабее первично адсорбированных ионов.

Адсорбируемость ионов на поверхности осадка зависит также от концентрации ионов, находящихся в растворе, от заряда ионов и от их размера. Количество адсорбированных на поверхности осадка ионов тем больше, чем больше его поверхность, поэтому к адсорбции более склонны осадки с развитой поверхностью, т. е. аморфные. Для предотвращения явления адсорбции осаждение как аморфных, так и кристаллических осадков проводят в условиях, позволяющих получить осадки с наименьшей поверхностью; повышение температуры также способствует уменьшению адсорбции, так как адсорбция – экзотермический процесс. Количество адсорбированных примесей можно уменьшить при промывании осадков на фильтре водой или промывной жидкостью, а также в случае кристаллических осадков в процессе их старения.

Окклюзия – процесс включения посторонних веществ внутрь осадков в ходе их образования. Окклюзия характерна для кристаллических осадков и наблюдается при быстром росте кристаллов, когда часть противоионов, адсорбированных на поверхности растущего кристалла, остается внутри его. Окклюдированные примеси не удаляются промыванием, но окклюзию можно уменьшить путем переосаждения осадка, а также в процессе его старения. Степень окклюзии в процессе осаждения можно уменьшить медленным добавлением осадителя по каплям, при перемешивании.

Смешанные кристаллы – кристаллы, содержащие второй компонент, внедряющийся в решетку основного кристалла и распределенный в этой решетке. Механический захват – процесс случайного включения относительно малых количеств других фаз внутрь осадка в ходе его образования. Механический захват обусловлен несовершенством кристаллической решетки осадка, наличием в ней пустот и трещин при быстром росте кристаллов. Для уменьшения механического захвата необходимо осаждать кристаллические осадки из разбавленных растворов, добавляя осадитель медленно по каплям, при перемешивании. Переосаждение, а также старение кристаллических осадков тоже способствует устранению механического захвата примесей.

Причиной загрязнения осадков может служить также последующее осаждение, в ходе которого на поверхности ранее выделенного осадка осаждается химически отличающаяся от него форма соединения, содержащего ион, одноименный с осадком.

**1.6 Получение осаждаемой формы**

Условия образования кристаллических осадков

|  |  |
| --- | --- |
| Условия осаждения | Достигаемый эффект |
| 1. Осаждение ведут из достаточно разбавленного исследуемого раствора разбавленным раствором осадителя. | 1. Выпадение осадка замедляется, что способствует образованию крупных кристаллов, уменьшается осаждение. |
| 2. Раствор осадителя прибавляют медленно, по каплям, при постоянном помешивании стеклянной палочкой. | 2. Капли раствора осадителя разбавляются большим объемом анализируемого раствора, вследствие чего предотвращаются местные пересыщения, осадок увлекает меньше примесей осадителя. |
| 3. Осаждение ведут из подогретого исследуемого раствора горячим раствором осадителя. | 3. Повышение температуры в процессе осаждения ускоряет формирование кристаллической решетки и тормозит образование зародышевых центров кристаллизации. |
| 4. Прибавлять при осаждении вещества, которые повышают растворимость осадка. | 4. Повышается растворимость образующегося соединения, меньше образуется первичных кристаллов и тем крупнее они будут. |
| 5. Отфильтровать осадок после охлаждения раствора. | 5. Снижается растворимость; имеет место более полное осаждение. |
| 6. После прибавления осадителя оставить осадок на несколько часов. | 6. Происходит созревание осадка – растворение мелких кристаллов и рост крупных. При этом удаляются первоначально включенные в осадок примеси. Устраняются дефекты кристаллической решетки. |

В таблицах приведены условия осаждения кристаллических и аморфных осадков, применяемых в гравиметрическом анализе. Осадки, получаемые в этих условиях, удовлетворяют основным требованиям, предъявляемым к ним.

Условия образования аморфных осадков

|  |  |
| --- | --- |
| Условия осаждения | Достигаемый эффект |
| 1. Осаждение ведут в присутствии электролита – коагулятора. | 1. Добавление в раствор электролита приводит к коагуляции осаждаемого вещества вследствие адсорбции ионов электролита на поверхности частиц. |
| 2. Осаждение ведут из нагретого анализируемого раствора нагретым раствором осадителя. | 2. Повышение температуры способствует разрушению гидратных оболочек коллоидных частиц и десорбции ионов, придающих одноименный заряд коллоидным частицам. |
| 3. Осаждение ведут из достаточно концентрированного исследуемого раствора концентрированным раствором осадителя. | 3. Из-за небольшого объема раствора получается не слишком объемистый осадой; уменьшается адсорбция осадком примесей из раствора; разрушаются гидратные оболочки коллоидных частиц. |

**1.7 Фильтрование и промывание осадка**

Выбор приспособлений для фильтрования зависит от природы осадка и от температуры, при которой осадок переводят в гравиметрическую форму. Во всех случаях фильтрования осадка сопутствует его промывание. Промывание необходимо для удаления ионов, которые не улетучиваются при переводе осадка в гравиметрическую форму.

При промывании аморфных осадков дистиллированной водой происходит их пептизация, т. е. переход в коллоидное состояние, коллоидные частицы проходят через поры фильтра в промывные воды, отфильтровать осадок не удается. Поэтому промывная жидкость для аморфных осадков должна содержать электролиты-коагуляторы, препятствующие пептизации, такие как разбавленные растворы летучих кислот (HNO3), растворы солей аммония (NH4Cl, NH4NO3 и др.). Кроме того, адсорбированные на поверхности осадка и загрязняющие его ионы при промывании осадка указанными промывными жидкостями замещаются ионами, способными улетучиваться при прокаливании.

Промывная жидкость для кристаллических осадков обычно содержит летучие электролиты; осадки веществ с растворимостью 10–5–10–6 моль/л промывают растворами электролитов, содержащих одноименные с осадком ионы.

Общий объем промывной жидкости не должен превышать 100 мл. Осадок более полно освобождается от загрязняющих веществ, если его промывать многократно небольшими порциями промывной жидкости, чем при двух-трехкратном промываниями большими порциями, что можно видеть из следующего расчета:

*Cn=C0*[*V0*/(*V0+V*)]*n*,

где *Cn* – концентрация примесей после *n*-го промывания; *C0* – начальная концентрация примесей; *V0* – объем промывной жидкости, не стекающей через фильтр; *V* – объем каждой порции промывной жидкости.

Осадок сначала промывают в стакане, в котором проводили осаждение, методом декантации. Затем осадок переносят на фильтр и промывают на нем небольшими порциями промывной жидкости.

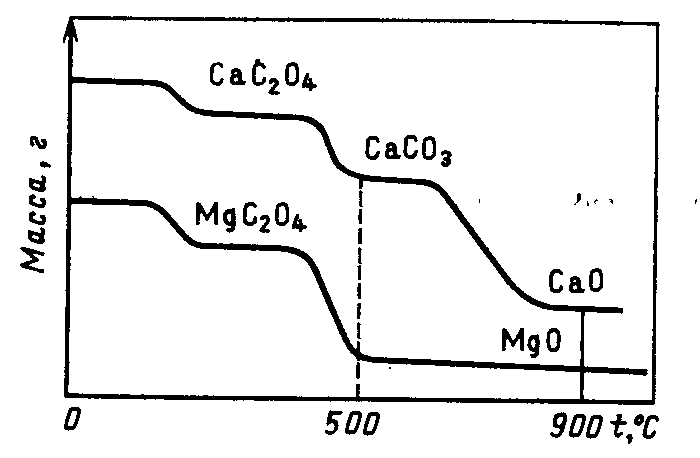
**1.8 Получение гравиметрической формы**

Гравиметрическая форма может быть получена путем высушивания осадка или прокаливанием его до постоянной массы. Высушивание осадка проводят при применении органических осадителей, при этом гравиметрическая форма совпадает с формой осаждения. При прокаливании гравиметрическая форма может взаимодействовать с углеродом с изменением формулы соединения. Так, при прокаливании BaSO4 возможна следующая реакция:



В этом случае необходимо продолжить прокаливание на воздухе для окисления сульфида бария в сульфат кислородом воздуха.

Температура прокаливания зависит от природы осадка. Для того чтобы выбрать температуру прокаливания, снимают термогравиметрическую кривую. При этом с помощью автоматических термовесов непрерывно фиксируют массу осадка по мере равномерного возрастания температуры в печи. Температура, пригодная для прокаливания, соответствует горизонтальному участку кривой.



Термогравиметрические кривые для раздельного определения кальция и магния

Термогравиметрические кривые можно применять для раздельного определения компонентов смесей. Различный ход термогравиграмм дает возможность определять содержание компонентов смеси при их совместном осаждении. Путем расчетов можно определить содержание в смеси обоих компонентов.

**1.9 Применение гравиметрического метода анализа**

Методы осаждения часто применяют как методы разделения. Гравиметрический анализ по методу осаждения применяют при анализе эталонов для калибровки и контроля физико-химических методов анализа, при определении состава синтезированных соединений и др.

Существует также ряд специфических гравиметрических методов определения органических соединений. Например, при определении содержания фенолфталеина его осаждают из щелочного раствора в виде тетраиодида, высушивают и взвешивают.

При достаточно большой разности в произведениях растворимости двух осадков возможно их последовательное осаждение и разделение (ПР1:ПР2 ≥104). При этом первым начнет осаждаться тот ион, для которого быстрее достигается произведение растворимости. Однако последовательное осаждение не всегда обеспечивает полноту осаждения разделяемых компонентов.

Гравиметрические методы анализа менее избирательны, чем другие методы анализа. Избирательность может быть повышена при использовании органических аналитических реагентов-осадителей, реакций внешнесферного комплексообразования, приемов маскирования, регулирования pH среды и др.

**Глава II. Весовые определения**

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.

**2.1 Оборудование**

**Стаканы.** В гравиметрическом методе анализа применяют химические стаканы различной вместимости. Для осаждения кристаллических осадков обычно применяют стаканы с носиком вместимостью 200-250 мл, для осаждения аморфных осадков – стаканы вместимостью 100-150 мл. При одинаковой вместимости стаканы могут быть различной высоты, лучше применять более низкие стаканы, т. к. их дно легче очищать от осадка.

**Воронки**, применяемые для фильтрования, могут быть различного диаметра, в зависимости от количества отделяемого осадка: они должны иметь наклон стенок 60° и удлиненный косо срезанный конец, внутренний диаметр которого в верхней части меньше, чем в нижней, благодаря этому увеличивается скорость фильтрования и промывания осадка.

**Тигли.** Фарфоровые тигли применяют для высокотемпературного прокаливания осадков. Фарфоровые тигли можно нагревать до температур не выше 1200°C. Кроме фарфоровых тиглей в гравиметрическом анализе для высокотемпературного сплавления и прокаливания металлические, кварцевые и другие тигли. До окончания всех операций тигли нельзя брать руками, а только при помощи металлических щипцов.

Стеклянные фильтрующие тигли представляют собой стеклянные тигли с вплавленными фильтрующими пластинками из прессованного пористого стекла. Их применяют для фильтрования с последующим высушиванием в сушильном шкафу осадков, которые разлагаются при высоких температурах.

**Эксикаторы** применяют для охлаждения тиглей при доведении их массы до постоянного значения, а также для хранения прокаленных тиглей и высушивания. В качестве осушителя в эксикаторах чаще всего применяют безводный хлорид кальция, реже – концентрированную H2SO4, P2O5 и др. При работе с эксикатором необходимо соблюдать следующие правила: 1) необходимо следить, чтобы притертые части всегда были смазаны; 2) перенося эксикатор, обязательно следует придерживать его крышку; 3) поместив горячий тигель в эксикатор, крышку эксикатора оставляют приоткрытой в течение 3-5 минут, пока воздух внутри эксикатора не прогреется; 4) нельзя оставлять эксикатор открытым; 5) открывая и закрывая эксикатор, крышку следует сдвигать в сторону, а не поднимать.

Кроме перечисленной посуды применяют также стеклянные палочки обычные и с резиновыми насадками, часовые стекла для накрывания стаканов с осадками, промывалки, мерные цилиндры и др.

**2.2 Определение кристаллизационной воды в кристаллическом хлориде бария**

Кристаллизационной водой называется вода, входящая в структуру кристаллов некоторых веществ, называемых кристаллогидратами. Содержание кристаллизационной воды определяют высушиванием кристаллогидрата до постоянной массы. Температура, при которой происходит удаление кристаллизационной воды, зависит от прочности связи ее с основным веществом. Так, щавелевая кислота H2C2O4•2H2O сушится при 110-120°C, медный купорос CuSO4•5H2O – при 140-150°C, алюмокалиевые квасцы KAl(SO4)•12H2O около 230°C, хлорид бария BaCl2•2H2O – при 120-125°C, сода Na2CO3•10H2O – около 270°C, а глауберова соль Na2SO4•10H2O – при температуре выше 300°C.

Вещество, предназначенное для определения кристаллизационной воды, должно быть воздушно-сухим. Иначе вместе с кристаллизационной водой будет определена и гигроскопическая, т. е. адсорбционная вода.

**Взятие навески**

1. Берут чистый бюкс, маркируют его графитовым карандашом на пришлифованной части и помещают в сушильный шкаф с температурой 120-125°C.

2. Через 45-60 мин. Помещают бюкс с помощью тигельных щипцов в эксикатор. Когда бюкс остынет до температуры аналитических весов, взвешивают его и записывают результат в лабораторный журнал.

3. Повторяют высушивание бюкса еще 1-2 раза по 30 мин., чтобы довести его до постоянной массы. Высушивание заканчивают, когда результаты двух последних взвешиваний будут отличаться не более, чем на 0,0002 г.

4. В подготовленный бюкс помещают 1,5-2,0 г свежеперекристаллизованного воздушно-сухого хлорида бария BaCl2•H2O и взвесьте на аналитических весах.

**Высушивание навески**

1. Помещают бюкс в сушильный шкаф. Первое высушивание соли проводится 1,5-2,0 часа, строго следя, чтобы температура находилась в пределах 120-125°C. При более высокой температуре возможно частичное разложение и улетучивание соли, а при более низкой – не вся кристаллизационная вода будет удалена.

2. Затем переносят бюкс в эксикатор, оставляют охлаждаться на 15-20 мин., т. е. доводят бюкс с его содержимым до постоянной массы.

**Вычисление процентного содержания воды и ошибки анализа**

По результатам измерений определяют процентное содержание воды, абсолютную и относительную ошибки анализа:

1. *Теоретическое содержание воды:*



2. *Практическое содержание воды:*



a – навеска кристаллогидрата хлорида бария

b – масса безводного хлорида бария.

3. *Абсолютная ошибка* – это разность между найденным результатом анализа и действительным содержанием: Δ=14,68% – 14,75%= – 0,07%

4. *Относительная ошибка* – отношение абсолютной ошибки к истинному содержанию воды. Выражается она обычно в процентах и считается положительной величиной:



**2.3 Определение содержания серной кислоты в растворе**

**Последовательность выполнения работы:**

*1. Подготовка раствора к осаждению:*

1. Полученный для анализа раствор серной кислоты разбавляют в мерной колбе емкостью 100 мл дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

2. Затем отбирают пипеткой пробу 20-25 мл, добавляют 20 мл воды и подкисляют 1-2 мл 2 н. раствора HCl. Пробу помещают в отдельный стакан емкостью 150-200 мл.

*2. Подготовка осадителя:*

Мерным цилиндром отмеряют 5 мл 10% раствора BaCl2, разбавляют водой до 30 мл и переливают в чистый стакан.

*3. Нагревание перед осаждением:*

Стаканы с анализируемым раствором и осадителем ставят на плитку и нагревают до начала кипения.

*4. Осаждение BaSO4:*

1. К нагретому раствору серной кислоты медленно, по каплям прибавляют приготовленный раствор хлорида бария. При этом протекает реакция:

BaCl2 + H2SO4 → BaSO4 ↓ + 2HCl

2. Надо тщательно заботиться об укрупнении и чистоте осадка. Для этого раствор BaCl2 добавляют очень медленно (1-2 капли в сек) все время помешивая смесь стеклянной палочкой. Весь процесс осаждения должен длиться не менее 15 минут. Необходимо следить за тем, чтобы стеклянная палочка не касалась дна, т. к. иначе осадок плотно прилипнет к стеклу.

3. После того, как весь осадитель прилит, осадок осядет и жидкость посветлеет, делают пробу на полноту осаждения. В стакан с осадком (не взмучивая его) осторожно по стенке стакана приливают 1-2 капли горячего раствора хлорида бария. Если жидкость при добавлении раствора хлорида бария не помутнеет, то полнота осаждения достигнута. Если же при добавлении раствора хлорида бария образовалась муть, надо добавить еще 0,5-1,0 мл осадителя и снова сделать пробу на полноту осаждения.

4. Осадок оставляют для созревания.

*5. Созревание осадка:*

1. Когда приливание осадителя закончено, палочку тщательно промывают струей воды из промывки; промывают и верхний край стакана от попавших частиц.

2. Для ускорения процесса созревания осадка стакан с осадком можно поставить на песчаную или водяную баню и выдерживают в течение 20-30 минут при 70-80°C. За этот период созревание осадка заканчивается, осадок получается крупнокристаллическим и легко фильтруется.

3. Важным условием укрупнения кристаллов и их чистоты является медленное прибавление осадителя. Кроме того, осаждение сульфата бария проводят в присутствии небольшого количества HCl, повышающей растворимость сульфата бария, что в свою очередь укрупняет кристаллы. Соляная кислота также препятствует соосаждению веществ, растворимых в кислой среде.

*6. Приготовление промывной жидкости:*

Прежде чем приступить к фильтрованию, готовят промывную жидкость: 5 мл 2н. HCl растворяют в 100 мл воды.

*7. Фильтрование и промывание осадка:*

1. Фильтрование производится через плотный фильтр. Прозрачную отстоявшуюся жидкость сливают на фильтр, затем декантацией промывают осадок в том же стакане 2-3 раза 25-30 мл промывной жидкости, после чего переносят осадок на фильтр и промывают окончательно на фильтре 1-2 раза горячей дистиллированной водой. Промывание продолжается до тех пор, пока собранная в пробирку стекающая с фильтра жидкость не перестанет давать муть хлорида серебра при действии нитрата серебра.

2. После этого фильтры с осадком в воронках высушивают при 70-80°C в сушильном шкафу (20-30 минут) и затем свертывают фильтр с осадком и переносят в доведенной до постоянной массы тигель.

*8. Прокаливание и взвешивание осадка:*

1. Тигель переносят в муфельную печь и прокаливают осадок 20-25 минут, до момента, когда содержимое тигля побелеет и исчезнет углистый налет на стенках тигля. Температура прокаливания 600-800°С.

2. Затем тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах.

3. Вновь прокаливают тигель 10-15 минут, охлаждают и взвешивают и т. д. до получения постоянной массы. Колебания в массе после вторичного прокаливания не должны превышать 0,0002-0,0004 г.

**Вычисление результатов анализа**

*Определение содержания H2SO4 в растворе неизвестной концентрации.*

Из этого раствора была взята проба V мл. После осаждения серной кислоты раствором хлорида бария, фильтрования, промывания осадка было получено "А" г. BaSO4. Необходимо найти исходную концентрацию H2SO4. из уравнения реакции определяют массу серной кислоты в пробе:



Следовательно:



Масса серной кислоты в 100 мл раствора будет равна:



Концентрация серной кислоты в моль/л будет равна:



Или, в общем виде:



*m2* –масса исследуемого вещества в 100 мл раствора, M – концентрация исследуемого вещества в растворе, Mr (H2SO4) – относительная молекулярная масса исследуемого вещества, Mr (BaSO4) – относительная молекулярная масса осадка, А – масса осадка (BaSO4) в г, Va – объем пробы, взятой для анализа, в мл.

**2.4 Определение содержания железа в растворе хлорида железа (III)**

**Последовательность выполнения работы:**

*1. Осаждение:*

1. В чистый химический стакан берут для анализа раствор FeCl3.

2. Подкисляют его 3-5 мл 2 н. раствора HNO3 и осторожно нагревают, не допуская кипения.

3. К горячему раствору прибавляют по каплям 10% раствор аммиака до слабого, но ощутимого запаха.

4. Затем содержимое стакана тщательно перемешивают палочкой, разбавляют 100 мл горячей дистиллированной воды и еще раз перемешивают.

5. Дают осадку отстояться, а когда раствор над ним станет совершенно прозрачным, делают пробу на полноту осаждения 1-2 каплями раствора аммиака.

*2. Фильтрование и промывание:*

1. Убедившись в полноте осаждения приступают к фильтрованию. Для этого используют неплотный фильтр. Декантируют жидкость на фильтр, осадок промывают в стакане 2-3 раза 2% горячим раствором NH4NO3.

2. Количественно без потерь переносят осадок на фильтр и продолжают промывать до отрицательной реакции фильтрата с нитратом серебра (в присутствии HNO3) на ион Cl–.

*3. Высушивание и прокаливание:*

1. Фильтр с осадком подсушивают в сушильном шкафу и слегка влажным переносят в тигель, предварительно доведенный до постоянной массы.

2. Осторожно озоляют фильтр на электроплитке, следя, чтобы он не вспыхнул.

3. Затем помещают тигель в муфельную печь и прокаливают до постоянной массы.

*Вычисление результатов анализа*

**I способ:**

Составляют уравнение реакций:

FeCl3 + 3NH4OH → Fe(OH)3↓ + 3NH4Cl

2Fe(OH)3 → Fe2O3 + 3H2O

Предположим, что при анализе получены следующие данные:

масса тигля с осадком (первое взвешивание) — 16,3242 г

масса тигля с осадком (второе взвешивание) — 16,3234 г

масса тигля с осадком (третье взвешивание) — 16,3232 г

масса тигля — 16,1530 г

масса осадка — 0,1702 г

Находят массу FeCl3

159,68 г (Fe2O3) соответствуют 324,24 г (FeCl3)

0,1702 г (Fe2O3) соответствуют Х г (FeCl3)



Находят массу железа:

В 162,21 г FeCl3 содержится 55,85 г Fe

В 0,3457 г FeCl3 содержится Х г Fe



Это составляет 34,5%.

**II способ:**

Используют величину фактора пересчета:



a – масса прокаленного осадка,

F – фактор пересчета или аналитический множитель.

**Глава III. Вопросы и задачи**

1. Какие требования предъявляют к осаждаемой и гравиметрической формам?

2. От каких факторов зависят размер и число частиц осадка?

3. Какие требования предъявляются к осадителю в гравиметрическом анализе?

4. Как влияют на растворимость осадка присутствие одноименных с осадком ионов, pH среды, ионная сила раствора, конкурирующие реакции комплексообразования?

5. Какими причинами обусловлено загрязнение кристаллических и аморфных осадков?

6. Обоснуйте условия осаждения кристаллических и аморфных осадков.

7. Какими преимуществами обладают органические осадители перед неорганическими? Какие осадители Вы знаете?

8. Предложите и обоснуйте состав промывной жидкости для промывания осадков: Fe(OH)3, Al(C9H6NO)3, AgCl.

9. Какие фильтры применяют в гравиметрии для отделения осаждаемой формы?

10. Какой объем 3%-го раствора 8-гидроксихинолина (C9H7NO) следует взять из раствора, содержащего 0,1500 г сульфата алюминия (ρ=1 г/мл)?

11. Какой объем 4%-го раствора тетрафенилбората натрия (С6H5)4BNa следует взять для осаждения калия из раствора, содержащего 0,1011 г нитрата калия (ρ=1 г/мл)?

12. Какую массу бензидина C12H12N2 следует взять для осаждения сульфат-ионов в слабокислой среде в виде C12H12N2•H2SO4 из раствора, содержащего 0,1920 г сульфата натрия?

13. Какую навеску технического карбоната кальция, содержащего 80% CaCO3, следует взять для гравиметрического анализа, если осаждаемая форма CaC2O4, гравиметрическая форма CaO?

14. Чему равны гравиметрические факторы в следующих определениях:

а) Al → Al(C9H6NO)3; б) C2H6S2 → BaSO4; в) CoCl2 → Co2P2O7;

г) Fe3Al2Si3O12 → Al2O3; д) Fe3Al2Si3O12 → SiO2; е) Hg2Cl2 → Hg3(AsO4)2;

ж) CoCl2 → Co3O4; з) H3PO4 → Mg2P2O7.

15. Вычислить процентное содержание железа в сплаве, если масса гравиметрической формы Fe2O3 0,8000 г, навеска сплава, взятая для гравиметрического анализа, 0,5600 г.

16. Вычислить процентное содержание кремния в чугуне, если из навески чугунных стружек, равной 1,4255 г, в результате гравиметрического анализа получена гравиметрическая форма SiO2 массой 0,0420 г.

17. Определить процентное содержание калия в навеске гербицида, равной 0,8100 г, если масса гравиметрической формы KB(C6H5)4 равна 3,4780 г.

18. Какую навеску органического вещества, содержащего 6% фосфора, следует взять для анализа, если после соответствующей обработки масса гравиметрической формы Mg2P2O7 равна 0,5000 г?

19. Сколько граммов салициловой кислоты C6H4(OH)COOH содержалось в растворе, если при определении ее гравиметрическим методом масса гравиметрической формы C12H4O2I4 равна 0,5780 г?

20. Вычислить процентное содержание серы в навеске образца угля (влажность образца 1,30%), равной 0,8460 г, если после соответствующей обработки масса гравиметрической формы BaSO4 равна 0,1025 г.

21. Вычислить процентное содержание хлоромицина C11H12O5N2Cl2 в навеске глазной мази, равной 0,5150 г, если после соответствующей обработки масса гравиметрической формы AgCl равна 0,0065 г.

22. Рассчитать содержание алюминия (в г) в анализируемом растворе, если масса гравиметрической формы (C9H6NO)3Al равна 4,5900 г.

23. Выпадет ли осадок AgCl при смешивании равных объемов 0,2 М раствора NaCl и 0,1 М раствора AgNO3? ПРAgCl = 1,78 • 10–10.

24. Выпадет ли осадок Ca3(PO4)2 при смешении равных объемов 0,1 М раствора CaCl2 и 0,05 М раствора Na3PO4? ПРCa3(PO4)2 = 2,0 • 10–29.

25. Сколько моль и граммов бария останутся неосажденными при приливании 50 мл 0,1 М раствора серной кислоты к 100 мл 0,1 М раствора хлорида бария?

**Заключение**

Гравиметрический анализ – один из наиболее универсальных методов. Он применяется для определения почти любого элемента. Гравиметрические методы чрезвычайно точны, потому что на аналитических весах можно взвесить вещества с высокой степенью точности. Массу можно определить до пятой цифры после запятой.

Гравиметрический анализ – важнейший метод количественного химического анализа, в котором взвешивание является не только начальной, но и конечной стадией определения. Гравиметрический анализ сыграл большую роль при установлении закона постоянства состава химических соединений, закона кратных отношений, периодического закона и др.

Чаще всего гравиметрический метод применяют для определения основных компонентов пробы, когда на выполнение анализа отводится несколько часов или десятков часов, для анализа эталонов, используемых в других методах, в арбитражном анализе, для установления состава минералов, различных веществ, включая синтезированные, состава различных композиций и т. д. Практическое применение гравиметрического метода остается очень широким. В последнее время успешно развивается гравиметрический анализ органических соединений.

**Библиография**

1. Аналитическая химия: Учебно-методическое пособие для студентов педагогических вузов.-Самара: Изд-во СамГПУ, 2007

2. Аналитическая химия. Химические методы анализа/Под. ред. О. М. Петрухина. М.: Химия, 1992. 400 с. Ил.

3. Бончев П. Р. Введение в аналитическую химию. Л.: Химия, 1978. 496 с.

4. Лурье Ю. Ю. Справочник по аналитической химии. М.: Химия, 1989. 447 с.

5. Скуг Д., Уэст Д. Основы аналитической химии. М.: Мир, 1979. Кн 1. 480 с.

6. Ушакова Н. Н., Николаева Е. Р., Моросанова С. А. Пособие по аналитической химии. М.: МГУ, 1984. 150 с.

7. Фритц Д., Шенк Г. Количественный анализ. М.: Мир, 1978. 557 с.

8. Янсон Э. Ю., Путнинь Я. К. Теоретические основы аналитической химии. М.: Высшая школа, 1980. 263 с.