

## **ЛЕКЦІЯ 4.**

**Задачі і методи кількісного аналізу та основне обладнання хіміко-аналітичних лабораторій. Гравіметрія. Методи фазового розділення елементів.**

### **ПЛАН**

- 1. Задачі і методи кількісного аналізу.**
- 2. Основне обладнання хіміко-аналітичних лабораторій.**
- 3. Класифікація методів кількісного аналізу.**
- 4. Гравіметрія:**
  - 4.1. Класифікація гравіметричних методів аналізу**
  - 4.2. Правила роботи з аналітичними вагами.**
  - 4.3. Умови утворення аморфних і кристалічних осадів.**
  - 4.4. Осаджена і гравіметрична форми, вимоги до них.**
  - 4.5. Розрахунки в гравіметричному аналізі.**
- 5. Методи фазового розділення елементів.**

# КІЛЬКІСНИЙ АНАЛІЗ

**Вирішує питання про  
кількісний вміст  
всіх або окремих компонентів,  
що входять до складу  
аналізованого об'єкту**

# КЛАСИЧНІ МЕТОДИ КІЛЬКІСНОГО АНАЛІЗУ

**ХІМІЧНІ  
МЕТОДИ**

```
graph TD; A[ХІМІЧНІ МЕТОДИ] --- B[ГРАВІМЕТРИЧНИЙ (ВАГОВИЙ)]; A --- C[ТИТРИМЕТРИЧНИЙ (ОБ'ЄМНИЙ)]; A --- D[ГАЗОВИЙ]
```

**ГРАВІМЕТРИЧНИЙ  
(ВАГОВИЙ)**

**ТИТРИМЕТРИЧНИЙ  
(ОБ'ЄМНИЙ)**

**ГАЗОВИЙ**

# ГРАВІМЕТРИЧНИЙ МЕТОД

ЗАСНОВАНИЙ НА ТОЧНОМУ ВИМІРЮВАННІ  
МАСИ ДОСЛІДЖУВАНОЇ РЕЧОВИНИ АБО  
КОМПОНЕНТА СУМІШІ, ЯКІ ВИДІЛЕНО В  
ХІМІЧНО ЧИСТОМУ ВИГЛЯДІ АБО У ВИГЛЯДІ  
ХІМІЧНИХ СПОЛУК ТОЧНО ВІДОМОГО  
СКЛАДУ

**МЕТОД  
ОСАДЖЕННЯ**

**МЕТОДИ  
ВІДГОНКИ  
(ПРЯМА,  
НЕПРЯМА)**

**МЕТОД  
ВИДІЛЕННЯ**

**ЕЛЕКТРОГРАВІМЕТРІЯ**



**ВИДИ  
ГРАВІМЕТРИЧНОГО  
АНАЛІЗУ**

**ТЕРМОГРАВІМЕТРІЯ**

# Метод осадження

заснований на хімічній реакції досліджуваного компонента та реагента-осаджувача з утворенням малорозчинної сполуки, яку відокремлюють, промивають, висушують (або прожарюють), а потім зважують на аналітичних терезах.

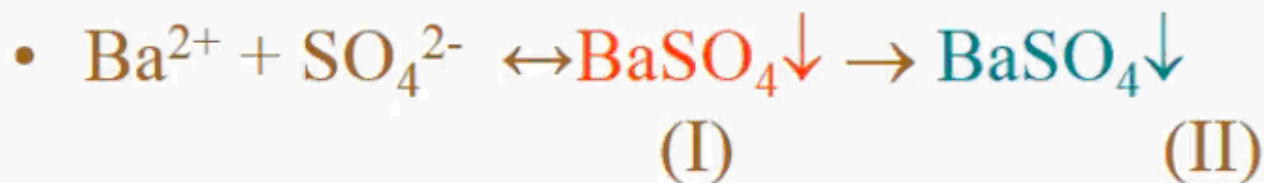
# Етапи гравіметричних визначень за методом осадження

- -розрахунок маси наважки досліджуваної проби та об'єму осаджувача;
- -зважування та розчинення наважки;
- -осадження (отримання осадженої форми);
- -видалення осаду з маточного розчину;
- -промивання осаду;
- -висушування або прожарювання осаду до сталої маси (отримання гравіметричної форми);
- -зважування гравіметричної форми;
- -обчислення результатів аналізу, їх статистична обробка.

# Гравіметричне визначення іонів $Ba^{2+}$

- Осаджувач - розчин сульфатної

$\Delta$



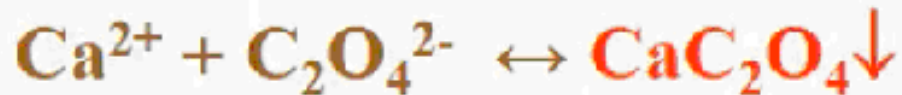
**I – осаджена фарма**

- **II – гравіметрична форма**



# Гравіметричне визначення іонів $\text{Ca}^{2+}$

Осаджувач – розчин оксалатної кислоти:



$\Delta$  (I)



(II)

I – осаджена форма

II – гравіметрична форма

# Вимоги до осаджувача

- \*специфічність
- \* селективність відносно досліджуваного іону
- \* леткість
- \* помірний надлишок осаджувача
- **Найбільш поширені:**
  - розчини  $\text{HCl}$ ;  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ;  $\text{NaOH}$ ;  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ;  $\text{AgNO}_3$ ;  $\text{BaCl}_2$ ;  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$
  - діацетилдіоксим, 1- нітрозо-2- нафтол,  
8-гідроксихінолін

# Вимоги до осадженої форми

- \* Досліджуваний компонент повинен кількісно переходити у осад –  $K_s \text{ не } \geq 10^{-8}$ ;
- \* осад не повинен розчинятися у надлишку осаджувача з утворенням розчинних комплексних сполук;
- \* осад не повинен містити сторонніх домішок, бути стійким відносно зовнішнього середовища;
- \* осаджена форма повинна якомога повно перетворюватись у гравіметричну при висушуванні або прожарюванні досліджуваної речовини;
- \* агрегатний стан осаду повинен забезпечувати оптимальні умови його фільтрування та промивання.

# Умови отримання кристалічних осадів

- \* осадження проводять з розведеного розчину розведеним розчином осаджувача;
- \* розчин осаджувача додають повільно, краплями при обережному перемішуванні;
- \* осадження проводять з гарячого розчину досліджуваної речовини гарячим розчинником;
- \* осад, що утворився, залишають у вихідному розчині на деякий час, протягом якого відбувається «визрівання осаду».

# Умови отримання аморфних осадів

- до гарячого концентрованого розчину додають гарячий концентрований розчин осаджувача;
- гарячий розчин осаджувача додають швидко, що зменшує вірогідність утворення колоїдних розчинів;
- у разі потреби у досліджуваній розчин вводять електроліт-коагулянт;
- запобігають довгому витримуванню осада разом з маточним розчином.

# Вимоги до гравіметричної форми:

- - склад гравіметричної форми повинен точно співпадати з хімічною формулою ( $\text{BaSO}_4$ ,  $\text{CaSO}_4$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ );
- - гравіметрична форма повинна бути стійкою у повітрі;
- - гравіметричний фактор (F) має бути якомога меншим, що мінімізує відносну помилку гравіметричного визначення.

# Гравіметричний фактор (F)

F – фактору перерахунку (аналітичний множник) - чисельно дорівнює масі досліджуваного компонента (г), яка відповідає одному граму гравіметричної форми.

## Розрахунок фактора F



$$F = \frac{2 \cdot M(\text{Fe}^{3+})}{M(\text{Fe}_2\text{O}_3)} = \frac{2 \cdot 55,85}{159,7} = 0,6994$$



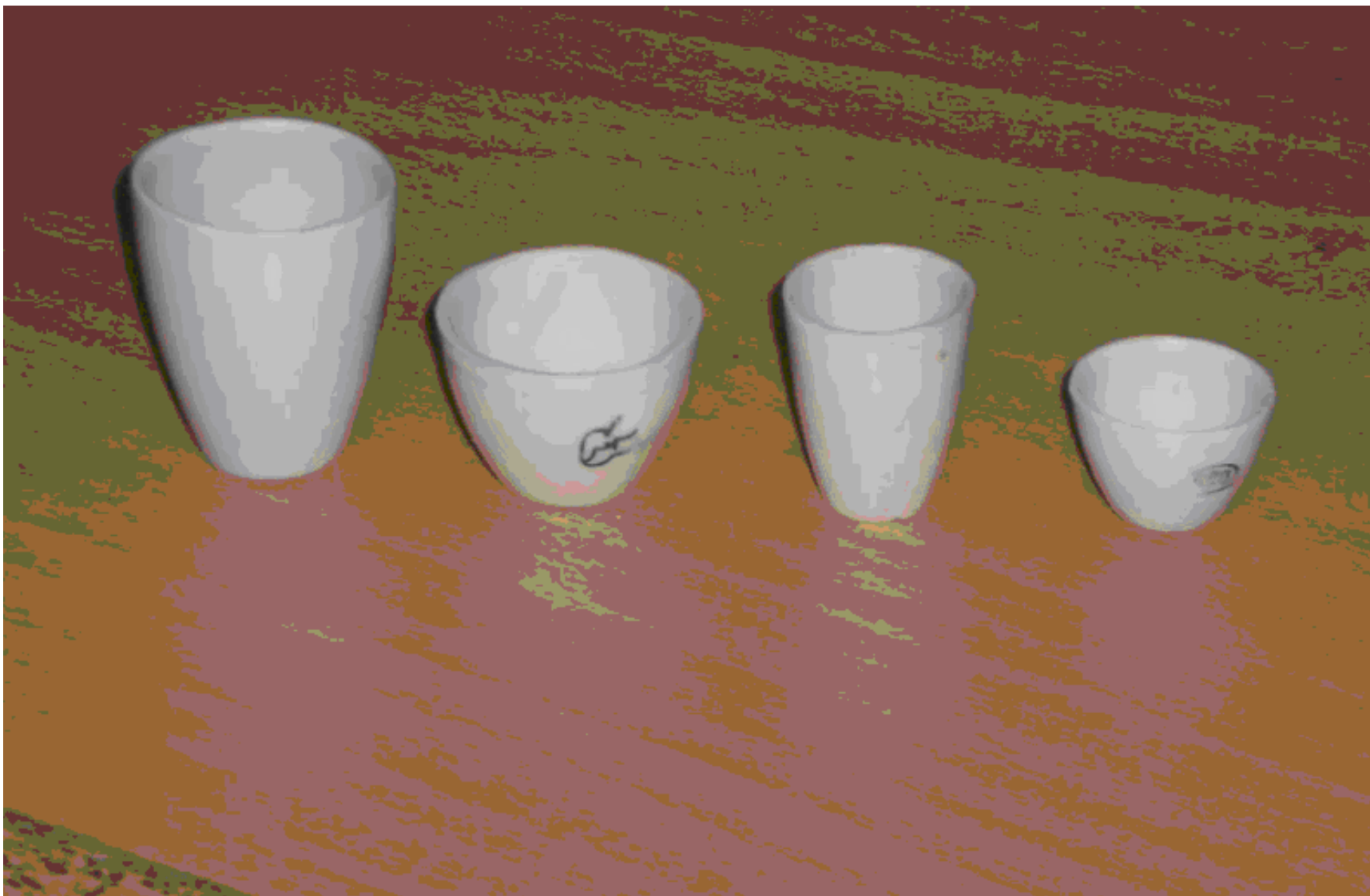


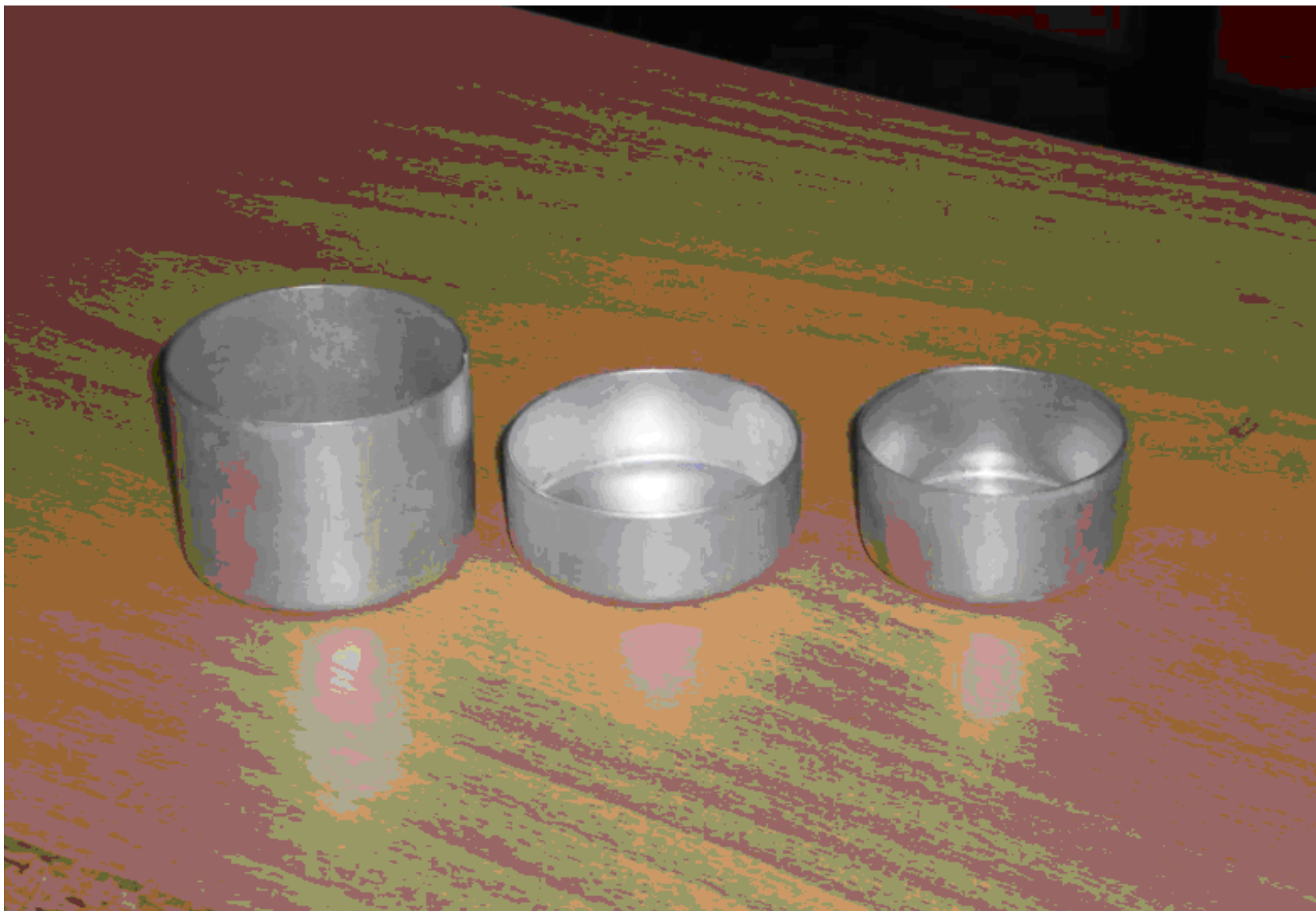






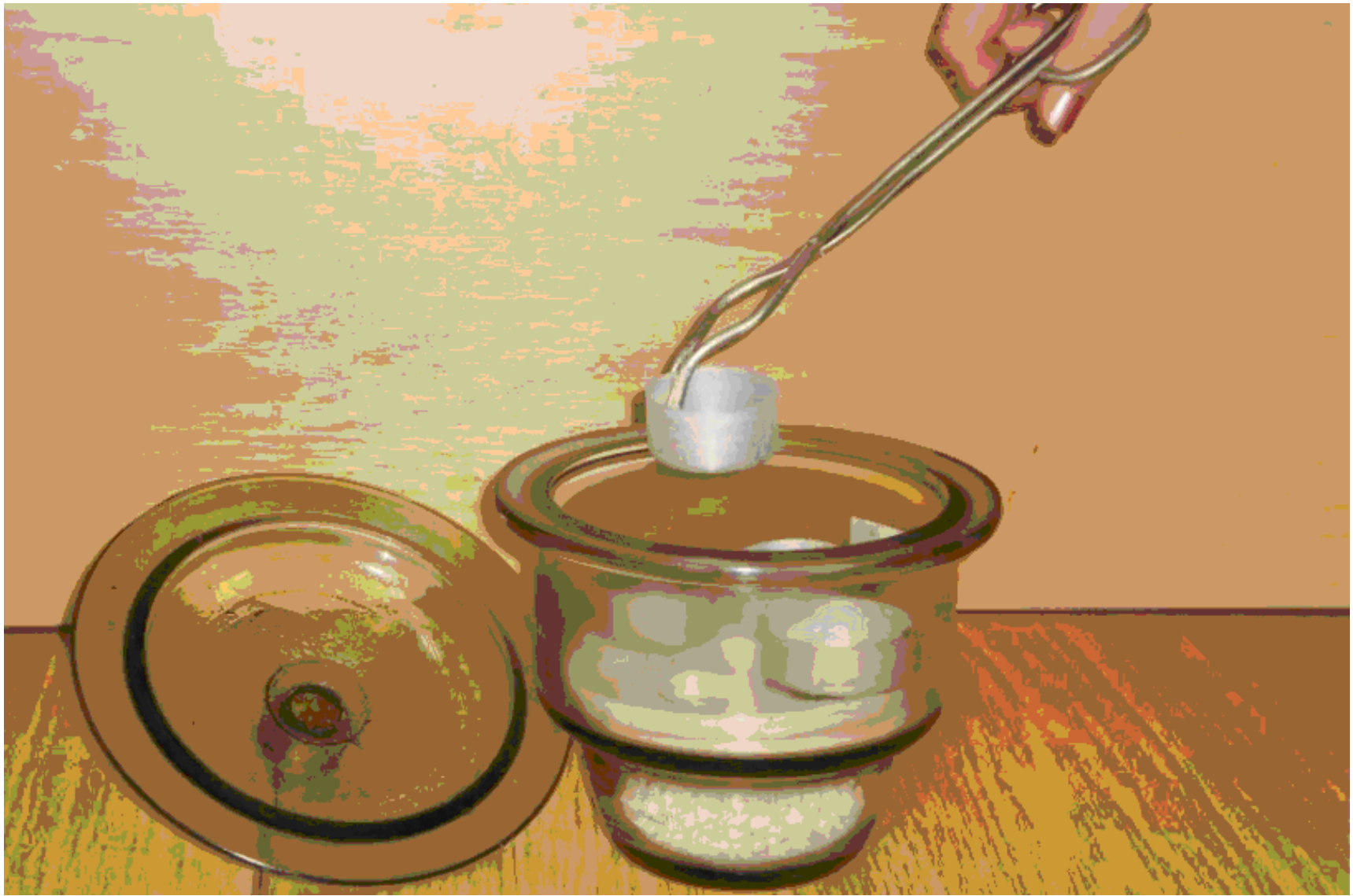












## Розрахунок маси наважки речовини в методі осадження

$$m = \frac{m (\text{гр} \cdot \phi) \times F \times 100}{W, \%};$$

## Розрахунок маси наважки речовини в методі осадження

$$m(\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = \frac{m_{\text{гр.ф.}}(\text{Fe}_2\text{O}_3) \cdot F \cdot 100}{w} =$$
$$\frac{0,1 \cdot 0,6994 \cdot 100}{60} = 0,1166 \approx 0,12 \text{ г}$$

# Метод відгонки (пряма)

Досліджуваний компонент видаляють з проби у вигляді газоподібної сполуки та зважують масу цієї речовини.

**Приклад:** визначення вмісту  $\text{CO}_2$  в  $\text{CaCO}_3$  .  
Наважку  $\text{CaCO}_3$  розчиняють в кислоті:

- $\text{CaCO}_3 + 2\text{HCl} = \text{CO}_2 \uparrow + \text{CaCl}_2 + \text{H}_2\text{O}$ .
- Малу відігнаного  $\text{CO}_2$  ( $m_{\text{гр.ф.}}$ ) визначають за збільшенням загальної маси поглинаючого пристрою.

# Метод відгонки (непряма)

- Досліджуваний компонент видаляють з проби у вигляді газоподібної сполуки та визначають масу залишку.
- **Приклад:** визначення вологи в лікарських препаратах та в лікарській рослинній сировині.

Масу речовини ( $m$ ) визначають до та після висушування ( $m_{\text{гр.ф.}}$ ) у сушильній шафі або прожарювання у муфельній печі згідно з конкретною методикою визначення.

## Розрахунок результату аналізу в методі непрямой відгонки

$$W, \% = \frac{(m - m_{\text{гр.ф.}}) \times 100}{m} ;$$

# Метод виділення

- Досліджувану речовину або компонент суміші кількісно виділяють у вільному стані і зважують на аналітичних терезах.
- Методом виділення визначають **загальну золу**. Після обробки цього залишку HCl - золу, нерозчинну в хлоридній кислоті.
- **Сульфатну золу**, отриману після нагрівання і прожарювання наважки проби, яку обробили концентрованою  $H_2SO_4$ .

### Приклад:

Гравіметричним методом осадження визначити вміст  $\text{Cl}^-$  - іонів в  $\text{NaCl}$  з осаджувачем  $\text{AgNO}_3$ .  
Наведіть реакції утворення осадженої і гравіметричної форм осаду. Розрахуйте гравіметричний фактор  $F$ .



$$F = M(\text{Cl}^-) / M(\text{AgCl});$$

$$F = 35,453 / 143,321 = \mathbf{0,2474}$$



# МОЖЛИВІ ВАРІАНТИ ВИЗНАЧЕНЬ

Досліджувані іони	Осаджувач	Аналітична операція	Гравіметрична форма
$\text{Ca}^{2+}$	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$	Прожарювання	$\text{CaO}$
$\text{Cl}^-$ , $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$	$\text{AgNO}_3$	Висушування	$\text{AgCl}$ , $\text{AgBr}$ , $\text{AgI}$
$\text{CrO}_4^{2-}$	$\text{BaCl}_2$	Висушування	$\text{BaCrO}_4$
$\text{FeCl}_3$ , $\text{AlCl}_3$	$\text{NH}_4\text{OH}$	Прожарювання	$\text{Fe}_2\text{O}_3$ , $\text{Al}_2\text{O}_3$
$\text{Ba}^{2+}$ , $\text{Sr}^{2+}$ , $\text{Pb}^{2+}$	$\text{H}_2\text{SO}_4$	Прожарювання	$\text{BaSO}_4$ , $\text{SrSO}_4$ , $\text{PbSO}_4$

Довідник "Аналитическая химия. Схемы и таблицы"

## **ПРИКЛАД:**

Розрахуйте масову частку вологи в препараті атропіна сульфату, якщо наважка, взята для аналізу, дорівнювала 0,5435 г, після висушування зменшилася до 0,5328 г.

### **1. Розраховуємо масу втраченої вологи:**

$$m(\text{H}_2\text{O}) = 0,5435 - 0,5328 = 0,0107 \text{ (г)}$$

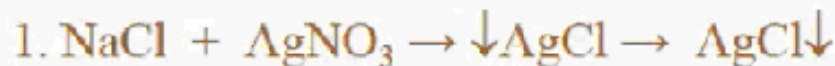
### **2. Розраховуємо масову частку вологи в препараті:**

$$W, \% = m(\text{H}_2\text{O}) \cdot 100 / m(\text{наважки});$$

$$W, \% = 0,0107 \cdot 100 / 0,5435 = 1,969 \text{ (\%)}$$

## ПРИКЛАД:

Яку масу наважки, що містить приблизно 20% NaCl потрібно взяти для аналізу, щоб отримати 0,4 г гравіметричної форми AgCl?



2.  $W, \%(\text{NaCl}) = m(\text{гр.ф.}) \cdot F \cdot 100 / m(\text{наважки})$

3. **Розраховуємо гравіметричний фактор для NaCl:**

$$F = M(\text{NaCl}) / M(\text{AgCl})$$

$$F = 58,443 / 143,321 = 0,4078$$

4. **Розраховуємо масу наважки:**

$$m = m(\text{гр.ф.}) \cdot F \cdot 100 / W, \% ;$$

$$m = 0,4 \cdot 0,4078 \cdot 100 / 20 = 0,8156 \text{ г} \sim 0,8 \text{ г.}$$



