

**Уральский государственный
аграрный университет**

Л-12

д.х.н., проф. Хонина Татьяна Григорьевна

**Аналитическая химия.
Количественный анализ
(ч.2. Гравиметрия)**

Екатеринбург, 2019

План

- 1. Количественный анализ в аналитической химии. Сущность гравиметрического метода. Основные операции в гравиметрическом методе. Осадитель и основные требования к осаждаемой форме.**
- 2. Расчеты в гравиметрическом анализе. Фактор пересчета.**
- 2. Растворимость соединений. Произведение растворимости. Насыщенный и ненасыщенные растворы. Условия выпадения осадка.**
- 4. Решение задач на произведение растворимости.**

1. Количественный анализ. Задачи и методы количественного анализа

Раздел аналитической химии, изучающий методы определения количественного содержания исследуемого вещества.

Три основные группы методов количественного анализа:

- 1. химические – весовой (гравиметрический), объемный (титриметрический), газовый (волюмометрический);**
- 2. физико-химические;**
- 3. физические (инструментальные).**

Гравиметрический анализ

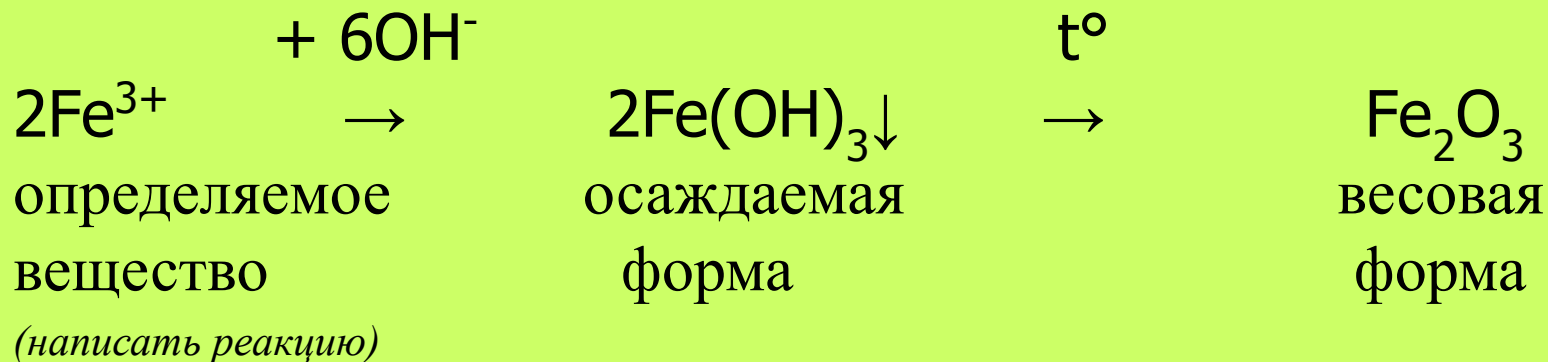
Гравиметрический анализ – метод количественного химического анализа, который базируется на точном измерении массы определяемого вещества или его составных частей, выделенных в химически чистом состоянии или в виде соответствующих соединений (точно известного постоянного состава).

Основные гравиметрические методы:

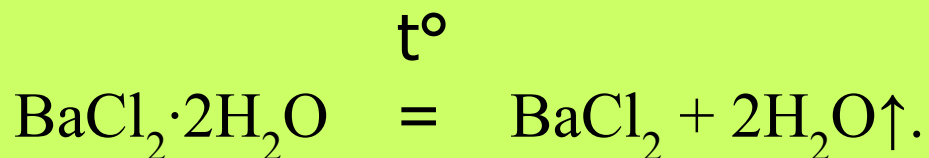
- **метод осаждения.**
- **метод отгонки.**

Методы гравиметрического анализа

Метод осаждения – это метод гравиметрического анализа, который базируется на измерении точной массы определяемого вещества, осажденного в форме химического соединения с точно известным содержанием.



Метод отгонки – определяют точную массу остатка вещества после полного удаления летучего компонента:

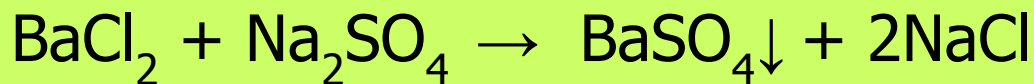


Осаждаемая и гравиметрическая формы

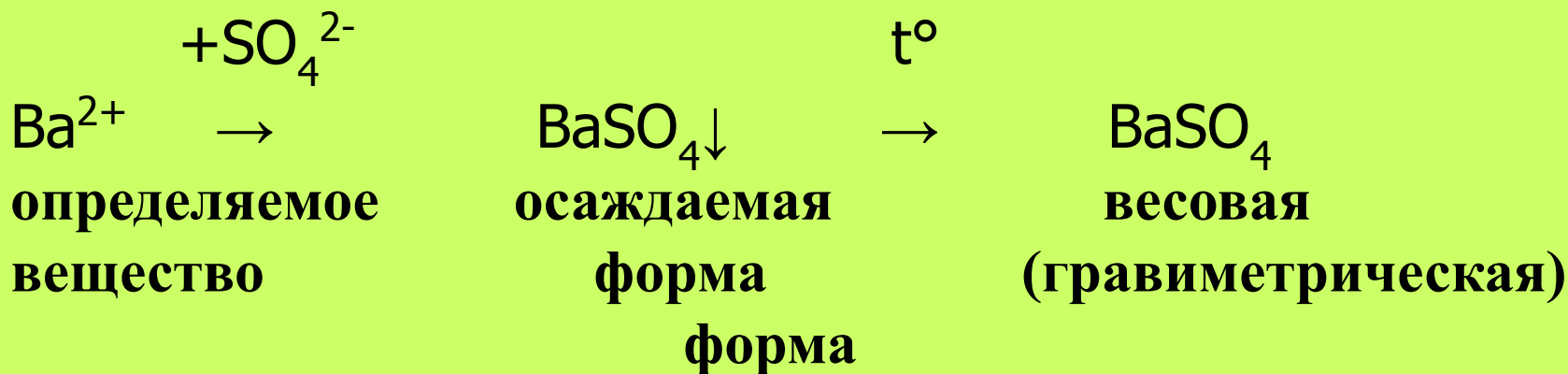
*Соединение, которое осаждается из раствора при взаимодействии определяемого компонента с реагентом-осадителем, называется **осаждаемой формой**.*

***Гравиметрической формой** называется взвешиваемое соединение, которое образуется в результате обработки осаждаемой формы, при этом состав осадка может изменяться, особенно при прокаливании.*

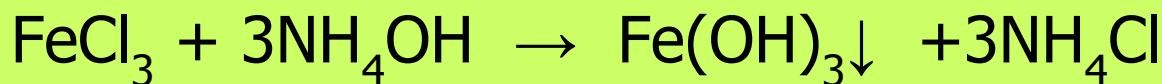
Пример 1



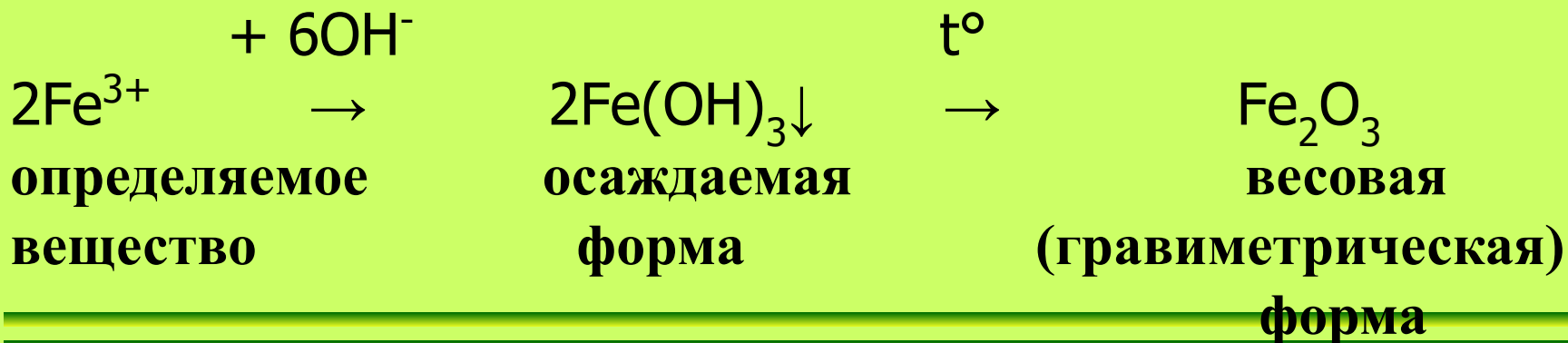
Осаждаемая и гравиметрическая формы совпадают:



Пример 2



Осаждаемая и гравиметрическая формы не совпадают:



Требования к осадителю

- *Качество осадка находится в зависимости от свойств осадителя.*
- *Желательно, чтобы осадитель был веществом летучим, т.к. если он полностью не будет удален при промывании осадка, то улетучится при прокаливании (поэтому Fe осаждают NH_4OH , а не NaOH).*
- *Количество осадителя обычно берут в 1.5 – кратном избытке (рассчитывают по уравнению реакции).*

Требования к осаждаемой форме

- **Осаждаемая форма должна обладать достаточно низкой растворимостью.**
- **Осадок должен быть по возможности крупно кристаллическим.**
- **Осаждаемая форма должна достаточно легко превращаться в гравиметрическую (весовую) форму.**

Требования к гравиметрической форме

- **Состав осадка после прокаливания должен отвечать определенной химической формуле.**
- **Осадок должен быть устойчив к воздействию внешних факторов (влаги, углекислый газ).**
- **Молекулярная масса осадка должна быть по возможности большей (тогда потери в меньшей степени повлияют на результаты определения).**

Схема анализа и главные операции метода осаднения

- отбор средней пробы вещества и подготовка ее к анализу
- взятие навески
- растворение навески
- осаждение определяемого компонента (с пробой на полноту осаждения)
- фильтрование
- промывание осадка (с пробой на полноту промывания)
- высушивание и прокаливание осадка до постоянной массы
- взвешивание
- вычисление результатов анализа (расчет содержания)

П.2. Расчеты в гравиметрическом анализе. Фактор пересчета

Расчет навески и массовой доли анализируемого вещества

$$g = \frac{m \cdot F}{W(X)} \cdot 100\%$$

где g – навеска исследуемого вещества (г);

$W(X)$ – массовая доля определяемого компонента X (%)

Расчет массовой доли (из этой формулы)

Гравиметрический фактор (F) показывает долю определяемого компонента в весовой (гравиметрической) форме

$$F_{2Fe/Fe_2O_3} = \frac{2Ar(Fe)}{Mr(Fe_2O_3)} = 0.6944$$

Преимущества и недостатки гравиметрического анализа

Преимущества

1. Высокая точность (0,01 %)
2. Высокая воспроизводимость
3. Простота выполнения

Недостатки

1. Длительность
2. Трудоемкость

3. Растворимость соединений. Произведение растворимости. Насыщенный и ненасыщенные растворы. Условия выпадения осадка.

Произведение растворимости и растворимость



Произведение растворимости $M_x A_y$ запишется в виде:

$$PР = [M^{a+}]^x [A^{b-}]^y.$$

Если обозначить растворимость электролита буквой L (англ.) или P (рус.), то концентрации катионов и анионов в насыщенном растворе:

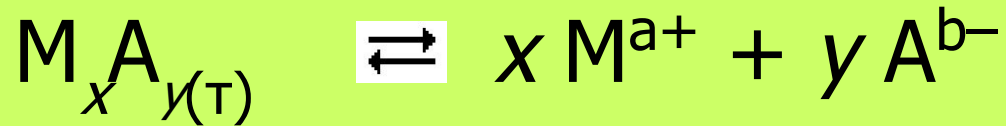
$[M^{a+}] = x L$; $[A^{b-}] = y L$. Растворимость L (моль/л, иногда в задачах требуется рассчитать в г/л)

В результате для величины PР получаем:

$$PР = [x L]^x [y L]^y = x^x y^y L^{x+y}.$$

В общем случае для электролита $M_x A_y$ растворимость L вычисляется по формуле (см. след слайд):

Растворимость (L), моль/л



$$[M^{a+}] = x L; \quad [A^{b-}] = y L$$

$$ПР(M_x A_y) = (x L)^x (y L)^y = x^x y^y L^{x+y}$$

$$L = \sqrt[x+y]{\frac{ПР(M_x A_y)}{x^x y^y}}$$

*Условия выпадения и растворения осадка.
Насыщенные и ненасыщенные растворы*

Условия выпадения осадка: $PK > PR$,

Условия растворения осадка: $PK < PR$,

где PK – произведение концентраций ионов
(молярные концентрации)

Насыщенные растворы: $PK = PR$

Ненасыщенные растворы: $PK < PR$

П.4. Решение задач на произведение растворимости

Задача

Рассчитать растворимость сульфата серебра, если $ПР(\text{Ag}_2\text{SO}_4) = 1,2 \cdot 10^{-5}$

- $$\text{Ag}_2\text{SO}_{4(\text{T})} \rightleftharpoons 2\text{Ag}^+ + \text{SO}_4^{2-}$$

$$L \qquad \qquad 2L \quad L$$
- $$ПР = [\text{Ag}^+]^2 [\text{SO}_4^{2-}] = (2L)^2 L = 4L^3$$

$$L = \sqrt[3]{\frac{ПР}{4}} = 1,3 \cdot 10^{-2} \text{ моль / л}$$

Посуда и оборудование в гравиметрическом анализе.

Весы аналитические



Осаждение



Фильтрация



Фильтрация



Гравиметрическая форма (после прокаливания)

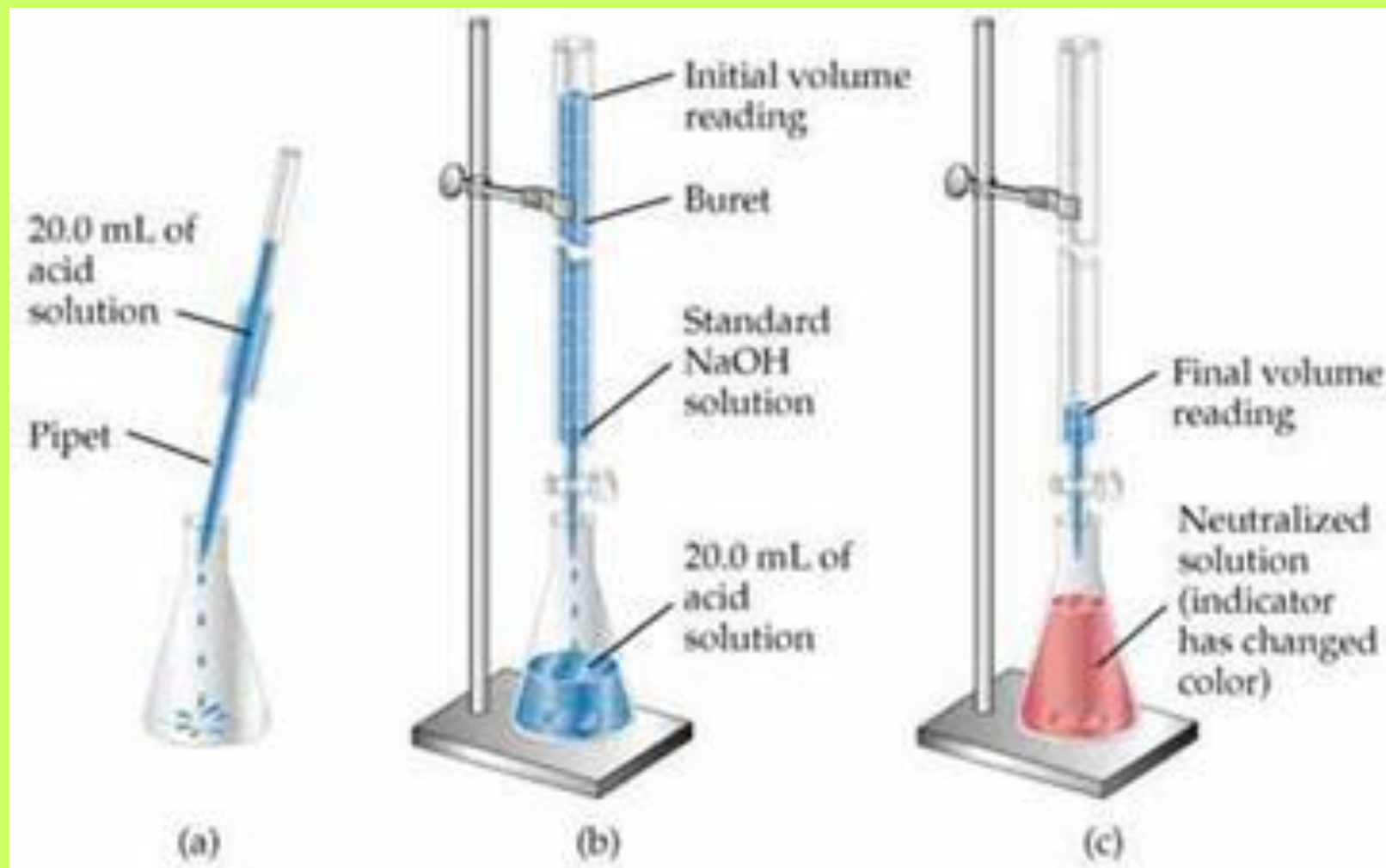


Посуда и оборудование в титриметрическом анализе



MyShared

Титрование



Посуда



Кран для
прерыва-
ния вы-
текания
жидкости

