

ВВЕДЕНИЕ В КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ



ПЛАН

- 1. Введение в количественный анализ**
- 2. Классификация методов количественного анализа**
- 3. Гравиметрический метод анализа:**
 - классификация гравиметрических методов анализа;**
 - механизм образования осадка и условия образования кристаллических и аморфных осадков;**
 - осажденная и гравиметрическая формы, требования к ним;**
 - вычисление результатов в гравиметрии;**
 - правила обращения с аналитическими весами;**
 - аппаратура и посуда используемые в гравиметрии;**
 - применение гравиметрии в аналитической практике;**
 - погрешности гравиметрического анализа.**

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА И ТЕРМИНЫ

Гравиметрия

Отгонка

Термогравиметрия

Осажденная форма

Гравиметрическая форма

Эксикатор

Тигель, тигельные щипцы

Бюкс

Осадитель

Промывная жидкость

Кристаллический осадок

Аморфный осадок

Аналитические весы

Разновес

Прокаливание

Высушивание

Муфельная печь

Сушильный шкаф

Гравиметрический (аналитический) фактор

Минимальная масса

Гравиметрический метод анализа

Гравиметрический метод анализа основан на точном измерении массы вещества известного состава, химически связанного с определяемым компонентом, и выделенного в виде соединения или в форме элемента. Классическое название метода – весовой анализ. Гравиметрический анализ основан на законе сохранения массы вещества при химических превращениях и является наиболее точным из химических методов анализа: предел обнаружения – 0,10 %; правильность (относительная ошибка метода) $\pm 0,2\%$.

Гравиметрический метод анализа

Гравиметрический анализ классифицируется на:

- методы осаждения;
- методы отгонки;
- термогравиметрия;
- электрогравиметрия.

Гравиметрический метод анализа

В методах осаждения определяемый компонент вступает в химическую реакцию с реагентом, образуя малорастворимое соединение. После проведения ряда аналитических операций (схема 1) твердый осадок известного состава взвешивают и проводят необходимые вычисления.

Гравиметрический метод анализа

Методы отгонки могут быть прямые и косвенные. В прямой отгонке определяемый компонент выделяют из пробы в виде газообразного продукта, улавливают и затем определяют его массу. В методах косвенной отгонки массу газообразного продукта определяют по разности масс анализируемого компонента до и после термической обработки. В практике фармацевтического анализа этот метод широко применяется при определении влажности лекарственных препаратов, растительного сырья и др.

Гравиметрический метод анализа

В термогравиметрическом анализе фиксируют изменение массы вещества в процессе нагревания, что позволяет судить о происходящих превращениях и установить состав образующихся промежуточных продуктов. Различают статический (изотермический) и динамический (политермический) термографический анализ.

Дериватный термографический метод также относится к термогравиметрии — записывают производную от термогравиметрической кривой, которая показывает скорость изменения массы вещества при его нагревании. Термогравиметрия широко используется для исследования изменения состава вещества и выбора условий высушивания или прокаливания осадков.

Гравиметрический метод анализа

Электрогравиметрический анализ основан на электролитическом выделении металлов и взвешивании полученного на электроде осадка. Основным физическим условием электролитического разделения металлов является определенное напряжение, при котором осаждаются одни и не выделяются другие металлы.

Однако, наиболее широкое применение в аналитической практике находит гравиметрический метод осаждения, который будет рассмотрен подробнее.

Основные операции гравиметрического анализа

Схема 1



Механизм образования осадка и условия осаждения

Как известно, образование осадка происходит в том случае, когда произведение концентраций ионов, входящих в его состав, превышает величину произведения растворимости малорастворимого электролита:



т.е. когда возникает местное пересыщение раствора, называемое относительным пересыщением, которое рассчитывается по формуле:

$$\frac{Q - S}{S}$$

, где

Q – концентрация растворенного вещества в какой-либо момент времени, моль/см³;

S – растворимость вещества в момент равновесия, моль/см³.

Механизм образования осадка и условия осаждения

В этом месте появляется зародыш будущего кристалла (процесс зародышеобразования). Для этого требуется определенное время, называемое индукционным периодом. При дальнейшем прибавлении осадителя более вероятным становится процесс роста кристаллов, а не дальнейшее образование центров кристаллизации, которые соединяются в более крупные агрегаты, состоящие из десятков и сотен молекул. Процесс агрегации соответствует коллоидным системам. Размер частиц при этом увеличивается, и более крупные агрегаты под действием силы тяжести выпадают в осадок.

Механизм образования осадка и условия осаждения

На этой стадии отдельные частицы, будучи диполями, ориентируются по отношению друг к другу так, что их противоположно заряженные стороны сближаются (процесс ориентации). Если скорость ориентации больше скорости агрегации:

$$k_2 \left(\frac{Q - S}{S} \right)^n > k_1 \left(\frac{Q - S}{S} \right)^n,$$

то образуется правильная кристаллическая решетка, если же наоборот — выпадает аморфный осадок. Чем меньше растворимого вещества, тем быстрее образуется осадок и мельче кристаллы. Одни и те же малорастворимые вещества могут быть выделены как в кристаллическом, так и в аморфном состоянии, что определяется условиями осаждения.

Механизм образования осадка и условия осаждения

Исходя из понятия относительного пересыщения раствора следует, что чем ниже растворимость осадка S и чем выше концентрация реагирующих веществ Q , тем больше образуется зародышей и тем больше скорость агрегации. И, наоборот, чем меньше разность $Q-S$, т.е. чем выше растворимость осадка и ниже концентрация осаждаемого вещества, тем выше скорость ориентации. Следовательно, для получения крупных кристаллов, которые легко отфильтровываются и промываются, необходимо проводить осаждение из разбавленных растворов медленным прибавлением осадителя и при нагревании (табл. 1).

Таблица 1

Условия осаждения кристаллических и аморфных осадков

Влияющий фактор	Осадки	
	кристаллические	аморфные
Концентрация растворов	Из разбавленных растворов разбавленным раствором осадителя	Из концентрированных растворов концентрированным раствором осадителя
Скорость осаждения	Осадитель прибавляют по каплям	Быстрое осаждение
Температура	Из горячих растворов (70-80°C) горячим раствором осадителя	Из горячих растворов (70-80°C)
Перемешивание	Непрерывное перемешивание	
Присутствие посторонних веществ	Добавление веществ, повышающих растворимость (обычно сильных кислот)	Добавление электролита коагулятора
Время осаждения	Длительное выдерживание осадка в растворе для «созревания» («старения» осадка)	Фильтрация сразу после осаждения

Механизм образования осадка и условия осаждения

Чистота кристаллических осадков. Удельная поверхность кристаллических осадков (площадь осадка, отнесенная к единице массы в $\text{см}^2/\text{г}$) обычно мала, поэтому соосаждение за счет адсорбции незначительно. Однако другие виды соосаждения, связанные с загрязнением внутри кристалла могут привести к ошибкам.

Известны два вида соосаждения на кристаллических осадках:

- **ИНКЛЮЗИЯ** — примеси в виде индивидуальных ионов или молекул гомогенно распределены по всему кристаллу;
- **ОККЛЮЗИЯ** — неравномерное распределение многочисленных ионов или молекул примеси, попавших в кристалл из-за несовершенства кристаллической решетки.

Механизм образования осадка и условия осаждения

Чистота кристаллических осадков.

Эффективным способом уменьшения окклюзии является «старение» («созревание») осадка — непрерывно протекающий процесс растворения и перекристаллизации, скорость которых возрастает при повышении температуры.

Механизм образования осадка и условия осаждения

Чистота аморфных осадков существенно уменьшается за счет процесса адсорбции, т.к. аморфный осадок состоит из частиц с неупорядоченной структурой, образующих рыхлую пористую массу. Наиболее эффективным способом уменьшения адсорбции является переосаждение. В этом случае отфильтрованный осадок растворяют и снова осаждают. Переосаждение существенно удлиняет анализ, но оно неизбежно для гидратированных оксидов железа (III) и алюминия, гидроксидов цинка, марганца и др.

Механизм образования осадка и условия осаждения

Чистота аморфных осадков

Процессом обратным коагуляции аморфного осадка, является его пептизация — это явление, в результате которого скоагулированный коллоид возвращается в исходное дисперсное состояние. Пептизация часто наблюдается при промывании аморфных осадков дистиллированной водой. Эта ошибка устраняется при правильном выборе промывной жидкости для аморфного осадка.

Осажденная и гравиметрическая формы. Требования к ним.

В гравиметрическом методе осаждения вводится понятие осажденной и гравиметрической формы вещества.

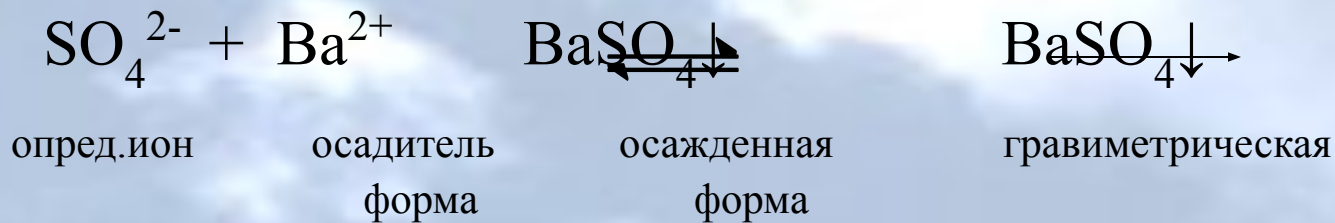
Осажденной формой называют соединение, в виде которого определяемый компонент осаждается из раствора.

Гравиметрической (весовой) формой называют соединение, которое взвешивают в результате анализа. Иначе ее можно определить как осажденную форму после аналитической обработки осадка.

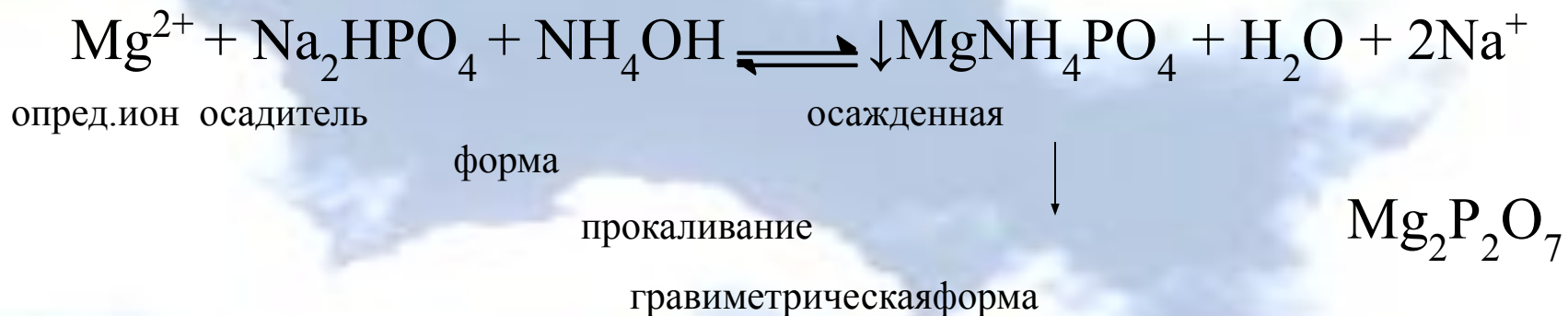
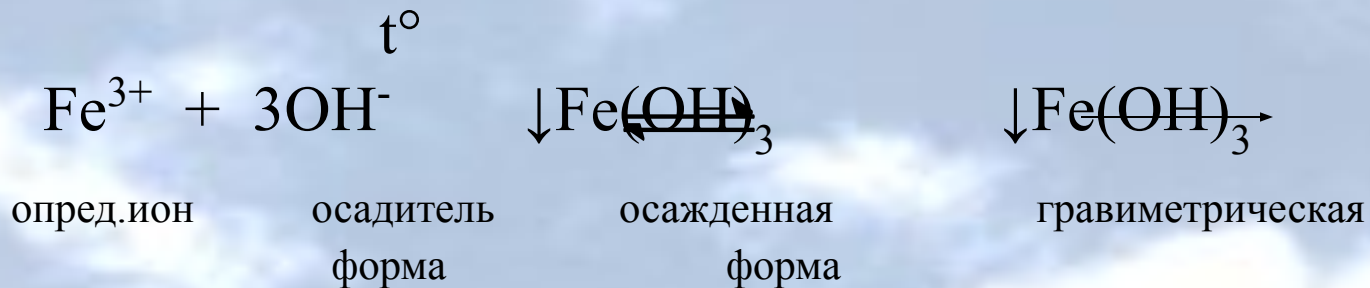
Осажденная и гравиметрическая формы.

Требования к ним.

Если представить схему гравиметрического определения

$$\text{SO}_4^{2-} - \text{ИОНОВ, ТО:}$$


ИЛИ:



Осажденная и гравиметрическая формы.

Требования к ним.

Из приведенных примеров видно, что не всегда гравиметрическая форма совпадает с осажденной формой вещества. Различны и требования, предъявляемые к ним.

Осажденная форма должна быть:

- 1) достаточно малорастворимой, чтобы обеспечить практически полное выделение определяемого вещества из раствора. В случае осаждения бинарных электролитов (AgCl ; BaSO_4 ; $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ и др.) достигается практически полное осаждение, т.к. произведение растворимости этих осадков меньше, чем 10^{-8} ;
- 2) полученный осадок должен быть чистым и легко фильтрующимся (что определяет преимущества кристаллических осадков);
- 3) осажденная форма должна легко переходить в гравиметрическую форму.

Осажденная и гравиметрическая формы. Требования к ним.

После фильтрования и промывания осажденной формы ее высушивают или прокаливают до тех пор, пока масса осадка не станет постоянной, что подтверждает полноту превращения осажденной формы в гравиметрическую и указывает на полноту удаления летучих примесей. Осадки, полученные при осаждении определяемого компонента органическим реагентом (диацетилдиоксимом, 8-оксихинолином, α -нитрозо- β -нафтолом и др.), обычно высушивают. Осадки неорганических соединений, как правило, прокаливают.

Осажденная и гравиметрическая формы. Требования к ним.

Главным требованиями к гравиметрической форме являются:

- 1) точное соответствие ее состава определенной химической формуле;
- 2) химическая устойчивость в достаточно широком интервале температур и на воздухе, не гигроскопична; должна иметь как можно большую молекулярную массу с наименьшим содержанием в ней определяемого компонента для уменьшения влияния погрешностей при взвешивании на результат анализа.

Вычисление результатов в гравиметрическом методе анализа

Гравиметрический анализ включает два экспериментальных измерения: определение массы навески (m_n) и массы продукта известного состава, полученного из этой навески, т. е. массы гравиметрической формы анализируемого вещества ($m_{\text{грав.ф.}}$).

На основании этих данных несложно вычислить массовую процентную долю определяемого компонента в навеске ($\omega, \%$):

$$\omega, \% = \frac{m_{\text{грав.ф.}} \cdot F \cdot 100}{m_n}, \text{ где}$$

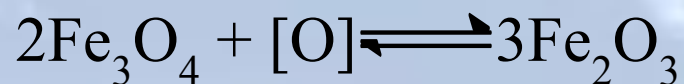
F – гравиметрический фактор – это отношение молекулярной массы определяемого компонента к молекулярной массе гравиметрической формы с учетом стехиометрических коэффициентов.

Вычисление результатов в гравиметрическом методе анализа

Значение гравиметрических факторов, рассчитанное с высокой точностью, приводится в справочной литературе под названием «аналитические множители» или «факторы пересчета».

Пример 1: Сколько граммов Fe_2O_3 можно получить из 1,63 г Fe_3O_4 ? Рассчитайте гравиметрический фактор.

Решение: Необходимо допустить, что Fe_3O_4 количественно превращается в Fe_2O_3 и для того имеется достаточное количество кислорода:



Вычисление результатов в гравиметрическом методе анализа

Из каждого моля Fe_3O_4 получается $3/2$ моля Fe_2O_3 . Таким образом, число молей Fe_2O_3 больше чем число молей Fe_3O_4 в $3/2$ раза или

$$nM_{(\text{Fe}_2\text{O}_3)} = \frac{3}{2} nM_{(\text{Fe}_3\text{O}_4)};$$

$$\frac{m_{(\text{Fe}_2\text{O}_3)}}{M_{(\text{Fe}_2\text{O}_3)}} = \frac{3}{2} \cdot \frac{m_{(\text{Fe}_3\text{O}_4)}}{M_{(\text{Fe}_3\text{O}_4)}},$$

m – масса вещества, г;

M – молярная масса вещества, г/моль

Вычисление результатов в гравиметрическом методе анализа

$$m_{(\text{Fe}_2\text{O}_3)} = \frac{3}{2} \cdot \frac{m_{(\text{Fe}_3\text{O}_4)} \cdot M_{(\text{Fe}_2\text{O}_3)}}{M_{(\text{Fe}_3\text{O}_4)}} \Rightarrow$$

$$m_{(\text{Fe}_2\text{O}_3)} = m_{(\text{Fe}_3\text{O}_4)} \frac{3 M_{(\text{Fe}_2\text{O}_3)}}{2 M_{(\text{Fe}_3\text{O}_4)}};$$

подставляем численные значения:

$$m_{(\text{Fe}_2\text{O}_3)} = 1,63 \frac{3 \cdot 159,7}{2 \cdot 231,5} = 1,687 = 1,69 \text{ г}$$

Гравиметрический фактор F равен:

$$F = \frac{3 M_{(\text{Fe}_2\text{O}_3)}}{2 M_{(\text{Fe}_3\text{O}_4)}} = 1,035;$$

Вычисление результатов в гравиметрическом методе анализа

Следовательно, в общем случае гравиметрический фактор определяется следующим образом:

$$F = \frac{a \cdot M_{\text{определяемвещества}}}{b \cdot M_{\text{гравиметрич. формы}}},$$

где a и b – небольшие целые числа, на которые нужно умножить молекулярные массы, чтоб число молей в числителе и знаменателе были химически эквивалентны.

Вычисление результатов в гравиметрическом методе анализа

Однако не во всех случаях эти расчеты применимы. При косвенном определении железа в $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$, которое заключается в осаждении и взвешивании BaSO_4 (гравиметрическая форма), при расчете аналитического фактора в числителе и знаменателе формулы нет общего элемента и здесь необходим другой способ выражения химической эквивалентности между этими величинами:



гравиметрический фактор для массовой процентной доли железа будет выражаться:

$$F = \frac{2M_{(\text{Fe})}}{3M_{(\text{BaSO}_4)}}$$

Вычисление результатов в гравиметрическом методе анализа

Пример 2. Навеску препарата ($m_n = 0,7030$ г) прокалили, сухой остаток обработали горячей HCl для превращения фосфора в H_3PO_4 . Фосфат-ион осадили в виде $MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$. После фильтрования и промывания осадок прокалили при $1000^\circ C$. Масса полученного осадка $Mg_2P_2O_7$ равна 0,4320 г. Рассчитайте массовую процентную долю фосфора в навеске:

$$\omega, \% = \frac{m_{\text{грав.ф.}} \cdot F \cdot 100}{m_n}$$

$$m_{\text{грав.ф.}(Mg_2P_2O_7)} = 0,4320 \text{ г};$$

Вычисление результатов в гравиметрическом методе анализа

Пример 2.

$$F = \frac{2M_{(P)}}{M_{(Mg_2P_2O_7)}} = 0,2783; m_H = 0,7030 \text{ г}$$

$$\omega, \%(P) = \frac{0,4320 \cdot 0,2783 \cdot 100}{0,7030} = 17,10$$

Выбор величины навески в гравиметрии

Как известно, точность анализа зависит как от величины навески, так и от величины гравиметрической формы, получаемой из нее.

Если навеска будет взята с большой точностью, а полученная из нее гравиметрическая форма будет малой величиной, измеренной с большой погрешностью, то весь анализ будет выполнен с ошибкой, допущенной при взвешивании гравиметрической формы. Поэтому должна быть взята такая навеска, чтобы при ее взвешивании и при взвешивании полученной из нее гравиметрической формы, ошибка не превышала $\pm 0,2\%$. Для этого необходимо определить минимальную массу, которую еще можно взвесить с точностью $\pm 0,2\%$ на аналитических весах с абсолютной ошибкой взвешивания $\pm 0,0001\%$, а минимальная ошибка, учитывая возможный разброс ($\pm$), в этом случае будет равной $2 \cdot (\pm 0,0001) = (\pm 0,0002)$ г.

Выбор величины навески в гравиметрии

100 г –	$\pm 0,2$ г	; $x = 0,1$ г
x –	$\pm 0,0002$ г	

Следовательно, такой минимальной массой является 0,1 г ($m_{\min} = 0,1$ г). При величине меньше, чем 0,1 г, ошибка превысит $\pm 0,2\%$.

При расчете массы навески в гравиметрическом анализе масса гравиметрической формы компонента приравнивается к минимальной массе вещества:

$$m_{\text{грав.ф.}} = m_{\min}$$

отсюда

$$m_{\text{н}} = \frac{m_{\min} \cdot F \cdot 100}{\omega, \%}$$

Аналитические весы. Правила обращения с весами

Аналитические весы – это точный физический прибор, пользование которым допускается при строгом соблюдении правил, обеспечивающих необходимую воспроизводимость и точность взвешивания (рис 1.)

Аналитические весы. Правила обращения с весами

Правила обращения с аналитическими весами включают следующие основные требования:

- 1) Весы должны быть установлены на жестко закрепленной поверхности, защищающей их от различных потрясений в специально оборудованном помещении – весовой комнате.
- 2) Недопустимы резкие колебания температуры, действие прямых солнечных лучей, а также корродирующее воздействие на аналитические весы химических веществ.
- 3) Предельно допустимая нагрузка аналитических весов должна быть не более 200 г.
- 4) При взвешивании предметов на аналитических весах необходимо, чтобы они имели температуру весовой комнаты.
- 5) Взвешиваемое вещество помещают на левую чашку весов в специальной таре (бюксы, тигли, часовое стекло). Гири аналитического разновеса помещают на правую чашку весов.

Аналитические весы. Правила обращения с весами

- 6) Взвешиваемые предметы и гири вносятся через боковые дверцы весов (шторки). Взвешивание производится только при закрытых дверцах футляра весов.
- 7) Гири аналитического равновеса берут только специально предназначенным пинцетом. Все операции со сменой разновеса производят при полном арретировании весов.
- 8) До и после каждого взвешивания необходимо проверить нулевую точку весов.
- 9) Во избежание перекоса чашек весов, гири и взвешиваемые предметы помещают в центр чашек.
- 10) Запись результатов взвешивания проводится по пустым гнездам аналитического разновеса и по данным барабанов с десятыми и сотыми долями грамма. Третий и четвертый знак после запятой снимают со святающегося табло.

Аналитические весы. Правила обращения с весами

11) По окончании взвешивания необходимо убедиться, что весы арретированы, полностью разгружены и дверцы футляра плотно закрыты.

Для уменьшения ошибки взвешивания необходимо пользоваться аналитическим разновесом, предназначенным для строго определенных аналитических весов.

Аналитические весы. Правила обращения с весами

Следует отметить, что даже при соблюдении всех вышесказанных правил, могут возникать ошибки взвешивания, зависящие от различных причин:

- 1) ошибка, вызванная неравноплечестью коромысла весов;
- 2) ошибка за счет изменения массы тела в процессе взвешивания;
- 3) ошибки за счет взвешивания в воздухе, а не в вакууме;
- 4) ошибки, вызванные несоответствием показания гирь (разновесок) и их действительной массой.

Аппаратура и посуда, используемые в гравиметрическом анализе

Химическая посуда, используемая в гравиметрическом анализе может быть изготовлена из стекла, фарфора, кварца, платины. Наиболее часто работают со стеклянной и фарфоровой посудой, которая должна быть тщательно вымыта и обезжирена путем обработки «хромовой смесью» или другими моющими средствами.

Аппаратура и посуда, используемые в гравиметрическом анализе

Для гравиметрического анализа используют тонкостенные химические стаканы и колбы для быстрого их прогрева и охлаждения без разрушения. Сыпучие вещества отвешивают на часовом стекле. Большими часовыми стеклами накрывают стаканы, чашки и колбы. Аналитические воронки используют для фильтрования и промывания осадков. Угол конуса воронки должен быть $\approx 60^\circ$, тогда бумажный фильтр хорошо приляжет к ее стенкам. Для ускорения фильтрования шейка воронки имеет длину 10-20 см, конец шейки должен иметь косой срез, чтобы жидкость стекала по стенке стакана, а не падала каплями, разбрызгивая фильтрат.

Аппаратура и посуда, используемые в гравиметрическом анализе

Стеклянные бюксы снабжены пришлифованной стеклянной крышкой. Стеклянные палочки предназначены для тщательного собирания частиц осадка со стенок стакана или колбы и их количественного переноса на фильтр.

Тигли могут быть изготовлены из фарфора, кварца, платины, никеля, железа, серебра и свинца. Они отличаются своими размерами. Чаще всего для прокаливания осадков, сжигания фильтров и сплавления применяют фарфоровые тигли, позволяющие нагревать вещество до температуры 1200°C.

Аппаратура и посуда, используемые в гравиметрическом анализе

Стеклянные фильтры и воронки со стеклянными фильтрами различают по номерам в зависимости от плотности стеклянного фильтра. Диаметр пор варьирует от 100-120 мк (№1) до 10 мк (№4). Стеклянные фильтры применяют для осадков, высушиваемых при температуре не выше 150-180°C.

Аппаратура и посуда, используемые в гравиметрическом анализе

Эксикаторы изготавливают из толстого стекла с пришлифованной плотно закрывающейся крышкой. В эксикаторах выдерживают бюксы, тигли, часовые стекла после прокаливания для охлаждения их до температуры весовой комнаты. Крышка или боковая стенка эксикатора могут быть снабжены трубкой со стеклянным краном для вакуумной сушки препаратов. Крышка и шлиф эксикатора смазываются специальной смазкой или вазелином, что обеспечивает полную герметичность. На дно эксикатора помещают высушивающие вещества – прокаленный кальция хлорид, концентрированную H_2SO_4 , P_2O_5 , свежeproкаленные мрамор, известь и др.

Аппаратура и посуда, используемые в гравиметрическом анализе

Фарфоровые чашки применяют для выпаривания растворов досуха или же для осаждения соединений. Внутренняя поверхность чашки покрыта глазурью.

Тигельные щипцы используют для переноса тиглей, бюксов из эксикатора на весы и обратно. Их изготавливают из различных металлов (сталь, латунь, алюминий и др.)

Электрический сушильный шкаф предназначен для сушки посуды, осадков и образцов анализируемого вещества. Температура в нем меняется от 20°C до 300°C с помощью специального автоматического терморегулятора.

Электрические тигельные печи (муфельные печи) служат для прокаливания осадков в тиглях и дают возможность получать температуру от 800°C до 1200°C .

Применение гравиметрического метода анализа

Использование неорганических осадителей позволяет получить в виде гравиметрической формы либо соли, либо оксиды определяемых веществ. Неорганические реагенты не отличаются специфичностью, но в анализе наиболее часто используют: NH_4OH (Fe_2O_3 ; SnO_2); H_2S (CuS ; ZnS или ZnSO_4 ; As_2S_3 или As_2S_5 ; Bi_2S_3); $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ (HgS); NH_4HPO_4 ($\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$; AlPO_4 ; $\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$); H_2SO_4 (Pb , Ba , Sr в виде сульфатов); $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (CaO); HCl (AgCl ; Hg_2Cl_2 ; Na в виде NaCl из бутанола); AgNO_3 (AgCl ; AgBr ; AgI); BaCl_2 (BaSO_4) и другие.

Применение гравиметрического метода анализа

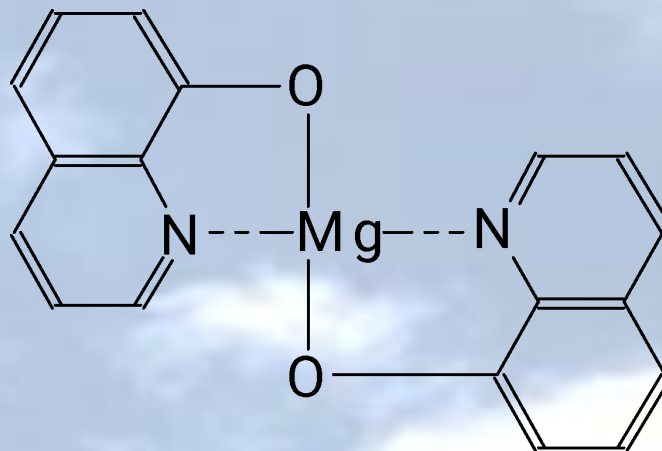
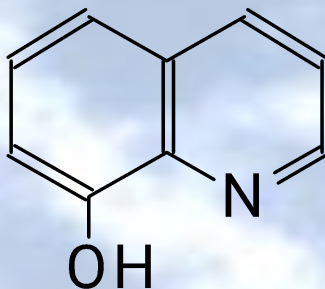
Иногда, в основу гравиметрических определений положено восстановление определяемого компонента до элемента, который служит гравиметрической формой.

Для гравиметрического определения неорганических веществ предложен ряд органических реагентов, которые, как правило, обладают большей селективностью.

Известны два класса органических реагентов. Первые образуют малорастворимые комплексные соединения неионного характера (координационные соединения) и содержат не менее 2-х функциональных групп, имеющих пару неподеленных электронов. Еще их называют хелатообразующими реагентами, например 8-оксихинолин осаждает более двадцати катионов:

Применение гравиметрического метода анализа

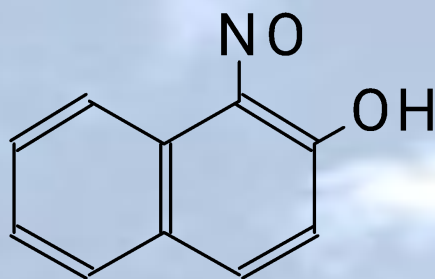
Еще их называют хелатообразующими реагентами, например 8-оксихинолин осаждает более двадцати катионов:



Растворимость оксихинолятов металлов изменяется в широких пределах в зависимости от природы катиона, значения pH-среды.

Применение гравиметрического метода анализа

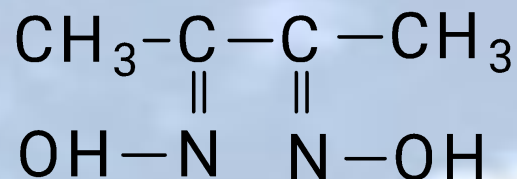
В 1885 г. был предложен 1-нитрозо-2-нафтол – один из первых селективных органических реагентов, который широко используется для



определения кобальта в присутствии никеля, а также для определения ионов висмута (III), хрома (III), ртути (II), олова (IV) и др.

Применение гравиметрического метода анализа

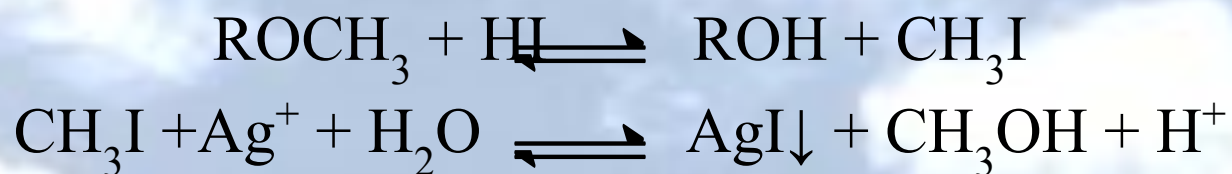
Диацетилдиоксим отличается непревзойденной селективностью и широко используется для гравиметрического определения малых концентраций никеля.



Органические реагенты второго класса образуют продукты, в которых связь между неорганическим ионом и реагентом носит, в значительной степени, ионный характер. Среди них наиболее часто употребляются: тетрафенилборат натрия, образующий солеобразный осадок с ионами калия и аммония в растворах минеральных кислот; бензидин и др.

Применение гравиметрического метода анализа

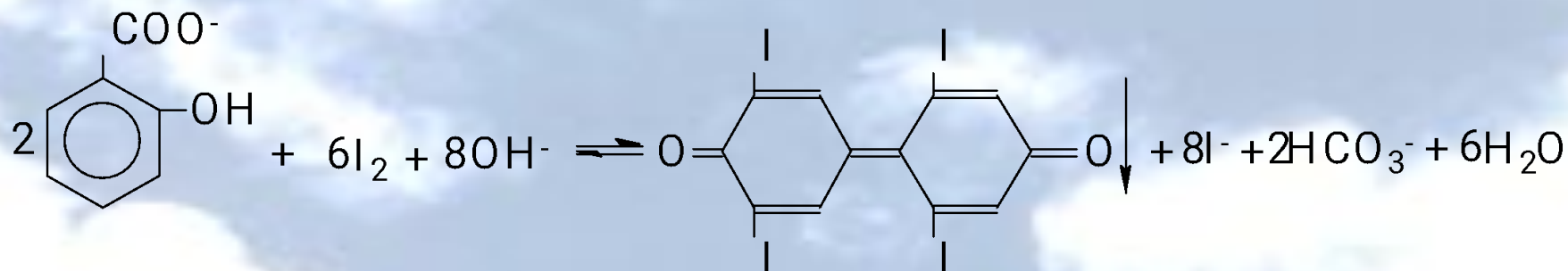
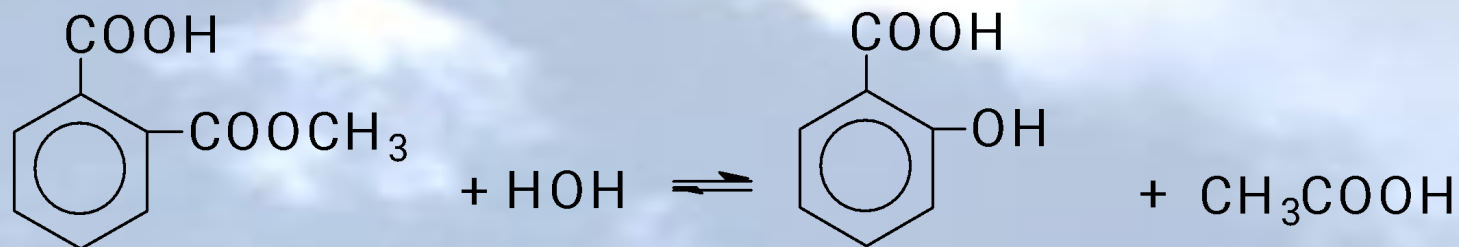
При определении органических соединений в гравиметрическом анализе используется способность некоторых реагентов вступать во взаимодействие с функциональными группами (карбонильной, азо-, сульфо-, метокси-, этокси- и другими), что позволяет анализировать целые классы органических соединений. Например, соединения, содержащие метоксигруппу определяются по схеме:



Результат анализа рассчитывают по массе гравиметрической формы AgI.

Применение гравиметрического метода анализа

При анализе ацетилсалициловой кислоты (аспирин) по схеме:



образующуюся салициловую кислоту йодируют в растворе Na_2CO_3 , гравиметрической формой является осадок тетрайодфенилхинона, который высушивают и взвешивают.

Применение гравиметрического метода анализа

При единичных анализах органических соединений гравиметрия находит широкое применение, так как исключается необходимость процессов калибровки или стандартизации.

Погрешности гравиметрии

Гравиметрия относится к методам анализа, дающим наиболее правильный результат, и несмотря на длительность и трудоемкость очень часто применяется как проверочный метод в арбитражных анализах.

Правильность метода объясняется весьма малой систематической ошибкой измерений, связанной с точностью взвешивания на аналитических весах:

$$\frac{S_x}{x} = \sqrt{\left(\frac{S_a}{a}\right)^2 + \frac{1}{n}\left(\frac{S_m}{m}\right)^2}, \text{ где}$$

S_a (S_m) – точность взвешивания на аналитических весах ($\pm 0,0002$ г для весов АДВ-200; $\pm 0,00005$ г для полумикровесов и т.д.)

a – навеска анализируемого вещества, г;

m – масса гравиметрической формы, г;

n – число прокаливаний или высушиваний для получения постоянной массы.

Погрешности гравиметрии

Гравиметрия относится к методам анализа, дающим наиболее правильный результат, и несмотря на длительность и трудоемкость очень часто применяется как проверочный метод в арбитражных анализах.

Правильность метода объясняется весьма малой систематической ошибкой измерений, связанной с точностью взвешивания на аналитических весах:

$$\frac{S_x}{x} = \sqrt{\left(\frac{S_a}{a}\right)^2 + \frac{1}{n}\left(\frac{S_m}{m}\right)^2}, \text{ где}$$

S_a (S_m) – точность взвешивания на аналитических весах ($\pm 0,0002$ г для весов АДВ-200; $\pm 0,00005$ г для полумикровесов и т.д.)

a – навеска анализируемого вещества, г;

m – масса гравиметрической формы, г;

n – число прокаливаний или высушиваний для получения постоянной массы.

Погрешности гравиметрии

Систематические методические ошибки в гравиметрии могут быть учтены и уменьшены в ходе выполнения соответствующих операций (табл.2).

S_a (S_m) – точность взвешивания на аналитических весах ($\pm 0,0002$ г для весов АДВ-200; $\pm 0,00005$ г для полумикровесов и т.д.)

a – навеска анализируемого вещества, г;

m – масса гравиметрической формы, г;

n – число прокаливаний или высушиваний для получения постоянной массы.

Методические погрешности гравиметрии

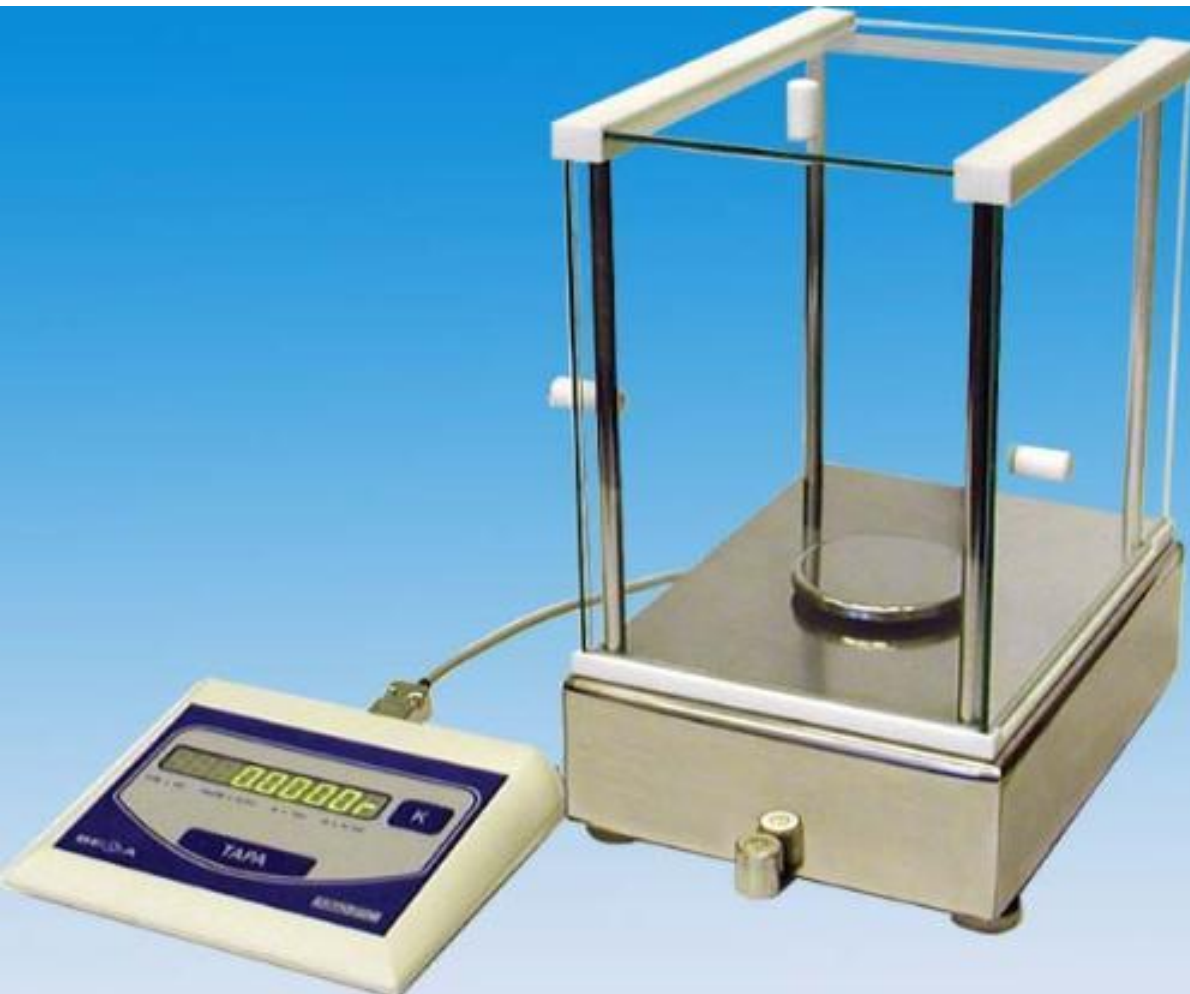
Гравиметрическая операция	Абсолютная погрешность	
	Положительная (завышенный результат)	Отрицательная (заниженный результат)
Выбор осадителя:		
а) природа осадителя	нелетучий, неспецифический осадитель	Высокая растворимость осаждаемой формы, коллоидообразование
б) количество осадителя	небольшой избыток осадителя, соосаждение посторонних ионов	Недостаток осадителя. Слишком большой избыток осадителя, повышение растворимости осадка за счет комплексообразования или солевого эффекта
Осаждение	Соосаждение посторонних ионов	Недостаточное время созревания (кристаллические осадки). Коллоидообразование (аморфные).
Фильтрование	————	Неправильный выбор фильтра – прохождение частиц осадка через фильтр
Промывание	Промывание нелетучей промывной жидкостью	Избыток промывной жидкости: пептизация аморфного осадка; гидролиз кристаллического. Потеря за счет растворимости осадка.
Получение гравиметрической формы	Температура прокаливания: получение соединения другого состава, гигроскопичность, поглощение CO_2 из воздуха.	Превышение температуры высушивания для осадков органической природы. Превышение температуры прокаливания (получение соединения другого химического состава).

Погрешности гравиметрии

Анализ приведенных данных показывает, что выявить вид ошибки можно при рассмотрении методики определения с учетом механизма образования осадка, свойств веществ используемых и получающихся в ходе анализа.

В настоящее время несколько преуменьшается значение гравиметрических методов анализа, однако, не стоит забывать, что имея достоинства и недостатки, гравиметрический анализ представляется наилучшим способом решения достаточно большого числа аналитических задач.

Аналитические весы серии АВ I (специального) класса точности

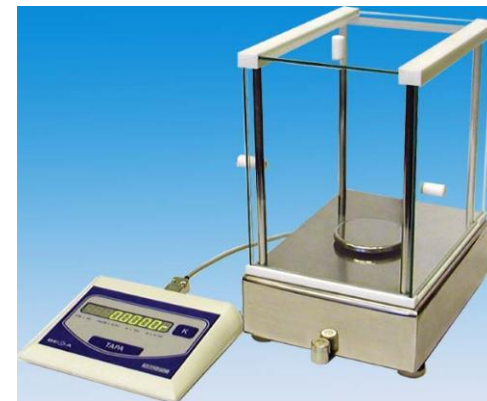


Аналитические и лабораторные весы серии АВ

выпускаются по ГОСТ 24104-2001 и техническим условиям ТУ 4274-001-58887924-2002.

Весы могут применяться в различных отраслях промышленности, в том числе в научных и производственных лабораториях.

Аналитические весы серии АВ I (специального) класса точности



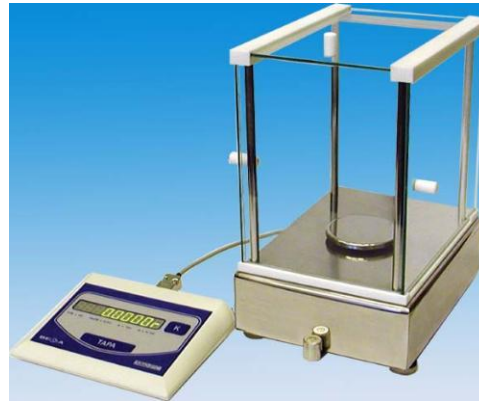
Разработка ООО «ОКБ Веста» Госреестр СИ РФ № 24341-03

Аналитические и лабораторные весы серии АВ выпускаются по ГОСТ 24104-2001 и техническим условиям ТУ 4274-001-58887924-2002.

Весы могут применяться в различных отраслях промышленности, в том числе в научных и производственных лабораториях.

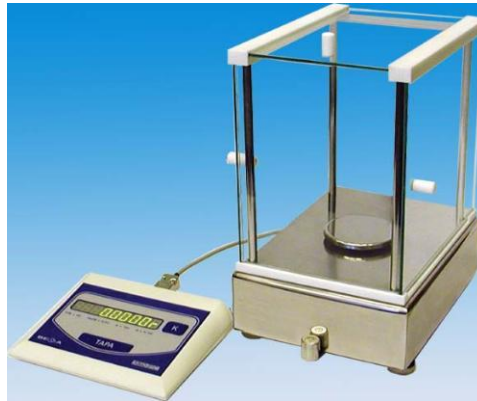
Конструктивно весы состоят из двух блоков: весового и электронного, соединенных между собой кабелем длиной от 1,5 до 5 метров. Такое конструктивное решение позволяет разместить весовой блок в изолированном боксе, установить его в дозаторе, в другом помещении, а электронный блок - в удобном для оператора месте.

Аналитические весы серии АВ I (специального) класса точности



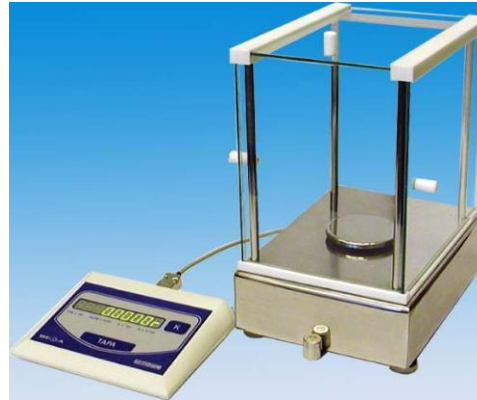
Удобное для пользователя управление весами осуществляется с помощью всего лишь двух клавиш, расположенных на лицевой панели электронного блока. Весы выпускаются в двух вариантах исполнения: обычном и с повышенной защитой от коррозии (весы с индексом «С»). В весах с индексом «С» корпус весового блока выполнен из нержавеющей стали, а весоизмерительная ячейка - из коррозионностойкого материала.

Аналитические весы серии АВ I (специального) класса точности



Яркий светодиодный индикатор позволяет надежно считывать показания даже в условиях плохой освещенности. Для связи с компьютером весы имеют стандартный последовательный интерфейс передачи данных RS 232C . Внутренняя высота витрины 210мм обеспечивает удобство при работе с колбами и другими высокими предметами.

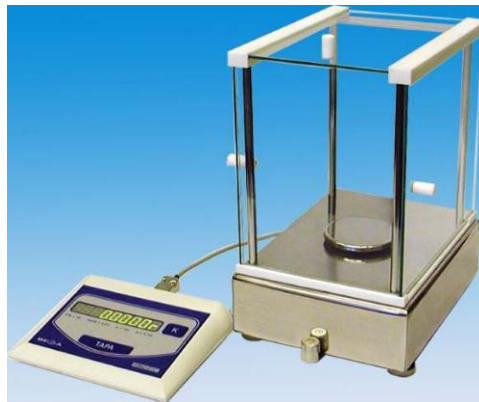
Аналитические весы серии АВ I (специального) класса точности



В весах предусмотрено:

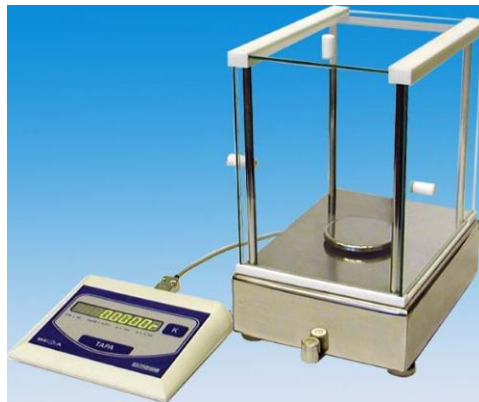
- Полуавтоматическое устройство установки на ноль («TARA»);
- Полуавтоматическая юстировка внешней гирей с возможностью введения поправки на гирю;
- Автоматическое устройство слежения за нулем;
- Функция самоконтроля;
- Программы пересчета и взвешивания в каратах, процентах, подсчета образцов;
- Функция адаптации к внешним условиям;
- Регулировка яркости индикатора.

Аналитические весы серии АВ I (специального) класса точности



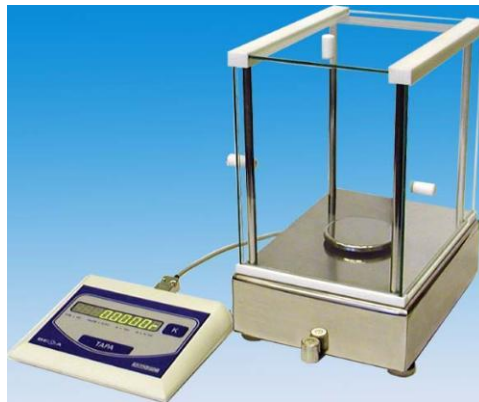
АВ60-01 АВ60-01С Наибольший предел взвешивания, г: 60
Наименьший предел взвешивания, мг: 10
Дискретность отсчета (d), мг: 0,1
Цена поверочного деления (e), мг: 1
Среднеквадратическое отклонение, мг, не более, : 0,1
Класс точности по ГОСТ 24104: 1
Время установления показаний, с, не более: 5
Диаметр чашки, мм: 85
Калибровочная гиря: 50гЕ2

Аналитические весы серии АВ I (специального) класса точности



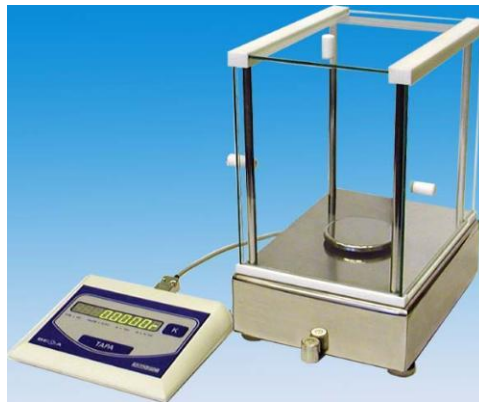
AB120-01 AB120-01C Наибольший предел взвешивания, г: 120 Наименьший предел взвешивания, мг: 10
Дискретность отсчета (d), мг: 0,1 Цена поверочного деления (e), мг: 1 Среднеквадратическое отклонение, мг, не более, : 0,1 Класс точности по ГОСТ 24104: 1 Время установления показаний, с, не более: 5 Диаметр чашки , мм: 85 Калибровочная гиря: 100гE2

Аналитические весы серии АВ I (специального) класса точности



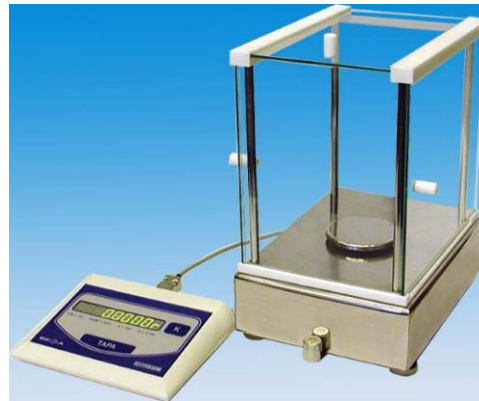
AB210-01 AB210-01C Наибольший предел взвешивания, г: 210 Наименьший предел взвешивания, мг: 10
Дискретность отсчета (d), мг: 0,1 Цена поверочного деления (e), мг: 1 Среднеквадратическое отклонение, мг, не более, : 0,1 Класс точности по ГОСТ 24104: 1 Время установления показаний, с, не более: 5 Диаметр чашки , мм: 85 Калибровочная гиря: 200гE2

Аналитические весы серии АВ I (специального) класса точности



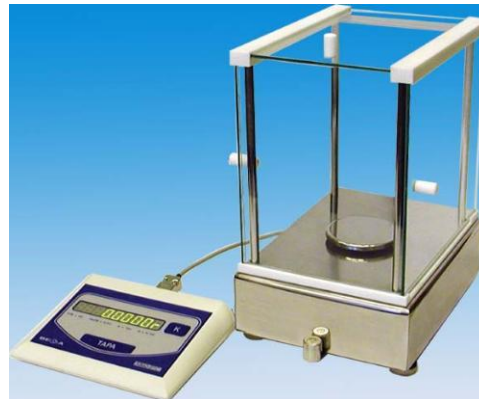
АВ310-01 АВ310-01С Наибольший предел взвешивания, г: 310 Наименьший предел взвешивания, мг: 10
Дискретность отсчета (d), мг: 0,1 Цена поверочного деления (e), мг: 1 Среднеквадратическое отклонение, мг, не более, : 0,15 Класс точности по ГОСТ 24104: 1 Время установления показаний, с, не более: 5 Диаметр чашки , мм: 85 Калибровочная гиря: 200гЕ2

Аналитические весы серии АВ I (специального) класса точности



АВ600-1 АВ600-1С Наибольший предел взвешивания, г: 600
Наименьший предел взвешивания, мг: 100
Дискретность отсчета (d), мг: 1 Цена поверочного деления (e), мг: 10
Среднеквадратическое отклонение, мг, не более, : 1
Класс точности по ГОСТ 24104: 1
Время установления показаний, с, не более: 5
Диаметр чашки, мм: 140 Калибровочная гиря: 500гE2

Аналитические весы серии АВ I (специального) класса точности



AB1200-1 AB1200-1C Наибольший предел
взвешивания, г: 1200 Наименьший предел
взвешивания, мг: 100 Дискретность отсчета (d), мг: 1
Цена поверочного деления (e), мг: 10
Среднеквадратическое отклонение, мг, не более, : 1
Класс точности по ГОСТ 24104: 1 Время установления
показаний, с, не более: 5 Диаметр чашки ,мм: 140
Калибровочная гиря: 1кгE2

Analytical Balances

GR Series

Built-in Motorized Calibration Weight

Analytical Balances

Features

Requires 30% less footprint space

Fully Automatic Self-Calibration

One Touch Calibration

Easy Access Door

Splash Proof Keyboard and Display

Data Memory Function - Store up to 200 measurements

Two Layer Housing Construction

Advanced Stabilization Software

Automatic Adjustable Environment Setting

Multiple Weighing Units

Standard RS-232C allows bidirectional communication with

PC

GLP compliance

Standard Under hook

Quick Reference Card

Bundled with A&D's new [WinCT Software](#)



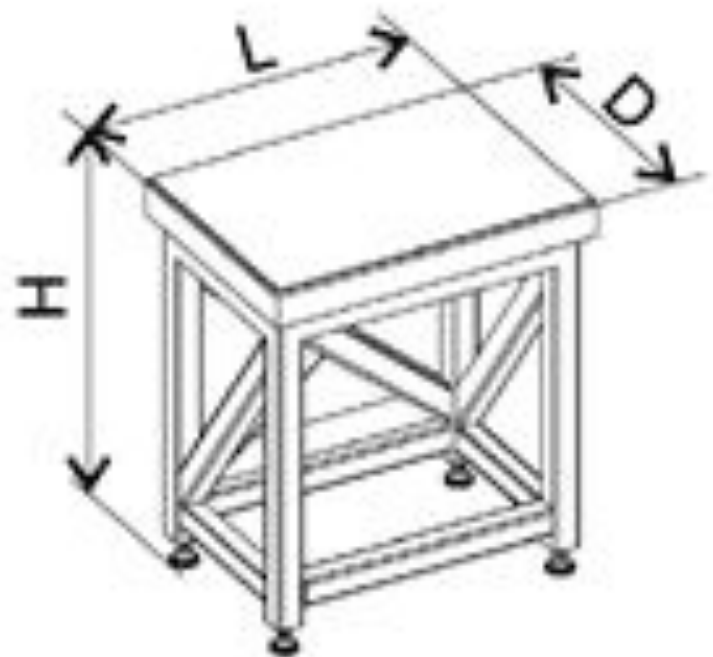
Accessories

AD-1653 Density Determination Kit

AD-8121 Multifunction Printer

AD-8118B Universal Printer

Столешницы (столы)



Гранит 630 × 450 × 750

рабочая поверхность: габариты L, D, H

Вес изделия, не более: 100 кг

Столы весовые (серия)



рабочая поверхность Ламинат серый, гранит
габариты L, D, H 1200 × 600 × 750
Вес изделия, не более: 150 кг