

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
ДВНЗ «ПРИКАРПАТСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ  
УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ ВАСИЛЯ СТЕФАНИКА»  
ІНСТИТУТ ПРИРОДНИЧИХ НАУК  
Кафедра неорганічної та фізичної хімії**

Затверджено  
на засіданні кафедри  
неорганічної та фізичної хімії  
протокол №\_\_ від\_\_\_\_\_2015 р.

**Методичні вказівки та інструкція  
до виконання лабораторної роботи №5**

з курсу “Хімія аналітична”

**ГРАВІМЕТРИЧНИЙ АНАЛІЗ**

Методична розробка  
доц. Мідак Л.Я.,  
канд. хім. наук,  
викладач Кузишин О.В.,  
канд. ф.-м. наук

м. Івано-Франківськ  
2015

**Тема:** Гравіметричний аналіз.

**Мета роботи:** ознайомитись та практично опанувати основні операції гравіметрії. Визначити вміст кристалізаційної води у кристалогідраті  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Встановити хімічну формулу досліджуваного зразка кристалогідрату. Визначити вміст Барію у досліджуваному зразку  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

**Знати:**

- суть гравіметричного аналізу;
- поняття осаджуваної та гравіметричної форми;
- вимоги до осаджувача;
- вимоги до осадженої форми;
- умови одержання кристалічних осадів;
- умови одержання аморфних осадів.

**Вміти:**

- взяти наважку досліджуваної речовини;
- висушити речовину у сушильній шафі;
- виконувати операції осадження, фільтрування та промивання осаду;
- здійснити розрахунки та статистичну обробку експериментальних результатів.

**Самостійна робота на занятті**

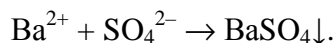
1. Виконання тестових завдань (перевірка домашньої самопідготовки).
2. Обговорення основних питань теми та складання алгоритму роботи.
3. Виконання лабораторної роботи.
4. Обговорення та математична обробка експериментальних результатів.
5. Формулювання висновків та оформлення протоколу (залік лабораторної роботи).

### **Теоретичні відомості**

Вміст кристалізаційної води у кристалогідраті відповідає його хімічній формулі. Визначення кристалізаційної води дає можливість встановити (уточнити) хімічну формулу кристалогідрату. Це є одним із завдань гравіметрії.

Кристалізаційна вода видаляється висушуванням за певної температури. Температура нагрівання, як правило, вища за  $100^\circ\text{C}$  і визначається структурними властивостями кристалогідрату. Температура видалення кристалізаційної води з кристалогідрату  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  в умовах атмосферного тиску дорівнює  $120\text{--}125^\circ\text{C}$ .

Визначення Барію за методом гравіметрії ґрунтується на реакції одержання малорозчинної сполуки  $\text{BaSO}_4$ :



Осадження барій сульфату здійснюють сульфатною кислотою в розбавлених підкислених розчинах при нагріванні. Осаджувана і гравіметрична форми барій сульфату відповідають вимогам за методикою аналізу.

**Прилади та реактиви:** електронні та аналітичні терези, сушильна шафа, муфельна піч, ексикатор, бюкс, тигель, стакани, лійка, фільтрувальний папір (синя смужка),  $H_2SO_4$  (2M),  $HCl$  (2M), р-н  $NH_4NO_3$  (1%), р-н  $AgNO_3$  (1%), кристалогідрат  $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ .

### Зміст роботи

#### 1. Визначення кристалізаційної води у кристалогідраті $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ .

**Взяття наважки.** Для взяття наважки використовують чистий і попередньо висушений до сталої маси бюкс. Оптимальна маса кристалогідрату для виконання цього аналізу має бути близько 1,5 г. Спочатку відбирають наважку кристалогідрату на технічних терезах, а потім точно встановлюють її масу на аналітичних терезах. Під час зважування на аналітичних терезах бюкс має бути **закритий кришкою**.

**Висушування.** Висушування кристалогідрату здійснюють у сушильній шафі за температури  $120^\circ C$ . Відкритий бюкс з наважкою (**кришка бюкса зміщена або встановлена на ребро**) розміщують у шафі і витримують при зазначеній температурі близько 1 год. Після закінчення цього часу тигельними щипцями бюкс переносять в ексикатор для охолодження протягом 10 хв. Далі бюкс, закритий кришкою, зважують якомога швидше на аналітичних терезах. Цю операцію висушування і зважування повторюють. Якщо повторне зважування відрізняється від попереднього більш ніж на 0,0002 г, висушування продовжують до одержання сталої маси зразка солі. Зміна маси є ознакою неповного видалення леткого компонента (води). Якщо ж під час зважування спостерігається збільшення маси, то в даному випадку це є наслідком поглинання атмосферної вологи через нещільно закритий бюкс.

Результати всіх зважувань досліджуваного зразка заносять до лабораторного журналу у формі таблиці.

№ досл.	Маса бюкса, $m_0$ г	Маса бюкса з наважкою, $m_1$ г	Маса бюкса з наважкою після висушування, $m_2$ г	Маса води у кристалогідраті, г	Вміст води, %

**Розрахунки за результатами зважувань.** За різницею значень маси пустого бюкса та результатів зважування встановлюють масу наважки кристалогідрату до висушування і після висушування. За зміною маси зразка знаходять масу кристалізаційної води і обчислюють її вміст (%) у кристалогідраті та визначають хімічну формулу досліджуваної речовини.

Якщо виходить з того, що об'єкт дослідження є стехіометричною сполукою, то можливим є встановлення абсолютної і відносної похибки визначення вмісту кристалізаційної води. Для цього виконують обчислення за хімічною формулою кристалогідрату і встановлюють теоретичне значення вмісту води у кристалогідраті  $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ .

Абсолютну і відносну похибки визначення обчислюють за відомими рівняннями:

$$\Delta\omega = \omega_{\text{практ}}(\text{H}_2\text{O}) - \omega_{\text{теор}}(\text{H}_2\text{O}), \%$$

$$\pm \frac{\Delta\omega}{\omega_{\text{теор}}(\text{H}_2\text{O})} \cdot 100\%$$

В умовах навчального лабораторного експерименту, такий аналіз вважається правильно виконаний, якщо абсолютна похибка не перевищує  $\pm 0,05\%$ .

## 2. Визначення Барію у кристалогідраті $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

**Взяття наважки.** Наважку досліджуваної солі (близько 0,5 г) беруть на технохімічних терезах у бюксі, який попередньо зважений на аналітичних терезах. Далі наважку точно визначають на аналітичних терезах. Точно визначену наважку солі кількісно переносять у хімічний стакан на 150-200 мл, розчиняють у 50-60 мл води й в утворений розчин доливають 3-5 мл розчину  $\text{HCl}$ . В іншому хімічному стакані готують розчин осаджувача. Для цього обчислений за рівнянням реакції об'єм розчину сульфатної кислоти, взятий з необхідним надлишком, розбавляють водою до 40 мл.

**Осадження.** Обидва стакани з приготованими розчинами нагрівають на електроплитці. Потім повільно, невеликими порціями (по скляній паличці) переливають розчин сульфатної кислоти до розчину солі, постійно помішуючи суміш скляною паличкою, яка надалі залишається в реакційному стакані до закінчення реакції. Процес доливання осаджувача прискорюється з наближенням до кінця реакції.

Після закінчення операції осадження стакан з осадом закривають аркушем паперу (не виймаючи скляну паличку) і залишають для «дозрівання» осаду до наступного заняття.

**Фільтрування і промивання осаду.** Перш ніж розпочати відокремлення осаду від маточного розчину, необхідно перевірити повноту осадження йонів  $\text{Ba}^{2+}$ . Для цього по стінці стакана обережно доливають декілька крапель розчину сульфатної кислоти. Якщо ця дія не викликає утворення осаду – осадження виконане повністю.

Фільтрування осаду барій сульфату виконують, використовуючи фільтр із синьою смужкою. Фільтр ретельно вкладають у чисту та суху лійку і змочують водою із промивалки. Лійку з фільтром вставляють у кільце лабораторного штатива таким чином, щоб її носик торкався внутрішньої стінки хімічного стакана, до якого буде збиратися фільтрат. Осад переносять на фільтр методом декантації, 2-3 рази промиваючи невеликими порціями (15-20 мл) промивної рідини. Промивну рідину готують, змішуючи 4 мл розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$  і 100 мл води. Перенесення рідини та осаду на фільтр здійснюють дуже обережно, не допускаючи розбрикування та втрат. Для ретельного і кількісного перенесення осаду на фільтр використовують скляну паличку з гумовим наконечником, за допомогою якого зчищають кристалічний наліт зі стінок стакана.

Осад на фільтрі додатково два-три рази промивають розчином амоній нітрату до негативної реакції на  $\text{Cl}^-$  у промивних водах. Контроль здійснюють розчином  $\text{AgNO}_3$ .

**Висушування і прожарювання осаду.** Лійку з фільтром переносять до сушильної шафи, де за кілька хвилин його підсушують (до незначної вологості), після чого фільтр з осадом обережно і компактно складають і переносять у фарфоровий тигель, який заздалегідь був прожарений до постійної маси (вага тигля записана у лабораторному журналі). Фільтр у тиглі обвуглюють на помірному полум'ї газового пальника (до припинення диму), потім тигель переносять у муфельну піч, користуючись муфельними щипцями, і прожарюють до постійної маси за температури 800-900°C. Прожарювання виконують у 2-3 прийоми по 30-40 хвилин. Зважування тигля здійснюється після його охолодження в ексикаторі.

**Зважування гравіметричної форми та розрахунки за результатами аналізу.** Визначення маси барій сульфату (гравіметричної форми), одержаного внаслідок прожарювання, знаходять як різницю мас тигля з речовиною та попередньо прожареного пустого тигля. За кінцевий результат зважувань приймається середнє арифметичне з трьох найбільш близьких значень. Всі результати зважувань заносять у лабораторний журнал.

За визначеною масою  $\text{BaSO}_4$  обчислюють вміст Барію у досліджуваному зразку кристалогідрату  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ :

$$\omega(\text{Ba}) = F \frac{q}{G} \cdot 100\%$$

$$\text{де } F - \text{гравіметричний фактор, } F = \frac{M(\text{Ba})}{M(\text{BaSO}_4)};$$

$q$  – маса гравіметричної форми, г;

$G$  – наважка кристалогідрату, взятого для аналізу, г.

Правильність виконаного аналізу і точність кінцевого результату оцінюють за значеннями абсолютної та відносної похибки.

Як істинне значення приймається вміст Барію, обчислений за хімічною формулою кристалогідрату. У даному визначенні допускається відносна похибка не більш ніж 0,10% .

Результати аналізу, одержані кількома виконавцями, статистично обробляють, для оцінювання відтворюваності аналітичного визначення.

### ЗАВДАННЯ ДЛЯ САМОСТІЙНОЇ РОБОТИ

1. Поясніть умови проведення реакції осадження у гравіметрії?
2. За якими властивостями сульфатна кислота є кращий осаджувач йонів  $\text{Ba}^{2+}$  ніж натрій сульфат?
3. З якою метою промивають осад? Чому в гравіметрії для промивання осаду використовують розбавлений розчин осаджувача?
4. Які хімічні реакції можуть відбуватися під час висушування та прожарювання осаду?

### КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Які сполуки називаються кристалогідратами? Наведіть приклади речовин

кристалогідратів.

2. Поясніть, чому температура видалення кристалізаційної води вища за температуру видалення гігроскопічної води?
3. Які чинники впливають на похибку визначення вмісту кристалізаційної води?