

Министерство образования Республики Беларусь
Учреждение образования
«Белорусский государственный педагогический университет
имени Максима Танка»

Суханкина Н.В., Козлова-Козыревская А.Л.

**АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ.
КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ**

Практикум

Минск
2017

УДК 543.2 (075.8)
ББК 24.4я73

Печатается по решению редакционно-издательского совета БГПУ

Рецензенты:

Мельситова И. В., доцент кафедры аналитической химии БГУ,
кандидат химических наук, доцент;
кафедра химии УО «Витебский государственный университет
имени П.М. Машерова» (заведующий О. М. Балаева-Тихомирова)

Суханкина, Н.В.

Аналитическая химия. Количественный химический анализ: практикум / Н. В. Суханкина. А. Л. Козлова-Козыревская. – Минск : БГПУ, 2017. – 96 с.
ISBN 978-985-541-386-9.

В пособии излагается сущность гравиметрического и титриметрического методов анализа, описываются техника работы и основные аналитические операции, приводятся методики определения различных веществ методами осаждения и отгонки, кислотно-основного, комплексонометрического и окислительно-восстановительного титрования.

Адресуется студентам педагогических вузов, обучающихся по химико-биологическим специальностям, а также магистрантам и аспирантам при изучении ими современных методов химического анализа.

УДК 543.2 (075.8)
ББК 24.4я73

ISBN 978-985-541-386-9

© Суханкина Н. В.,
Козлова-Козыревская А. Л., 2017
© оформление. БГПУ, 2017

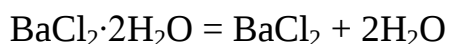
ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ ПО ГРАВИМЕТРИЧЕСКОМУ АНАЛИЗУ

Работа 1.1. Определение кристаллизационной воды в кристаллогидрате хлорида бария и определение влажности

Сущность работы

Кристаллизационной водой называют воду, которая входит в структуру кристаллических веществ. Такие вещества, в структуру которых входит вода, называют кристаллогидратами. Содержание кристаллизационной воды отражается в химических формулах кристаллогидратов, например $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. Могут быть и более сложные кристаллогидраты, как например, оксихинолят магния – $\text{Mg}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Кристаллогидраты могут терять кристаллизационную воду при стоянии на воздухе – выветриваться, например, $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. Некоторые кристаллогидраты могут поглощать водяные пары из воздуха, например $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, что используют для осушения газов. Прочность связи между основным веществом и водой может быть различной, поэтому та температура, при которой теряется кристаллизационная вода, бывает не одинаковой. Кристаллогидрат $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ теряет воду при 140–150°C, $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ – при температуре около 270°C, а $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ – при температуре выше 300°C. Определение воды в кристаллогидратах основано на их способности полностью терять ее при определенной температуре. Кристаллогидрат хлорида бария полностью теряет кристаллизационную воду при 115–125 °C:



Помимо кристаллизационной воды, все вещества в той или иной степени удерживают на своей поверхности различные количества адсорбированной воды. Эта адсорбированная вода не отражается химическими формулами, ее

называют *гигроскопической*. Некоторые вещества способны удерживать значительные количества воды. Содержание ее в веществах зависит не только от природы веществ, но и от содержания воды в атмосфере. Определение адсорбированной воды называют часто определением *влажности*.

Оборудование

- $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, кристаллогидрат
- бюкс, весы аналитические, тигельные щипцы, эксикатор, сушильный шкаф

Методика определения и расчет

Предварительная подготовка. Для проведения работы необходимо подготовить бюкс диаметром не менее 3–4 см. Его тщательно моют и споласкивают дистиллированной водой. Снаружи вытирают чистым полотенцем. На шлифе твердым простым карандашом записывают свой условный номер (или инициалы) и ставят на определенное место в сушильный шкаф. Этого места следует придерживаться постоянно, так как это исключает возможность спутать свой бюкс с бюксами работающих рядом. Бюкс выдерживают при 115–125 °С около 1 часа в сушильном шкафу, при этом крышку бюкса кладут на ребро. По истечении указанного срока бюкс переносят тигельными щипцами в эксикатор, поднесенный к сушильному шкафу, закрывают крышку бюкса, затем крышку эксикатора и выдерживают бюкс в эксикаторе около 30 минут. Взвешивают бюкс на теххимических весах, затем на аналитических. Результат взвешивания с точностью до четвертого знака записывают в лабораторный журнал. Затем вновь помещают бюкс в сушильный шкаф на 25–30 мин, не забывая поставить крышку на ребро. Затем вновь охлаждают бюкс в эксикаторе и взвешивают на тех же аналитических весах, используя тот же разновес. Повторные высушивания ведут до тех пор, пока не доведут бюкс до постоянной массы. В этом случае результаты двух последних взвешиваний не должны различаться более чем на

0,0002 г. Записи в лабораторный журнал должны зафиксировать изменение массы пустого бюкса после каждого высушивания.

Расчет навески. Удаляемая или выделяемая составная часть при гравиметрических определениях имеет массу 0,01—0,1 г. В данном случае удаляемой составной частью является вода. Масса удаляемой воды может быть принята равной около 0,1 г. Один моль кристаллогидрата $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ выделяет 2 моля H_2O . Найдем, сколько граммов кристаллогидрата (m) выделяют 0,1 г воды:

$$m \approx \frac{244 \cdot 0.1}{36} \approx 0.7$$

Если в бюксе можно распределить тонким слоем большое количество соли, то размер навески можно увеличить до 1 г и даже несколько больше. Это будет способствовать большей точности определения.

Взятие навески. На техникохимических весах взвешивают пустой высушенный бюкс и добавляют около 1 г, но не менее 0,7 г кристаллогидрата хлорида бария. Затем бюкс с навеской взвешивают на аналитических весах. В лабораторном журнале записывают массу бюкса с навеской.

Высушивание навески. Высушивание навески проводят так же как высушивание пустого бюкса с открытой крышкой. Первый раз бюкс с навеской выдерживают в сушильном шкафу около 2 часов. Затем охлаждают в эксикаторе, не забывая при этом закрыть крышку и взвешивают, фиксируя массу бюкса в лабораторном журнале. Затем ставят бюкс с навеской в сушильный шкаф на 1 ч, охлаждают в эксикаторе, взвешивают и фиксируют массу в лабораторном журнале. Каждый раз несколько сокращая время высушивания, доводят бюкс с навеской до постоянной массы.

Массу кристаллизационной воды определяют по разности между массой бюкса с навеской до высушивания и массой бюкса с навеской после высушивания.

Расчет результата анализа. Из полученных данных можно рассчитать содержание кристаллизационной воды в навеске β (в %), например:

0,8964 г кристаллогидрата содержали 0,1327 г H₂O

100 г

β г H₂O (%)

$$\beta = \frac{0.1327 \cdot 100}{0.8964} = 14.80 \%$$

Находят теоретическое содержание воды в кристаллогидрате хлорида бария η (в %):

Молярная масса BaCl₂·2H₂O 244,28 г/моль

Молярная масса 2H₂O 36,03 г/моль

244,28 г BaCl₂·2H₂O содержат 36,03 г H₂O

100 г

η г(%) .

$$\eta = \frac{36.03 \cdot 100}{244.28} = 14.75 \%$$

Разность между найденным значением и теоретическим содержанием ($\beta - \eta$) составляет абсолютную ошибку опыта:

$$14,80 - 14,75 = 0,05 \%$$

Относительную ошибку $\Delta\beta_{\text{отн}}$ (в %) находим из пропорции:

$$\begin{array}{rcl} 14.75 & - & 0.05 \\ 100 & - & \Delta\beta_{\text{отн}} \end{array}$$

$$\Delta\beta_{\text{отн}} = \frac{0.05 \cdot 100}{14.75} = 0.34$$

Как видно из бюджета времени определение кристаллизационной воды требует значительных затрат времени. За одно занятие работу выполнить нельзя. Но данную работу можно прекратить в любой стадии. В этом случае бюкс с навеской (или без нее) закрывают крышкой и помещают в эксикатор до следующего занятия.

Определение влажности

Определение влажности проводят так же, как и определение кристаллизационной воды, но, как правило, при более низких температурах. Во многих случаях высушивание ведут при 105—110°C. Для непрочных

соединений температуру снижают. Например, хлорид аммония высушивают при 80 °С, а карбамид при 65—70 °С.

РЕПОЗИТОРИЙ БГПУ