

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**

УДК 543.2 (075.8)  
ББК 24.4я73

Минск  
2017

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.

**ISBN 978-985-541-386-9**

**УДК 543.2 (075.8)  
ББК 24.4я73**

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

## ОСНОВНЫЕ ОПЕРАЦИИ ГРАВИМЕТРИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Гравиметрический анализ включает следующие операции:

- расчет навески исследуемого вещества и количества осадителя;
- взятие навески анализируемого вещества и растворение его в соответствующем растворителе;
- осаждение определяемого компонента из раствора в виде малорастворимого соединения (осаждаемая форма) действием осадителя;
- декантация и фильтрование полученного осадка;
- промывание осадка от посторонних примесей, адсорбировавшиеся на осадке;
- высушивание, обугливание и прокаливание осадка для перевода его в более устойчивое соединение определенного состава (весовая форма);
- взвешивание массы прокаленного осадка и расчет содержания определяемого компонента в исследуемой пробе.

*Расчет навески исследуемого вещества и количества осадителя*

Аналитической практикой установлено, что наиболее удобны в работе кристаллические осадки с массой около 0,5 г и объемистые аморфные осадки с массой 0,1–0,3г. Учитывая эти нормы осадков и зная приблизительное содержание определяемого элемента в веществе, вычисляют необходимую величину навески по стехиометрическому уравнению реакции. Величина навески исследуемого вещества влияет на точность проведения анализа. Чем больше величина навески, тем выше точность проведенного анализа, но большое количество осадка трудно отмыть от примесей, возрастает время, необходимое для анализа. При уменьшении навески вещества возрастает относительная ошибка анализа даже при незначительных потерях осадка.

Количество осадителя рассчитывается по уравнению реакции и зависит от величины навески исследуемого вещества. Практически полным будет осаждение определяемого компонента тогда, когда количество остающегося в

растворе вещества не выходит за пределы точности взвешивания на аналитических весах, т.е. не превышает 0,0001 г. Степень полноты осаждения зависит от количества прибавляемого осадителя. Экспериментально установлено, что потери осадка вследствие растворимости значительно ниже точности взвешивания на аналитических весах при использовании полутора, а в некоторых случаях двукратного избытка осадителя. При большом избытке осадителя, возможно растворение осадка из-за «солевого эффекта»

Выбор осадителя зависит от требований, которые предъявляются к нему.

*Осадитель должен:*

- быть специфическим, т.е. должен осаждать только определяемый компонент;
- образовывать с определяемым веществом малорастворимые соединения с растворимостью не более  $10^{-7}$  -  $10^{-8}$  моль/л;
- образовывать с определяемым веществом крупнокристаллический хорошо фильтруемый и промываемый осадок;
- не вступать в какое-либо химическое взаимодействие с осадком.
- быть летучим, чтобы легко удалить его избыток при высушивании или прокаливании осадка.

*Осаждение*

Соединение, в виде которого определяемый компонент осаждается из раствора, называется осаждаемой формой. Она может быть кристаллической и аморфной. В зависимости от формы осадка условия осаждения различны, необходимо учитывать концентрацию исследуемого раствора и осадителя, температуру, среду и концентрацию посторонних веществ.

Для получения крупнокристаллических осадков необходимо:

- осаждение вести из относительно разбавленных растворов разбавленным раствором осадителя;

- осаждение производить из горячих растворов. В результате повышения растворимости осадка образование мелких кристаллов уменьшается;

- приливать осадитель постепенно при помешивании, чтобы избежать пересыщения раствора, что может вызвать образования мелкокристаллического осадка;

- осаждение вести из подкисленных растворов, что способствует растворимости мелких кристаллов;

- дать полученному осадку постоять для «созревания осадка», т.е. рекристаллизации. При этом мелкие кристаллы растворяются, а крупные растут.

При определении некоторых веществ получают только аморфные осадки, например, гидроксиды железа, никеля и других ионов. Для достижения полноты осаждения аморфных осадков и предупреждения образования ими коллоидных растворов, необходимо соблюдать следующие условия:

- осаждение вести из концентрированных растворов концентрированным раствором осадителя;

- осаждение вести из горячих растворов;

- осаждение вести в присутствии электролита коагулянта, предупреждающего образование осадком коллоидного раствора.

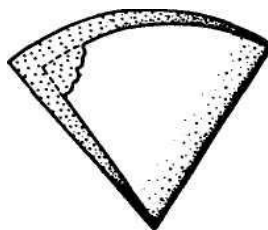
Осаждение проводят в химических стаканах вместимостью 200 – 400 мл, путем медленного прибавления осадителя. Рассчитанное количество раствора осадителя помещают в бюретку и закрепляют ее в штативе. Можно вести осаждение из пипетки, но это менее удобно. Исследуемый раствор разбавляют до нужного объема, добавляют в него необходимые вспомогательные реагенты и нагревают, не доводя до кипения (чтобы не произошло потерь из-за разбрызгивания раствора). Помещают в стакан стеклянную палочку с резиновым наконечником так, чтобы наконечник был снаружи (стеклянные палочки являются важным инструментом в гравиметрии, служащим для

перемешивания растворов, для фильтрования жидкостей, перенесения их из одного сосуда в другой). Ставят стакан под бюретку так, чтобы носик бюретки находился внутри стакана, и медленно, по каплям, добавляют раствор осадителя при непрерывном перемешивании осаждаемого раствора палочкой (следует избегать касания палочкой стенок и дна стакана). Раствор осадителя должен литься по внутренней стенке стакана, а не в середину, во избежание разбрызгивания. После добавления осадителя следует убедиться в полноте осаждения определяемого иона. Для этого дают осадку осесть на дно стакана и к просветленному раствору добавляют несколько капель осадителя, наблюдая, не появится ли муть в местах падения капель осадителя. Если муть не появляется, то можно считать, что полнота осаждения достигнута.

#### *Фильтрование и промывание*

Эти операции очень важные и ответственные, от тщательности выполнения которых, в значительной мере зависит точность результатов анализа. В гравиметрическом анализе применяют так называемые бумажные беззольные фильтры, т.е. фильтры, очищенные от большей части минеральных веществ. При стирании и прокаливании такого фильтра он оставляет мало золы, масса которой выходит за пределы чувствительности аналитических весов (около 0,1 мг) и заведомо известна, ее значение необходимо вычитать из массы осадка. Беззольные фильтры выпускаются различной степени пористости, которую обозначают специальной лентой, опоясывающей пачку фильтров. Для фильтрования аморфных и крупнокристаллических осадков применяются наименее плотные, быстро фильтрующие фильтры (черная или красная лента). Фильтры с «белой лентой» служат для отфильтровывания осадков средней дисперсности. Фильтры «синяя лента» – это наиболее плотные фильтры, их используют для отделения мелкокристаллического осадка. При выборе размера фильтра следует руководствоваться не объемом фильтруемой жидкости, а количеством осадка. Фильтрование – процесс длительный, при его выполнении следует соблюдать правила работы. Чистыми сухими руками перегибают фильтр по диаметру

пополам, затем полученный полукруг перегибают еще раз пополам, чтобы боковые линии и верхние четверти круга не совпадали на 3–5 мм (рис. 1.7).



**Рис. 1.7. - Правильно сложенный фильтр**

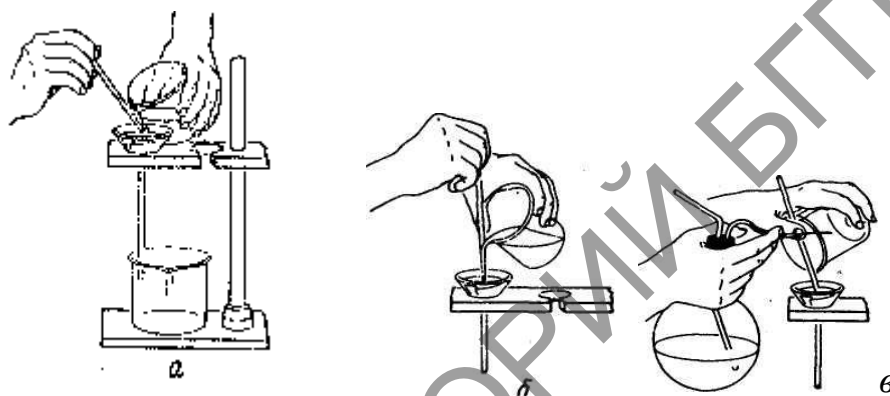
Отрывают уголок у приспущенного сектора, разворачивают фильтр, чтобы образовался конус (край с оторванным уголком должен находиться снаружи конуса) и вставляют его в стеклянную воронку, смачивают фильтр дистиллированной водой и осторожно прижимают пальцами края фильтра к стенкам воронки так, чтобы фильтр плотно без зазоров прилегал.

В противном случае в трубку воронки попадают пузырьки воздуха, что сильно замедляет движение по ней жидкости. Край фильтра должен отстоять от края воронки на 5–8 мм (рис. 1.8). Воронку с влажным фильтром помещают в малое кольцо штатива, подставив по нее чистый стакан, так чтобы конец трубки воронки касался стенки стакана.

Фильтрацию начинают, сливая (декантируя) жидкость над осадком через носик стакана по стеклянной палочке. Берут стакан с осадком правой рукой, подносят к воронке. Осторожно левой рукой вынимают палочку из стакана и, чтобы ни одна капля раствора не попала мимо фильтра, палочку держат почти вертикально над воронкой, опустив ее конец на глубину воронки примерно на 2 см в той части фильтра, где он имеет три слоя (палочка не должна касаться фильтра) и жидкость сливают из стакана на фильтр.

Уровень жидкости на фильтре должен быть всегда на 4–5 мм ниже его края. Затем осадок заливают промывной жидкостью, помешивают стеклянной палочкой, дают осесть и снова сливают отстоявшуюся жидкость. Стеклянная палочка в процессе декантирования должна быть или в руке, или в стакане, ни в коем случае нельзя класть ее на стол. Подобное декантирование производят несколько раз и только потом переносят осадок на фильтр. Для перенесения

осадка на фильтр его взмучивают промывной жидкостью, количество которой должно быть таким, чтобы поместилось на фильтре в один прием. Потеря одной капли суспензии может привести к ошибке анализа. Маленькими порциями промывной жидкости желательно возможно полнее перенести осадок на фильтр. Приставшие к стенке стакана частицы осадка снимают резиновым наконечником стеклянной палочки. Под конец кусочком фильтровальной бумаги обтирают палочку и помещают осадок на фильтр.



**Рис. 1.8. – Операция фильтрования. Приемы декантации, фильтрования (а, б) и перенесения осадка (в) на фильтр**

Осадок на фильтре промывают 3-4 раза, давая полностью стекать жидкости. Полноту промывания на отмываемую примесь проверяют с помощью подходящего качественного реагента. Для этого собирают в чистую пробирку несколько миллилитров стекающей с фильтра жидкости и прибавляют реагент. Фильтрование и промывание необходимо заканчивать на одном занятии.

#### *Высушивание и прокаливание*

После промывания осадка воронку накрывают листком фильтровальной бумаги, сгибая края вокруг воронки, и помещают в термостат, где и высушивают при температуре 80–90°C. На бумаге предварительно нужно записать фамилию и формулу осадка. Когда бумага станет сухой, приступают



к обугливанию, с последующим прокаливанием. Эти операции производятся в предварительно прокаленном и доведенном до постоянной массы тигле. В подготовленный тигель помещают вынутый из воронки фильтр с осадком. Края фильтра завертывают так, чтобы осадок оказался внутри фильтра. Операция обугливания представлена на рис. Необходимо следить, чтобы фильтр не загорался, так как при горении возможны потери осадка. После того как произойдет обугливание и перестанет выделяться дым, при помощи тигельных шипцов переносят тигель с осадком переносят в муфельную печь. Время прокаливания осадков разное, зависит от структуры осадка. После прокаливания тигель с осадком переносят в эксикатор и после охлаждения взвешивают.

#### *Вычисление результатов гравиметрического определения*

Результаты гравиметрических определений чаще всего выражают в абсолютных величинах или в процентах массы гравиметрической формы к навеске анализируемого вещества. Так, например, при определении содержания  $\text{SiO}_2$  в силикате гравиметрической формой будет  $\text{SiO}_2$  и расчет массовой доли производится по формуле:

$$\omega(\text{SiO}_2), \% = \frac{m(\text{SiO}_2)}{m(\text{навески})} \cdot 100\%$$

Чаще всего определяемое вещество не является гравиметрической формой. В этом случае для пересчета массы осадка (гравиметрическая форма) в массу определяемого компонента вводят гравиметрический фактор (фактор пересчета)  $F$ , который равен

$$F = \frac{a \cdot M(\text{определяемого вещества})}{b \cdot M(\text{гравиметрической формы})}$$

где  $a$  и  $b$  — стехиометрические коэффициенты в химических формулах определяемого вещества и гравиметрической формы, которые необходимо учитывать с тем, чтобы число атомов определяемого компонента в числителе и знаменателе дроби были одинаковы.

Например, при расчете содержания  $\text{Mg}$  по массе гравиметрической формы  $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$  фактор пересчета будет равен

$$F = \frac{2 \cdot M(\text{Mg})}{M(\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7)}.$$

Более сложным соотношение получают при расчете, например, содержания  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , если гравиметрической формой является  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . В этом случае

$$F = \frac{2 \cdot M(\text{Fe}_3\text{O}_4)}{3 \cdot M(\text{Fe}_2\text{O}_3)}.$$

РЕПОЗИТОРИЙ БГПУ