

Лекція за темою

«Гравіметричний метод аналізу. Методи виділення, відгонки та осадження»

Гравіметричний метод аналізу (ваговий аналіз) оснований на точному вимірюванні маси речовини відомого складу, хімічно зв'язаної з досліджуваним компонентом.

Основна операція гравіметрії – *зважування* за допомогою найточнішого вимірювального приладу – *аналітичних терезів*.

Наважка – це невелика, зважена на аналітичних терезах маса речовини, що аналізують, яку під час аналізу кількісно піддають усім необхідним операціям. Зазвичай розміри наважок від декількох десятих часток граму до декількох грамів.

Гравіметричний аналіз ґрунтується на *законі збереження маси речовини* при хімічних перетвореннях і є найбільш точним з хімічних методів аналізу. Відносна похибка методу складає $\pm 0,2\%$.

Гравіметричний аналіз умовно поділяють на три групи методів: виділення, відгонки (прямої та непрямої) та осадження.

Метод виділення

У гравіметричних методах виділення досліджувану складову частину або компонент суміші кількісно виділяють у вільному стані і зважують.

Метод виділення застосовують, наприклад, для встановлення доброякісності лікарських препаратів. Досліджувану речовину (лікарський препарат), зважують на аналітичних терезах до і після прожарювання, визначають загальну золу. Вміст золи встановлюють за формулою:

$$w, \% = \frac{m_{\text{гр.ф.}}}{m_{\text{н}}} \cdot 100$$

де: w – масова частка досліджуваної речовини, %

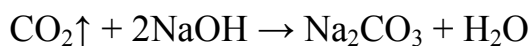
$m_{\text{гр.ф.}}$ – маса виділеної у вільному стані складової частини досліджуваної речовини, г;

$m_{\text{н}}$ – маса наважки речовини (лікарського препарату), до складу якої входить досліджувана речовина, г.

Метод відгонки

Методи відгонки поділяють на прямі та непрямі методи. В *методі прямої відгонки* досліджуваний компонент виділяють з проби у вигляді леткої сполуки, яку кількісно збирають, потім визначають його масу.

Прикладом методу прямої відгонки може служити визначення CO_2 після розкладу наважки кальцій карбонату і поглинання CO_2 натрій гідроксидом в поглинальній трубці:



Масу CO_2 обчислюють за збільшенням маси попередньо зваженої на аналітичних терезах поглинальної трубки.

Масову частку досліджуваної речовини розраховують за формулою:

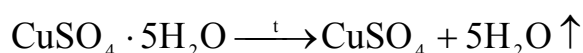
$$w, \% = \frac{m_{\text{гр.ф.}}}{m_{\text{н}}} \cdot 100$$

де: w – масова частка досліджуваної речовини, %;

$m_{\text{гр.ф.}}$ – маса визначуваного компоненту, яку визначають за збільшенням маси поглинальної трубки, г;

$m_{\text{н}}$ – маса наважки досліджуваної речовини, г.

В *методах непрямой відгонки* масу леткої сполуки визначають за різницею мас наважки препарату до та після його термічної обробки. Прикладом методу непрямой відгонки може служити визначення кристалізаційної води в кристалогідратах:



Методом непрямой відгонки визначають вміст летких речовин, вологи в лікарських препаратах, рослинній сировині.

Масу досліджуваної складової частини знаходять за різницею мас проби до та після відгонки. Масову частку досліджуваної речовини розраховують за формулою:

$$w, \% = \frac{m_{\text{н}} - m_{\text{гр.ф.}}}{m_{\text{н}}} \cdot 100$$

де: w – масова частка досліджуваної речовини, %;

$m_{\text{гр.ф.}}$ – маса висушеної досліджуваної речовини після видалення летких компонентів, г;

$m_{\text{н}}$ – маса наважки досліджуваної речовини, г.

Методи осадження

В гравіметричних методах осадження досліджувану складову частину кількісно осаджують хімічними способами у вигляді малорозчинної хімічної сполуки сталого складу, яку виділяють і зважують.

Наважку досліджуваної речовини розчиняють у відповідному розчиннику, після чого осаджують певний компонент у вигляді малорозчинної сполуки. Осад має назву – *осаджена форма*. Утворений осад піддають аналітичній обробці, тобто відокремлюють фільтруванням, промивають, підсушують, прожарюють, а потім зважують на аналітичних терезах. Осад, що зважують, називають *гравіметричною (ваговою) формою*.

Осаджена форма може як співпадати, так і відрізнитись від гравіметричної форми за хімічною формулою. Наприклад:

- осаджена та гравіметрична форми співпадають за хімічною формулою



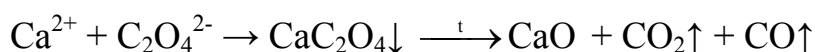
Ba^{2+} – досліджуваний компонент;

SO_4^{2-} – осаджувач;

$\text{BaSO}_4\downarrow$ – осаджена форма;

BaSO_4 – гравіметрична форма.

- осаджена форма відрізняється від гравіметричної за хімічною формулою:



Ca^{2+} – досліджуваний компонент;

$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ – осаджувач;

$\text{CaC}_2\text{O}_4\downarrow$ – осаджена форма;

CaO – гравіметрична форма.

Гравіметричні методи осадження дозволяють кількісно визначити практично всі катіони та аніони неорганічної природи, а також ряд органічних сполук, в тому числі і лікарських. Так, гравіметричним методом осадження визначають лактозу в молочних продуктах, саліцилати в лікарських речовинах, нікотин в отрутохімікатах, холестерин в сироватці крові тощо.

Вимоги до осадженої форми

◆ Осаджена форма повинна бути малорозчинною (K_s^0 не більше ніж 10^{-8} для бінарних сполук).

◆ Осад повинен бути крупнокристалічним.

◆ Осаджена форма повинна кількісно переходити у гравіметричну форму.

Вимоги до гравіметричної форми

◆ Склад гравіметричної форми повинен точно відповідати її хімічній формулі.

◆ Хімічна стійкість до високих температур.

◆ Велика молекулярна маса з найменшим вмістом в неї досліджуваного компонента (для зменшення впливу на результат аналізу похибки при зважуванні).

Вимоги до осаджувача

◆ Якщо іон можна осадити різними реагентами, обирають той, що утворює осад з найменшим добутком розчинності (K_s^0).

◆ Осаджувач завжди беруть у надлишку: для летких осаджувачів ($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, HCl) беруть на 200-300 % більше, для нелетких (BaCl_2) – на 50 % більше.

◆ Перевагу надають летким осаджувачам, які можуть легко видалятися при нагріванні або прожарюванні.

Умови осадження кристалічних осадів

◆ Осаджувати слід тільки з розведеного розчину досліджуваної речовини розведеним розчином осаджувача.

◆ Осаджувати слід тільки з підігрітого розчину досліджуваної речовини підігрітим розчином осаджувача.

◆ Розчин осаджувача необхідно додавати невеликими порціями (по краплях) при постійному перемішуванні.

◆ Після осадження необхідно зробити перевірку на повноту осадження. Коли рідина над осадом посвітлішає, до нього треба додати декілька крапель розчину осаджувача. Якщо в місці падіння крапель не утворюється каламуть, то повнота осадження досягнута. Осадження є закінченим в разі досягнення повноти осадження.

Умови осадження аморфних осадів

- ◆ Осаджувати слід тільки з концентрованого розчину досліджуваної речовини.
- ◆ Осаджувати слід при нагріванні на водяній бані.
- ◆ Використовувати осаджувач необхідно у вигляді концентрованого розчину і додавати його швидко при перемішуванні.
- ◆ Після осадження треба додати 100-150 см³ гарячої дистильованої води і швидко відфільтрувати.

Послідовність аналітичних операцій в гравіметричному методі осадження

1. Розрахунок маси наважки досліджуваної речовини та об'єму (маси) осаджувача.
2. Взяття наважки (зважування) досліджуваної речовини.
3. Розчинення наважки.
4. Створення умов осадження.
5. Осадження (одержання осадженої форми) досліджуваного компоненту.
6. Відділення осаду від маточного розчину фільтруванням.
7. Промивання осаду методом декантації.
8. Висушування та прожарювання осаду (якщо необхідно) до сталої маси – одержання гравіметричної форми; зважування гравіметричної форми.
9. Розрахунок результатів аналізу.