06.-10.04.20 г. Гр.23 Предмет Аналитическая химия

Тема: Классификация химических методов количественного анализа

Существуют три основных химических метода количественного анализа:

**1.Гравиметрический (весовой) анализ** – основан на точном определении массы анализируемой пробы и продукта ее химического превращения. Это исторически самый старый и наиболее точный классический метод.

Чаще всего выполняется в следующей последовательности (метод осаждения): • точное взвешивание анализируемой пробы (навески);

• растворение навески; • количественное выделение аналита в виде малорастворимого соединения (осаждаемой формы); • очистка осадка от примесей и приведение его к строго определенному стехиометрическому составу (фильтрование, промывание, высушивание, прокаливание); • точное взвешивание конечного продукта (гравиметрической формы); • вычисление массы аналита и его массовой доли в исходном образце по массе гравиметрической формы.

**2.** **Титриметрический (объемный) анализ** – основан на точном измерении количества реактива, израсходованного на реакцию с аналитом. Это второй классический метод количественного анализа, более простой и требующий меньших затрат времени, чем гравиметрический. Обычно выполняется путем точного измерения объемов реагирующих растворов, причем концентрация реактива должна быть точно известна. Раствор реактива добавляют к исследуемому раствору до момента, когда аналит полностью вступит в реакцию. Этот момент (точку эквивалентности) находят с помощью индикаторов или инструментальными способами. Зная концентрацию и затраченный объем раствора реактива, находят содержание компонента в исходном объекте.

**3. Газоволюмометрический анализ** – основан на определении объема компонентов газовой смеси, поглощаемых при пропускании через специальные реактивы. Данный метод используют в основном для контроля технологических процессов. Химические методы характеризуются высокой точностью, достаточной для большинства задач количественного анализа. Однако их чувствительность недостаточна для определения некоторых примесей в чистых материалах, сама процедура определения довольно длительна и трудоемка (особенно в гравиметрии), область применения ограничена. Поэтому в настоящее время основное внимание уделяется разработке новых, более чувствительных и быстрых методов анализа, и наиболее перспективны в этом отношении физикохимические и физические методы.

**Основные этапы анализа**

Ходом, или схемой анализа называют последовательность выполнения всех операций анализа.

Основные этапы количественного анализа: 1) выбор метода анализа; 2) отбор пробы, ее усреднение и взятие навески; 3) разложение или растворение пробы; 4) разделение компонентов (или выделение определяемого компонента) и концентрирование; 5) количественное измерение; 6) расчет результатов анализа.

 Не каждый анализ включает все перечисленные этапы. Например, при контроле качества продукции проводится анализ объектов известного состава с использованием стандартных методик. В этом случае выбор метода анализа не требуется.

Иногда нет необходимости растворять пробу или предварительно разделять компоненты, а вместо концентрирования может потребоваться разбавление. Нередко характер объекта или пробы позволяет перейти непосредственно к количественному измерению.

Тема: 1. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Гравиметрический анализ, или гравиметрия, — один из методов количественного анализа, основанный на определении массы искомого компонента анализируемого образца путем измерения — точного взвешивания — массы устойчивого конечного вещества известного состава, в который полностью переведен определяемый компонент.

 В гравиметрии определяемое вещество переводят в химически чистое состояние или превращают в весовую форму — соединение с точно известным постоянным составом, которое можно легко выделить и взвесить. Количество анализируемого вещества рассчитывают исходя из массы весовой формы и уравнения реакции, связывающей это вещество с весовой формой. Химические стандарты не требуются.

Весовые методы анализа очень точны, их часто используют в сомнительных случаях в качестве контроля. Точность анализа ограничивается точностью определения массы и полнотой образования и выделения чистого вещества. Гравиметрия — продолжительная процедура, поскольку и перевод определяемого вещества в весовую форму, и выделение её из смеси требуют времени. Кроме того, необходимо убедиться в том, что весовая форма — это вещество точно известного постоянного состава, не содержащее примесей. Большинство весовых определений основано на образовании и выделении из раствора (как правило, водного) твердых нерастворимых осадков.

 Задача состоит в том, чтобы осадить по возможности максимальное количество определяемого вещества (по крайней мере, 99,99%), поэтому осадок (чаще всего соль) должен обладать как можно меньшей растворимостью. Растворимость соли определяется величиной константы равновесия реакции растворения, в которой образуются ионы. Количественное осаждение обычно осуществляют, добавляя к раствору с определяемым веществом стехиометрический избыток осаждающего реагента. Растворимость соли в присутствии избытка одного из ионов, входящих в её состав, снижается.

 Для уменьшения влияния других равновесных реакций, приводящих к увеличению растворимости соли, необходимо контролировать состав раствора.

Одно из основных преимуществ весовых определений заключается в том, что не нужно калибровать приборы или готовить стандартные растворы. Результат получают, взвесив осадок и зная состав участвующих в реакции соединений.

В гравиметрическом анализе используют прямое измерение массы при помощи взвешивания. Определяемую составную часть выделяют либо в чистом виде, либо в виде определенного соединения. Определение массы является не только начальной, но и конечной стадией анализа. Основным измерительным прибором являются аналитические весы.

 Гравиметрический анализ основан на законе сохранения массы веществ при химических превращениях, законе постоянства состава и законе эквивалентов.

**Закон сохранения массы веществ** (М. В. Ломоносов, 1748- 1756 гг.; A.-J1. Лавуазье, 1789 г.): масса веществ, вступивших в реакцию {реагентов), равна массе веществ, получившихся в результате реакции (продуктов).

 **Закон постоянства состава веществ** (К.-Л. Пруст, 1799 г.): химически чистые вещества имеют один и тот же количественный состав независимо от того, каким способом они получены.

 **Закон эквивалентов**: объемы двух растворов разных веществ, нацело реагирующих между собой, обратно пропорциональны нормальностям этих растворов: = ИЛИ С Л ' У Х = С Л - У2 , (1) V 2 н 1 где Сн) — нормальность первого раствора; Сн2 — нормальность второго раствора; Vx — объем первого раствора; V2 — объем второго раствора.

Следовательно, если объемы двух растворов, реагирующих между собой нацело, одинаковы, то нормальности этих растворов также равны.

 Гравиметрический анализ — один из первых методов количестнсимого анализа, и длительное время был господствующим мето4 дом. Наиболее ранней его разновидностью был пробирный анализ, который представляет собой совокупность приемов для определения драгоценных металлов в сплавах и рудах. Разновидностью гравиметрического анализа является электрогравиметрический анализ, созданный трудами В. В. Петрова, Г. Деви и М. Фарадея. В этом методе определяемые элементы выделяются из раствора с помощью электролиза, а потом взвешиваются. Сравнительно недавно получила развитие термогравиметрия, осуществляемая с помощью термовесов. Они позволяют наблюдать, как изменяется масса твердых тел в широком интервале температур (около 1000°С). Изменение массы при повышении температуры автоматически регистрируется в виде ступенчатой кривой.

Термогравиметрически показано, что кристаллогидрат оксалата кальция СаС2 04 Н2 0 устойчив до температуры 100°С. При повышении температуры до 226°С он переходит в безводную соль СаС2 04 ; при 420°С оксалат переходит в карбонат кальция СаСОэ ; при 660°С карбонат распадается на оксид кальция СаО и диоксид углерода С02 . Процесс заканчивается при 840°С.

Гравиметрическим методом был установлен химический состав большого числа веществ. Он являлся основным методом определения атомных масс. Его используют для определения гигроскопической влаги у широкого круга веществ, кристаллизационной воды, сульфат-иона, диоксида кремния, щелочных, щелочноземельных и многих других металлов. Метод этот хорошо изучен, но в практике современного анализа применяется сравнительно редко. Его основной недостаток — длительность его проведения.

 *Гравиметрические определения требуют больших затрат времени, хотя метод и обеспечивает высокую точность, не требует сложной аппаратуры и доступен для любой химической лаборатории.*