***13-14 зертханалық жұмыс***

**ГРАВИМЕТРЛІК ТАЛДАУ**

**Гравиметрияның мәні.** Гравиметрлік талдау заттар массасының сақталу және заттың құрам тұрақтылық заңдарына негізделген.

Гравиметрияның мәні құрамына анықталатын компонент кіретін заттың массасын өлшеуде тұрады. Ол үшін анықталатын компонентті нашар еритін қосылыс түрінде тұндырады (немесе элемент түрінде бөліп шығарады). Түзілген тұнбаны сүзу арқылы ерітіндіден бөліп алып, жуып, күйдіріп (немесе кептіріп) салмағын өлшейді.

Күйдіргенде заттың химиялық құрамы өзгеруі мүмкін. Сондықтан тұнбаның гравиметрлік және тұндырылған формаларын айыру қажет. Анықталатын компоненттің мөлшерін тұнбаның массасы және оның химиялық формуласы арқылы есептейді.

**Тұнбаның түзілуі**

Тұнбаның түзілуі — күрделі, көп стадиялы процесс. Ерітіндіге тұндырғыш қосқанда әуелі кристалдану туындыларының орталықтары құрылады — аз санды иондар немесе молекулалар бірігіп тұрақты қатты фаза түзеді. Тұнбаның түзілу процесін екі стадияға бөлуге болады:

1. Жаңа кристалдану орталықтарының құрылуы.

2. Бөлшектердің жаңа иондардың қосылуы нәтижесінде өсуі.

Егер тұндыру бірінші жолымен жүрсе, түзілген тұнба ұсақ бөлшектерден тұрады. Егер кристалдардың өсу процесінің жылдамдығы басым болса (екінші стадия), тұнба ірі бөлшектерден тұрады.

Тұнба бөлшектерінің түзілуі температураға, реагенттердің концентрацияларына, ерігіштігіне және араластыру жылдамдығына байланысты. Осы факторлардың әсерін білу үшін ерітіндінің салыстырмалы аса қанықтылыгы деген тусінік колданылады. Ол эмпирикалық формуламен былай өрнектеледі:

∆Р = Q - S/S

Q - тұнбаға түсетін заттың бастапқы мерзімдегі (tо) концентрациясы (моль/л),

S - заттың ерігіштігі (тепе-теңдікте) (моль/л).

Иондар көбейтіндісінің мәні ерігіштік көбейтіндісінің мәнінен артық болса, түнба МА түзіледі: [М+][А-] > ЕКMA, немесе Q – S > Q, яғни аса қанықтылық пайда болудан. Q - S айырмашылығы өскен сайын, немесе ерітіндінің салыстырмалы аса қанығу мәні жоғарылаған сайын уақыт бірлігінде түзілген кристалдану орталықтары көбейеді. Сол себепті тұнба көп санды ұсақ бөлшектерден құралады (аморфты тұнба).Егер салыстырмалы аса қанығу мәні аз болса, кристалдану орталықтары аз мөлшерде түзіледі, тұндырғыш қосқанда олардың мөлшері өседі, яғни ірі бөлшектерден тұратын тұнба түзіледі (кристалды тұнба).

Химик-аналитиктің мақсаты — ірі кристалды тұнба алу. Бұл сүзуді жылдамдату, кристалдардың сүзгіден өтіп кетпеуі, яғни тұнбаны жоғалтып алмау үшін кажет. (Салыстырмалы аса қанықтылық мәнінің неғүрлым аз болу жагдайын туғызу керек). Бүл мақсатқа тұнбаға түсетін заттың концентрациясын (Q) азайту және тұнбаның ерігіштігін ( S) көбейту арқылы жетуге болады. Нәтижесінде кристалды тұнбалар алу жағдайы мынадай:

1. Сүйытылған әлсіз ерітінділерді колдану. } Q төмендету үшін.

2. Ерітінділерді үздіксіз араластыру. } Q төмендету үшін.

3. Тұндырғышты тамшылатып қосу. } Q төмендету үшін.

4. Ерітіндіні қыздыру. } S жоғарылату үшін

5. Ерітіндіге тұнбаның ерігіштігін }S жоғарылату үшін

арттыратын реагенттерді қосу (мысалы, қышқылдар).

**Лабораториялық журналға мәлиметтерді жазу тәртібі**

Жұмыстың барлық этаптарын және фактылы мәліметтерін толық көрсету қажет.

1. Талдауды бастау күні және жұмыстың аты.

2. Әдістің мәні.

3. Орындау әдістемесі.

4. Өлшеу мәліметтері.

5. Есептеу.

6. Қорытынды.

**Гравиметрическое определение железа (III)**

**Цель работы:** приобретение навыков лабораторной работы (работа с муфельной печью, эксикатором; количественное осаждение; фильтрование).

Железо осаждают в виде гидроксида, смещая вправо протолитические реакции добавлением аммиака:

[Fe(H2O)6]3+ + H2O = [Fe(OH)(H2O)5]2+ + H3O+

[Fe(OH)(H2O)5]2+ + H2O = [Fe(OH)2(H2O)4]+ + H3O+

[Fe(OH)2(H2O)4]+ + H2O = [Fe(OH)3(H2O)3] +H3O+

Гидроксид железа прокаливают при температуре 800 °С до оксида Fe2O3. Прокаливание осадка при температуре около 1200°С может привести к погрешностям определения за счет протекания реакции

6Fe2O3 = 4Fe3O4 + O2

Если анализируемый раствор содержит железо (II), то его предварительно окисляют азотной кислотой.

Форма осаждения Fe(OH)3⋅xH2О, гравиметрическая форма - Fe2O3.

*Реактивы, посуда и оборудование*

Азотная кислота, HNO3, 2М раствор.

Аммиак, NH3, раствор 1:1.

Нитрат серебра, AgNO3, 1%-ный раствор.

Нитрат аммония, NH4NO3, 1%-ный раствор.

Мерный цилиндр (10 мл), стакан (300-400 мл), стеклянная палочка, воронка, фарфоровый тигель.

Технические весы, аналитические весы, электроплитка, муфельная печь, тигельные щипцы, сушильный шкаф, эксикатор, беззольный фильтр «красная лента».

**Выполнение работы**

К анализируемому раствору, находящемуся в стакане вместимостью 300-400 мл, прибавляют 1-2 мл 2М HNO3, раствор разбавляют горячей водой примерно до 100 мл, нагревают почти до кипения (75-90 °С) и приливают к нему при перемешивании раствор аммиака до появления явного запаха. Дают осадку собраться на дне стакана и фильтруют через фильтр «красная лента». Осадок промывают декантацией горячим 1%-ным раствором NH4NO3 до удаления Cl--ионов. Полноту промывания проверяют раствором нитрата серебра, подкисленным раствором азотной кислоты (допустима лишь слабая опалесценция). Осадок переносят на фильтр, промывают 2 раза горячим 1%-ным раствором NH4NO3 Оставшиеся на стенках стакана частицы осадка снимают небольшими кусочками фильтровальной бумаги с помощью стеклянной палочки. Кусочки бумаги с частицами осадка присоединяют к осадку. Воронку с фильтром помещают в сушильный шкаф, подсушивают осадок и помещают фильтр с осадком в тигель, доведенный до постоянной массы. Осторожно обугливают фильтр и прокаливают осадок в течение 30-40 минут при температуре 800 °С. Прокаливание (по 10 - 15 мин) повторяют до получения постоянной массы.

Полученные результаты измерений вносят в таблицу.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Масса, г | | | |
| пустой тигель | ***…*** |  |  |
| тигель с осадком Fe2O3 | ***…*** | осадок Fe2O3 | ***…*** |

Массу железа в анализируемом образце рассчитывают по формуле:

m(Fe) = m(Fe2O3)⋅F

***Вопросы для самоподготовки***

1. Назовите основные способы гравиметрических определений. В чем заключается сущность методов отгонки и метода осаждения?
2. Перечислите основные операции в гравиметрическом анализе в порядке их выполнения.
3. В каком случае осаждение считается практически полным?
4. Какие факторы влияют на величину навески анализируемого вещества? Приведите формулу для расчета величины навески.
5. Перечислите основные требования, предъявляемые к осаждаемой форме.
6. Требования, предъявляемые к гравиметрической форме.
7. Зачем применяют избыток осадителя?
8. Сформулируйте условия аналитического выделения кристаллических и аморфных осадков.
9. Перечислите основные причины загрязнения осадка.
10. Какова цель промывания осадка? Какие приемы промывания осадка существуют?
11. В чем преимущества промывания осадка декантацией по сравнению с промыванием на фильтре?
12. Чем руководствуются при выборе промывной жидкости для промывания аморфных и кристаллических осадков?
13. Какой из осадителей раствор NaOH или NH3 и почему имеет преимущества при осаждении Fe(OH)3?
14. Как предотвратить пептизацию аморфного осадка Fe(OH)3 при его промывании?