

Операции гравиметрического анализа



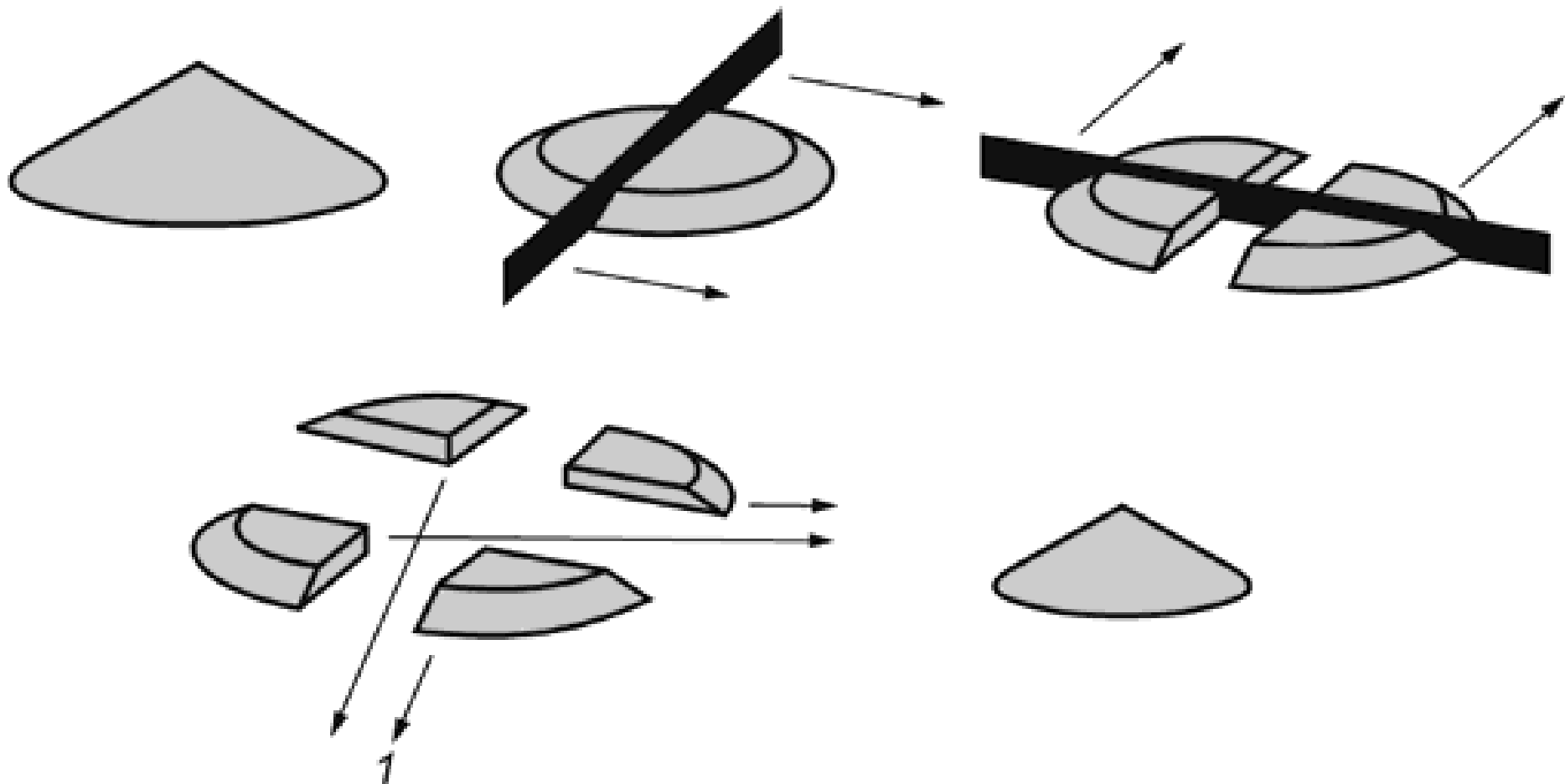
Гравиметрические методы, связанные с получением осадков включают следующие операции:

- 1. отбор средней пробы;**
- 2. взятие навески;**
- 3. растворение навески;**
- 4. осаждение определяемой составной части;**
- 5. фильтрование и промывание осадков;**
- 6. высушивание и прокаливание осадков;**
- 7. взвешивание осадков;**
- 8. вычисление результатов анализа.**

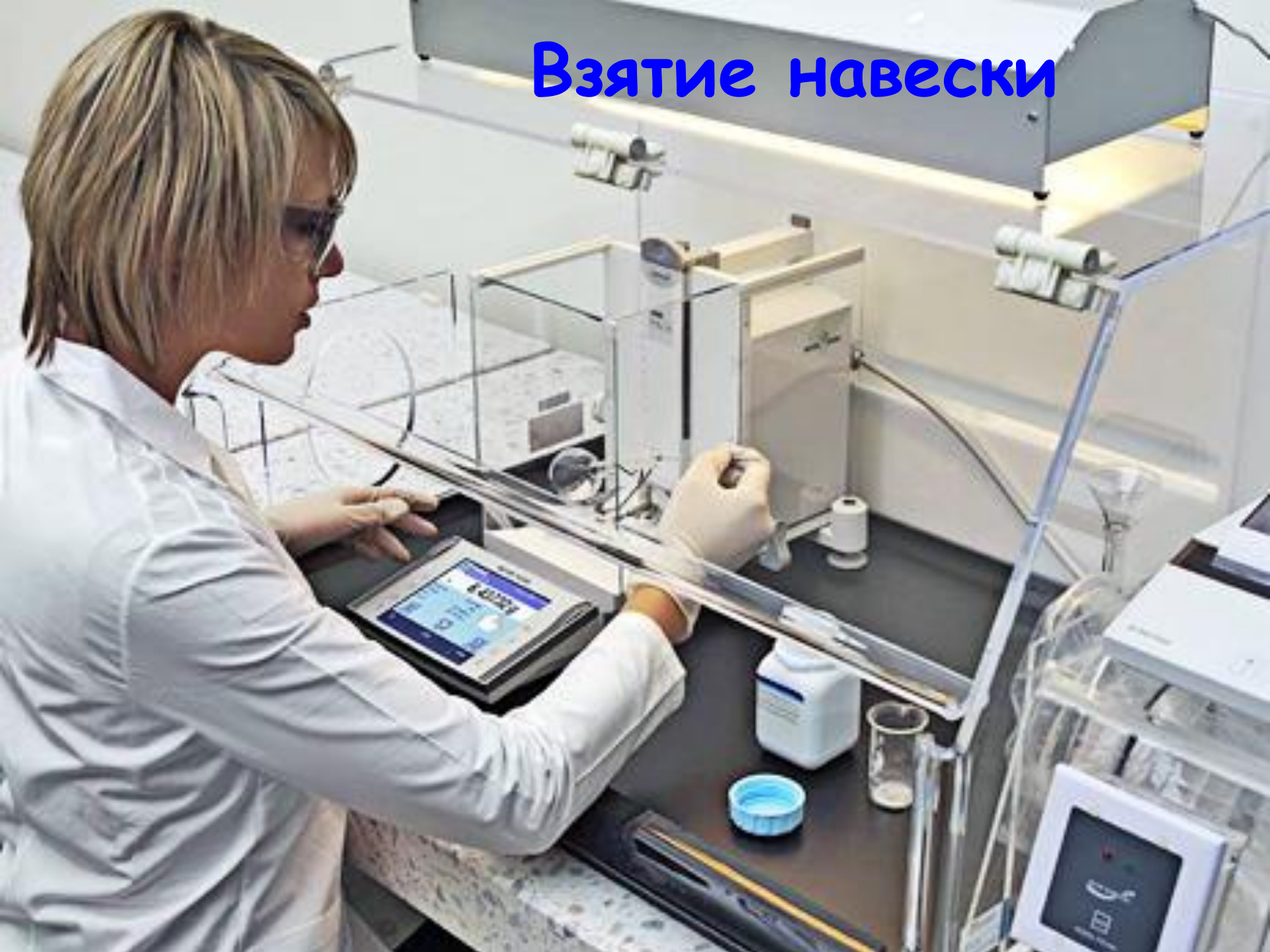
Отбор средней пробы

1. Состав отобранной средней пробы должен приближаться к среднему химическому составу исследуемого материала.
2. Государственные стандарты и технические условия предусматривают правила отбора средних проб.
3. Отобранную первичную среднюю пробу, измельчают, перемешивают и сокращают. Сокращение проводят способом квартования.

Квартование



Взятие навески



Из отобранной для анализа средней пробы, отражающей состав исследуемого материала, берут навеску.

Навеска представляет собой строго определенное количество вещества, необходимое для выполнения анализа.

При выборе размера навески учитывают следующие факторы:

- метод, с помощью которого проводят определение;
- при большой навеске достигается более высокая относительная точность определения;
- при больших навесках осадок трудно отфильтровать, промывать, прокалить;
- при большой навеске увеличивается время выполнения анализа;
- при малых навесках снижается точность определения.

При определении размера навески исходят из количества осаждаемой формы.

При обычных гравиметрических определениях масса осадков должна быть:

- аморфных около 0,1 г,
- легких кристаллических осадков - около 0,1 - 0,2 г,
- тяжелых кристаллических осадков - 0,2 - 0,4 г,
- очень тяжелых кристаллических осадков - около 0,4 - 0,5 г.

При определении влажности или зольности различных материалов берут навеску в 1,0 - 2,0 г и даже больше.

При определении содержания примесей порядка 0,001 % навеску увеличивают до нескольких граммов и даже до нескольких десятков граммов.

Вещества, которые не выделяют паров и не поглощают из воздуха его составных частей, взвешивают на часовом стекле.



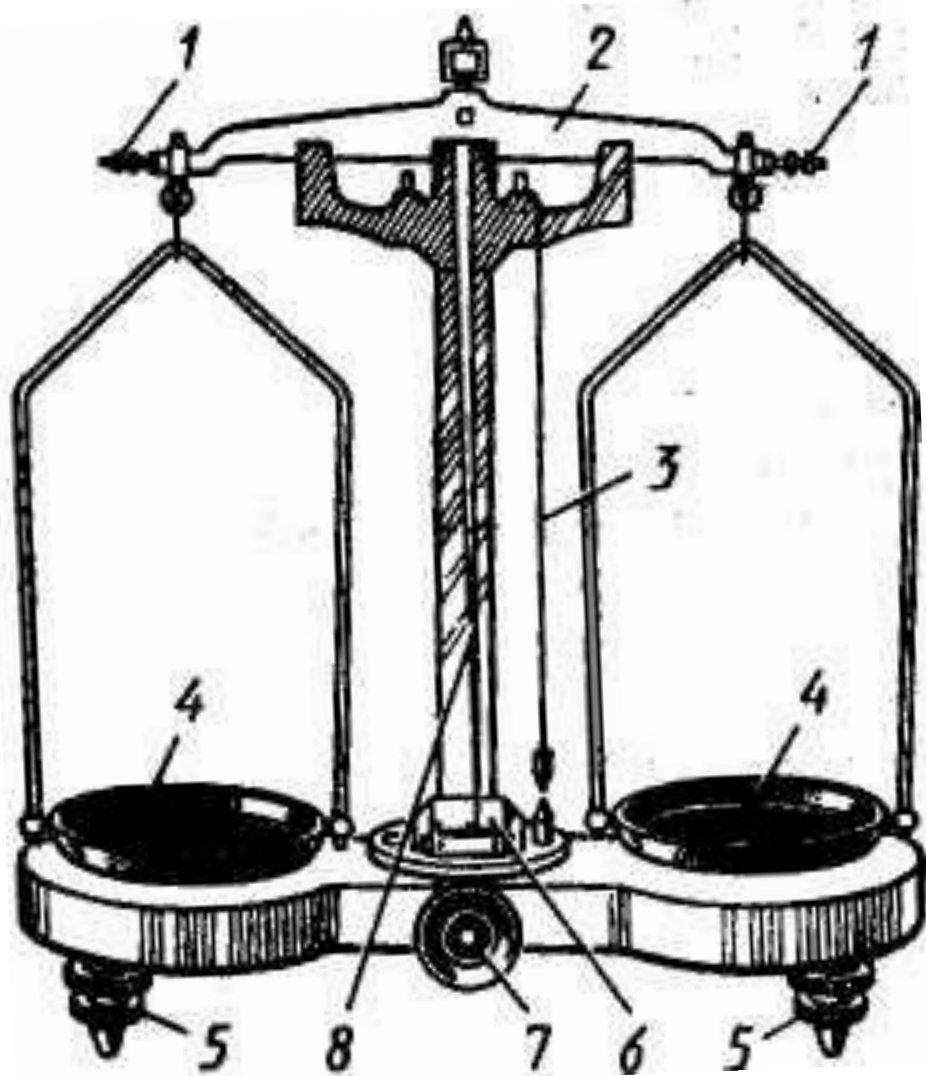
Вещества, способные выделять пары и взаимодействующие с атмосферой, взвешивают в бюксах.



Существует несколько способов взятия навески.

I способ

- Сначала берут приблизительную навеску на технохимических весах.
- Затем взвешивают ее в бюксе или на часовом стекле на аналитических весах.
- Записывают массу бюкса (или часового стекла) с навеской и переносят ее в стакан.
- После этого взвешивают бюкс или часовое стекло без навески.
- Разность между этими двумя взвешиваниями дает величину навески.











II способ

- Сначала взвешивают чистый бюкс или часовое стекло;
- Затем ту же тару взвешивают с навеской;
- Переносят навеску в стакан, смывая из промывалки струей воды все частицы, оставшиеся на часовом стекле или бюксе;
- Точную массу находят также по разности.

Растворение навески

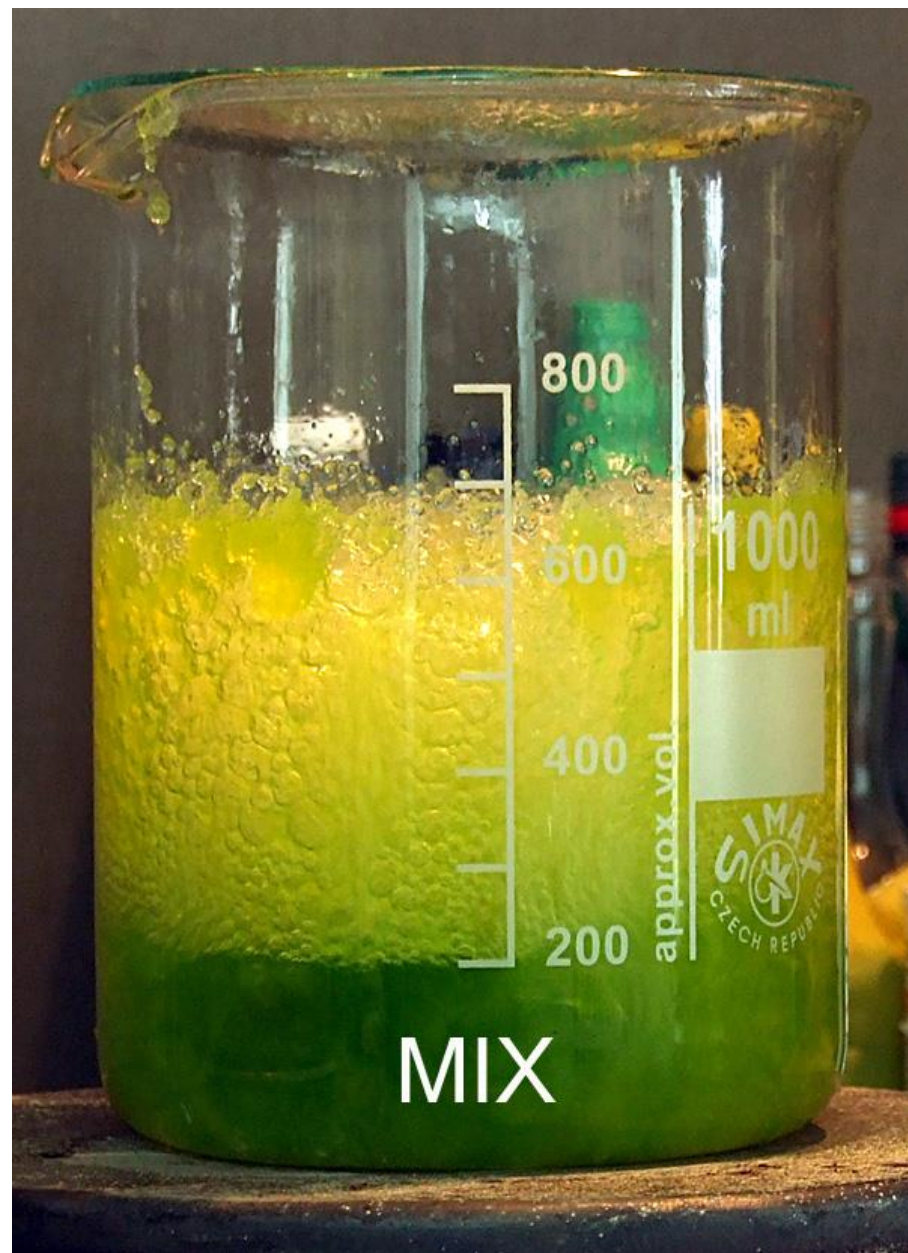


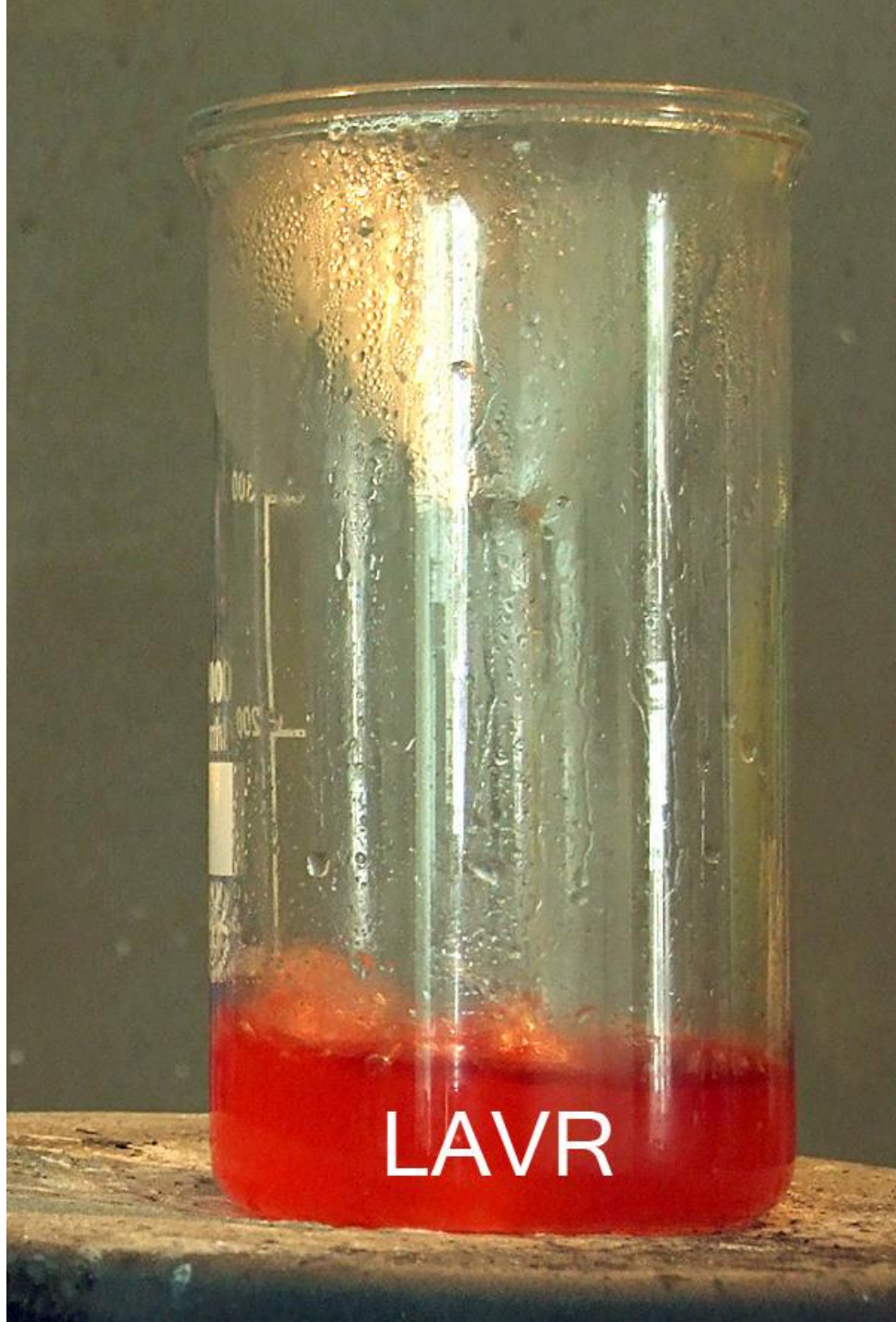
- Навеску переносят в чистый химический стакан или коническую колбу.
- В качестве растворителей используют дистиллированную воду, кислоты, смеси кислот, щелочи.
- Из кислот в качестве растворителей используют уксусную, хлороводородную, серную, азотную, фтороводородную, хлорную.
- Из смесей кислот – «царскую водку», смесь азотной и фтороводородной кислот.
- Количество кислоты или щелочи, необходимое для растворения навески, рассчитывают по уравнению реакции с учетом концентрации растворителя.

При растворении может энергично выделяться газ. Пузырьки газа могут уносить капельки раствора.

Чтобы исключить потери, стакан накрывают часовым стеклом или в отверстие конической колбы помещают воронку с короткой шейкой.

По окончании растворения жидкость смывают с часового стекла или воронки струей дистиллированной воды из промывалки.





LAVR

После завершения растворения, уменьшают объем раствора выпариванием, которое проводят в химическом стакане или фарфоровой чашке.

Если температура не превышает 100°C , выпаривание проводят на водяной бане.

При выпаривании не следует допускать кипения жидкости, т.к. это ведет к потерям определяемого вещества!



Осаждение

- Осаждение проводят в стаканах вместимостью 200 - 250 мл (чаще из горячих растворов).
- Необходимое количество осадителя берут в соответствии с расчетом.
- Для полноты реакции добавляют избыток растворителя 50% для нелетучих растворителей и 100% и даже 200% для летучих растворителей.
- Для медленного добавления осадителя его наливают в бюретку со стеклянным краном, соответственно регулируя скорость вытекания.
- После осаждения и просветления жидкости над осадком проверяют полноту осаждения.
- Кристаллические осадки следует фильтровать через несколько часов после осаждения. Аморфные осадки отфильтровывают горячими через 10 - 15 минут после осаждения.
- К фильтрованию приступают тогда, когда жидкость над осадком становится совершенно прозрачной.



Фильтрование осадков

Аморфные и кристаллические осадки отфильтровывают через беззольные бумажные фильтры (после их сжигания почти не остается золы).

Наиболее применяемые фильтры диаметром 9 - 11 см. По плотности бумаги различают 3 сорта бумажных фильтров:

- наименее плотные для отделения аморфных осадков, перевязаны черной или красной лентой;
- средней плотности для отделения большинства кристаллических осадков, перевязаны белой лентой;
- наиболее плотные для отделения мелкокристаллических осадков, перевязаны синей лентой.

Фильтрование значительно ускоряется при пользовании складчатыми (плоеными) фильтрами.



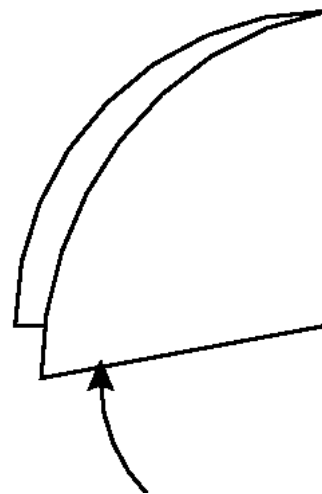
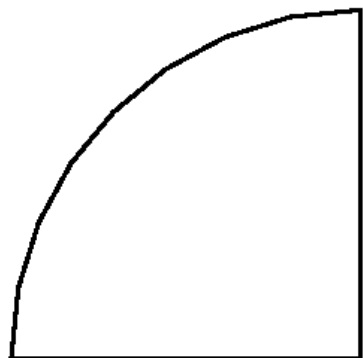
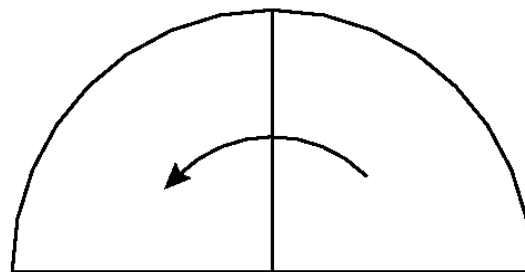
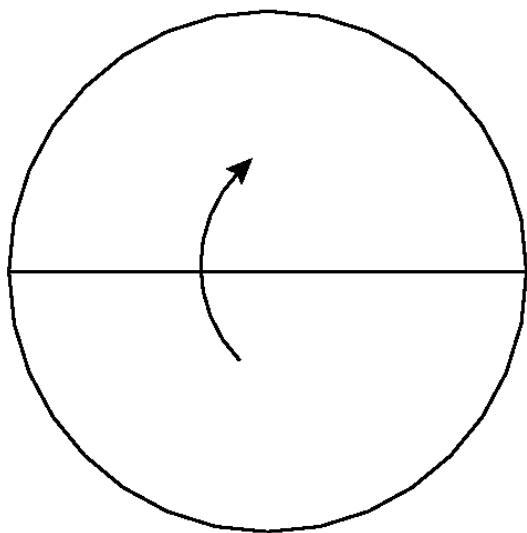


Схема изготовления фильтра

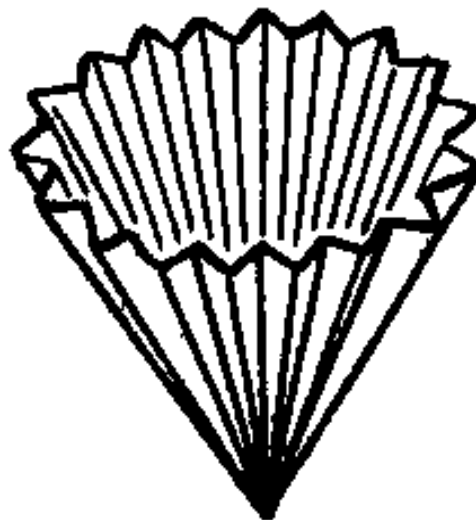
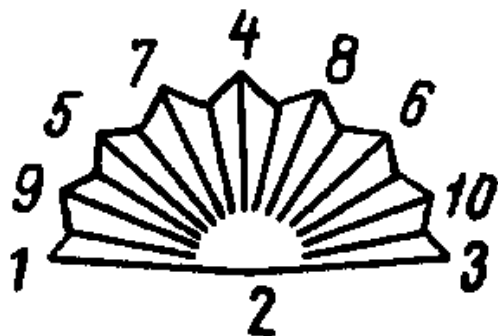
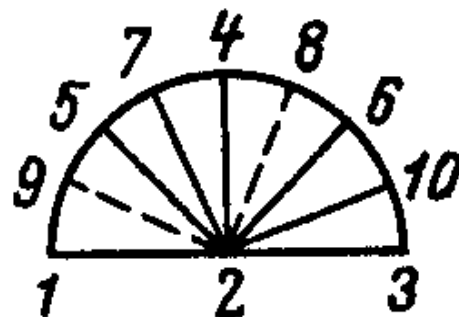
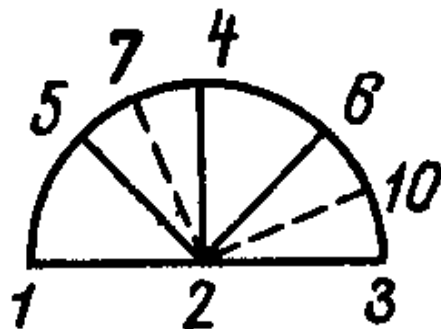
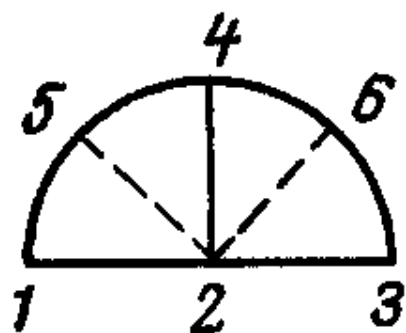
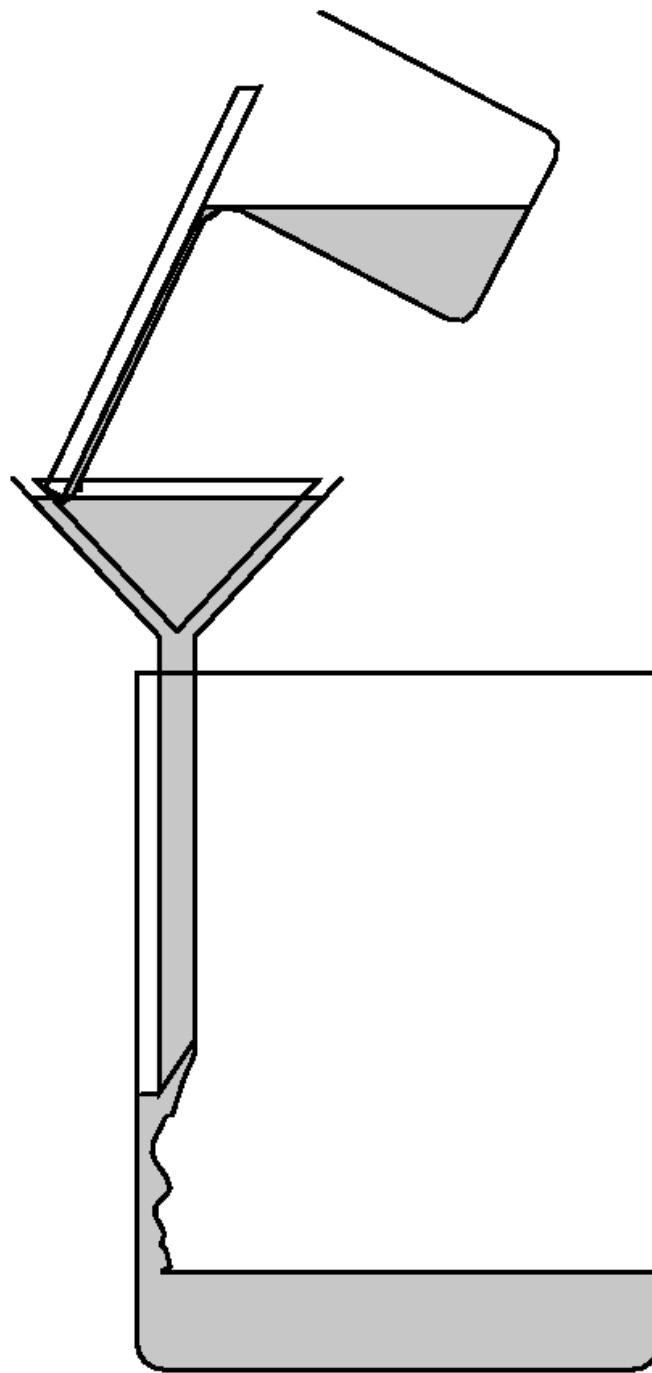


Схема изготовления складчатого фильтра

- Правильно подогнанный фильтр не должен касаться стекла в своей нижней части, но должен прилегать к верху воронки.
- Край фильтра должен быть на 5 - 10 мм ниже края воронки.
- Затем воронку с фильтром вставляют в кольцо штатива и подставляют под нее чистый стакан.
- Конец трубки воронки должен быть помещен на 2 - 3 см ниже верхнего края стакана и касаться его стенки.
- В правую руку берут стакан, не взмучивая осадка, а в левую руку - стеклянную палочку. Палочку держат слегка наклонно над воронкой, при этом ее нижний конец не должен касаться бумажного фильтра.
- Жидкость должна стекать по стеклянной палочке так, чтобы уровень ее не достигал края бумажного фильтра на 5 мм. **Стеклянную палочку можно держать или в руке над воронкой, или в стакане, но нельзя класть на стол!**
- После того как жидкость с осадка будет слита, осадок промывают декантацией.



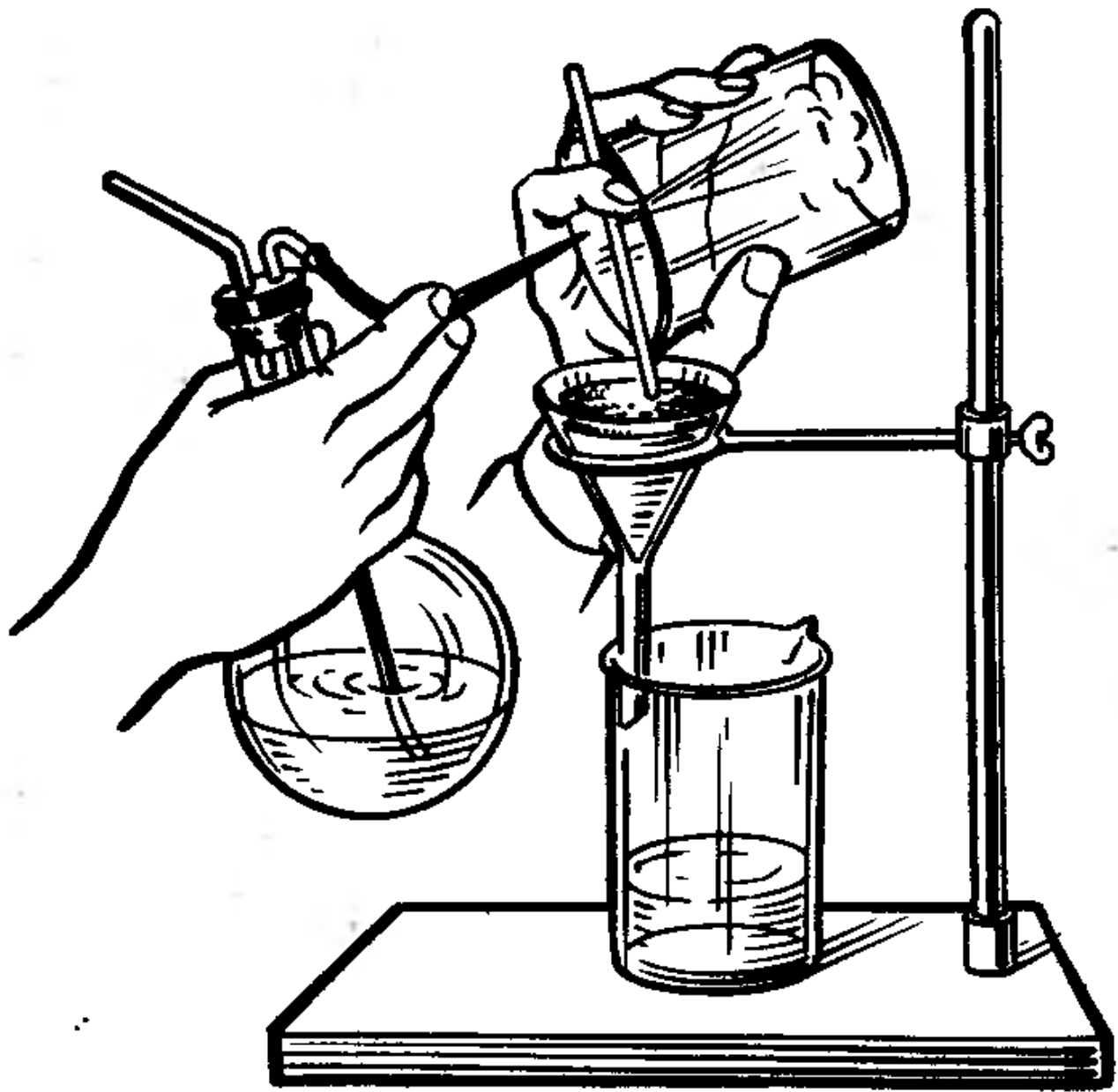


Декантация

- Приливают из промывалки около 10 мл дистиллированной воды или промывной жидкости, взмучивают осадок вращательным движением, некоторое время выжидают и сливают по палочке на фильтр мутноватую жидкость.
- Эту операцию повторяют 2 - 3 раза.
- Затем осадок переносят на фильтр. Для этого его смешивают с небольшим количеством дистиллированной воды или промывной жидкости. Образующуюся суспензию переливают по стеклянной палочке на фильтр.
- Для удаления частиц осадка, приставших к стенкам стакана, их протирают маленькими кусочками беззольного фильтра. Эти кусочки потом помещают в фильтр с осадком. **В стакане и на стеклянной палочке не должно быть частиц осадка!**

Промывание осадков

- После перенесения всего осадка на фильтр приступают к его промыванию на фильтре.
- Для этого струю жидкости из промывалки направляют в воронку. Когда фильтр заполняется наполовину, жидкости дают стечь полностью с фильтра.
- Эту операцию повторяют несколько раз. При этом струю из промывалки направляют по краям фильтра сверху вниз по спирали, пока осадок не будет собран в глубине фильтра.

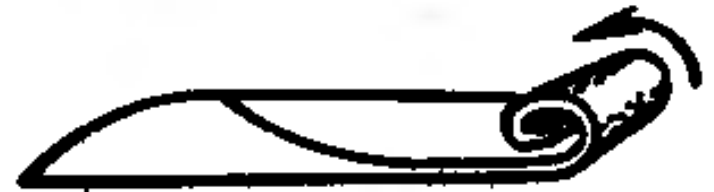
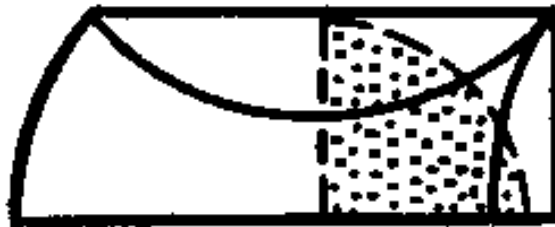
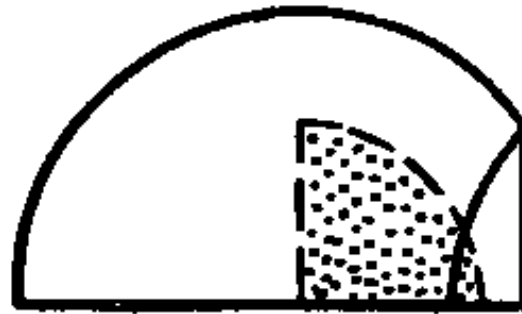
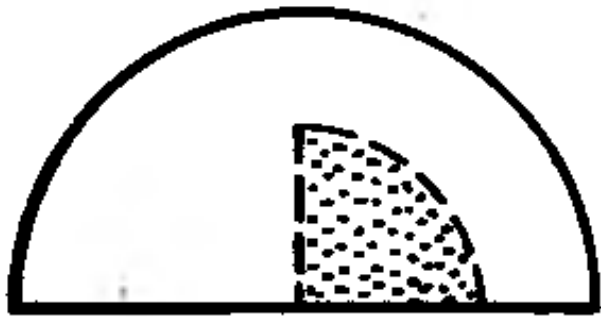


Высушивание, прокаливание и взвешивание осадков

- Воронку с осадком закрывают фильтровальной бумагой и помещают в сушильный шкаф.
- При этом полное высушивание осадка не желательно, так как при складывании сухих фильтров с осадком возможны потери осадка в виде мелкой пыли. Слегка влажный фильтр легче укладывать в фарфоровый тигель.
- Фарфоровый тигель должен быть предварительно доведен до постоянной массы.
- Фильтр с осадком осторожно перенести в тигель пинцетом или фильтр свертывают в спираль и помещают в подготовленный тигель.

- Если на воронке есть следы осадка в виде кольца, то их следует снять влажным кусочком беззольного фильтра и поместить его в тигель с осадком.
- Тигель помещают в муфельную печь.
- После прокаливания раскаленный тигель переносят щипцами на гранитную плиту приблизительно на 30 с.
- Затем тигель помещают в эксикатор на 30 минут (до полного охлаждения) и взвешивают.
- После взвешивания прокаливают еще 15 - 20 минут, затем вновь охлаждают в эксикаторе и опять взвешивают.
- Прокаливание продолжают до получения постоянной массы. Постоянная масса считается достигнутой тогда, когда разность между предыдущей и последующей массой составляет 0,0001 - 0,0002 г. Наименьшее из двух таких чисел берут как окончательное.





Свертывание фильтра с осадком



