

**Лабораторно-практическое занятие
по дисциплине «Аналитическая химия»**

Тема: ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ (ГРАВИМЕТРИЯ)

ЗАДАНИЕ:

- 1) изучить теоретический материал, составить конспект.
- 2) Составить таблицу «Посуда и оборудование для гравиметрического анализа»

Наименование	Рисунок внешнего вида посуды	Назначение
Химический стакан		
Воронка		
Тигель		
Бюкс		
Часовое стекло		
Тигельные щипцы		
Промывалка		
Эксикатор		
Фарфоровая чашка		
Колба мерная		

Гравиметрия – один из первых, основательно разработанных классический метод количественного химического анализа. Он основан на том, что точно отмеренную на аналитических весах массу анализируемого вещества («навеску») переводят в раствор. Составная часть анализируемого вещества путем химического взаимодействия ее с составной частью другого вещества переводится в осадок. Осадок отделяют, освобождают от примесей (прокаливают) и взвешивают. Обычно определяемый компонент переводят в устойчивое соединение известного состава отгонкой или осаждением. Метод осаждения является одним из самых распространенных и основательно разработанных в гравиметрическом анализе.

**ОБОРУДОВАНИЕ И ТЕХНИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИХ
ОПРЕДЕЛЕНИЙ**

Весы и техника взвешивания

Аналитическим сигналом в гравиметрии является масса. Масса, в отличие от веса, определяется только количеством вещества, из которого состоит анализируемый объект и

не зависит от местоположения объекта. (Вес- сила тяжести, действующая на объект). Массу находят, сравнивая ее с другой, известной массой при помощи весов. Поскольку вес w и масса m связаны соотношением $w = mg$, а величина g постоянна, то по традиции получаемую величину называют «весом», а процесс ее нахождения «взвешиванием». Известные массы, определенные с большой точностью, оформленные в виде металлических гирек называют разновесками.

В химическом анализе существует два типа взвешивания – *ориентировочное* и *точное*. Ориентировочное взвешивание (с двумя значащими цифрами) осуществляется с помощью технохимических весов.

Лабораторные технохимические весы T-200 представлены на рис.1.

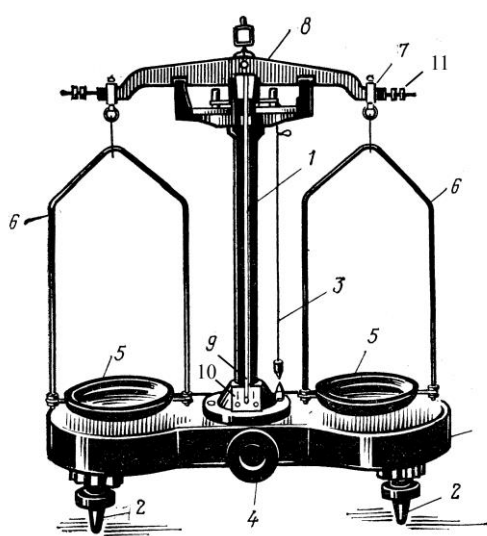


Рис. 1. Лабораторные технохимические весы T-200:

1 – стойка весов; 2 – установочные винты; 3 – отвес; 4 – арретир; 5 – чашки весов; 6 – стремена; 7 – призма; 8 – коромысло;

Технохимические весы устанавливают на столе так, чтобы стойка весов **1**, находилась в строго вертикальном положении. Регулированием установочных ножек-винтов **2** добиваются того, чтобы весы стояли точно по отвесу **3**, который подвешен к стойке. Технохимические весы имеют приспособление, называемое арретиром **4**, которое поддерживает чашки весов **5**, когда они находятся в нерабочем (арретированном) положении и этим освобождаются от нагрузки призмы весов. Чтобы привести весы в рабочее положение, поворачивают ручку арретира, при этом чашки весов повисают на стременах **6**, опирающихся на призмы **7** коромысла **8**. Если весы работают правильно, то стрелка весов **9** будет одинаково

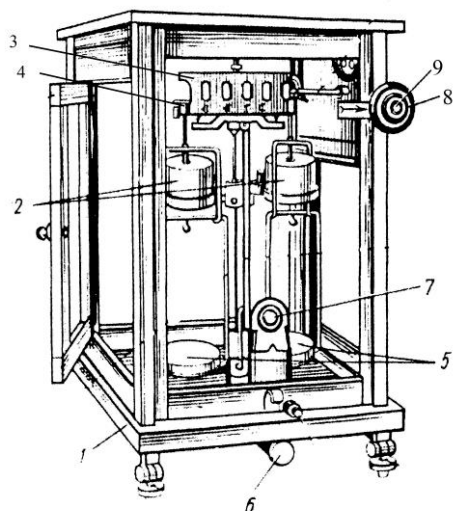
отклоняться как вправо, так и влево на одинаковое число делений шкалы **10**. Если отклонение в одну из сторон будет больше, чем в другую, нужно отрегулировать до равновесия, подвинчивая балансировочные гайки **11** на концах коромысла.

К весам прилагается набор гирь, помещенных в футляр – разновес (от 10 мг до 500 г). Технохимические весы позволяют определять массу с погрешностью $\pm 0,01$ г с предельной нагрузкой до 1 кг.

Убедившись в равновесии весов, приступают к взвешиванию. Взвешиваемый предмет помещают на левую чашку весов, а разновески – на правую, начиная с самых крупных. Последовательно добавляя или заменяя гирьки добиваются состояния равновесия:

отклонение стрелки в правую и левую стороны не должно отличаться не более чем на одно деление шкалы. *Снимать и класть разновески следует только при арретированных весах.*

Аналитические демпферные весы АДВ-200 с предельно допустимой нагрузкой 200 г и погрешностью взвешивания $\pm 0,0001$ г. представлены на рис.2.



В химическом анализе приходится иметь дело с достаточно малыми массами (несколько граммов или миллиграммов). Как правило, массу необходимо измерять не менее чем с четырьмя значащими цифрами, поэтому лабораторные весы должны быть одновременно и чувствительными и точными. В этом случае взвешивание осуществляется только на аналитических весах.

Рис. 2. Аналитические весы АДВ -200:

- 1 – базисная доска; 2 – демпферы; 3 – коромысло; 4 – призма; 5 – чашки весов;
- 6 – ручка арретира; 7 – вейтограф;
- 8 –большой лимб; 9 – малый лимб.

На аналитических весах необходимо проводить лишь те взвешивания, результаты которых будут использоваться в количественных расчетах.

Весы смонтированы на базисной доске **1** и помещены в стеклянный футляр для защиты их от пыли, влаги, быстрой смены температур и конвекционных потоков воздуха. Стеклянный футляр весов снабжен тремя дверцами: передней – поднимающейся кверху и двумя боковыми – открывающимися. Боковыми дверцами пользуются только во время установки на чашки весов взвешиваемого предмета и разновесок, а передней – только во время ремонта весов. Остальное время все дверцы футляра должны быть закрыты. Горизонтальное положение весов проверяется по имеющемуся шаровому уровню. Весы снабжены пневматическими успокоителями колебаний – демпферами **2** для ускорения взвешивания.

Наиболее ответственной, особо тщательно изготовленной и точно соразмеренной частью весов является коромысло **3**, снабженное тремя агатовыми призмами **4**. На крайние призмы коромысла навешаны серьги с крючками. На верхние крючки подвешены чашки весов **5**, а на нижние стаканы демпферов. Чувствительность весов сильно зависит от состояния несущих призм и пластинок, на которые они опираются. Чтобы предохранить ребра призм от изнашивания, аналитические весы снабжены специальным устройством – арретиром. Поворотом ручки арретира **6** против часовой стрелки (влево) весы приводятся в рабочее состояние, при котором все призмы опираются на пластинки. И наоборот, при повороте ручки арретира вправо, призмы и пластинки разобщаются. В этом случае говорят весы арретированы. Помещать на чашки взвешиваемый предмет и разновески можно только тогда, когда весы находятся в арретированном состоянии.

Для удобства отсчета весы оснащены оптическим приспособлением со световым экраном (вейтографом) **7**, на котором представлено увеличенное изображение микрошкалы. Микрошкала, прикрепленная к стрелке весов, вправо и влево от нуля разделена на 10 больших делений (вправо от +1 до +10 и влево от -1 до -10.) Каждое большое деление шкалы разбито на 10 малых. Таким образом, цена одного малого деления равна 0,1 мг, или 0,0001 г. Для ускорения взвешивания аналитические весы снабжены устройством для снятия и наложения мелких гирек (колец) без открывания дверцы. Специальные кольца массой от 10 до 990 мг управляются при помощи вращающихся лимбов **8, 9**. Вращением большого лимба добавляют или снимают кольца массой 100-900 мг, вращением малого лимба – 10-90 мг.

К аналитическим весам также прилагается разновес (комплект гирь массой от 1 до 100 г).

*ОБЩИЕ ПРАВИЛА И ТЕХНИКА ВЗВЕШИВАНИЯ НА
АНАЛИТИЧЕСКИХ ВЕСАХ АДВ-200*

1. Прежде чем приступить к взвешиванию, необходимо вначале проверить правильность установки весов. Затем включить весы в осветительную сеть и установить нулевую точку весов.
2. Взвешивают только сидя точно против весов.
3. Взвешивайте при комнатной температуре, взвешиваемый предмет и разновесы помещайте на чашки весов при помощи пинцета.
4. Не ставьте на чашки весов горячие, мокрые и грязные предметы. Для взвешивания используйте тару (бюксы, стаканчики, часовые стекла) или полоску кальки. Летучие и гигроскопические вещества нужно взвешивать в хорошо закрытых сосудах. Если вы все же просыпали вещество, немедленно сметите его мягкой кисточкой.
5. Добавлять и убавлять количество взвешиваемого вещества можно только вне шкафа весов.
6. Взвешиваемый предмет и разновесы помещают на чашки весов так, чтобы они находились в центре чашки.
7. Дверцы весов во время взвешивания должны быть закрыты.
8. Предварительно взвешенный на технохимических весах предмет помещают на левую чашку весов и закрывают левую дверцу. На правую чашку весов помещают гирьку, масса которой равна приблизительной массе взвешиваемого предмета. Осторожно, плавным движением (не до отказа) поворачивают ручку арретира влево. Если стрелка весов отклоняется влево – гирька тяжелее, чем предмет. Арретир закрывают, убирают гирьку и ставят другую, меньшую по массе. Так выполняют до тех пор, пока масса взвешиваемого предмета будет найдена с точностью до 1 г.
9. Далее при закрытом арретире, с помощью большого лимба подбирают массу с точностью до 0,1 г, поворачивая лимб через одно деление так, чтобы цифра на лимбе находилась против черты указателя, и открывают арретир. Так же оперируют малым лимбом, подбирая массу с точностью до 0,01 г.
10. Открывают арретир до отказа, ждут прекращения колебания стрелки весов и записывают отсчет по шкале экрана. Необходимо, чтобы стрелка останавливалась в положительной области шкалы. Если стрелка отклоняется в область отрицательных значений шкалы, то при закрытом арретире необходимо уменьшить массу гирек с помощью малого лимба и снова открыть арретир до отказа.

11. Массу записывают числом, имеющим четыре значащих цифры после запятой: первый и второй знаки по показаниям большого и малого лимбов, третий и четвертый – по показанию микрошкалы вейтографа.

12. По окончании взвешивания закрывают арретир, убирают гирьки и предмет с чашек весов, положение лимбов приводят к нулевой отметке, выключают и зачехляют весы.

13. Все взвешивания для данного анализа должны производиться на одних и тех же весах.

Точно отмеренная на аналитических весах масса анализируемого вещества называется «навеской».

Аналитические электронные весы LEKI В 2104 с предельно допустимой нагрузкой 210 г и погрешностью взвешивания $\pm 0,0001$ г. представлены на рис.3.

Современные электронные весы удобны в работе, их показания более точны, а устройство более надежно, чем у механических весов. При работе с ними не требуется выполнения тех многочисленных операций, характерных для механических весов, что значительно ускоряет взвешивание.

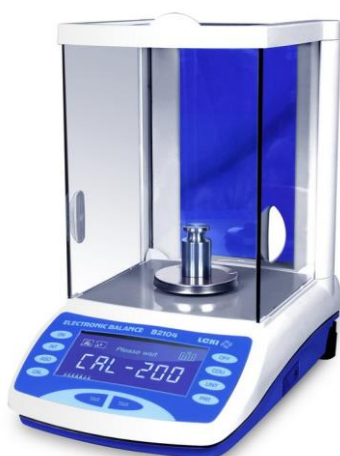


Рис. 3. Аналитические электронные весы LEKI В 2104