

ГАПОУ ЛО «Киришский политехнический техникум»

Методическое пособие для изучения

МДК.04.01 Обработка и учет результатов химического анализа
для специальности 240700.01 лаборант химического анализа.

Разработали обучающиеся:

Шильцева Е.Ю.

Нестерова О.В.

Руководитель:

Преподаватель Рассказова В.В.

2016 год

Оглавление

Содержание	страницы
Метрология. Понятие измерительной процедуры	3
Методы расчета, виды записи результатов эксперимента	4-11
Аналитический сигнал. Измерение	
Виды погрешностей. Учет погрешностей	
Значащие цифры, правила округления. Приближенные значения величин. Точные вычисления	
Математическая обработка результатов измерений	
Расчет результатов эксперимента в титриметрическом анализе	12-14
Вычисление результатов при титровании по методу пипетирования	
Вычисление результатов при титровании по методу отдельных навесок	
Вычисление результатов при титровании по остатку	
Расчет результатов эксперимента в весовом анализе	14-19
Три типа весовых определений	
Расчет навески	
Расчет количества осадителя	
Вычисление процентного содержания вещества в образце	
Оформление результатов эксперимента.	20-21
Оформление рабочего журнала	
Оформление протоколов анализов согласно нормативной документации в титриметрическом анализе.	
Оформление протоколов анализов согласно нормативной документации в весовом анализе.	
Обработка результатов определений	22-24
Формулы для проведения необходимых расчетов в весовом анализе.	
Формулы для проведения необходимых расчетов в титриметрическом анализе.	
Список использованной литературы	25

Метрология. Вычисления. Понятие измерительной процедуры

Метрология – наука об измерениях, методах и средствах обеспечения их единства и способах достижения требуемой точности

Количественный анализ - измерительная процедура, характеризующаяся рядом особенностей; это многостадийный процесс, включающий этапы:

1. Постановка аналитической задачи
2. Выбор метода и схема анализа
3. Отбор и подготовка пробы к анализу
4. Проведения измерений (выполнения анализа)
5. Обработка результата измерений
6. Принятие решения по результату анализа

Метод-совокупность принципов положенных в основу анализа.

Методика - подробное описание всех условий и операций, проведение анализа определенного объекта. Выбирая метод или методику учитывают следующие факторы:

1. Содержание компонента
2. Чувствительность метода или методики- определяется минимальным количеством вещества, которое можно обнаружить данным методом или методикой
3. Избирательность метода (селективность) – возможность определить компоненты без помех, со стороны других присутствующих компонентов
4. Точность анализа – собирательная характеристика метода и методика, включающая правильности и воспроизводимость
5. Экспрессность – быстрота проведения анализа
6. Стоимость анализа
7. Автоматизация - особенно важна при массовых, серийных анализах.

Аналитический сигнал. Измерение.

На стадии химического анализа проводят обнаружение компонента или определяют его количество. С этой целью измеряют аналитический сигнал или в некоторых случаях определяют содержание компонента.

Аналитический сигнал - среднее из измерений физической величины, функционально связанной с содержанием компонентов (сила тока, ЭДС, оптическая плотность, уровень в бюретке и т.д.).

Появление аналитического сигнала должно быть надежно зафиксировано в виде:

1. Массы осадка
2. Силы тока
3. Линии спектра разной интенсивности и др.

Следующий этап – расчет содержания компонента с использованием функциональной зависимости: аналитический сигнал – содержание $y=f(c)$.

Функциональная зависимость устанавливается расчетным или опытным путем и может быть представлена в виде таблицы, графика или формулы.

При измерении аналитического сигнала учитывают только полезный аналитический сигнал. Возникающий сигнал фона определяют при проведении холостого опыта и вычитают из общего результата.

Нахождение определяемой величины, исходя из функциональной зависимости осуществляют по методам: градуированного графика, стандартов и добавок. Во всех случаях используют образцы сравнения. Наиболее надежные результаты получают, когда в качестве образцов используют стандартные образцы (официально аттестованные специальными учреждениями).

Метод градуировочного графика

Построение графика проводят в координатах: аналитический сигнал-содержание компонента. График строят с использованием образцов сравнения с разными и точно известными уровнями содержания определяемого компонента (концентрации C). Измерив величину

аналитического сигнала в анализируемой пробе, находят содержание определяемого компонента по градуировочному графику.

Погрешности химического анализа

По способу вычисления погрешности разделяют на абсолютные и относительные.

Абсолютная погрешность равна среднего измерения величины X и истинного $X_{ист}$:

$$D = X - X_{ист}$$

$$D = 14,70\% - 14,75\% = -0,05\%$$

Относительная погрешность выражается в долях или % и представляет отношение абсолютной погрешности и истинному значению:

$$D_o = \frac{-0,05\%}{14,75\%} \times 100\% = -0,34\%$$

$$D_o = \frac{D}{X_{ист}} \times 100\%$$

По характеру причин вызывающих погрешность (ошибки) классифицируют на:

Систематические
Случайные
Промахи

Систематические ошибки происходят по вполне определенным причинам; их можно предусмотреть и устранить или ввести поправки.

1. Ошибки методические составляют наиболее серьезную причину искажения результатов и зависят от особенностей применяемого метода анализа
2. Ошибки, зависящие от применяемых приборов и реактивов (точность весов, непроверенные разновесы и мерная посуда)
3. Ошибки оперативные
4. Ошибки индивидуальные.

Случайные шибки: неопределенные по знаку и величине ошибки, в появлении которых не наблюдается никакой закономерности (изменение температуры воздуха, влажность и др.) Они не могут быть учтены и устранены введением поправок. Они могут быть уменьшены при увеличении числа параллельных операций

Промахи: Грубые, сильно искажающие результат ошибки (неправильный подсчет разновесок, отсчет по шкале бюретки и др.) Результат определения становится неверными и отбрасывается из серии параллельных определений

Значащие цифры, правила округления. Приближенные значения величин. Точные вычисления.

Правильность и точность (воспроизводимость) анализа:

Анализ считается выполненным тем более точным, чем меньше результаты параллельных определений различаются между собой, т.е. чем выше воспроизводимость.

Анализ считается выполненным, удовлетворительно, лишь при условии хорошей воспроизводимости результатов отдельных операций; из этих данных берут среднее арифметическое, которое принимают за окончательный результат.

По точности результата можно судить о его правильности только при отсутствии систематических ошибок.

Разность между параллельными определениями в титриметрии- 0,01 мм.

Правильность - близость полученного результата к истинному значению .

Точность результата – его воспроизводимость, которая характеризуется разбросом отдельных измерений, проведенных одним и тем же методом.

Разброс оценивается по отношению к среднему результату измерений или к истинному значению определяемой величины.

Вычисления результатов анализа является неотъемлемой составной частью, как и любая другая операция анализа.

Точность анализа определяется тем, с какой точностью его результат должен быть представлен, либо тем насколько точно нам нужно знать определяемую величину.

В производственных условиях результат анализа используют для корректировки хода технологического процесса, поэтому результат вычислений должен быть точным.

К точным относятся вычисления окончательного результата анализов которые должны проводится с точностью, соответствующей точности выполнения анализа.

В результате должно быть столько значащих цифр, чтобы только последняя из них была недостоверной.

Значащими цифрами называют все достоверные цифры данного числа плюс первая из недостоверных, кроме нулей, стоящих слева, а также нулей, стоящих справа, если они заменяют собой неизвестные нам цифры или появляются в результате округления числа.

0,0035 – две значащие цифры (3,5), все нули являются незначащими и показывают, к каким разрядам относят эти цифры.

7,2500 – нули являются незначащими, если это число показывает массу тела, полученную при взвешивании, на технических весах или представляет результат округления более точно определяемой массы.

7,2500 – нули являются значащими, если взвешивание проведено на аналитических весах.

10,0305 – шесть значащих цифр.

0,0035 – четыре десятичных знака и две значащих цифры.

Точность результата вычислений не может быть большей, чем у наименее точного из чисел, входящих в вычисление.

5,2727; 0,075; 3,7; 2,12 – наименее точным является 3,7. При вычислении суммы не имеет смысла учитывать все десятичные знаки отдельных слагаемых, нужно предварительно округлить их, оставляя одну запасную цифру:

$$5,27 + 0,08 + 3,7 + 2,12 = 11,17 \text{ г.}$$

Окончательно – 11,2

Расход титранта, измеренный бюреткой, градуированной на 0,1 мл, должен быть выражен числом, содержащим две цифры после запятой, например: правильно - $V=11,26$ мл, неправильно – $V=11,2$ мл.

Правильно записанная концентрация должна содержать четыре значащие цифры:

Правильно: $C=0,1070$ моль/л.

Неправильно: $C=0,107$ моль/л.

Правильно: $T=0,003901$ г/мл.

Неправильно: $T=0,00390122$ г/мл.

К точным значениям величин относят:

Значения, принятые за постоянные (атомный вес, массовые числа).
Результаты счета предметов и операций, число элементов в периодической системе и их порядковые номера.
К приближенным значениям величин относят:
Результаты любых измерений, в том числе при измерении объемов, определении атомных и молекулярных весов.

Математическая обработка результатов измерений

Задача и анализ является нахождение наиболее вероятного значения определяемой величины и оценка точности полученных результатов. При химическом анализе содержание вещества в пробе устанавливают, как правило, по небольшому числу параллельных определений. Результаты параллельных определений следует обрабатывать, пользуясь методами математической статистики, разработанными для малого числа определений (доверительным интервалом)

Корректное представление аналитического результата всегда подразумевает некоторый интервал (он называется доверительным интервалом)

В стандартных ситуациях представление результата осуществляют по ниже приведенной схеме:

1. Определить и исключить грубые погрешности (промахи), пользуясь специальными статическими таблицами.
2. Найти среднее арифметическое значение

$$X = \frac{\sum x_j}{n}$$

Где x – единица значения (одного из параллельных измерений);
 n – число параллельных измерений, включенных в обработку

Следует обращать внимание на то, чтобы точность записи среднего была не меньше, чем точность каждого из параллельных измерений.

3. Определить стандартное (среднеквадратичное) отклонение:

Это особая величина, которая отражает воспроизводимость метода измерения.

Ее также лучше записывать с дополнительной значащей цифрой.

$$S = \frac{\sqrt{\sum_{j=1}^n (x_i - \bar{x})^2}}{n - 1}$$

4. Рассчитать доверительный интервал

$$\Delta x = t_{P,f} S / n$$

где $t_{P,f}$ – коэффициент Стьюдента, характеризующий влияние объема выборки (числа параллелей) на доверительный интервал.

Результат записывают в виде $(\bar{x} \pm \Delta x)$, обращая внимание на число значащих цифр в записи: от доверительного интервала оставляют одну значащую цифру, по обычным правилам округления; а среднее значение округляют в соответствии с точностью доверительного интервала (если погрешность в десятых долях, то и среднее значение записывается с точностью до десятых, если в единицах, то до единиц и т. д.). Так, из расчетных данных $(9,381 \pm 0,769)$ при правильном округлении получается величина $(9,4 \pm 0,8)$.

5. Рассчитать абсолютную и относительную погрешность определения

Если известно истинное значение, можно сравнить найденное значение с истинным (эталонным), как в абсолютном, так и в относительном выражении:

$$\Delta x / \mu = (x - \mu) / \mu$$

$$\Delta x / \mu * 100\% = (x - \mu) / \mu * 100\%$$

где μ – истинное значение. (В качестве истинного значения может выступать контрольное количество анализируемого соединения или содержание, заявленное в документации образца.)

При статистической обработке результатов может возникнуть задача определения промаха (грубой погрешности). Последовательность действий такова:

1. Составить выборку: записать результаты x_i индивидуальных определений, выраженные в соответствующих единицах измерения, с требуемой точностью.
2. Найти и исключить промах (грубую погрешность), для чего:

а) определить общее среднее арифметическое \bar{x} ;

б) определить его среднеквадратичное отклонение S ;

в) выделить из ряда результатов критический результат $X_{кр}$ (это может быть наибольшее или наименьшее значение, в зависимости от того, какое из них дальше отстоит от среднего \bar{X});

г) определить относительное отклонение (t-квантиль):

$$t = \frac{X_{кр} - \bar{X}}{S}$$

д) сравнить с табличным результатом (для $P = 95\%$)

Если полученное из критического результата значение больше табличного ($t_{эксп} > t_{табл}$), результат отбрасывается, и необходимо заново пересчитать среднее, а затем повторить всю процедуру для следующего критического результата.

Таблица 1
Значения коэффициентов Стьюдента

Число измерений n	Число степеней свободы $f = n-1$	Доверительная вероятность		
		90%	95%	99%
2	1	6,31	12,7	63,7
3	2	2,92	4,30	9,92
4	3	2,35	3,18	5,84
5	4	2,13	2,78	4,60
6	5	2,02	2,57	4,03
7	6	1,94	2,45	3,71
8	7	1,89	2,36	3,50
9	8	1,86	2,31	3,36
10	9	1,83	2,26	3,25
11	10	1,81	2,23	3,17
12	11	1,80	2,20	3,11
13	12	1,78	2,18	3,06
14	13	1,77	2,16	3,01
15	14	1,76	2,14	2,98
∞	∞	1,64	1,96	2,58

ПРИМЕР: при определении содержания фосфорной кислоты в контрольном растворе по результатам трех параллельных определений получили объемы израсходованного раствора NaOH: 13,96; 13,79; 13,90 мл. По каждому из результатов рассчитали массу кислоты, получилось 798,95; 789,22; 795,52 мг, соответственно (обратите внимание на запасную значащую цифру – для точности вычислений). Расчеты по формулам привели к значениям: $X = 794,56$ мг.

Аналитик не всегда может знать истинную величину определяемого компонента, поэтому находят пределы в которых эта величина может находиться. Математическую обработку проводят для выявления и устранения случайных ошибок. Выявление проводят с помощью среднеквадратичного отклонения

№ определения	Содержание меди	среднее арифметич. \bar{x}	Отклонение от среднего $x_i - \bar{x}$	Квадрат отклонений от среднего $(x_i - \bar{x})^2$
1	52,5%		52,8-52,5= -0,3	0,09
2	53,0%		52,8-53,0=+0,2	0,04
3	52,8%		52,8-52,8= 0	0
n=3	$\sum x_i = 158,4$	$\sum x_i / n = 52,8\%$	Среднее = 52,8%	$\sum (x_i - \bar{x})^2 = 0,169$

Среднеквадратичное отклонение:

$$S = 0,254$$

Определяем $t_{P,f}$ – коэффициент Стьюдента по таблице для 5% уровня значимости ($\alpha = 0,05$) и $n=3$ он равен 4,30

Рассчитываем доверительный интервал

$$\Delta x = t_{P,f} S / n = 4,30 * 0,254 / 3 = 0,632$$

Рассчитываем доверительные границы

$$(x \pm \Delta x) = 52,8 \pm 0,632 \text{ т.е: от } 52,2\% \text{ до } 53,4\%$$

Расчет результатов эксперимента в титриметрическом анализе.

1. Расчет по установлению титра и нормальности рабочего раствора

Точные расчеты титриметрического анализа могут быть выполнены разными способами. Во всех случаях объемно-аналитических вычислений пользуются одним общим правилом: если анализ проводился с применением мерной колбы и пипеткой (пипетирование), то концентрацию рабочего раствора удобнее выразить в виде нормальности или поправки и исходить из основной объемно-аналитической пропорции $\frac{V_1}{V_2} = \frac{N_2}{N_1}$

Если анализ выполнялся методом отдельных навесок (без мерной колбы и пипетки), то концентрацию рабочего раствора удобнее выразить в виде титра по определяемому веществу. Тогда количество вещества, заключающееся в титруемом растворе равно произведению титра рабочего раствора по определяемому веществу на объем израсходованный на титрование.

$$m_{o.v} = T_{p/o.v} \times V_{p.p}$$

$$T = \frac{g}{V} \text{ г/мл}$$

$$T = \frac{N \times \mathcal{E}}{1000} \text{ г/мл}$$

$$T_{p/ov} = \frac{N_p \times \mathcal{E}_{ov}}{1000} \text{ г/мл}$$

$$T_{p/ov} = T_p \frac{\mathcal{E}_o}{\mathcal{E}_p} \text{ г/мл}$$

2. Вычисление результатов при титровании по методу пипетирования

- **Вычисление нормальности анализируемого раствора по нормальности рабочего раствора.**

При взаимодействии двух веществ грамм-эквивалент одного вещества реагирует с грамм-эквивалентом другого. Растворы различных веществ одной и той же нормальности содержат в равных объемах одинаковое число грамм-эквивалентов растворенного вещества. Следовательно, одинаковые объемы таких растворов содержат эквивалентные количества вещества. Поэтому, например, для нейтрализации 30 мл 1 н. раствора H_2SO_4 требуется затратить ровно 30 мл 1 н. раствора NaOH. Аналогично для полного осаждения ионов, содержащихся в 30 мл 0,12 н. раствора $AgNO_3$, требуется 30 мл 0,12 н. раствора KCl и т. п. Растворы одинаковой нормальности вступают в реакцию в равных объемах. Если нормальности реагирующих растворов различны, то при титровании расходуются различные объемы таких растворов. Растворы разной нормальности реагируют между собой в объемных количествах, обратно пропорциональных их нормальностям. Зная нормальность одного из двух реагирующих растворов и объемы взаимодействующих растворов, легко определить неизвестную нормальность второго раствора. Обозначим нормальность первого раствора через N_1 , его объем через V_1 нормальность второго раствора через N_2 и его объем через V_2 . Тогда на основании сказанного можно составить равенство $N_1 / N_2 = V_2 / V_1$, отсюда $N_1 V_1 = N_2 V_2$

- **Вычисление количества определяемого вещества по титру рабочего раствора, выраженному в граммах определяемого вещества.**

Титр рабочего раствора в граммах определяемого вещества равен числу граммов определяемого вещества, которое эквивалентно количеству вещества, содержащегося в 1 мл рабочего раствора. Зная титр рабочего раствора по определяемому веществу и объем рабочего раствора, израсходованного на титрование, можно вычислить количество определяемого вещества (массу g) во взятом объеме раствора.

Задача: В мерную колбу ёмкостью 100 мл перенесли 0,6504 г продажной щавелевой кислоты, растворили и довели объём раствора до метки. Пипеткой брали по 10,00 мл полученного раствора и титровали 0,1026 н. раствором гидроксида натрия, расход которого в среднем составил 9,85 мл. Определите процентное содержание $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в продажной щавелевой кислоте.

Решение:

Вычислим нормальность раствора щавелевой кислоты по уравнению титрования: $N_1 V_1 = N_2 V_2$.

$$N_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = 9,85 \cdot 0,1026 / 10,00 = 0,1011$$

Найдем содержание щавелевой кислоты в 100 мл раствора:

$$m = N \cdot \Xi \cdot V = 0,1011 \cdot 63,03 \cdot 0,1 = 0,6372 \text{ г.}$$

Вычислим содержание $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в %

0,6504 г	соответствует	100%
0,6372 г	» » »	x %

$$x\% = (0,6372 \cdot 100) / 0,6504 = 97,97\%$$

Ответ: 97,97%.

3. Вычисление результатов при титровании по методу отдельных навесок

Метод заключается в титровании каждой отдельной навески, помещенной в коническую колбу и растворенной в произвольном объеме воды. Этот метод требует много времени, однако он более точен, т.к. дает возможность избежать ошибок, связанных с погрешностью в определении емкости мерной колбы и отмериванием раствора пипеткой. При расчете величины навески исходят из того, что каждая должна быть приблизительно эквивалентна определенному объему титруемого раствора (например 25 мл.). Расчет определяется **соотношением:**

$$\frac{\Xi \text{ раб.вещества}}{\text{Навеска раб.вещества}} = \frac{\Xi \text{ определ.вещества}}{\text{Навеска определ.вещества}}$$

4. Вычисление результатов при титровании по остатку

Сущность приема титрования по остатку заключается в следующем: определенное количество анализируемого окислителя обрабатывают избыточным количеством восстановителя, при этом часть восстановителя вступает в реакцию с окислителем, а другая – избыточная часть остается в растворе без изменения. Величину избытка узнают, оттитровывая его рабочим раствором другого окислителя.

Определив разницу между количеством взятого восстановителя и величиной избытка определяют сколько восстановителя вступило в реакцию и сколько грамм его содержится в образце.

X – количество определяемого окислителя

Э_x – эквивалент определяемого окислителя

M_1 – масса восстановителя

$\text{Э}_{p.v.}$ – эквивалент восстановителя (Э_v)

M_2 – масса оттитрованного восстановителя

$M_1 - M_2$ – количество рабочего вещества восстановителя эквивалентное определяемому окислителю

$\text{Э}_x - \text{Э}_v$

$X - (M_1 - M_2)$

Расчет результатов эксперимента в весовом анализе.

Три типа весовых определений:

1 тип весовых определений: определения, при выполнении которых определяемую составную часть количественно выделяют из анализируемого вещества и взвешивают.

Так при определении содержания золы в образце навеску сжигают в тигле, а остаток прокаливают до постоянной массы. Оставшуюся золу точно взвешивают и по пропорции рассчитывают зольность:

Навеска-----100%

Масса золы—x%

$X = \text{Масса золы} \cdot 100 / \text{Навеска}$

2 тип весовых определений: определения, при выполнении которых определяемую составную часть количественно удаляют, а остаток взвешивают. Примером служит определение влажности материалов. Бюкс с навеской помещают в сушильный шкаф и доводят до постоянной массы при 105—110° С. Потеря в массе соответствует количеству влаги во взятой навеске. Количество влаги выражают в процентах по отношению к взятой навеске.

3 тип весовых определений: определения, при выполнении которых определяемую составную часть количественно связывают в такое химическое соединение, в виде которого она может быть выделена и взвешена. Состав этого соединения должен выражаться определенной формулой. Анализируемую составную часть вещества при весовом методе анализа выделяют в виде нерастворимого соединения (осадка). После высушивания или прокаливания состав осадка соответствует определенной химической формуле. Так как обычно требуется вычислить содержание определяемой составной части анализируемой пробы в процентах, необходимо знать навеску, массу полученного осадка (весовой формы) и его химическую формулу.

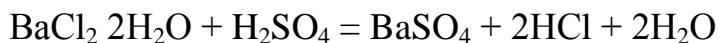
Например, при определении содержания СаО в известняке:

$X = \text{масса осадка} \cdot 100 / g \quad \%$

1. Расчет навески

Навеской называется весовое количество образца, взятое для анализа. Величина ее зависит от процентного содержания определяемой составной части в пробе и от характера осадка (осаждаемой формы). Если осадок аморфный и очень объемистый [например, $\text{Fe}(\text{OH})_3$], можно взять для анализа небольшую навеску, такую, чтобы масса окончательно полученного осадка (весовой формы) была 0,10—0,15 г. Если весовая форма осадка кристаллическая и, следовательно, осадок компактный, взятая навеска должна быть такой, чтобы масса осадка после прокаливания равнялась 0,3—0,5 г. Наконец, если осадок с трудом поддается прокаливанию, масса его не должна превышать 0,1 г. В большинстве случаев берут навеску, величина которой составляет от нескольких десятых граммов до одного грамма. Если же необходимо определить содержание незначительных количеств примесей (порядка 0,001%), берут навеску в несколько граммов.

Пример. Требуется определить процентное содержание бария в образце кристаллического хлорида бария $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Рассчитываем, какую навеску соли следует взять, чтобы масса осадка BaSO_4 была равна приблизительно 0,5 г. Составляем уравнение реакции:



Грамм-молекула $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (244,28 г) соответствует грамм-молекуле BaSO_4 (233,40 г). Составляем пропорцию:

Из 244,28 г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ получается 233,40 г BaSO_4
» x г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ » 0,50 г BaSO_4

отсюда:

$$X = \frac{244,28 * 0,50}{233,40} = 0,52 \text{ г}$$

Практически величина навески кристаллического хлорида бария может быть равна 0,45—0,7 г.

2. Расчет количества осадителя.

Если анализируемое вещество можно осадить из раствора в виде нескольких соединений, выбирают наименее растворимое. Например, Ba^{2+} может быть осажден в виде сульфата, хромата, карбоната и оксалата. Наибольшая

растворимость у BaSO_4 , она равна 2,5 мг/л; Очевидно, что барий лучше определять в виде BaSO_4 .

Выбрав осадитель, рассчитывают приблизительное количество его, необходимое для полного осаждения данного иона.

Пример. Требуется определить содержание ионов бария в образце кристаллического хлорида бария. Осаждение ведут серной кислотой.

Вычислим, сколько миллилитров серной кислоты необходимо для осаждения ионов бария. Для анализа взято 0,45 г хлорида бария. Осаждают 0,2 н. раствором серной кислоты. Согласно уравнению реакции, на 1 моль $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ требуется 1 моль H_2SO_4 .

Вычисляем, сколько граммов H_2SO_4 требуется для осаждения Ba^{2+} из 0,45 г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Так как 1 моль $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ весит 244,28 г, а 1 моль H_2SO_4 — 98,08 г, можно составить пропорцию:

$$\begin{array}{l} \text{На } 244,28 \text{ г } \text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \text{ требуется } 98,08 \text{ г } \text{H}_2\text{SO}_4 \\ \text{» } 0,45 \text{ г } \text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \text{ « } \quad \quad \quad x \text{ г } \text{H}_2\text{SO}_4 \end{array}$$

отсюда

$$X = 98,08 \cdot 0,45 / 244,28 = 0,1807 \text{ г безводной } \text{H}_2\text{SO}_4.$$

Затем вычислим, сколько потребуется миллилитров 0,2 н. раствора H_2SO_4 для

осаждения всего бария в виде сульфата.

В 1000 мл 0,2 н. раствора содержится 9,8 г H_2SO_4

$$\text{« } x \text{ мл } 0,2 \text{ н. « } \quad \quad \quad \text{» } \quad \quad \quad 0,18 \text{ г } \text{H}_2\text{SO}_4$$

отсюда

$$X = 0,18 \cdot 1000 / 9,8 = 20 \text{ мл } 0,2 \text{ н. раствора } \text{H}_2\text{SO}_4.$$

Практически нужно взять 40—50 мл 0,2 н. раствора H_2SO_4 , так как осадитель должен быть в избытке. Обычно вводят избыток осадителя, равный 50—100% от рассчитанного количества.

4. Вычисление процентного содержания вещества в образце

Анализируемую составную часть вещества при весовом методе анализа выделяют в виде нерастворимого соединения (осадка). После высушивания или прокаливания состав осадка соответствует определенной химической формуле. Так как обычно требуется вычислить содержание определяемой составной части анализируемой пробы в процентах, необходимо знать навеску, массу полученного осадка (весовой формы) и его химическую формулу. Химический состав определяемого вещества очень часто не соответствует составу полученного осадка, хотя

это вещество обязательно является составной частью осадка. В подобных случаях сначала вычисляют количество определяемого вещества в полученном осадке:

$$b = B \cdot A/M$$

где b — масса определяемого вещества в осадке;

B — масса осадка;

A — атомный или молекулярный вес определяемого вещества;

M — молекулярный вес вещества, находящегося в осадке.

Отношение A/M называется фактором пересчета, а также химическим или аналитическим множителем (F). Это отношение показывает, сколько граммов определяемого вещества содержится в 1 г осадка.

При определении содержания кальция путем взвешивания его в виде CaO фактор пересчета равен

$$F(\text{Ca}/\text{CaO}) = A(\text{Ca})/M(\text{CaO}) = 40,08/56,08 = 0,7147$$

Фактор пересчета равен отношению эквивалентных количеств определяемого и взвешенного веществ. Следовательно, в отношении, выражающем фактор пересчета, атомный или молекулярный вес определяемого вещества находится в числителе, а молекулярный вес весовой формы (осадка) — в знаменателе. При вычислении фактора пересчета в числителе и знаменателе указывают одинаковое число атомов определяемого вещества. Например, при вычислении массы алюминия по массе прокаленной окиси алюминия химический фактор равен

$$F(\text{Al}/\text{Al}_2\text{O}_3) = 2A_1/ \text{Al}_2\text{O}_3 = 0,5293.$$

Оформление результатов эксперимента.

1. Оформление рабочего журнала

При работе в лаборатории необходимо вести рабочий журнал, в котором полностью отражается подготовительная и экспериментальная работа. При оформлении работы в журнал заносят дату и название работы. Подготовка к лабораторной работе должна отражаться в предварительных записях и содержать:

План работы — перечень последовательных операций с указанием условий и количества реагирующих веществ;

Уравнение всех химических реакций;

Расчет и исходное количество вещества и теоретическое выхода;

Физико-химические свойства исходных и синтезирующих веществ.

При выполнении лабораторной работы все свои наблюдения (изменение окраски, выпадение осадка, выделения газа) сразу же фиксируются в рабочем журнале. Полный отчет определенной работе должен содержать:

1. Результаты взвешивания и измерения.
2. Краткое описание последовательных операций и наблюдаемых явлений.
3. Реальные режимы синтеза (температура, время, скорость), режим смешивания реагентов и др.
4. Расчет практического выхода или конкретный установленный режим.
5. Результаты идентификации получаемых веществ (характерные химические реакции, форма и цвет кристаллов).
6. Спектроскопические данные.
7. Краткие выводы объяснения наблюдаемых явлений, ответы на заданные вопросы.

2. Оформление протоколов анализов согласно нормативной документации в титриметрическом анализе.

- Дата
- Название работы: «Определение $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_2$ по KMnO_4 »

I. Ход определения. (описание)

II. Предварительные расчеты. (запись выполненных расчетов)

III. Протокол анализа:

- Объем исходного раствора $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_2$
- Объем раствора KMnO_4 , израсходованного на 1-е титрование.....
- Объем раствора KMnO_4 , израсходованного на 2-е титрование.....
- Объем раствора KMnO_4 , израсходованного на 3-е титрование.....
- Объем раствора KMnO_4 , израсходованного на 4-е титрование.....
- Средний объем.....
- IV. Расчет результатов анализа (запись выполненных расчетов)
- V. Дневник анализа.

3. Оформление протоколов анализов согласно нормативной документации в весовом анализе.

- Дата . . . ,

Название работы: «Определение бария в кристаллическом хлориде бария».

I. Ход определения. (описание)

II. Предварительные расчеты. (запись выполненных расчетов)

III. Протокол анализа:

- Масса часового стекла с хлоридом бария
- Масса часового стекла
- Масса хлорида бария.....
Взвешивание сульфата бария BaSO_4
- Масса тигля после первого прокаливания.....
- Масса тигля после второго прокаливания.....

Масса тигля с BaSO_4 после первого прокаливания

Масса тигля с BaSO_4 после второго прокаливания

Масса BaSO_4

IV. Расчет результатов анализа (запись выполненных расчетов)

V. Дневник анализа.

Обработка результатов определений

Формулы для расчета в весовом анализе

1. Фактор пересчета (аналитического множителя)

$$F = \frac{A}{M}$$

2. Содержание определяемого вещества в образце в %

$$X = \frac{v \times 100}{g} \%$$

v - масса вещества в осадке

g – навеска

3. Содержание определяемого вещества в осадке (г)

$$v = \frac{B \times A}{M} \text{ (г.)}$$

B -масса осадка

A - атомная (моль) масса

M – моль вес вещества находящегося в осадке

или

$F = \frac{A}{M}$ величину аналитического множителя находим в справочнике.

Формулы для расчета в титриметрическом анализе

1. Весовая процентная концентрация

$$w\% = \frac{m_{в-ва}}{m_{раствор}} \times 100\%$$

2. Молярная концентрация

$$M\left(\frac{\text{моль}}{\text{л}}\right) = \frac{m_{в-ва} \times 1000}{V_{р-ра} \times M_{в}}$$

где: М - молярная масса вещества равна его молекулярной массе

3. Нормальная концентрация

$$N (\text{г-экв/л}) = \frac{m_{в-ва} \times 1000}{V_{р-ра} \times \text{Э}} (\text{н})$$

4. пересчет одного вида концентрации в другой

$$N = \frac{w \times \rho \times 10}{\text{Э}} (\text{г-экв/л})$$

$$M = \frac{w \times \rho \times 10}{\text{М.М}} (\text{моль/л})$$

5. Титр раствора и его производные

1. По рабочему веществу

$$T = \frac{g}{V} \text{ г/мл}; \quad T = \frac{N \times \text{Э}}{1000} \text{ г/мл}$$

2. По определяемому веществу

$$T_{р/ов} = \frac{N_{р} \times \text{Э}_{ов}}{1000} \text{ г/мл}$$

$$T_{p/ov} = T_p \frac{\mathcal{E}_o}{\mathcal{E}_p} z/мл$$

6 Расчет массы навески

$$m_{o.v} = T_{p/o.v} \times V_{o.v}(z)$$

$$m_{p.v} = T_{p/o.v} \times V_{p.v}(z)$$

$$m_H = \frac{N \times \mathcal{E} \times V_{M.K}}{1000} (z)$$

Если объем выражен в литрах:

$$g(m_H) = N \times \mathcal{E} \times V_{M.K}$$

7. Объемно – аналитический пропорции

Метод пипетирования

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$

Метод отдельных навесок

$$\frac{\mathcal{E}_p - \mathcal{E}_{o.v}}{m_p - m_{ov}}$$

$$\mathcal{E}_p - \mathcal{E}_{ov}$$

$$(V_p \times T_p) - m_{ov}$$

Список использованной литературы

1. Алексеев В. Н. «Количественный анализ»
2. Золотов Ю. А. «Основы аналитической химии»
3. Крешков А. П., Ярославцев А. А. «Курс аналитической химии. Количественный анализ»
4. Пискарева С. К., Барашков К. М. «Аналитическая химия»
5. Шапиро С. А., Гурвич Я.А. «Аналитическая химия»