

## ЗМІСТ

<i>Передмова</i> .....	5
Загальні правила виконання лабораторних робіт .....	7
Правила техніки безпеки в хімічній лабораторії .....	10
Правила виконання розрахунків за результатами вимірювань .....	12
Статистична обробка результатів аналітичних вимірювань .....	15
<b>Гравіметричний аналіз</b> .....	19
<i>Лабораторна робота № 1.</i> Аналітичні терези, вправи зі зважування .....	22
<i>Лабораторна робота № 2.</i> Визначення кристалізаційної води у кристалогідраті $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .....	26
<i>Лабораторна робота № 3.</i> Визначення Барію у кристалогідраті $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .....	29
<i>Лабораторна робота № 4.</i> Визначення Ніколу з диметилгліоксимом .....	33
<b>Титриметричний аналіз</b> .....	36
<i>Лабораторна робота № 5.</i> Визначення вмісту натрій гідроксиду методом кислотно-основного титрування .....	40
<i>Лабораторна робота № 6.</i> Визначення вмісту натрій гідроксиду та натрій карбонату при їх сумісній присутності .....	45
<i>Лабораторна робота № 7.</i> Визначення складу сольової суміші $\text{Na}_2\text{CO}_3 - \text{NaCl}$ .....	49
<i>Лабораторна робота № 8.</i> Визначення вмісту $\text{HCl}$ і $\text{H}_3\text{BO}_3$ при їх сумісній присутності .....	51
<i>Лабораторна робота № 9.</i> Визначення твердості води методом комплексонометрії .....	53
<i>Лабораторна робота № 10.</i> Визначення вмісту Ферум (III) методом комплексонометрії .....	56
<i>Лабораторна робота № 11.</i> Визначення вмісту Ферум (II) у солі Мора методом перманганатометрії .....	58
<i>Лабораторна робота № 12.</i> Визначення вмісту аскорбінової кислоти у водних розчинах методом йодометрії .....	61
<i>Лабораторна робота № 13.</i> Визначення вмісту натрій хлориду у кам'яній солі методом осадження (спосіб Мора) .....	63
<b>Фізико-хімічні методи аналізу</b> .....	66
<b>Електрохімічні методи аналізу. Прямая потенціометрія</b> .....	69
<i>Лабораторна робота № 14.</i> Визначення рН водних розчинів методом йонметрії .....	72

<i>Лабораторна робота № 15. Визначення флуоридів методом йонометрії</i> .....	76
<b><i>Потенціометричне титрування</i></b> .....	79
<i>Лабораторна робота № 16. Потенціометричне титрування кислот і основ</i> .....	81
<i>Лабораторна робота № 17. Визначення Ферум (II) у присутності Ферум (III)</i> .....	84
<b><i>Оптичні методи</i></b> .....	86
<i>Лабораторна робота № 18. Фотометричне визначення Fe (III) у формі тіоціанатного комплексу</i> .....	91
<i>Лабораторна робота № 19. Визначення Ферум (III) із сульфосаліциловою кислотою</i> .....	94
<i>Лабораторна робота № 20. Фотометричне визначення Титан (IV) методом порівняння</i> .....	96
<i>Лабораторна робота № 21. Визначення вмісту Купрум і Цинку у природній воді методом атомно-абсорбційної спектроскопії</i> .....	98
<b><i>Йонобмінна хроматографія</i></b> .....	102
<i>Лабораторна робота № 22. Визначення вмісту йонів Натрію методом йонобмінної хроматографії</i> .....	103
<i>Лабораторна робота № 23. Визначення методом йонобмінної хроматографії йонів Натрію й амонію при їх сумісній присутності</i> .....	105
<b><i>Практичне застосування методів кількісного аналізу</i></b> .....	108
<i>Робота 1. Визначення кислотності ґрунту</i> .....	109
<i>Робота 2. Визначення вмісту гумусу у ґрунті</i> .....	111
<i>Робота 3. Визначення нітратів і флуоридів у ґрунті</i> .....	114
<i>Робота 4. Визначення вмісту флуоридів у природній воді методом добавок</i> .....	116
<i>Робота 5. Визначення вмісту Cr (III) і Cr (VI) у поверхневих водах</i> ..	118
<i>Робота 6. Визначення сульфатів у природній воді методом фототурбідиметрії</i> .....	120
<i>Робота 7. Визначення поверхнево-активних речовин у забруднених водах</i> .....	122
<i>Робота 8. Визначення окиснюваності природної води</i> .....	125
<i>Робота 9. Визначення хлору у воді</i> .....	127
<i>Робота 10. Визначення Нітрогену у мінеральних добривах</i> .....	129
<i>Робота 11. Визначення P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> у суперфосфаті</i> .....	131
<i>Робота 12. Визначення H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> у пергідролі</i> .....	134
<i>Додатки</i> .....	136
<i>Список використаної та рекомендованої літератури</i> .....	141

## ПЕРЕДМОВА

Курс аналітичної хімії входить до циклу дисциплін природничої або практичної підготовки фахівців з природничих спеціальностей у вищих навчальних закладах.

У вивченні аналітичної хімії значна увага приділяється лабораторному практикуму, який надає можливість студентам оволодіти комплексом практичних навичок та умінь при виконанні експериментальних робіт з хімічного аналізу.

Одним із основних завдань аналітичної хімії є визначення та ідентифікація речовини. Мета кількісного аналізу – визначення кількості складових частин речовини та їх співвідношення. Методи кількісного аналізу знайшли широке застосування в дослідженнях природничих наук, а також у галузях прикладної діяльності людини.

Основу будь-якого кількісного експериментального дослідження складає точне вимірювання. Таким є вимірювання маси речовини за допомогою дуже точного приладу – аналітичних терезів. Висновки про кількісний склад речовини можна зробити, вимірюючи не тільки масу речовини, але й інші фізичні властивості – оптичні, електричні, магнітні, які є функцією кількості речовини. Множину методів кількісного аналізу, залежно від досліджуваних властивостей, класифікують на три групи, які мають умовні межі поділу: хімічні, фізичні, фізико-хімічні.

Пропонований лабораторний практикум укладено відповідно до навчальної програми з аналітичної хімії для студентів природничих спеціальностей.

У навчальному посібнику наведені лабораторні роботи, які знайомлять студентів з хімічними методами кількісного аналізу – гравіметричним та титриметричним, а також з фізико-хімічними методами – електрохімічними та оптичними. Навчальний посібник містить дещо більшу кількість лабораторних

робіт, ніж цього дозволяє плановий обсяг академічних годин. Це дає можливість викладачу, керуючись практичними можливостями, планувати до виконання лабораторні роботи за вибором. Крім того, у посібнику є розділ, де наведені методики аналітичних робіт прикладного характеру, які можуть бути використані в індивідуальній науково-дослідній роботі студентів.

При укладенні посібника використані навчальні видання і збірники стандартизованих методик хімічного аналізу. Всі лабораторні роботи апробовані у навчальному лабораторному практикумі. Методики, покладені в основу лабораторних робіт, передбачають використання малих кількостей речовин, що відповідає сучасній тенденції впровадження у лабораторний практикум напівмікрометоду.

Опис лабораторних робіт поданий за такою схемою: теоретичне обґрунтування методу аналітичного визначення, мета і завдання роботи, засоби виконання роботи, хід роботи (методика аналітичного визначення), розрахунки за результатами вимірювань. До кожної лабораторної роботи наведені контрольні запитання, які дають змогу студентам більш повно зрозуміти сутність та зміст теоретичних основ та практичних понять методів кількісного аналізу, а також орієнтують їх на самостійну роботу з навчальною літературою.

У таблицях додатків наведений довідковий матеріал, необхідний для виконання розрахунків за результатами аналітичних вимірювань.

У посібнику використовується сучасна хімічна термінологія і номенклатура, система позначень, які рекомендовані українською національною комісією з хімічної термінології і номенклатури.

## ЗАГАЛЬНІ ПРАВИЛА ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ

Лабораторні роботи з аналітичної хімії є складовою частиною програми навчальної дисципліни. Мета лабораторного практикуму – одержання студентами нових знань, набуття навичок моделювання та проведення аналітичного експерименту, наукове пояснення результатів хімічного аналізу.

На початку лабораторного практикуму студент повинен бути ознайомлений з правилами техніки безпеки праці у хімічній лабораторії та володіти основними прийомами техніки хімічного експерименту.

Успішне виконання лабораторної роботи передбачає достатню теоретичну підготовку студента, яка досягається на практичних заняттях і за рахунок самостійної роботи. Проведення хімічного аналізу потребує впевненого розуміння процесів, на яких ґрунтуються хіміко-аналітичні операції.

Важливу роль, інколи навіть визначальну, відіграє вміння експериментатора використовувати обладнання та реактиви, підтримувати у належному порядку робоче місце, а також раціонально планувати робочий час.

Для успішного виконання лабораторних робіт слід дотримуватись таких правил та рекомендацій:

- запорукою досягнення мети лабораторної роботи є чистота і порядок на робочому місці, ретельність та охайність у виконанні експериментальних операцій;
- лабораторне обладнання, хімічний посуд повинні відповідати вимогам методики аналізу. Скляний посуд необхідно тримати чистим, перед початком роботи – ретельно мити миючими засобами. Необхідно слідкувати за чистотою реактивів загального та індивідуального користування. Слід пам'ятати: одна з причин похибки в результаті аналізу – це забруднені реактиви та посуд;

- під час виконання роботи треба бути уважними і зосередженими. Необережність, неуважність, порушення правил поведінки можуть призвести не лише до помилок у роботі, але й до нещасного випадку;
- у роботі з реактивами слід знати їхні хімічні та фізичні властивості. Звертають увагу на кваліфікацію реактивів, для сухих речовин беруть до уваги наявність кристалізаційної води, для рідин та розчинів – густину та концентрацію;
- для приготування розчинів використовують спеціальний вимірювальний посуд, попередньо ознайомившись з прийомами роботи з посудом спеціального призначення. Приготування розчинів у великих кількостях не допускається;
- розчинення летких, або отруйних речовин, а також розбавлення концентрованих розчинів кислот та лугів виконують у витяжній шафі, дбаючи про безпеку особисту та інших присутніх у лабораторії;
- слідкуйте за тим, щоб усі реактивні банки й склянки мали етикетки з написом назви речовини та її вмісту;
- приступаючи до виконання лабораторної роботи, необхідно повністю уявляти хід роботи і бути переконаним у повному розумінні деталей експерименту. При виконанні роботи необхідно дотримуватись методики аналізу як у послідовності, так і в умовах виконання дослідів. Можливі зміни у методиці аналізу можуть бути внесені тільки з дозволу викладача;
- раціонально використовуйте робочий час, деякі операції експерименту можуть бути поєднані у часі, якщо це не суперечить правилам техніки безпеки;
- результати вимірювань і спостережень потрібно реєструвати в робочому журналі, не користуючись чернетками та не покладаючись на пам'ять. Для встановлення похибки визначення результату аналізу математично обробляють;
- результати вимірювань та обчислень рекомендується подавати у формі таблиці, стовпці і рядки якої повинні мати нумерацію або назву вимірюваної величини. Для встановлення закономірності результати вимірювань та обчислень доцільно зображувати графічно. Графіки, виконані на окремих аркушах міліметрового або діаграмного паперу, слід підклеювати до лабораторного журналу.

З метою раціонального використання результатів експерименту та ефективного сприйняття письмової інформації рекомендується уніфікована форма і послідовність запису виконання лабораторної роботи та результатів вимірювань.

1. Дата виконання роботи.
2. Назва лабораторної роботи (експерименту).
3. Визначення мети і завдань роботи.
4. Коротке теоретичне обґрунтування і хід виконання роботи (за необхідності виконуються попередні розрахунки, замальовується схема установки для експерименту).
5. Таблиці для безпосереднього запису результатів вимірювань та попередніх розрахунків.
6. Обчислення за результатами вимірювань. Побудова графічних залежностей. Визначення похибки аналітичного визначення.
7. Висновки.

Лабораторна робота вважається завершеною після складання усного звіту викладачу про основні результати експерименту та висновки.

Результати виконання лабораторної роботи оцінює викладач, враховуючи теоретичний рівень підготовки студента, правильність виконання методики аналізу, точність отриманих результатів.

## ПРАВИЛА ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ В ХІМІЧНІЙ ЛАБОРАТОРІЇ

Робота в хімічній лабораторії передбачає використання хімічних реактивів, які є отруйними та вогненебезпечними. Під час виконання експериментальних робіт користуються водою, газом та електроприладами, тому на початку лабораторного практикуму студенти повинні отримати вказівки викладача щодо особливостей роботи в хімічній лабораторії та інструкцію з правил техніки безпеки.

Правила техніки безпеки містять такі вимоги та рекомендації:

1. Необхідно знати місцезнаходження в лабораторії електроприладів та небезпечних реактивів, уміти застосовувати найпростіші засоби пожежогасіння та надавати першу медичну допомогу.
2. У хімічній лабораторії заборонено працювати та залишатися одному.
3. У хімічній лабораторії слід працювати у робочому спецодязі (халаті).
4. У лабораторії заборонено виконувати досліди, які не передбачені лабораторною роботою.
5. Лабораторне обладнання, прилади, установки спеціального призначення використовуються з дозволу викладача чи лаборанта після ознайомлення з порядком роботи.
6. Досліди із застосуванням концентрованих розчинів кислот, а також інших реагентів, які містять леткі токсичні речовини, – амоніак, бром, хлор, оксиди Нітрогену, оксиди Сульфуру та ін., необхідно виконувати у витяжній шафі.
7. Не можна залишати без нагляду електронагрівальні прилади, водяні бані, газові пальники з полум'ям.
8. Неприпустимим є виконання дослідів із вогненебезпечними речовинами поблизу пальника з відкритим полум'ям.



9. Гарячі предмети слід ставити на керамічну плитку чи спеціальні термостійкі підставки.
10. При нагріванні розчинів у пробірці слід користуватися пробіротримачем, уникаючи місцевого перегрівання рідини. Нагрівання безпечніше здійснювати на водяній бані.
11. При вимірюванні об'єму летких і отруйних рідин слід користуватися мірними циліндрами і піпетками з гумовою грушею.
12. Для виконання операцій із термoeфектами (нагрівання, приготування розчинів) використовуйте тільки термостійкий тонкостінний скляний та фарфоровий посуд.
13. Нагрівання водних розчинів слід здійснювати у склянному термостійкому посуді на електроплитках.
14. У випадку попадання на шкіру розчину концентрованої кислоти, уражену ділянку тіла ретельно витріть сухою серветкою і змийте великою кількістю води, після чого промийте розбавленим розчином питної соди. Розчин лугу змивайте до зникнення відчуття мильної слизькості. У разі відчуття опіку необхідно звернутися до лікаря.
15. Потрібно економно витрачати хімічні реактиви, дистильовану воду, електроенергію, газ.
16. У лабораторії не слід вживати їжу, а також пити воду з хімічного посуду.
17. Після закінчення лабораторної роботи необхідно навести порядок на робочому місці й ретельно вимити руки.
18. Студенти, які свідомо порушують правила техніки безпеки, до роботи у хімічній лабораторії не допускаються.

## ПРАВИЛА ВИКОНАННЯ РОЗРАХУНКІВ ЗА РЕЗУЛЬТАТАМИ ВИМІРЮВАНЬ

Завданням кількісного аналізу є одержання чисельного значення певної фізичної величини. Результати вимірювань у вигляді чисел, як правило, математично обробляють. У наслідках обчислень необхідно зберегти точність вимірювання, проте завищена точність теж є грубою помилкою.

Результати вимірювання є наближеним числом. Результат математичної операції з наближеним числом є також наближеним числом, що може мати недостовірні цифри, які треба відкинути. Результат обчислень не може бути більш точним, ніж будь-яке із вихідних чисел.

Величини, які одержані в результаті вимірювань, характеризуються деякою похибкою, яка зумовлена точністю вимірювання. Так, технoхімічні терези вимірюють вагу з точністю до 0,01 г, аналітичні терези – з точністю до 0,0001 г. Правильним буде такий запис значення вимірюваної величини, у якому тільки остання цифра є недостовірною. Наприклад, величина маси речовини в 1,24 г показує, що вимірювання проведено з точністю до 0,01 г. Абсолютна недостовірність вимірюваної величини складає 0,01 г. Якщо масу визначати на аналітичних терезах, то її значення в 1,2524 г показує, що абсолютна недостовірність результату складає 0,0001 г.

Отже, абсолютна недостовірність має ті ж одиниці, що й вимірювана величина. Відносна недостовірність – величина безрозмірна і визначається як відношення абсолютної недостовірності до значення вимірюваної величини (як правило, у відсотках). Приклад:  $m = 2,53$  г; абсолютна недостовірність = 0,01 г; відносна недостовірність =  $(0,01 / 2,53) \cdot 100\% = 0,4\%$ .

Якщо в розрахунках використовують результати вимірювань з різною абсолютною недостовірністю, то недостовірність кінцевої величини визначається найбільш недостовірним результатом.

Запис результату вимірювання за шкалою приладу чи вимірювального посуду може містити достовірні і недостовірні цифри; достовірними вважаються ті, що відповідають поділкам шкали, недостовірними вважаються цифри отримані внаслідок відліку між поділками шкали.

Результатом вимірювання має бути число із значущих цифр. Кількість значущих цифр визначає точність числа. Значущими цифрами числа називаються всі його цифри, окрім нулів, які стоять зліва. Наприклад, число 450 містить 3 значущих цифри, число 10,25 – чотири значущих цифри, число 0,052 – дві значущих цифри. Нуль у числах може бути значущою і незначущою цифрою. Нулі, які знаходяться у числі між іншими цифрами, завжди є значущими. Нулі в кінці числа теж є значущими. Нулі, які знаходяться на початку числа, є незначущими і використовуються для зазначення місця коми десяткового дробу. У такому випадку нулі краще виключити, а число записати з використанням множника  $10^n$ . Приклад:  $0,0001 - 1 \cdot 10^{-4}$ . Якщо у числі 200 одна значуща цифра, його слід записати  $2 \cdot 10^2$ , якщо три –  $2,00 \cdot 10^2$ .

При проведенні математичних операцій число значущих цифр у результаті обчислення визначається точністю заданих або вихідних чисел.

При додаванні і відніманні точність результатів повинна дорівнювати найменшій точності вихідних чисел. Тобто, кількість значущих цифр суми або різниці визначається кількістю значущих цифр числа з найменшою кількістю десяткових знаків. Приклад:  $0,537 + 0,018 + 0,25 = 0,81$ .

Числа з показниками ступеня трансформують до чисел з найбільшим значенням показника. Приклад:  $4 \cdot 10^{-5} + 3,0 \cdot 10^{-2} = 0,004 \cdot 10^{-2} + 3,0 \cdot 10^{-2} = 3,0 \cdot 10^{-2}$ .

При множенні та діленні результат обчислення повинен мати стільки значущих цифр, скільки їх має число з тих, що ввійшли до розрахунку, в якому значущих цифр найменше. Приклад:  $0,12 \cdot 9,6784 = 1,2$ .

При піднесенні числа до степеня одержане число має стільки ж цифр, скільки їх має число в основі. Приклад:  $1,25^2 = 1,56$ .

Відносна недостовірність результату збільшується в число разів, що дорівнює показнику степеня. Наприклад, при піднесенні до квадрата вона подвоюється.

При логарифмуванні кількість значущих цифр у мантисі дорівнює кількості цифр, яку має нестепеневий член числа. Характеристика логарифма не входить до числа значущих цифр, вона визначає порядок числа під знаком логарифма. Приклад:  $\lg 0,10 \cdot 10^{-2} = -3,00$ .

При обчисленні антилогарифма числа, кількість значущих цифр зменшується. Приклад:  $\text{anlg } 10,23 = 1,7 \cdot 10^{10}$ .

У проміжних результатах достатньо зберігати на одну недостовірну цифру більше, ніж того вимагають правила округлення, а в кінцевому результаті недостовірні цифри округлюються.

Виконуючи розрахунки, слід пам'ятати про те, що точність результатів обчислень обмежується точністю вимірювань. Математичні дії можуть давати більшу кількість значущих цифр, ніж результат вимірювання, але це не підвищує точність аналітичного визначення.

## СТАТИСТИЧНА ОБРОБКА РЕЗУЛЬТАТІВ АНАЛІТИЧНИХ ВИМІРЮВАНЬ

Під час проведення хімічного аналізу не обмежуються одиничним визначенням, а виконують, як правило, декілька паралельних визначень для одного й того ж зразка за однакових умов. Середній результат паралельних визначень називається результатом аналізу і позначається  $x$  або  $c$ . Відхилення результату аналітичного визначення від істинного значення ( $\mu$ ) вимірюваної величини називається похибкою визначення.

За характером та походженням похибки поділяють на три групи:

1) *промахи* – це грубі похибки, які значно змінюють результат аналізу. Причиною промахів є порушення методики аналізу, некомпетентність аналітика та недбалість у роботі. Промахи практично не можливо виправити;

2) *випадкові похибки* – невизначені за знаком і величиною і практично не передбачені. Ці похибки можуть бути компенсовані додатковим числом паралельних визначень. Випадкові похибки впливають на *відтворюваність* аналітичного визначення. Відтворюваність характеризує ступінь наближення результатів одиничних визначень або ж відхилення окремих результатів відносно середнього арифметичного. Відтворюваність встановлюють за допомогою статистичної обробки результатів визначень;

3) *систематичні похибки* – постійні за знаком і приблизно однакові за величиною. Ці похибки можуть бути передбачені і попереджені за допомогою порівняння результатів аналізу кількома різними методами, використання стандартних зразків (еталонів).

Для встановлення похибки визначення (вимірювання) розраховують *абсолютну і відносну похибку визначення (вимірювання)*.

**Абсолютною похибкою визначення** називають відхилення результату аналітичного визначення від істинного значення вимірюваної величини:

$$\Delta x_i = x_i - \mu, \text{ або } \Delta x = x - \mu.$$

Абсолютна похибка має знак і одиниці вимірювання величини  $x$ .

**Відносною похибкою визначення** називають відношення абсолютної похибки до істинного значення вимірюваної величини:

$$\frac{\Delta x_i}{\mu} \cdot 100\%.$$

Відносна похибка не має знака.

Виходячи з основної мети хімічного аналізу – одержання результату максимально наближеного до істинного значення, для оцінки точності аналізу та відтворюваності результатів визначення виконують статистичну обробку результатів. Для цього розраховують такі показники:

1. **Середнє арифметичне** ( $\bar{x}$ ) – середнє арифметичне значень вибірки ( $n$ ).

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i,$$

де  $x_i$  – результат одиничного вимірювання (визначення);  
 $n$  – вибірка (число паралельних вимірювань, визначень).

Якщо число  $n$  приймає великі значення, тоді  $x > \mu$ , тобто середнє арифметичне є деяке наближення до істинного значення.

2. **Стандартне відхилення окремого визначення** ( $S$ ), яке характеризує розсіювання (дисперсію) результатів у вибірці. Стандартне відхилення має ту ж розмірність, що й  $x$ :

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

3. *Стандартне відхилення середнього арифметичного* ( $S_x$ ), яке оцінює відтворюваність результатів аналізу:

$$S_x = \frac{S}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}}.$$

4. *Інтервал довірчих значень* дає оцінку точності методу і правильності результатів аналізу за умови відсутності систематичної похибки. Він вказує, в яких межах найбільш імовірна відповідність середнього значення  $x$  істинному  $\mu$ . Інтервал довірчих значень визначається кривою  $t$  – розподілу Стьюдента і обчислюється за формулою:

$$\delta = \pm t_{p,n} S_{\bar{x}}$$

де  $S_{\bar{x}}$  – стандартне відхилення середнього,

$t_{p,n}$  – коефіцієнт Стьюдента при довірчій імовірності  $P$  у залежності від кількості визначень  $n$ . Значення коефіцієнтів Стьюдента при різних  $P$  і  $n$  містять довідники (див. додатки, табл. 1);

$\delta$  – найбільш імовірна похибка аналізу при обраній довірчій імовірності. Чим більше число паралельних визначень  $n$ , тим менший довірчий інтервал і вища точність аналізу.

Довірча ймовірність  $P$  показує ймовірність попадання результатів у заданий інтервал. Інтервал довірчих значень, як правило, розраховують при  $P = 0,95$ .

Таким чином, істинне значення (найбільш імовірне значення) вимірюваної величини знаходиться в довірчому інтервалі:

$$\mu = \bar{x} \pm \delta.$$

Доцільно розрахувати відносну похибку визначення:

$$\pm \frac{\delta}{x} \cdot 100\%,$$

яка відображає відтворюваність результатів вимірювання.

Для одержання правильних (надійних) результатів аналізу встановлюють статистичну достовірність середнього значення

$\bar{x}$ , для чого необхідно визначити сумнівні результати, отримані внаслідок грубої помилки. Для виявлення сумнівного результату, якщо  $3 < n < 10$ , використовують Q-критерій:

$$Q = \frac{x_1 - x_2}{R},$$

де  $x_1$  – значення, яке викликає сумнів;

$x_2$  – сусіднє з ним значення;

$R$  – розмах варіювання, дорівнює  $x_{\max} - x_{\min}$ .

Розраховану величину Q порівнюють із табличним значенням  $Q(P, n)$  (див. додатки, табл. 2). Якщо  $Q > Q(P, n)$ , то це вказує на наявність грубої помилки, і сумнівний результат не беруть до уваги у статистичних розрахунках.

Для зменшення похибок аналітичних вимірювань доцільно застосовувати статистичну обробку, обчислювати середнє арифметичне й оцінювати відтворюваність результатів аналізу.



# ГРАВІМЕТРИЧНИЙ АНАЛІЗ

---

Гравіметричний аналіз (гравіметрія) – хімічний метод кількісного аналізу, який полягає у вимірюванні маси речовини, яку визначають, або її складових частин, що можуть бути виділені в хімічно чистому стані.

Теоретичну основу гравіметрії складають закон еквівалентів та закон сталості складу.

Гравіметричний аналіз належить до класичних методів кількісного визначення речовини. Класичні методи ґрунтуються на реакціях хімічної взаємодії трьох основних типів: кислотно-основні реакції, окисно-відновні реакції та реакції комплексоутворення.

У процесі гравіметричного аналізу компонент, що визначається, може відганятися у формі леткої сполуки (метод відгонки), або осаджуватися у формі малорозчинної сполуки (метод осадження). За методом осадження складову частину проби речовини осаджують у формі малорозчинної сполуки, яка має бути якомога менш розчинною, мати сталий хімічний склад, а також добре відокремлюватись від маточного розчину.

Гравіметрія є досить простим і точним, хоча тривалим у часі методом кількісного аналізу. Гравіметрія – це абсолютний метод хімічного аналізу. У гравіметрії відсутня стандартизація чи градування за еталоном, що є достоїнством методу.

Гравіметричне визначення здійснюється у такій послідовності операцій:

- 1) відбір середньої проби речовини, яка є об'єктом аналізу;
- 2) взяття точної наважки досліджуваного зразка речовини;
- 3) переведення наважки речовини у розчин;
- 4) осадження речовини (одержання осаджуваної форми речовини);

- 5) фільтрування та промивання осаду;
- 6) висушування та прожарювання осаду (одержання гравіметричної форми);
- 7) визначення маси речовини у гравіметричній формі;
- 8) обчислення за результатами аналізу.

Кожна операція аналізу повинна бути виконана відповідно до методики роботи та з вимогами до умов її проведення, що є передумовою одержання достовірних результатів. Виконання кожної операції аналізу вимагає повного розуміння її сутності та деталей техніки експерименту. Слід пам'ятати: хімічний аналіз не сумісний з поспіхом у виконанні роботи!

Результати гравіметричного визначення найчастіше подають в абсолютних одиницях маси або через масову частку досліджуваного компонента. У розрахунках за результатами вимірювань використовують гравіметричний фактор перерахунку (аналітичний множник):

$$F = n \cdot \frac{M_1}{M_2},$$

де  $M_1$  – відносна молекулярна маса речовини, яка визначається;

$M_2$  – відносна молекулярна маса речовини у гравіметричній формі;

$n$  – стехіометричний індекс еквівалентності  $M_1$  і  $M_2$ .

Значення гравіметричного фактора для значної кількості сполук табульовані і наведені в довідниках (див. додатки, табл. 3).

Обчислення за результатами гравіметричного аналізу є досить простими і вимагають знання лише молярних мас сполук і стехіометричних співвідношень хімічної взаємодії.

Гравіметричний метод аналізу й сьогодні залишається одним із кращих методів хімічного аналізу з високою точністю визначення і має широке застосування. Похибка гравіметричного визначення зазвичай не перевищує 0,1–0,2%, а при застосуванні особливих заходів застереження, можна досягти точності визначення до 0,01%. Тому гравіметрію і надалі використовують як особливо точний метод кількісного аналізу для стандартизації та оцінки правильності аналітичних визна-

чень. Найбільш поширеними причинами систематичних похибок у гравіметричному визначенні є використання реактивів недостатньої чистоти, втрата речовини в результаті відокремлення від маточного розчину, застосування невідповідного фільтрувального матеріалу, порушення умов реакції осадження, недосконале виконання операції переведення осаджуваної форми речовини в гравіметричну форму.

В цілому гравіметричний метод кількісного аналізу є ефективним для визначення речовин, що є основними компонентами об'єкта аналізу, містяться у великих кількостях. При цьому виявляються такі переваги методу, як відсутність операції градування (калібровки), достатньо висока точність визначення, а також відносно незначні матеріальні витрати та просте обладнання. Проте такий недолік методу, як значна тривалість аналізу, робить його неефективним у виконанні серійних аналітичних визначень.

## Аналітичні терези, вправи зі зважування

Аналітичним сигналом у гравіметрії є маса. Масу речовини визначають, зважуючи її. Вага речовини ( $P$ ) є пропорційною її масі ( $m$ ):

$P = mg$ , де  $g$  – прискорення сили тяжіння, величина стала.

Зважуючи речовину, порівнюють її масу з іншою, відомою масою, за допомогою терезів. Відомі маси, які визначені з високою точністю, як правило, у формі металевих гирь, називаються різноважками.

Класичні терези (механічні, електромеханічні) діють за принципом важіля першого роду. Основою терезів є коромисло, яке спирається на ребро призми, рис. 1.

В умовах рівноваги моменти сил однакові:

$$M_1 = M_2, P_1 l_1 = P_2 l_2, m_1 g l_1 = m_2 g l_2, \text{ де } l_1 = l_2, \text{ тоді } m_1 = m_2.$$

$m_1, m_2$  – маси речовини і гирі.

В електронних аналітичних терезах умонтовані інтерфейси, які з'єднують вузлові пристрої. Електронні терези мають

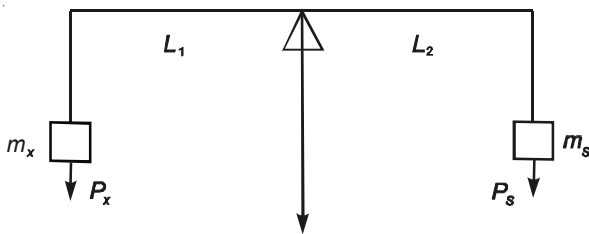


Рис. 1. Схема принципу рівноваження, покладеного в основу роботи важільних терезів

засоби автоматизації для градуювання у діапазоні зважування з урахуванням температури.

Аналітичні терези – високоточний і дуже чутливий прилад. Точність зважування на аналітичних терезах до 0,0001 г. Робота з аналітичними терезами дозволяється тільки після ретельного знайомства з їх будовою, правилами і технікою зважування.

### ***Правила та порядок зважування на аналітичних терезах***

Аналітичні терези, як правило, встановлюють у спеціальних кімнатах (вагових), де створюють умови захисту від механічних коливань різного походження. Терези розташовують на капітально встановлених столах чи інших горизонтальних поверхнях.

Кожні аналітичні терези мають набір гирь, які зберігаються у футлярі і розташовані у порядку зменшення маси. Кожен такий набір має пінцет для користування гирями.

Пристаюючи до зважування, необхідно мати при собі лабораторний журнал і ручку для запису результатів зважування.

Маса речовини, яка зважується, попередньо, як правило, визначається на технохімічних терезах.

Сипучі речовини зважують у спеціальному посуді (бюксі, на годинниковому склі, у хімічному стакані), рідини – у щільно закритому посуді. Предмети, які зважуються, повинні бути чистими і сухими, мати температуру вагової кімнати.

Зважують на терезах, зручно сидячи, не торкаючись стола з терезами. Перш ніж приступити до зважування, слід уважно оглянути терези і набір гирь. Зважування завжди слід розпочинати з перевірки зрівноваження терезів. Якщо терези не зрівноважені, необхідно звернутися до викладача або лаборанта. Самостійне настроювання аналітичних терезів **забороняється!**

Вмикати терези слід при закритих бокових шторках. Вмикати чи вимикати терези (відкривати або закривати аретир) завжди треба плавним і повільним поворотом ручки, спостерігаючи за рухом коромисла. Предмет для зважування і різноважки встановлюють на шальки тільки при вимкнених терезах (при закритому аретирі). Предмет для зважування треба ставити на ліву шальку, а гирі – на праву, починаючи з найбільшої за масою з наступним зменшенням їх маси. Гирі більшої маси розташовують у центрі шальок. Гирі слід брати тільки пінцетом. На

аналітичних терезах рівноваги досягають, використовуючи міліграмові різноважки, якими управляють ручками – лімбами гирьового механізму.

Масу зваженого предмета визначають як суму мас різноважок від більшої до меншої, а також значень шкали лімбів і оптичної шкали. Тільки після запису маси зваженого предмета шальки терезів розвантажують.

Зважування слід виконувати у такій послідовності:

1. Терези вмикають і через 10–20 с за положенням нульової позначки шкали перевіряють стан зрівноваження. Якщо нульова позначка шкали не співпадає з відліковою рисою, то її положення корегують ручкою встановлення нуля. Терези вмикають.
2. Предмет, який зважують, встановлюють на ліву шальку терезів. На праву шальку встановлюють різноважки, сумарна маса яких орієнтовно близька до маси предмета.
3. Терези вмикають для з'ясування, яка шалька переважає. Підбір гирь на шальці повинен бути таким, щоб їх сумарна маса не перевищувала масу предмета на 1 г. Для більш швидкого виконання цієї операції предмет зважують на техніко-хімічних терезах.
4. Коли досягають правильного набору гирь на шальці, зрівноваження терезів продовжують здійснювати за допомогою механізму підбору міліграмових різноважок. Під час роботи з різноважками не забувають вимикати терези.
5. Зважування буде виконаним, якщо терези зрівноважені в межах шкали відліку міліграмів.
6. Результат зважування реєструють у лабораторному журналі і вмикають терези.

Аналітичні терези різних моделей мають особливості в конструкції й системі управління, тому слід знайомитися з порядком роботи на терезах за інструкцією з експлуатації.

Електронні терези позбавлені такого практичного недоліку, як вправи з гирями, проте їх вартість, яка прямо залежить від точності, ще надовго затримає їх доступність для використання у навчальних лабораторіях.

## Мета і завдання

1. Практично ознайомитись з роботою аналітичних терезів.
2. Відпрацювати техніку зважування.
3. Визначити масу гравіметричного посуду.

## Обладнання і реактиви

Технохімічні терези ТХ-200.

Аналітичні терези ВЛА-200М або ВЛР-200

Гравіметричний посуд (бюкс, тигель)

## Виконання роботи

Перш ніж приступити до виконання роботи, необхідно уважно ознайомитись з правилами роботи та порядком зважування на аналітичних терезах.

Відпрацювання техніки зважування на аналітичних терезах здійснюється під час зважування предметів або посуду, які використовуються у гравіметрії. Для зважування використовують чистий і сухий посуд, який зберігають в екзикаторі.

Для встановлення орієнтовної ваги посуду (грубе визначення) його спочатку зважують на технохімічних терезах з точністю до 0,02 г. Потім виконують зважування предметів на аналітичних терезах.

Результати зважувань записують у лабораторний журнал, визначають абсолютну і відносну похибку зважування. Результати визначень заносять у таблицю за такою формою:

№	Посуд	Технохімічні терези $m$ (г)	Аналітичні терези $m$ (г)	Похибка зважування

## Контрольні запитання

1. Які основні завдання кількісного аналізу?
2. Сформулюйте закони, що складають теоретичні основи гравіметрії.
3. За якими критеріями класифікують методи кількісного аналізу?
4. Дайте визначення поняттям «точність зважування», «абсолютна і відносна похибка визначення».

Навчальне видання

Михайло Миколайович Більченко

**Лабораторний практикум  
з аналітичної хімії**

Навчальний посібник

Директор видавництва Р.В. Кочубей  
Головний редактор В.І. Кочубей  
Технічний редактор А.О. Литвиненко  
Дизайн обкладинки і макет В.Б. Гайдабрус  
Комп'ютерна верстка О.І. Молодецька

ТОВ «ВТД «Університетська книга».  
40030, м. Суми, вул. Кірова, 27.  
E-mail: [publish@book.sumy.ua](mailto:publish@book.sumy.ua)

Відділ реалізації:  
тел./факс: (0542) 21-26-12, 21-11-25;  
e-mail: [info@book.sumy.ua](mailto:info@book.sumy.ua)

Підписано до друку 23.02.07.  
Формат 60x90 <sup>1</sup>/<sub>16</sub>. Папір офсетний.  
Гарнітура Скулбук. Друк офсетний.  
Ум. друк. арк. 8,9. Обл.-вид. арк. 7,8.  
Тираж 1000 прим. Замовлення № 251

Свідоцтво про внесення суб'єкта видавничої справи до Державного  
реєстру видавців, виготівників і розповсюджувачів видавничої  
продукції ДК № 489 від 16.06.2001

Надруковано відповідно до якості наданих діапозитивів  
у ПП «Принт-Лідер»  
Україна, 61070, м. Харків, вул. Рудика, 8