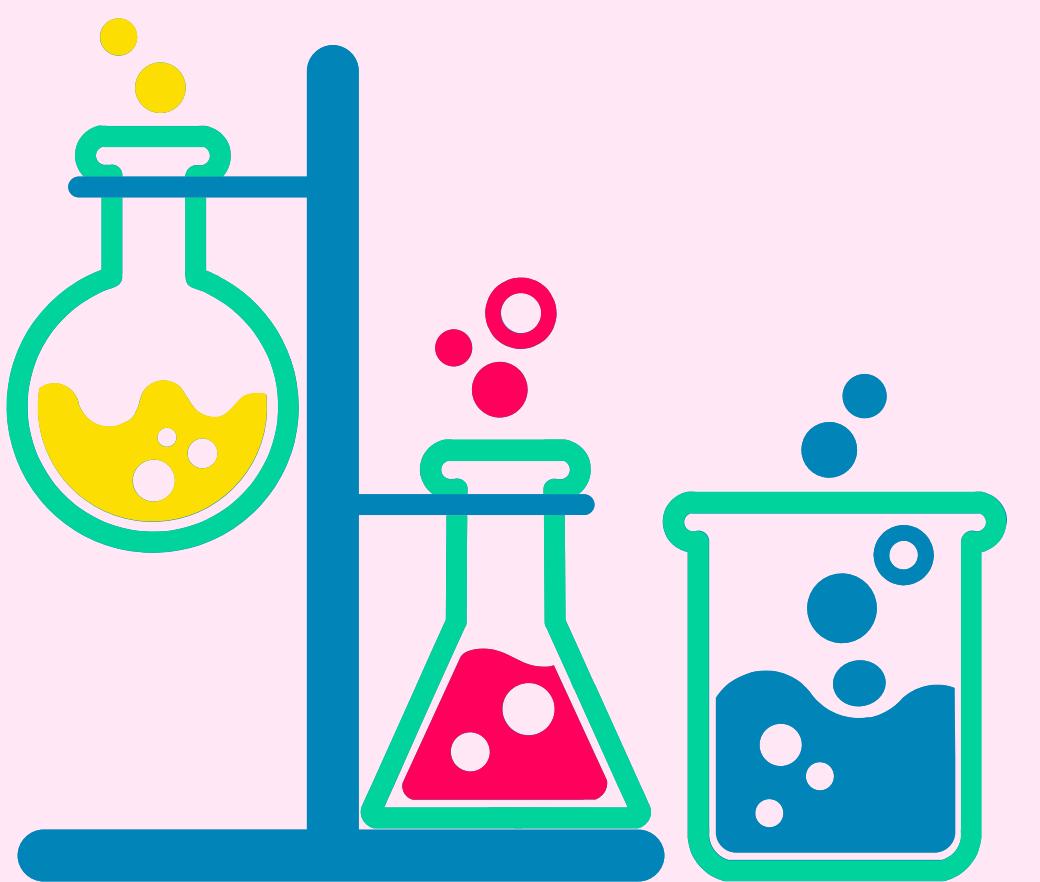




**РОЗДІЛ: ТЕОРЕТИЧНІ ОСНОВИ
ФАРМАЦЕВТИЧНОГО АНАЛІЗУ**

Підрозділ:

Методи кількісного хімічного аналізу



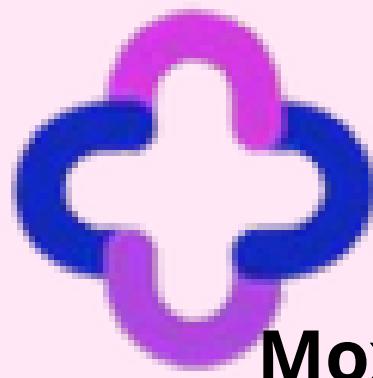
ТЕМА:
**Основні поняття та
принципи**
**Гравіметричний
аналіз**





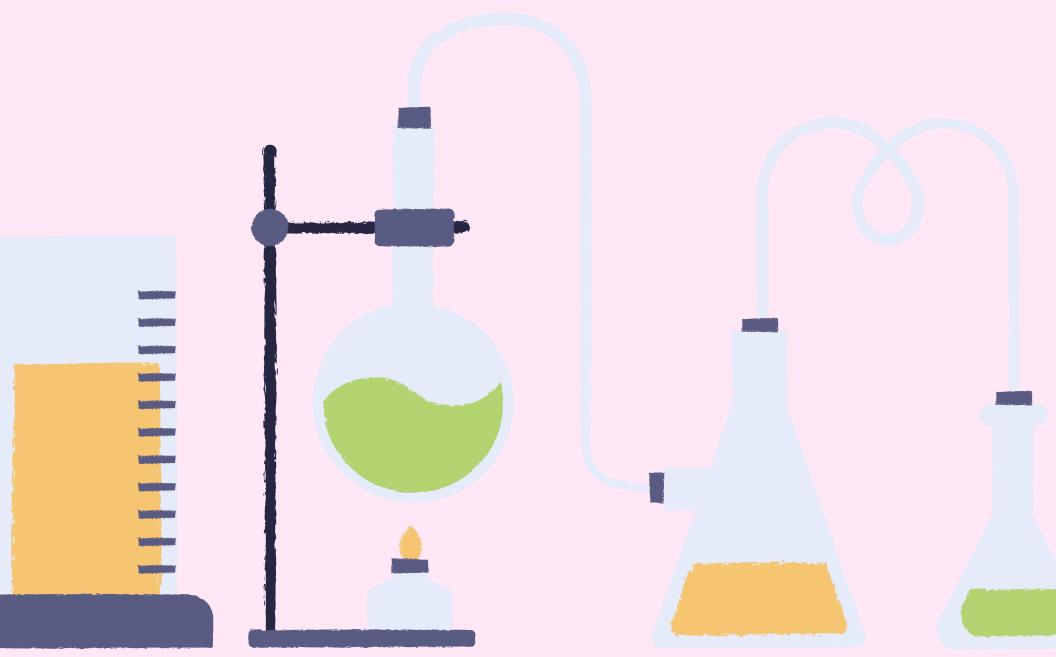
ПРИНЦИПИ КІЛЬКІСНОГО АНАЛІЗУ

Кількісний аналіз використовує певні **кількісні залежності** певних аналітичних властивостей визначуваної речовини **від кількості** або **концентрації** цієї речовини, наприклад, інтенсивність забарвлення розчину перманганату калю залежить від концентрації цієї речовини (закон Бугера – Ламберта – Бера). Також використовують закон еквівалентів, згідно з яким визначувана речовина реагує з відповідним реагентом в еквівалентних кількостях. Наприклад, знаючи масу чи кількість реагенту, що прореагував з визначуваною речовиною, розраховують масу визначуваної речовини.



Можна виділити **ТРИ** основних принципи кількісного визначення в аналізованій пробі визначуваної речовини:

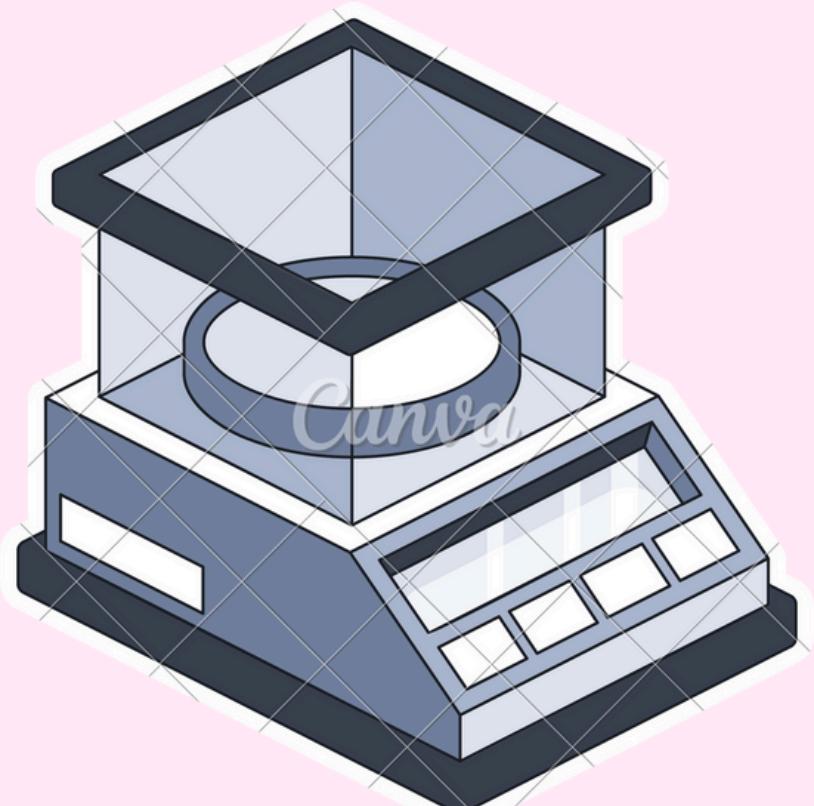
- Вимірювання кількості продукту реакції визначуваної речовини з відповідним реагентом. Використовуючи закон еквівалентів, за масою продукту реакції (у деяких випадках за об'ємом газоподібного продукту реакції) розраховують кількість (концентрацію або масу) визначуваної речовини.
- Вимірювання об'єму розчину реагенту, витраченого на хімічну взаємодію з визначуваною речовиною. Знаючи концентрацію й об'єм реагенту, за законом еквівалентів розраховують кількість (концентрацію або масу) визначуваної речовини
- Вимірювання фізичних властивостей визначуваної речовини або фізичні властивості продуктів хімічної реакції з відповідним реагентом.





ТРИ основних принципи кількісного визначення речовини

- 1.Закон еквівалентів: за масою - к-сть
- 2.Закон еквівалентів: за об'ємом та конц. реагенту - к-сть
- 3.Вимірювання фіз. власт. речовини або продуктів з відповідним реагентом



З фізичних властивостей використовують поглинання світла, кут заломлення, кут повороту поляризованого світла, електричну провідність, величину електродного потенціалу тощо.

Числова величина вибраної для аналізу фізичної властивості повинна за певною закономірністю залежати від кількості (концентрації) визначуваної речовини. Тому за величиною вимірюної фізичної властивості досліджуваного розчину можна розрахувати кількість або концентрацію визначуваної речовини.



Хімічні методи аналізу

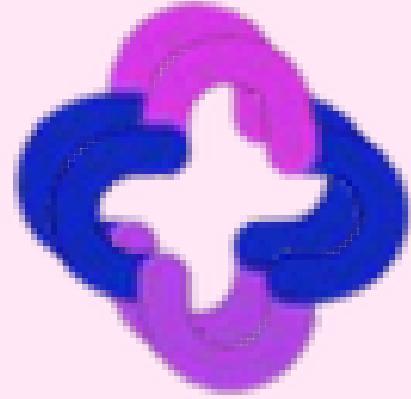
Усі хімічні методи аналізу засновані на взаємодії визначуваної речовини з відповідним реагентом.

Підбирають реагент, який здатний реагувати з визначуваною речовиною і не може реагувати з іншими компонентами аналізованої суміші.

Для проведення кількісного аналізу придатні лише ті хімічні реакції, котрі відповідають таким вимогам:

- а) протікають, як правило, при кімнатній температурі й атмосферному тиску;
- б) специфічні, особливо при аналізі складних сумішей;
- в) швидко доходять до кінця або до встановлення хімічної рівноваги;
- г) протікають кількісно. Останній термін (кількісно) означає, що практично весь визначуваний компонент реагує, якщо додати стехіометричну кількість реагенту.

Ця умова кількісного протікання реакції особливо важлива для кількісного аналізу.



До хімічних методів кількісного аналізу в першу чергу відносять:

- а) гравіметричний аналіз;**
- б) титриметричний аналіз**

Фізичні методи аналізу

У фізичних методах вимірюють певну фізичну властивість досліджуваної системи і розраховують кількість визначуваної речовини, застосовуючи відповідні вимірювальні прилади (**інструменти**).

Фізико-хімічні методи аналізу

У фізико-хімічних методах спочатку проводять певну хімічну реакцію. У ході реакції або після її закінчення вимірюють певну фізичну властивість досліджуваної системи, застосовуючи відповідні вимірювальні прилади (**інструменти**). Це кондуктометричні, електрохімічні, оптичні, термічні й інші методи аналізу, що широко застосовують на практиці.

Ці методи виділяють в окрему групу інструментальних (фізико-хімічних) методів, які розглядаються окремо.



A) ГРАВІМЕТРИЧНИЙ АНАЛІЗ

Сутність та класифікація методів

Гравіметрія – класичний метод кіл-го хім. аналізу, який використовується з давніх часів.

Аналітичним сигналом у цьому методі є маса речовини, як правило – якогось продукту хімічної реакції.

На початковому етапі розвитку хімії гравіметрія була основним способом кількісного аналізу. Тільки гравіметричним методом хіміки одержували експериментальні дані, на основі яких на межі XVIII та XIX століть були відкриті основні закони хімії: закон збереження маси речовини в хімічних реакціях, закон еквівалентів, закон сталості складу. За допомогою гравіметричного аналізу було встановлено хімічний склад багатьох речовин.

За результатами гравіметричного аналізу були визначені атомні маси багатьох елементів.



До середини ХХ століття його називали ваговим, оскільки метод базується на зважуванні. У наш час гравіметрія є однією з найбільш точних (правильних, і відтворюваних) методів кількісного аналізу. Часто відносна похибка результату гравіметричного аналізу не перевищує 0,01%. Проте сучасне практичне застосування гравіметричного аналізу істотно скоротилось по причині його значної складності виконання, трудомісткості та дорожнечі. Тепер методами гравіметрії проводять аналізи, якщо необхідна висока точність результатів, а час і трудомісткість аналізу не мають принципового значення, наприклад, арбітражні аналізи, визначення дорогоцінних металів тощо.



A) Гравіметричний метод

- Заснований на зважуванні речовини, що виділена у вигляді осаду.
- Етапи: осадження → фільтрування → висушування/прожарювання → зважування.
- Приклад: визначення сульфат-іонів у вигляді BaSO_4

Існують **ТРИ** варіанти методів гравіметрії:

- ❖ методи відгонки;
- ❖ методи виділення;
- ❖ методи осадження

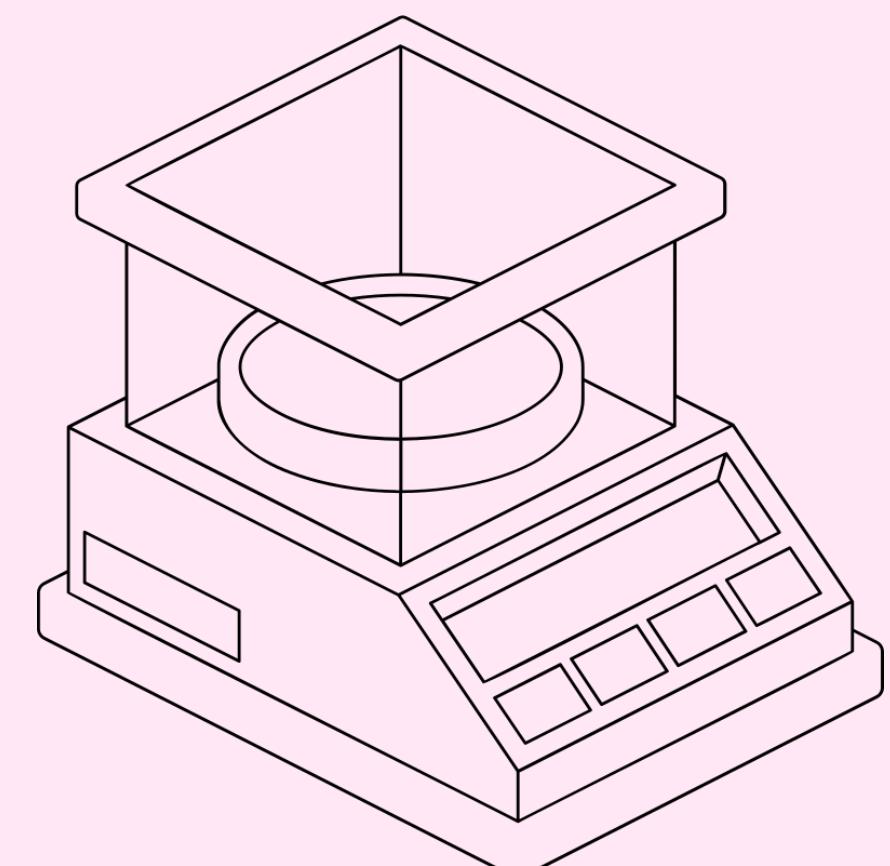
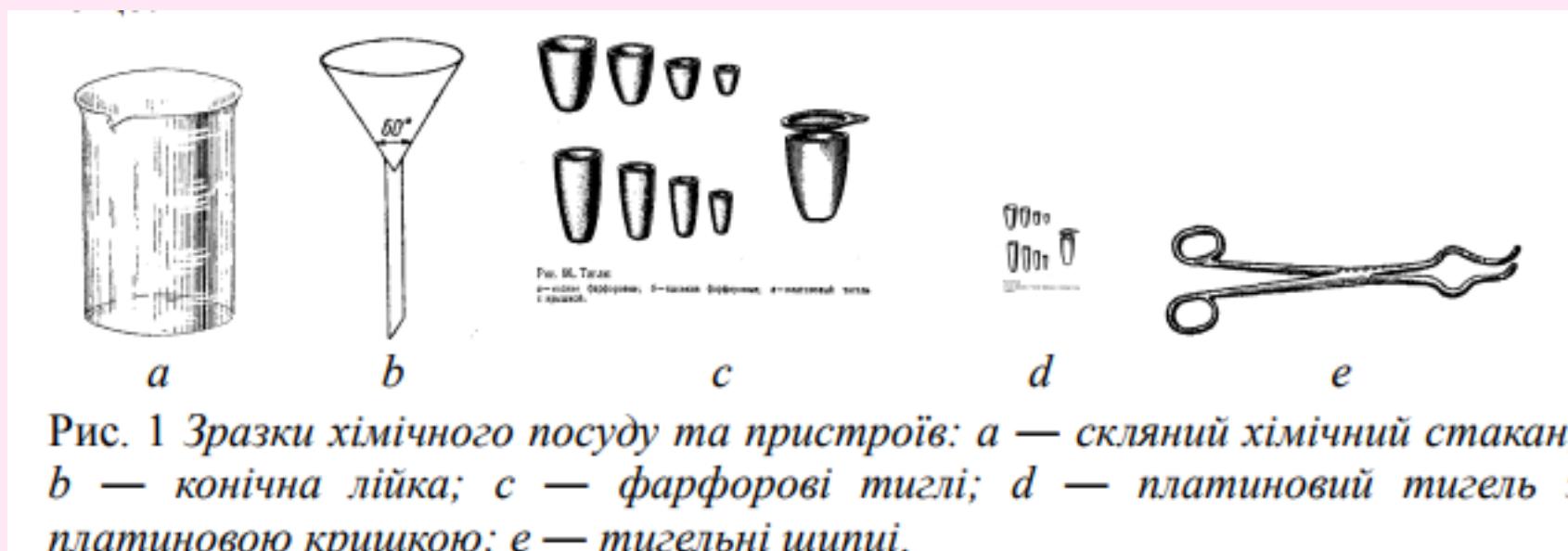


Рис. 1 Зразки хімічного посуду та пристроїв: а — скляний хімічний стакан; б — конічна лійка; с — фарфорові тиглі; д — платиновий тигель з платиновою кришкою; е — тигельні щипці.



Б) Титриметричний аналіз

Титриметричний аналіз є розділом кількісного аналізу, який за суттю і методикою роботи **значно відрізняється** від гравіметричного аналізу.

У гравіметричному аналізі вимірюють (зважують) масу продукту реакції, а концентрація і кількість розчину введеного реагенту-осаджувача має другорядне значення.

У титриметричному аналізі вимірюють об'єм робочого розчину (розчину реагенту відомої концентрації), який витрачено на взаємодію з розчином визначуваної речовини. За об'ємом і точною концентрацією робочого розчину розраховують кількість або масу речовини, яку визначають.

Речовину, яку визначають (**визначувану речовину**), називають "**аналіт**", а **розчин реагенту** відомої концентрації, який використовують для титрування, називається **титрантом** або робочим розчином.

Процес додавання титранта робочого розчину до розчину визначуваної речовини називається **титруванням**.

Титрують до того моменту, поки буде досягнута точка еквівалентності (кінець реакції).

Точку еквівалентності звичайно встановлюють за допомогою індикаторів або за допомогою інструментальних метод





Метод	Переваги	Недоліки
Гравіметричний	Висока точність	Трудомісткий
Титриметричний	Швидкість, простота	Менша точність

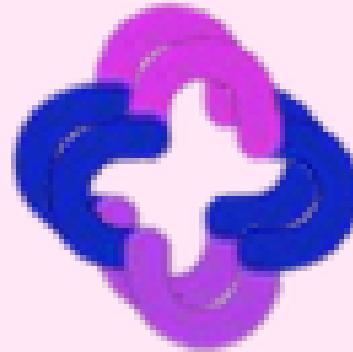
Висновки

Кількісний аналіз – ключ до контролю якості речовин.

Вибір методу залежить від:

- природи речовини,
- необхідної точності,
- наявності обладнання.

Поєднання класичних і сучасних методів забезпечує надійність результатів.



Гравіметричний аналіз.

Основні поняття та принципи

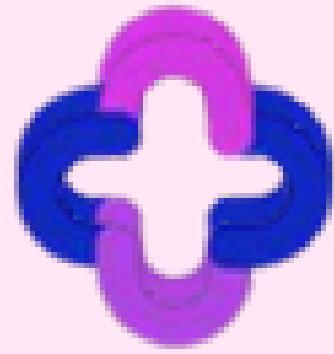


Сутність та класифікація методів гравіметричного аналізу

Гравіметрія – класичний метод кількісного хімічного аналізу, який використовується з давніх часів.

Аналітичним сигналом у цьому методі є **маса** речовини, як правило – якогось продукту хімічної реакції.

У наш час гравіметрія є однією з найбільш точних (правильних, і відтворюваних) методів кількісного аналізу. Часто відносна похибка результату гравіметричного аналізу не перевищує 0,01%. Проте сучасне практичне застосування гравіметричного аналізу істотно скоротилось по причині його значної складності виконання, трудомісткості та дорожнечі. Тепер методами гравіметрії проводять аналізи, якщо необхідна висока точність результатів, а час і трудомісткість аналізу не мають принципового значення, наприклад, арбітражні аналізи, визначення дорогоцінних металів тощо.



Посуд та обладнання для гравіметричного аналізу

У гравіметричному аналізі використовують такий хімічний посуд та пристрой: стакани, колби, годинникові скельця, лійки для фільтрування, тиглі порцелянові та платинові, тигельні щипці ексикатори, аналітичні терези тощо.

Хімічні стакани. У гравіметричному аналізі користуються тонкостінними хімічними скляними стаканами з носиками (рис. 1 а), місткістю 100, 200 і 400 мл. для розчинення взятих для аналізу речовин і для осадження.

Для нагрівання їх ставлять на азbestову сітку або на водяну баню.

Годинникові стекла використовують для зважування сипких речовин/ Великими годинниковими стеклами накривають склянки, колби.

Скляні лійки (рис. 1, б) використовують для фільтрування і промивання осадів. Користуються лійками різного діаметра. Зручнішими є лійки з верхнім діаметром 6 – 7 см і кутом в 60°. Для цих лійок відповідно підходять паперові фільтри діаметром 7 або 9 см.

Промивалки використовують для промивання осадів на фільтрі, змивання осаду зі стінок стакана, годинникового скла, бюкса. Зараз найчастіше використовують промивалки, виготовлені з пластикових флаконів від шампунів чи миючих засобів.





Фарфорові тиглі (рис. 1, с) використовують для прожарювання осадів, одержання гравіметричної (вагової) форми, а також зважування разом з ваговою формою. Платинові тиглі (рис. 1, д) використовують, коли аналізовану пробу потрібно сплавити при високій температурі з лугом, содою чи поташем.

Тигельні щипці (рис. 1, е) використовують для перенесення гарячих тиглів з муфельної печі (рис. 6) до ексикатора. Тигельні щипці мають бути зроблені з чистого нікелю або з нержавіючої сталі. Для робіт з платиновим посудом бажано, щоб на кінцях щипців були платинові наконечники.

Скляні палички застосовуються для перемішування рідини, а також під час переливання розчину з осадом у конічну лійку з фільтром (рис. 2). Палички нарізають завдовжки 5 – 6 см і діаметром 3 – 4 мм. Обидва кінці оплавляють на пальнику, щоб паличка не дряпала посуд і руки працюючого.

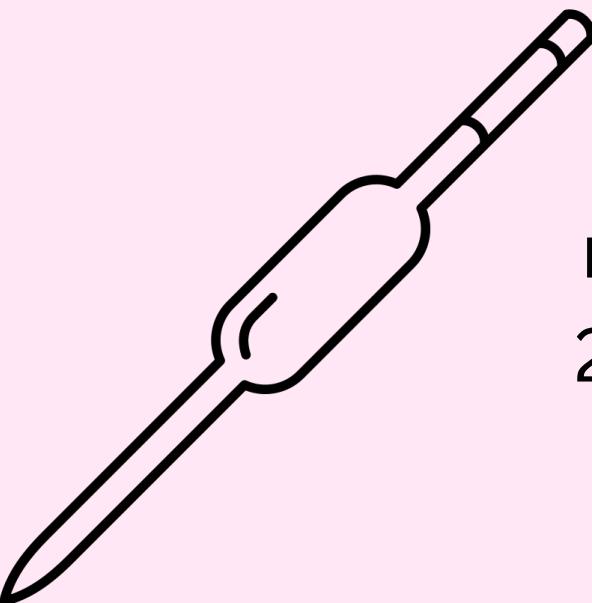


Рис. 1 Зразки хімічного посуду та пристройів: а — скляний хімічний стакан; б — конічна лійка; с — фарфорові тиглі; д — платиновий тигель з платиновою кришкою; е — тигельні щипці



Бюкси (рис. 3) – це маленькі скляночки з пришліфованою скляною кришкою. Вони призначені для зважування твердих і рідких речовин, висушування речовин у сушильній шафі



Рис. 2. Бюкси.

Ексикатор (рис. 4) – товстостінна скляна посудина, яка закривається пришліфованою кришкою. Шліфовані краї ексикатора змащують тонким шаром вазеліну. В нижню частину ексикатора вміщують гігроскопічну (водовбирну) речовину: найчастіше прожарений кальцій хлорид, рідше фосфору(V) оксид чи концентровану сульфатну кислоту. Між верхньою й нижньою частинами ексикатора вміщують фарфорову вкладку з отворами, на яку ставлять тиглі, бюкси тощо. Тиглі й бюкси витримують в ексикаторі після прожарювання або висушування для охолодження до кімнатної температури перед зважуванням на аналітичних терезах. В ексикаторах зберігають осади і речовини, що можуть вбирати вологу з атмосфери.



Рис. 4. Ексикатор і вкладка до нього



Електрична сушильна шафа (рис. 5) призначена для висушування посуду, осадів і зразків досліджуваної речовини. Температура в сушильних шафах може регулюватись в межах від кімнатної до 300°C.

Електрична муфельна піч (рис. 6) призначена для прожарювання осадів у тиглях чи інших термостійких посудинах. Температура може регулюватись в інтервалі від 400 до 800 – 1200°C у залежності від конструкції нагрівального елемента.

Лабораторні аналітичні терези моделі АДВ-200 призначені для точних визначень маси тіл при проведенні аналізів. Для зважування на аналітичних терезах застосовуються точні важки – набір гирьок, розміщений у спеціальному футлярі, де знаходитьться також спеціальний пінцет, за допомогою якого беруть гирьки

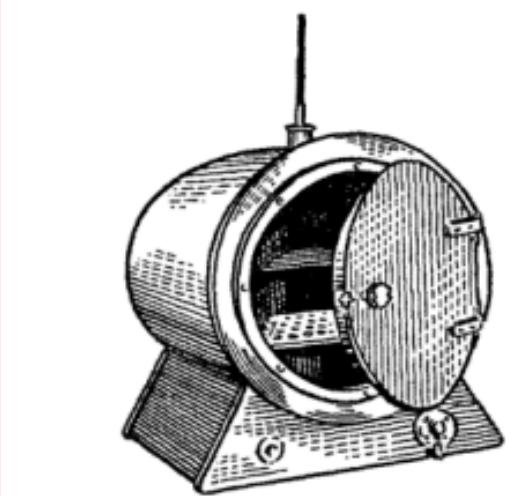


Рис. 5. Сушильна шафа з електричним обігріванням

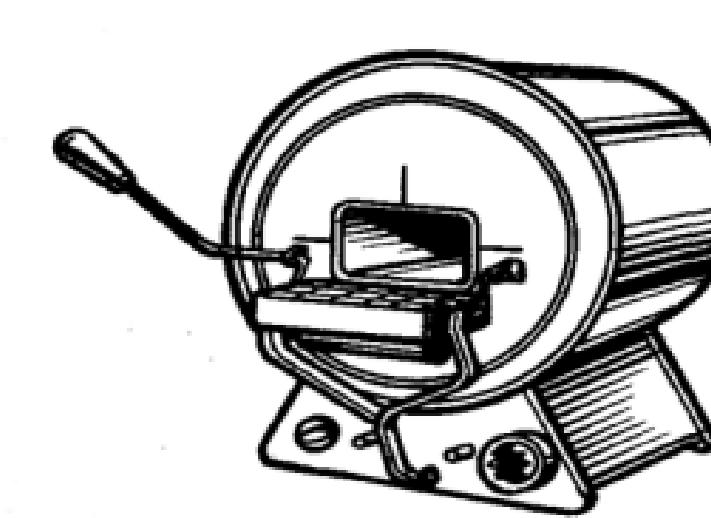
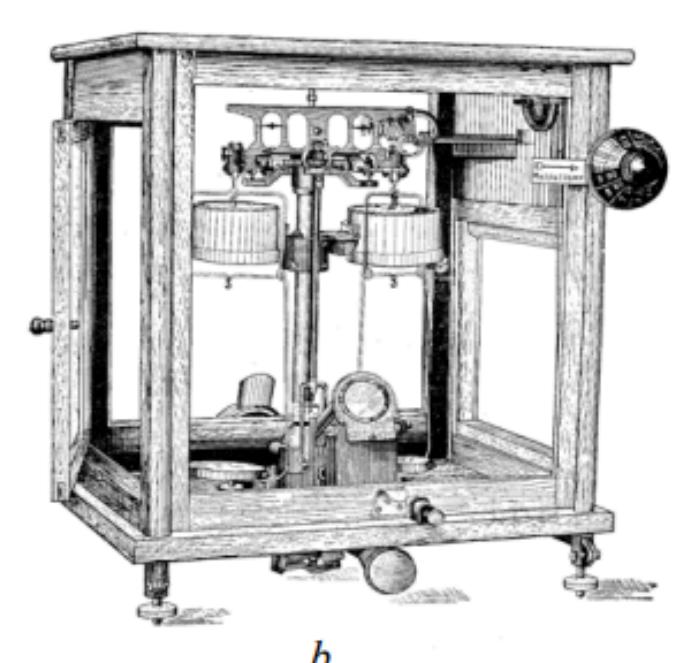


Рис. 30. Муфельная печь
Рис. 6. Електрична муфельна піч



Рис. 7. Аналітичні терези:
а — у металевому корпусі;



б — у дерев'яному корпусі.

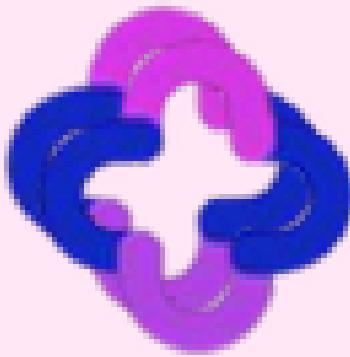


Основна операція гравіметрії – зважування за допомогою найточнішого вимірювального приладу – аналітичних терезів.

Наважка – це невелика, зважена на аналітичних терезах маса речовини, що аналізують, яку під час аналізу кількісно піддають усім необхідним операціям. Зазвичай розміри наважок від декількох десятих часток граму до декількох грамів.

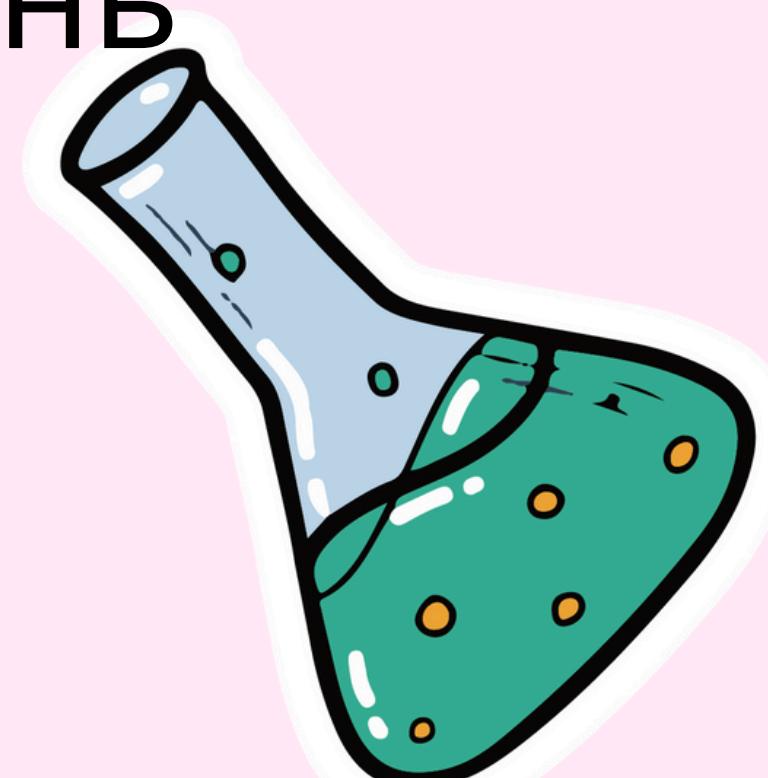
Гравіметричний аналіз ґрунтуюється на законі збереження маси речовини при хімічних перетвореннях і є найбільш точним з хімічних методів аналізу.

Відносна похибка методу складає $\pm 0,2\%$.



Основна операція гравіметричного аналізу – зважування на аналітичних терезах:

- а) зважування певної порції**
аналізованої речовини (**наважки**);
- б) зважування продукту, що утворився**
в результаті відповідних перетворень
зразка аналізованої речовини.





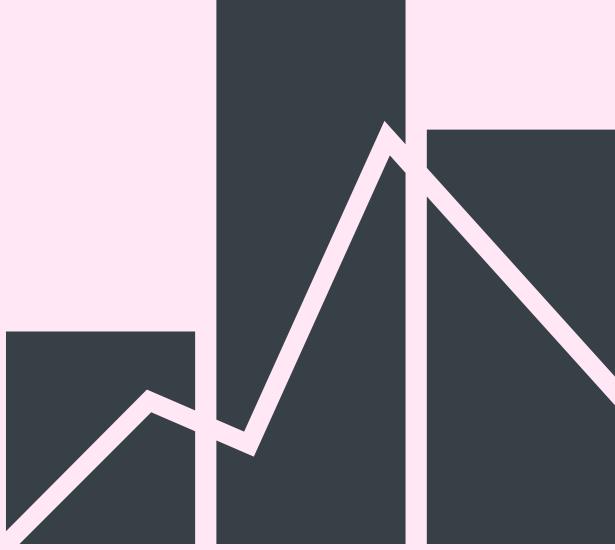
КЛАСИФІКАЦІЯ

Існують **ТРИ** варіанти методів гравіметрії:

- ❖ методи відгонки (пряма і непряма);
- ❖ методи видлення;
- ❖ методи осадження.



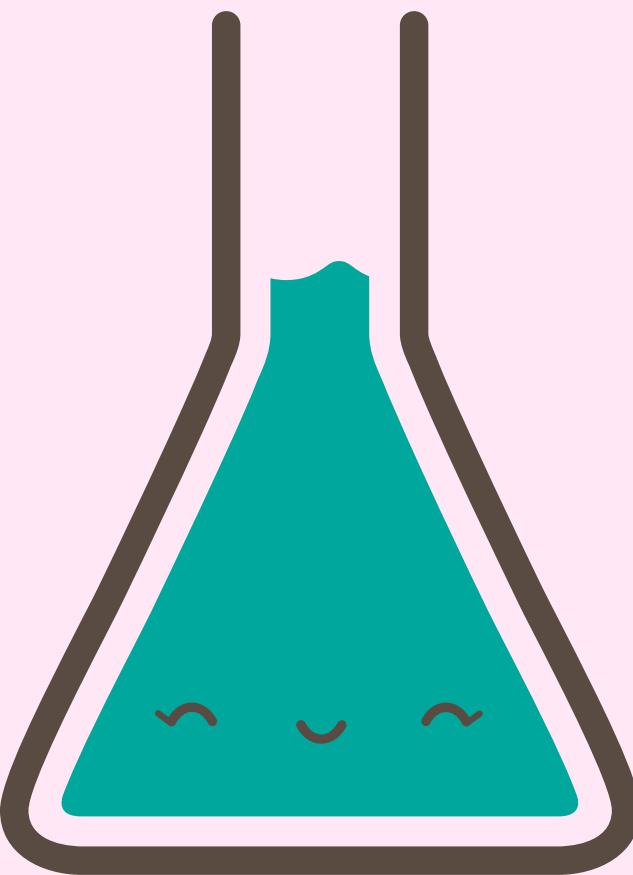
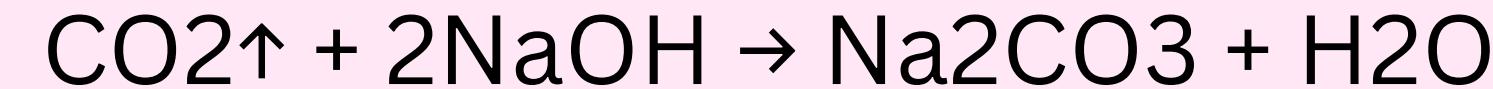
❖ Методи відгонки (ЛЕТКІ)



Методи відгонки поділяють на **ПРЯМІ** та **НЕПРЯМІ** методи.

В методі **прямої відгонки** досліджуваний компонент виділяють з проби у вигляді **леткої сполуки**, яку кількісно збирають, потім визначають його масу.

Прикладом методу прямої відгонки може служити визначення CO₂ після розкладу наважки кальцій карбонату і поглинання CO₂ натрій гідроксидом в поглинальний трубці:





У методах прямої відгонки **визначувану летку речовину** (етиловий спирт, діетиловий ефір, воду тощо) відганяють при нагріванні зразка аналізованої речовини.

Відгін збирають і визначають масу чи об'єм відігнаної речовини (пряма відгонка)

У методах відгонки не завжди проводять нагрівання проби.

У деяких випадках зразок аналізованої речовини обробляють кислотами, утворюється яксь летка сполука, наприклад CO_2 .

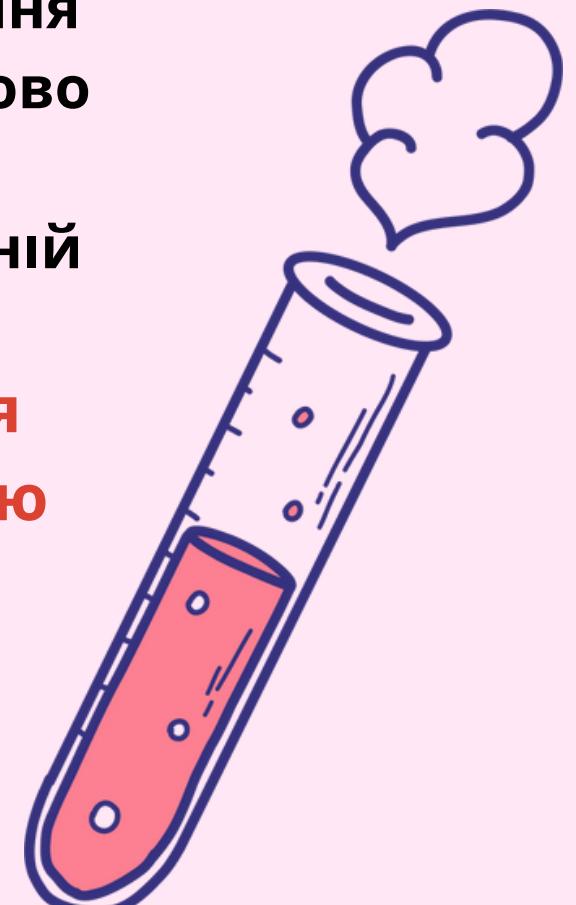
Масу цієї сполуки визначають за збільшенням ваги посудини, яка містить поглинач, тобто реагент, який взаємодіє з визначуваною леткою речовиною.

Так, для визначення карбонатів, їх переводять у **углекислий газ**, який відганяють, а потім поглинають натронним вапном (суміш NaOH з CaO).

Прямі методи також використовують при визначенні фтору, миш'яку та деяких інших елементів.

Метод прямої відгонки використовують у дуже важливому методі елементного аналізу органічних сполук, так званому **СН-аналізі**. Наважку речовини спалюють в атмосфері кисню (іноді з домішками інших окислювачів та спеціальних каталізаторів). Продукти спалювання надходять в послідовно розташовані поглинальні трубки. В одній з них кількісно і вибірково (селективно) поглинається утворюваний углекислий газ. В другій, яка містить дуже гігроскопічну речовину — $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$, поглинається вода. Масу вуглецю та водню у вихідній наважці розраховують за збільшенням ваги відповідних поглиначів.

!!! Конкретним прикладом використання методу прямої відгонки є визначення кількісного вмісту води у лікарських засобах за ДФУ(за Державною Фармакопеєю України) !!!





Суть методу прямої відгонки

1. Визначувану летку речовину відганяють і вимірюють її масу чи об'єм.

2. Пряма відгонка

Застосовується для летких речовин (етанол, діетиловий ефір, вода).

Прямо вимірюють кількість відігнаної речовини.

3. Відгонка з утворенням летких сполук

Зразок обробляють реагентом → утворюється летка сполука (наприклад, CO_2).

CO_2 поглинається натронним вапном ($\text{NaOH} + \text{CaO}$).

4. Кількість визначають за приростом маси поглинача.

СН-аналіз (елементний аналіз органічних сполук)

5. Речовину спалюють в O_2 .

CO_2 і H_2O вибірково поглинаються у різних трубках.

Масу С і Н визначають за збільшенням ваги поглиначів.

6. Практичне значення

Метод прямої відгонки застосовується у фармації.

Приклад: визначення кількості води у лікарських засобах за ДФУ.

Проведення такого аналізу базується на здатності органічного розчинника толуолу ($\text{C}_6\text{H}_5-\text{CH}_3$), який за звичайної температури практично не змішується з водою, утворювати з водою при кипінні так звану азеотропну суміш, яка кипить при нижчій температурі, ніж чистий толуол



Непрямі методи відгонки (непряма відгонка)

Непрямі методи відгонки (непряма відгонка) засновані на вимірюванні зміни маси проби після відгонки леткого компонента.

Наприклад, зважуючи пробу **до** і **після** нагрівання при певній температурі. Методом **непрямої відгонки** визначають **вологість** ґрунту, кристалізаційну воду в кристалогідратах, вміст вологи в лікарських засобах.

За ДФУ певну кількість випробовуваної речовини поміщають у попередньо висушений і зважений бюкс .

Речовину сушать одним з таких способів:

- a) «в ексикаторі**: висушування проводять над фосфору(V) оксидом (оксид фосфору(V) — найкращий поглинач водяної пари) за атмосферного тиску і кімнатної температури
- b) «у вакуумі»**: висушування проводять над фосфору(V) оксидом за тиску від 1.5 кПа до 2.5 кПа і кімнатної температури;
- c) «у вакуумі в межах зазначеного температурного інтервалу»**: висушування над фосфору(V) оксидом за тиску від 1.5 кПа до 2.5 кПа і певної зазначеної температури;
- d) «у межах зазначеного температурного інтервалу»**: висушування у сушильній шафі за зазначеного температурного інтервалу;
- e) «під високим вакуумом»**: висушування над фосфору(V) оксидом за тиску не більше 0,1 кПа і температури, зазначеної в окремій фармакопейній статті. Потім зважують бюкс з речовою після висушування. Розраховують різницю маси до і після висушування. Ця різниця дорівнює масі вологи у зразку, взятому для аналізу

Суть методу



1. **Непряма відгонка** – це різновид гравіметричного методу аналізу, в якому визначувану речовину не відганяють у готовому вигляді, а попередньо перетворюють у летку сполуку. Відгонку цієї сполуки здійснюють при нагріванні або внаслідок хімічної реакції, після чого продукти поглинають спеціальними абсорбентами.

Принцип

Аналітичну пробу обробляють реагентом.

Утворюється летка сполука (найчастіше CO_2 , SO_2 , NH_3 , HF).

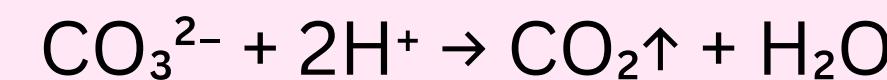
Летка речовина відганяється й надходить у поглиальну систему.

Абсорбент вибрково поглинає продукт.

Розрахунок: масу елемента у вихідній пробі визначають за збільшенням маси поглинача.

Класичний приклад

!!! Визначення карбонатів !!!:



Відігнаний CO_2 поглинають натронним вапном ($\text{NaOH} + \text{CaO}$).

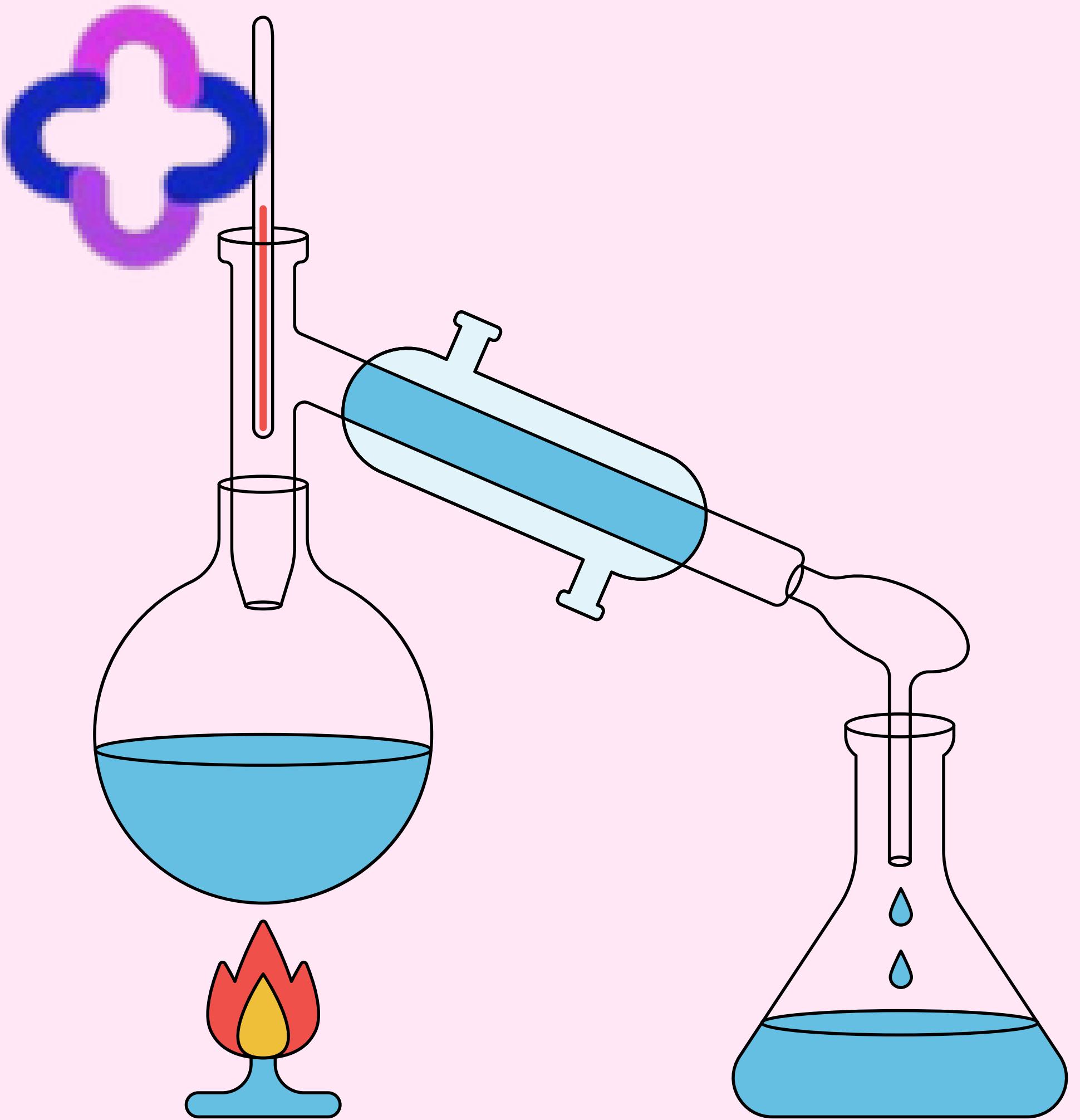
Збільшення маси поглинача відповідає кількості карбонатів у пробі

Переваги методу

- Висока селективність (за рахунок вибркового поглинача).
- Можливість визначати малі кількості речовини.
- Використання у фармакопейному та елементному аналізі.

Недоліки

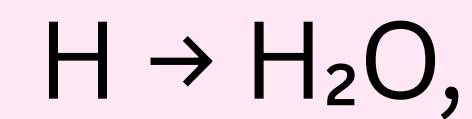
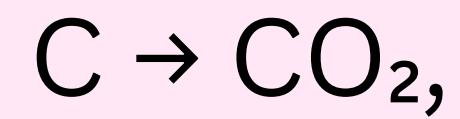
- Необхідність спеціальних поглиальних систем.
- Тривалість процедури.
- Чутливість до втрат летких продуктів.



Інші приклади застосування
Визначення **фтору** (відгін у
вигляді SiF_4).

Визначення **миш'яку** (відгін у
вигляді AsH_3).

Елементний аналіз (CH -
аналіз):



далі CO_2 та H_2O кількісно
поглинаються у відповідних
трубках.



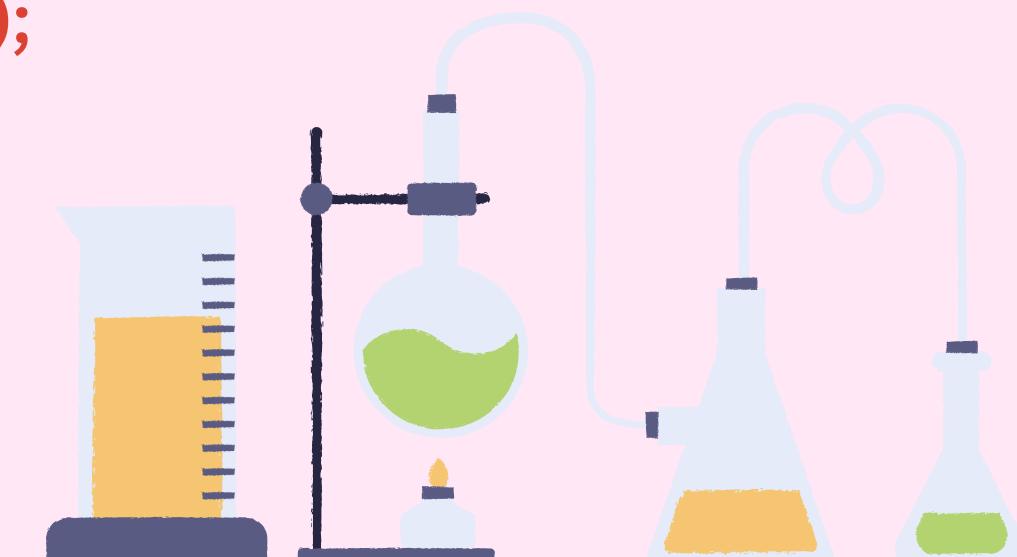
Метод виділення

Потрібну речовину з аналізованої суміші виділяють і зважують на аналітичних терезах. У фармації (за ДФУ) цим методом, наприклад, проводять визначення вмісту золи у лікарських препаратах.

Звичайно визначають:

- **КІЛЬКІСТЬ ЗАГАЛЬНОЇ ЗОЛИ;**

Для визначення загальної золи наважку 3-5 г речовини поміщають у зважений порцеляновий тигель (рис. 4c), поступово нагрівають. Спочатку органічні речовини розкладаються, обвуглюються, а потім при подальшому нагріванні вуглець окислюється до CO_2 . Такий поступовий процес у спеціальній літературі позначають стисло одним словом «спалюють». Слід пам'ятати, що словом «спалювання» у побуті позначають процес горіння вугілля, дров, соломи тощо, що супроводжується виділенням диму, полум'я. У гравіметричному аналізі ні в якому разі не можна допускати утворення диму чи полум'я, бо при цьому втрачається деяка частина мінеральних речовин, результати аналізу будуть занижені. Отже, наважку аналізованої речовини у попередньо зваженому порцеляновому тиглі спалюють, прожарюють у тиглі до постійної маси і після охолодження в ексикаторі



- **КІЛЬКІСТЬ ЗОЛИ, НЕ РОЗЧИННОЇ В СОЛЯНІЙ КИСЛОТІ (солі срібла, силікати);**

Якщо необхідно визначити золу, нерозчинну в соляній кислоті, то до залишку в тиглі після прожарювання додають 2-3 мл розчину соляної кислоти, закривають годинниковим склом тигель і нагрівають на водяній бані протягом 10 хвилин. До вмісту тигля додають 5 мл гарячої води, осад відокремлюють на фільтрі і промивають гарячою водою до зникнення реакції на іони Cl^- . Фільтр з осадом висушують, спалюють, прожарюють і зважують.

- **КІЛЬКІСТЬ СУЛЬФАТНОЇ ЗОЛИ (солі магнію, барію, кальцію, стронцію, силікати).**

Для визначення сульфатної золи у ДФУ наведено три подібні методики.



Суть методу

Метод виділення – це гравіметричний метод кількісного аналізу, при якому визначуваний компонент відділяють від провідних речовин у вигляді індивідуальної хімічної сполуки відомого складу. Кількість елемента або йона розраховують за масою виділеної сполуки.

• Принцип

аналітичну пробу розчиняють.

вводять відповідний реагент, що кількісно осаджує визначуваний іон або елемент.

осад відфільтровують, промивають, висушують або прожарюють до постійної маси.

за масою отриманого продукту обчислюють вміст елемента у вихідному зразку.

• Приклади застосування

визначення сульфат-іонів: осадження у вигляді BaSO_4 .

визначення хлоридів: осадження у вигляді AgCl .

визначення нікелю: осадження у вигляді $\text{Ni}(\text{DMG})_2$ (червоний комплекс із диметилглюксимом).

• Вимоги до осаду

дозволяє бути малорозчинним у воді.

дозволяє мати постійну хімічну формулу.

не повинен містити домішок і бути стійким при сушинні/прожарюванні.

склад осаду має відповідати реакції стехіометрично.

Переваги методу

Висока точність (до 0,1 %).

Простота реалізації.

Не потребує складних приладів.

Недоліки

Тривалість процесу (осадження, фільтрування, прожарювання).

Можливість співосадження домішок.

Не завжди доступний для мікроаналізу.

 **Отже, метод виділення в гравіметрії – це класичний і найстаріший метод кількісного аналізу, який базується на осадженні та зважуванні індивідуальної сполуки відомого складу.**



Метод осадження

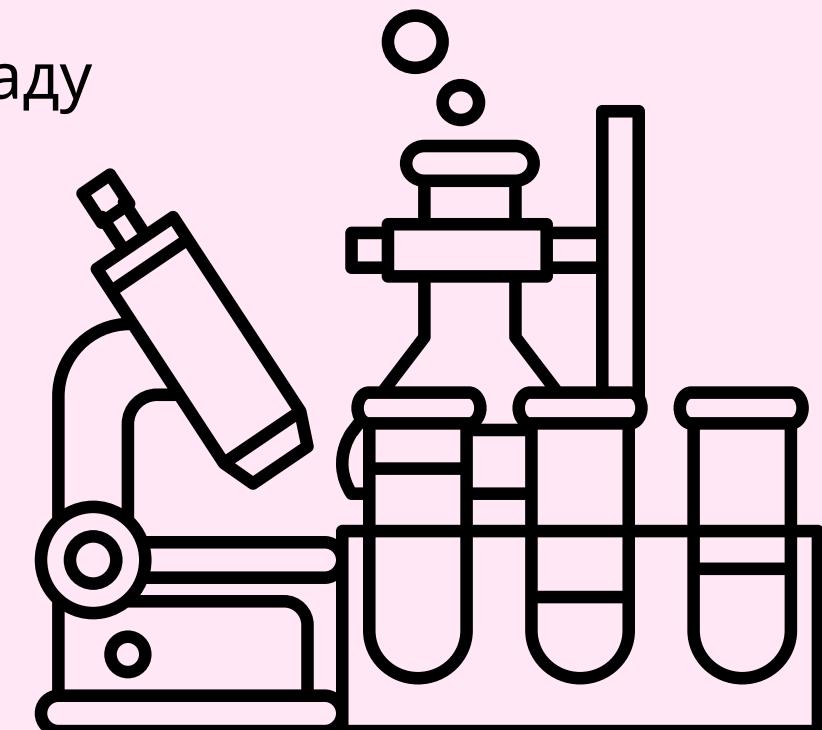
У методі осадження аналіз виконують у такій послідовності:

- зважують пробу аналізованої речовини (беруть наважку);
- розчиняють наважку;
- додають у надлишку осаджувач (утворюється осаджувана форма — нерозчинний продукт взаємодії визначуваної речовини з осаджувачем);
- фільтрують і промивають отриманий осад;
- висушують або прожарюють цей осад (осаджувана форма перетворюється у гравіметричну форму);
- зважують гравіметричну форму;
- розраховують результати аналізу (масу визначуваної речовини або масову частку визначуваної речовини).

Виконання всіх операцій **повинно забезпечувати кількісне (без втрат) перетворення визначуваної речовини у гравіметричну форму.**

Повноту осадження визначуваної речовини і повноту видалення домішок з осаду при його промиванні перевіряють за допомогою відповідних якісних реакцій. Промитий на фільтрі осад висушують або прожарюють разом з фільтром, зважують і знову висушують або прожарюють і зважують доти, поки маса не перестане зменшуватися.

Доведення до постійної маси свідчить про повне видалення летких домішок і повне перетворення визначуваної речовини у **гравіметричну форму**.





Приклад.

Вміст **кристалогідрату $MgSO_4 \cdot 7H_2O$** у лікарському препараті
методом осадження визначають так:

- беруть наважку аналізованої речовини (лікарському препарату);
 - розчиняють наважку;
 - додають у надлишку осаджувач (розчин, що містить гідрофосфат амонію й аміак): $MgSO_4 + (NH_4)_2HPO_4 + NH_3 = MgNH_4PO_4 \downarrow + (NH_4)_2SO_4$
 - отриманий осад $MgNH_4PO_4$ фільтрують і промивають на фільтрі до відсутності якісної реакції на сульфат-аніони;
 - осад $MgNH_4PO_4$ висушують і прожарюють до постійної маси: $2MgNH_4PO_4 = Mg_2P_2O_7 + 2NH_3 \uparrow + H_2O \uparrow$ • зважують гравіметричну форму пірофосфат амонію $Mg_2P_2O_7$;
 - за масою гравіметричної форми $Mg_2P_2O_7$ розраховують уміст $MgSO_4$ в аналізованій речовині. У прикладі з визначенням $MgSO_4$ спочатку була отримана осаджувана форма $MgNH_4PO_4$. Осад при прожарюванні перетворився у вагову (гравіметричну) форму $Mg_2P_2O_7$.

У деяких випадках хімічна формула осаджуваної форми не відрізняється від хімічної формули гравіметричної форми. Наприклад, при осадженні іонів Ba^{2+} сірчаною кислотою утворюється $BaSO_4$ (осаджувана форма). Вагова (гравіметрична) форма, яку одержують після висушування і прожарювання осаджуваної форми також має хімічну формулу $BaSO_4$.

Осаджувані і гравіметричні форми для деяких елементів наведені в таблиці

Іон	Реагент для осадження	Осаджувана форма	Гравіметрична форма
Ag^+	HCl	$AgCl$	$AgCl$
Ca^{2+}	$(NH_4)_2C_2O_4$	CaC_2O_4	CaO
Ba^{2+}	H_2SO_4	$BaSO_4$	$BaSO_4$
Zn^{2+}	$(NH_4)_2S$	ZnS	ZnO
Mg^{2+}	$(NH_4)_2HPO_4 + NH_3$	$MgNH_4PO_4$	$Mg_2P_2O_7$
Cd^{2+}	$(NH_4)_2S$	CdS	CdS
Fe^{3+}	$H_2O + NH_3$	$Fe(OH)_3$	Fe_2O_3
Al^{3+}	$H_2O + NH_3$	$Al(OH)_3$	Al_2O_3
PO_4^{3-}	$MgCl_2 + NH_3$	$MgNH_4PO_4$	$Mg_2P_2O_7$
Br^-	$AgNO_3$	$AgBr$	$AgBr$
Cl^-	$AgNO_3$	$AgCl$	$AgCl$
SO_4^{2-}	$Ba(NO_3)_2$	$BaSO_4$	$BaSO_4$
Ni^{2+}	діацетилдіоксим	діацетилдіоксимат нікелю	діацетилдіоксимат нікелю



Суть методу осадження

- **Визначення**

Метод осадження – це різновид гравіметричного аналізу, при якому визначуваний компонент переводять у малорозчинну сполуку (осад), відокремлюють від розчину та зважують.

Кількість елемента обчислюють за масою утвореного осаду, знаючи його стехіометричний склад.

- **Принцип**

До розчину проби додають реагент, який утворює з визначуваним іоном малорозчинний осад.

Осад повинен мати точний хімічний склад і бути стійким при промиванні, висушуванні та прожарюванні.

Після відокремлення (фільтрація, промивання, сушіння/прожарювання) зважують постійно стабільний осад.

За масою осаду розраховують кількість елемента у вихідному зразку.

- **Приклади**

$\text{Cl}^- \rightarrow$ осадження у вигляді AgCl .

$\text{SO}_4^{2-} \rightarrow$ осадження у вигляді BaSO_4 .

$\text{Ni}^{2+} \rightarrow$ осадження у вигляді $\text{Ni}(\text{DMG})_2$.

- **Основні вимоги до осаду**

Дуже низька розчинність.

Відповідність реакції стехіометрії.

Чистота (без сторонніх домішок).

Стабільність складу після термічної обробки.

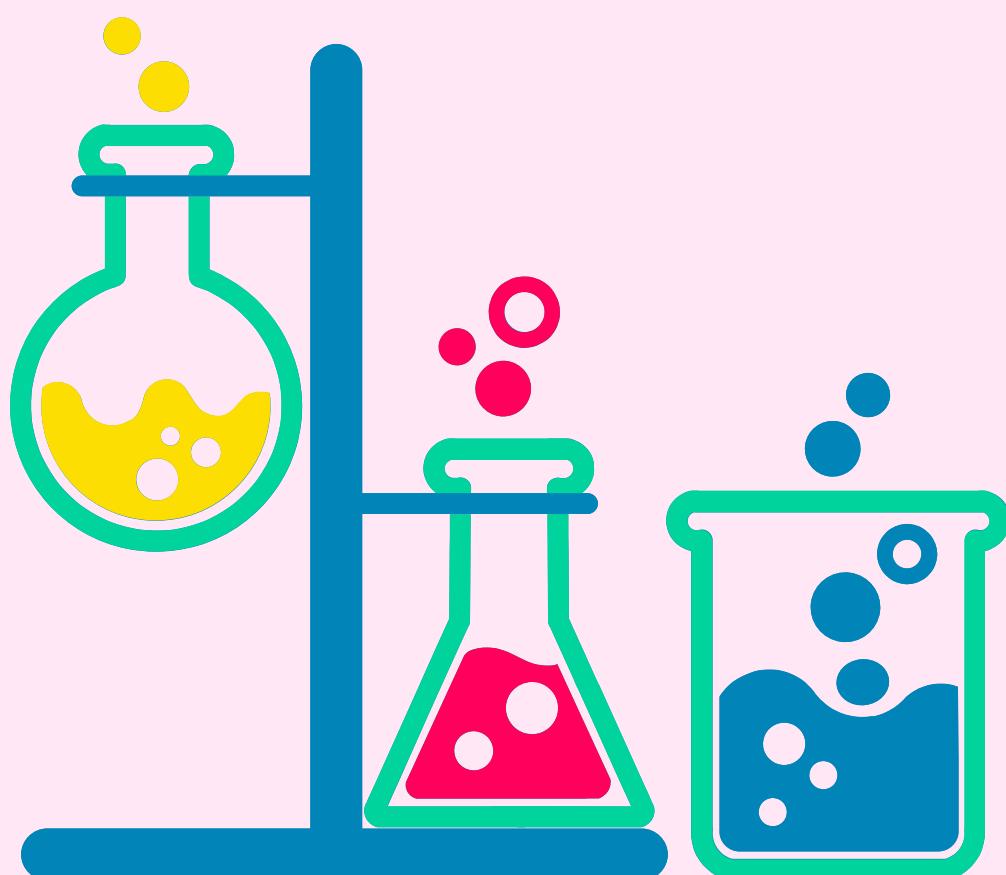
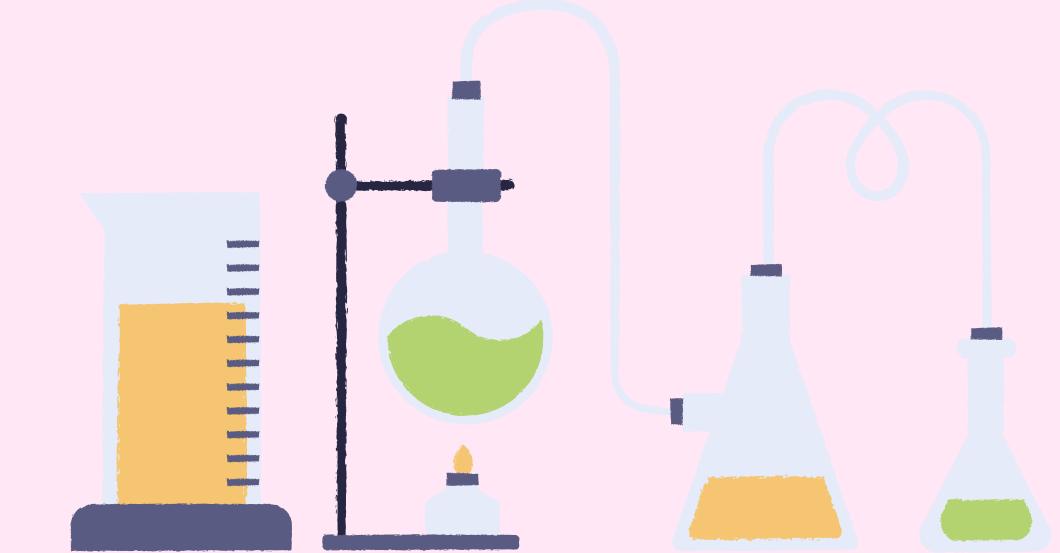


Отже, суть методу осадження полягає в тому, що аналітичний елемент кількісно осаджують у вигляді стійкої сполуки відомого складу і визначають його вміст через масу осаду.



За типом методу, який застосовують для одержання осаду, розрізняють:

- хімічні гравіметричні методи; осад одержують за допомогою хімічної реакції;
- електрографіметричні методи; використовують електроосадження певної речовини на електроді, яку зважують разом з електродом;
- термогравіметричні методи; реєструють зміни маси зразка при його поступовому нагріванні температури 900 – 1200°C.



Застосування гравіметричного аналізу

Гравіметричні методи застосовують при аналізі багатьох фармацевтичних препаратів.

Для фармацевтичних препаратів гравіметричними методами визначають кількість летючих речовин і води, а також зольність препаратів. Гравіметричний аналіз широко застосовується також як арбітражний метод аналізу, якщо інші методи аналізу дають сумнівні результати

