

Лекция № 1

«Методы количественного анализа. Титриметрия»

1. Методы количественного анализа.

Задача количественного анализа - определение точного содержания отдельных элементов и их соединений в исследуемом веществе или смеси веществ.

Кроме основных задач каждая область науки или производства ставит свои специфические задачи.

Методы количественного анализа:

1. Физические: спектрофотометрический, люминисцентный;
2. Физико-химические: оптический, электрохимический, хроматографический, рефрактометрический;
3. Химические: гравиметрический, титриметрический, газовый.

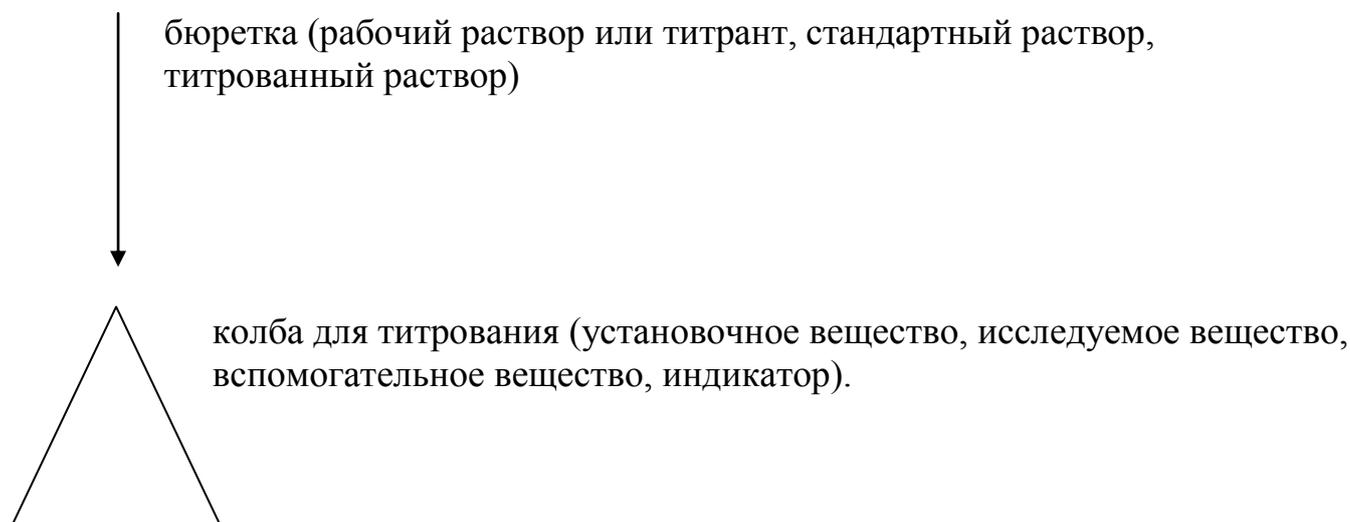
Гравиметрический (весовой) метод анализа основан на прямом измерении массы веществ, полученных в результате анализа, т.е. на определении массы веществ, выделенных в чистом виде или в виде соединения известного состава. Достоинство метода - большая точность. Недостаток - трудоемкость.

2. Методы титриметрического анализа

Титрование - определение количества вещества объемно-аналитическим путем.

Преимущество титриметрического анализа перед гравиметрическим: большая скорость выполнения и относительная простота операций.

Проводится по схеме:



Титриметрический анализ основан на измерении объема раствора точно известной концентрации (рабочего раствора), израсходованного на реакцию с данным количеством определяемого вещества.

Рабочий раствор - это раствор, концентрация которого точно известна. Растворы в колбе называются **титруемыми**. Для определения конца реакции применяются **индикаторы** - фиксируют точку эквивалентности.

Индикаторы - химические соединения, способные изменять окраску при изменении концентрации вблизи точки эквивалентности. Момент, когда заметно изменение окраски индикатора называется конечной точкой титрования.

В зависимости от реакции, которая лежит в основе титрования, различают следующие методы анализа:

1. кислотно-основной (нейтрализации) - в основе реакция нейтрализации:



2. методы оксидиметрии (редоксиметрии) - основаны на реакциях окисления - восстановления.
3. методы осаждения и комплексообразования - основаны на осаждении ионов в виде труднорастворимых соединений и на связывании ионов в малодиссоциированные комплексы.

Различают 3 способа титрования:

1. прямое - происходит реакция между определяемым веществом и рабочим раствором;
2. обратное - к определяемому раствору добавляют избыток раствора известной концентрации и избыток оттитровывают рабочим раствором;
3. титрование заместителя - рабочим раствором титруют продукт реакции определяемого вещества с каким-либо реактивом.

3. Методы приготовления рабочих растворов.

Существует 3 способа:

1. По точно взятой навеске.

Требования к веществам: вещество должно быть химически чистым. Состав вещества должен точно соответствовать формуле; вещество должно хорошо растворяться в воде; быть устойчивым при хранении; быть негигроскопичным; иметь большую величину граммэквивалента; вещество должно быстро реагировать с другим компонентом.

2. По неточно взятой (приблизительной) навеске.

Готовят раствор, взвешивая вещество на аптечных весах. Концентрацию приготовленного раствора определяют точно по установочному веществу, т.е. проводят вторичную стандартизацию.

3. Из фиксанала.

Фиксанал - запаянная ампула, содержащая строго отмеренное количество вещества. На ампулах должно быть указано название вещества, формула и концентрация; количество вещества рассчитано на 1 л раствора.

Перед употреблением фиксаля его промывают водой очищенной.

В мерную колбу объемом 1 л вставляют стеклянную воронку диаметром 9-10 см и боек с утолщением.

При перенесении содержимого фиксаля пробивается с тупого конца, а затем переворачивается. Дают полностью выйти содержимому. Не изменяя положения ампулы, промывают ее водой очищенной в шестикратном объеме.

Ампулу отбрасывают, объем жидкости доводят до метки, колбу закрывают, тщательно перемешивают раствор.

Таким образом готовят или рабочий или установочный раствор.

4. Правила титриметрического анализа.

1. Работа с бюреткой.

Бюретка должна быть чисто вымыта и закреплена в вертикальном положении. В бюретку поместить воронку, открыть кран в бюретке и сполоснуть ее 3 раза небольшим количеством очищенной воды, а затем рабочим раствором примерно по 5 мл.

Закрывать кран, заполнить бюретку выше нужной метки, заполнить кончик бюретки, удалить все пузырьки воздуха, убрать воронку.

Довести уровень рабочего раствора до нуля, на бумагу поставить колбу для титрования, выпускать жидкость из бюретки со скоростью 1 мл в 5-6 сек. Отсчет делений проводить не раньше, чем через 20-30 сек после окончания титрования.

Во время титрования раствор в колбе следует все время перемешивать вращательными движениями, обмывать колбу очищенной водой из промывалки.

Установочное и исследуемое вещество отмеривается при помощи пипетки Мора или градуированной пипетки.

2. Работа с пипеткой.

пипетку вертикально опускают в стеклянку с раствором, придерживая правой рукой. К пипетке присоединяют резиновой баллончик и с его помощью засасывают жидкость выше нулевой метки на 1,5-2 см.

Осторожно опускают жидкость до нуля, переносят пипетку с жидкостью в колбу для титрования и спускают ее по стенке колбы. Нельзя выдувать оставшиеся капли из пипетки.

5. Требования к установочному веществу.

1. Соответствие состава химической формуле.
2. Химическая чистота (0,1% примесей).
3. Устойчивость в растворе, на воздухе.
4. Большая эквивалентная масса.
5. Хорошая растворимость в воде.
6. Должно реагировать с раствором по определенному уравнению с большой скоростью.

6. Требования к реакциям, применяемым в титриметрическом анализе.

1. Реакция должна проходить количественно по определенному уравнению без побочных реакций, (т.е. прибавляемый реактив должен расходоваться исключительно на реакцию с определяемым веществом).
2. Окончание реакции должно точно фиксироваться, (чтобы количество реактива было эквивалентно количеству определяемого вещества).
3. Реакция должна протекать с достаточной скоростью и должна быть практически необратимой.

7. Указания по титриметрическим определениям.

Правила титрования:

В колбу для титрования помещают небольшое количество индикатора (1-2 к или 4-5 мл раствора).

Титрование ведут до изменения окраски индикатора.

Титрование проводят 2-3 раза до получения сходных результатов (расхождение не более, чем на 0,1 мл).

После титрования рабочий раствор слить в соответствующую склянку. Посуду промыть согласно требованиям. Бюретку заполнить водой очищенной.

8. Вычисления в титриметрическом анализе.

$$\frac{V_1}{V_2} = \frac{N_2}{N_1} \quad \text{или}$$

$V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$, где V_1, V_2 - объемы растворов; N_1, N_2 - нормальности растворов

$$K = N_{np} / N_{теор}$$

$$T = \frac{\mathcal{E} \cdot N}{1000} \quad \text{или} \quad T = \frac{g}{V}, \quad g = \frac{N \cdot \mathcal{E} \cdot V}{1000}$$

$$T_{x/y} = \frac{N_x \cdot \mathcal{E}_y}{1000}$$

$$P_y = T_{x/y} \times V_x$$

K - поправочный коэффициент - величина, на которую нужно умножить значение предполагаемой нормальности раствора, чтобы получить точную его концентрацию
 N_{np} - экспериментально определенная нормальность раствора.

$N_{теор}$ - предполагаемая нормальность раствора.

g - навеска вещества, г

V - объем раствора, мл

T - титр раствора, г/мл

$T_{x/y}$ - титр рабочего раствора по определяемому веществу (г/мл) (x - рабочий раствор, y - определяемое вещество).

N_x - нормальность рабочего раствора

\mathcal{E}_y - эквивалентная масса определяемого вещества, г

P_y - масса определяемого вещества, г

V_x - объем рабочего раствора, пошедший на титрование, мл.