

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Красноярский государственный медицинский университет имени профессора В.Ф. Войно-Ясенецкого» Министерства здравоохранения Российской Федерации

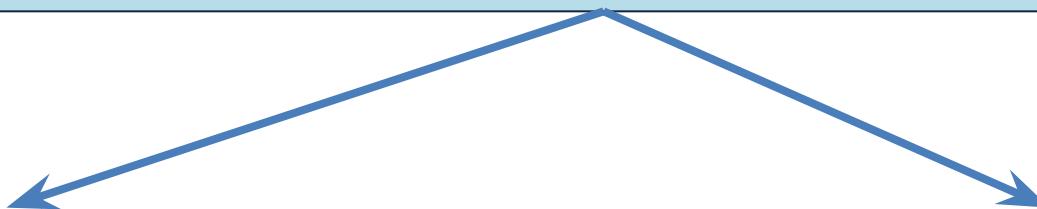
ОСНОВЫ КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА

к.п.н. Агафонова И.П.

Задачи количественного анализа:

- установление количества элементов, функциональных групп в веществе или веществ в материале;
- определение примеси;
- проведение постадийного контроля технологических процессов.

Важнейшие методы количественного анализа



гравиметрический

титриметрический

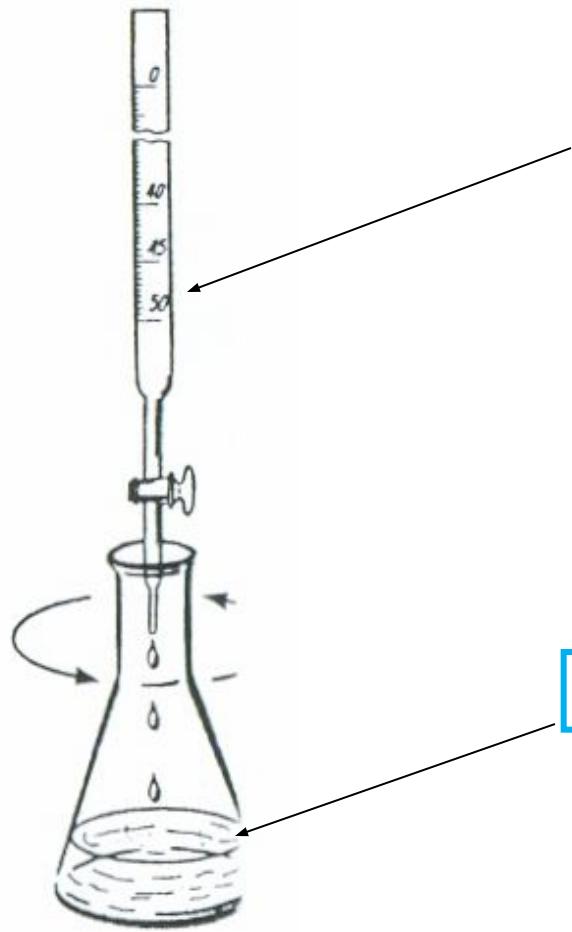
Титриметрический анализ

объединяет группу методов количественного анализа, основанных на измерении объема раствора точной концентрации, необходимого для взаимодействия с определенным количеством анализируемого вещества.

Титрование -

основной прием метода, который заключается в постепенном добавлении к определенному веществу реагента точной концентрации до достижения эквивалентного соотношения между ними.

Титрант -
раствор, с помощью которого
производится титrimетрическое
определение, т. е. раствор, которым
титруют.



ТИТРАНТ (РАБОЧИЙ РАСТВОР)

ОПРЕДЕЛЯЕМОЕ ВЕЩЕСТВО

При **ТИТРОВАНИИ** расходуется количество реагента, эквивалентное количеству титрованного вещества в соответствии со стехиометрией реакции между ними, при условии, что эта реакция практически необратима.

Известно, что объемы растворов, количественно реагирующих между собой, обратно пропорциональны молярным концентрациям эквивалента этих растворов:

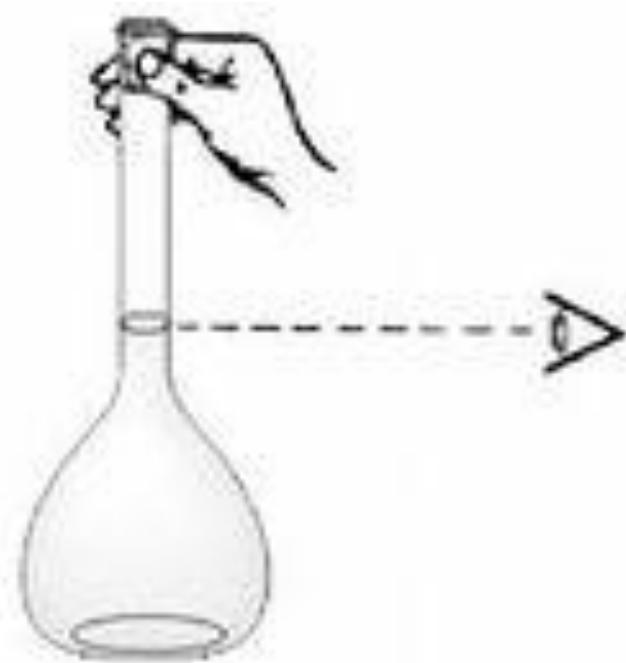
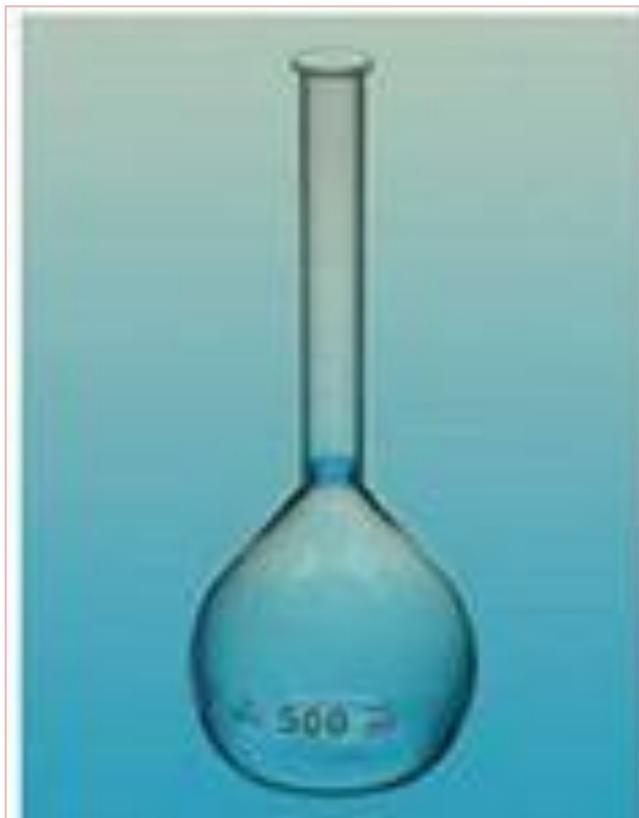
$$C\ddot{\alpha}_1 \cdot V_1 = C\ddot{\alpha}_2 \cdot V_2,$$

где V – объем реагирующего раствора, л;
 C – концентрация, моль/л.

Условия титrimетрического определения:

- а) точное измерение объемов реагирующих веществ;**
- б) приготовление растворов точно известной концентрации, с помощью которых проводится титрование, так называемых рабочих растворов (титрантов);**
- в) определение конца реакции.**

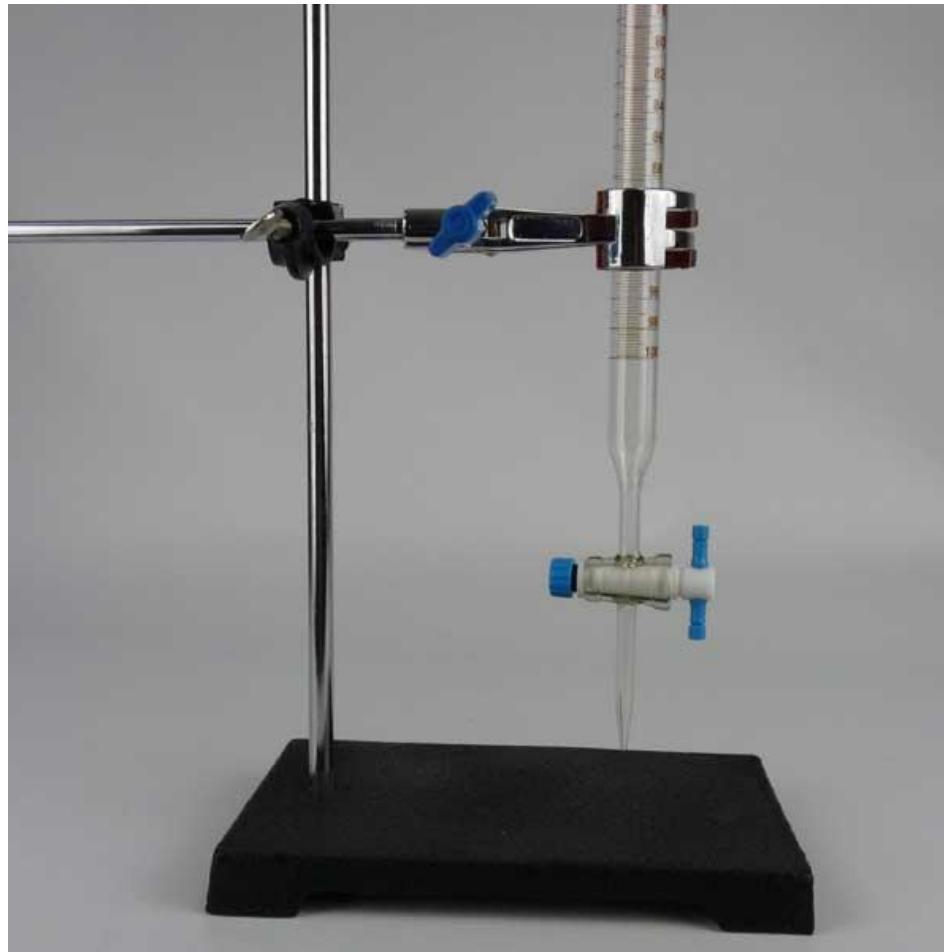
Мерная колба



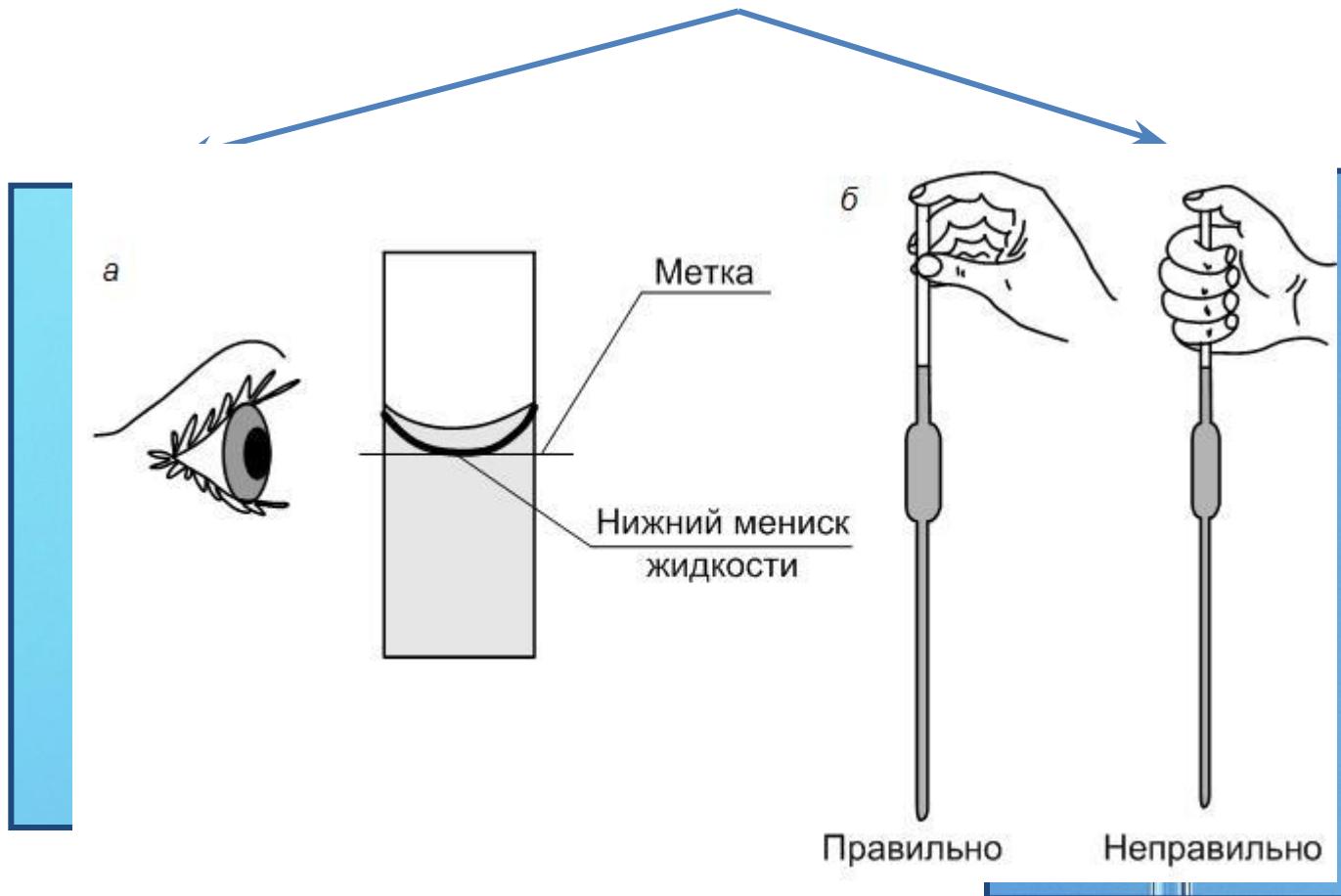
Цилиндры, мензурки



Бюretки



Пипетки



Условия титrimетрического определения:

- а) точное измерение объемов реагирующих веществ;**
- б) приготовление растворов точно известной концентрации, с помощью которых проводится титрование, так называемых рабочих растворов (титрантов);**
- в) определение конца реакции.**

Схема приготовления раствора с установленном титром (вторичный стандартный подход)

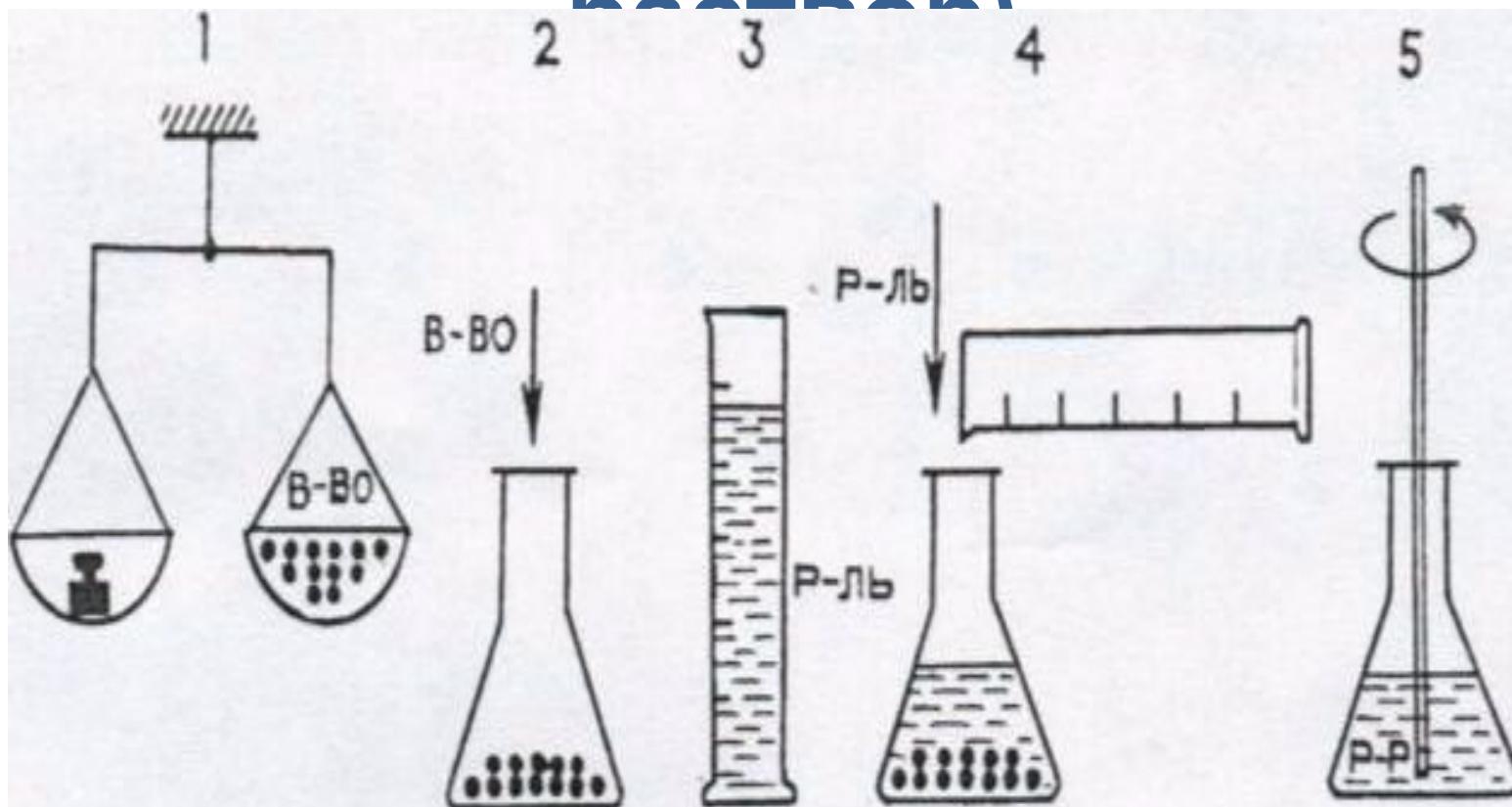
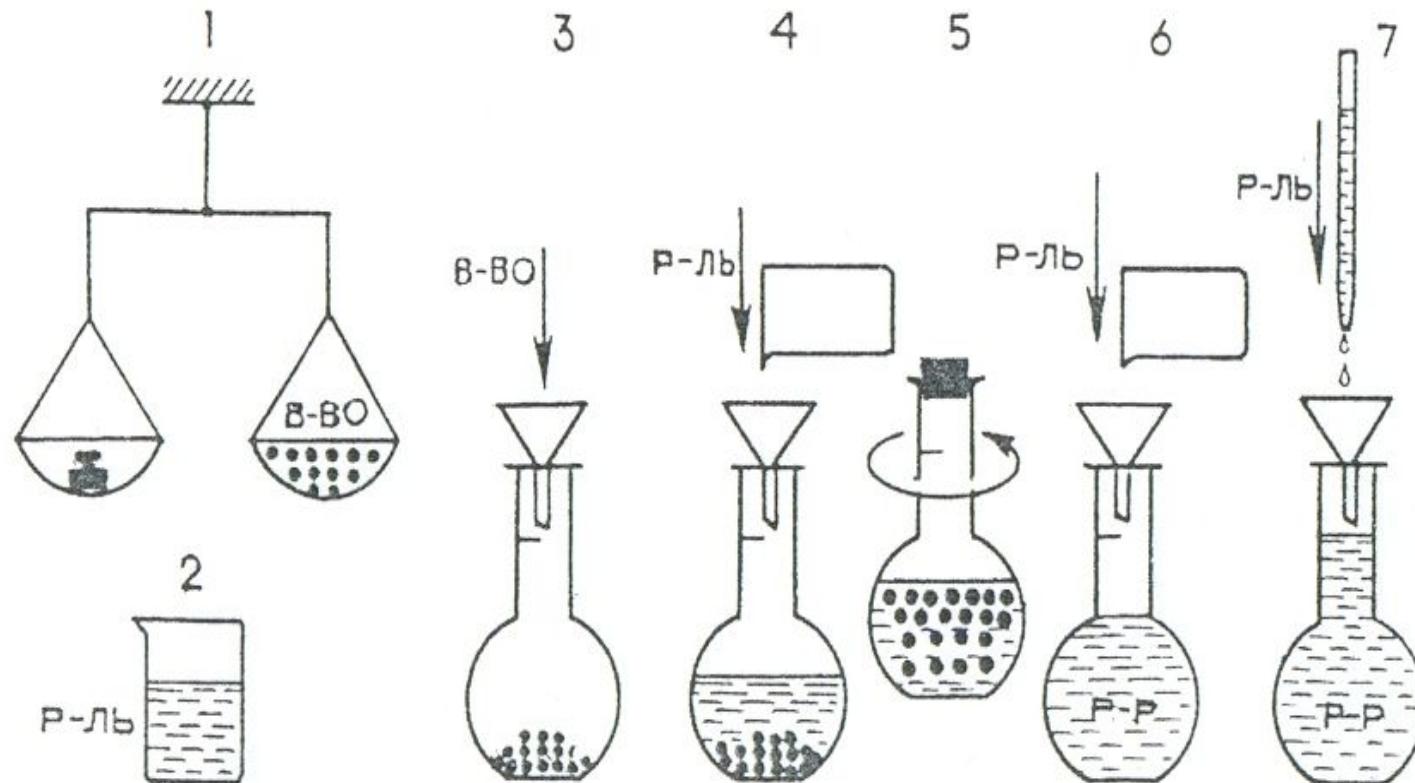
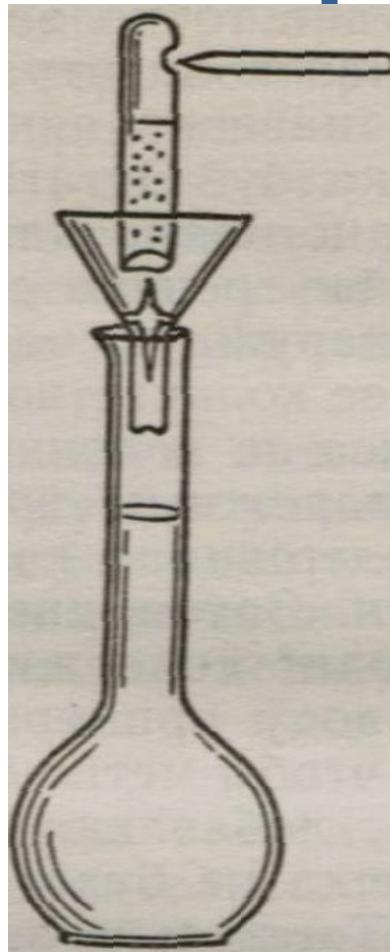


Схема приготовления раствора с приготовленным титром (первичный стандартный раствор)



Приготовление из фиксанала



Фиксаналы - запаянные стеклянные ампулы, с точными навесками реактивов.



Для определения точной концентрации титранта («установки титра», или стандартизации) пользуются так называемым **исходным**, **или** **установочным**, веществом.

Установочное вещество должно удовлетворять следующим требованиям:

1. Соответствие состава вещества его химической формуле.
2. Химическая чистота – суммарное количество примесей не должно превышать 0.1 %.
3. Устойчивость на воздухе, т. е. негигроскопичность или неизменяемость под влиянием кислорода воздуха или углекислого газа.
4. Устойчивость в растворе (не окисляться и не разлагаться).
5. Возможно большая эквивалентная масса – это уменьшает относительную ошибку при определении.
6. Хорошая растворимость в воде.
7. Способность реагировать с раствором, титр которого устанавливается, по строго определенному уравнению и с большой скоростью.

Условия титrimетрического определения:

- а) точное измерение объемов реагирующих веществ;**
- б) приготовление растворов точно известной концентрации, с помощью которых проводится титрование, так называемых рабочих растворов (титрантов);**
- в) определение конца реакции.**

Момент окончания реакции между взаимодействующими веществами называется

ТОЧКОЙ ЭКВИВАЛЕНТНОСТИ

(теоретической точкой конца титрования).

на практике в процессе титрования фиксируют конечную точку

титрования:

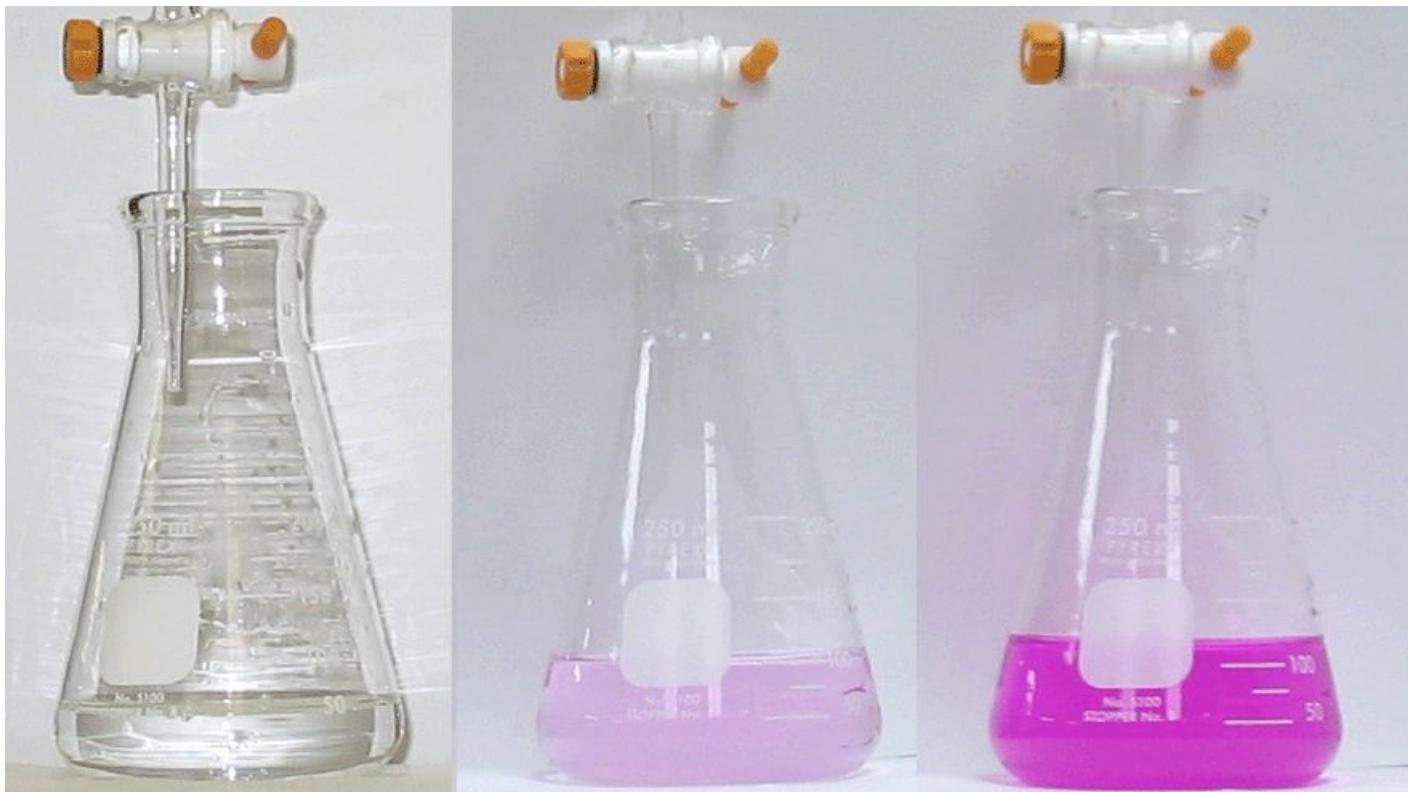
I. Визуальный способ - контроль течения химической реакции путём визуального наблюдения с помощью глаза:

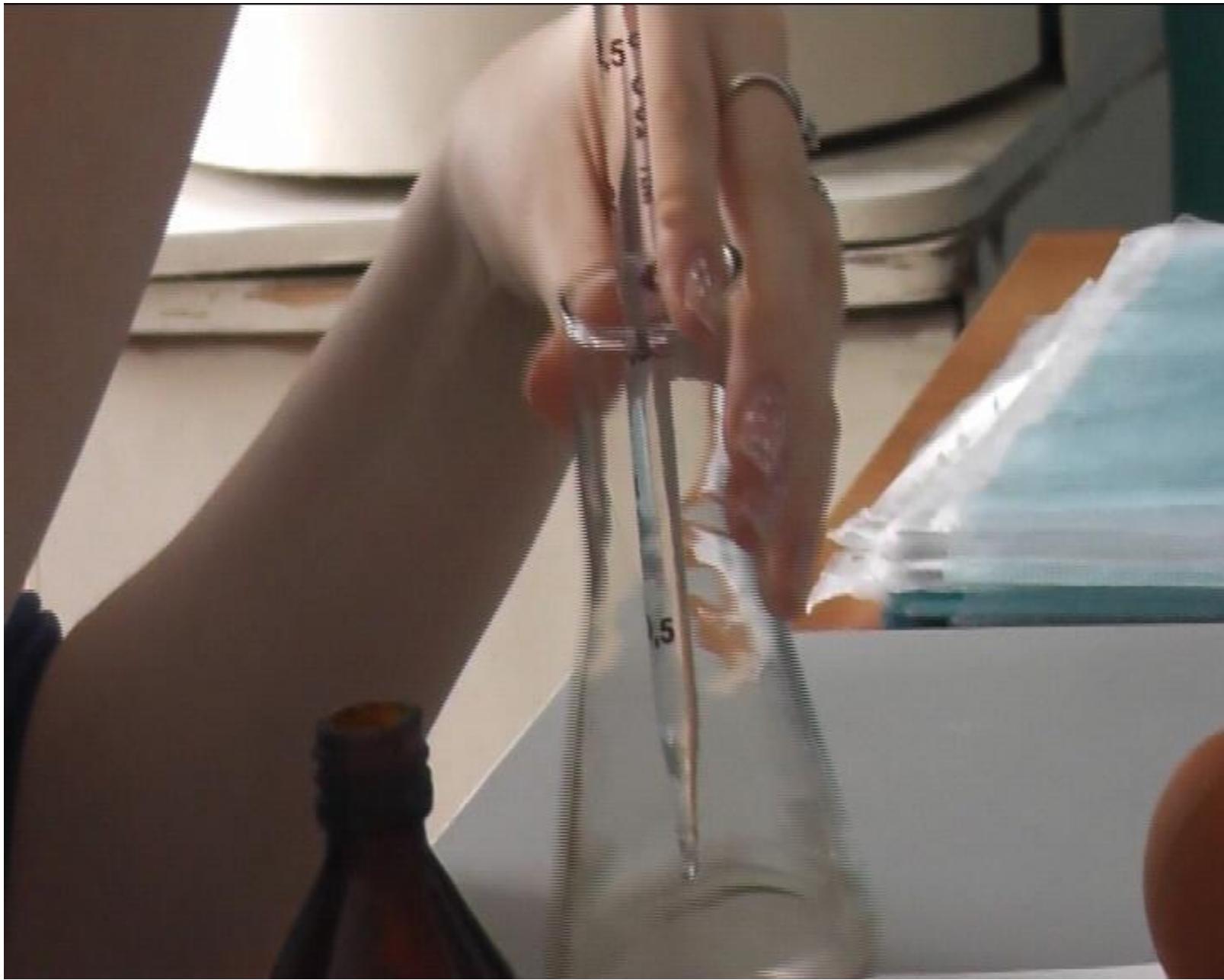
1.1. Безындикаторный в случае использования окрашенного титрованного раствора;

1.2. С помощью индикаторов - веществ, способных к видимым изменениям в точке эквивалентности или вблизи неё.

II. Инструментальный способ - в инструментальных методах титрования с помощью приборов по изменению физического свойства раствора в процессе титрования.

Точка эквивалентности





Если в конечной точке изменения окраски индикатора происходит между близкими, трудно воспринимаемыми человеческим глазом переходами рекомендуется применение раствора – «свидетеля».

«Свидетель» -

раствор примерно такого же объема и состава, что и анализируемый раствор в конце титрования. Количество индикатора, прибавленное в обоих случаях, должно быть также одинаковым.

КООЭФИЦИЕНТ ПОПРАВКИ

K_{Π} - число, показывающее, во сколько раз приготовленный раствор крепче или слабее по сравнению с теоретически заданной концентрацией.

Рекомендуемая величина K_{Π} для проведения анализа:

1. Государственная Фармакопея XIV издания

$$K_{\Pi} = 0,98-1,02$$

2. ГОСТ 25794.1-83. Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования (с Изменением N 1)

$$K_{\Pi} = 0,97-1,03$$

МЕТОДЫ ТИТРИМЕТРИЧ ЕС-КОГО АНАЛИЗА

в зависимости от того, какая реакция лежит в основе титрования

- Кислотно-основные методы
- Методы окисления - восстановления (оксидиметрия)
- Методы осаждения
- Методы комплексообразования

Для того чтобы та или иная реакция могла служить основой для титрования, она должна удовлетворять ряду требований:

1. Реакция должна проходить количественно по определенному уравнению без побочных реакций.
2. Окончание реакции следует точно фиксировать, чтобы количество реагента было эквивалентно количеству определяемого вещества.
3. Реакция должна протекать с достаточной скоростью и быть практически необратимой.

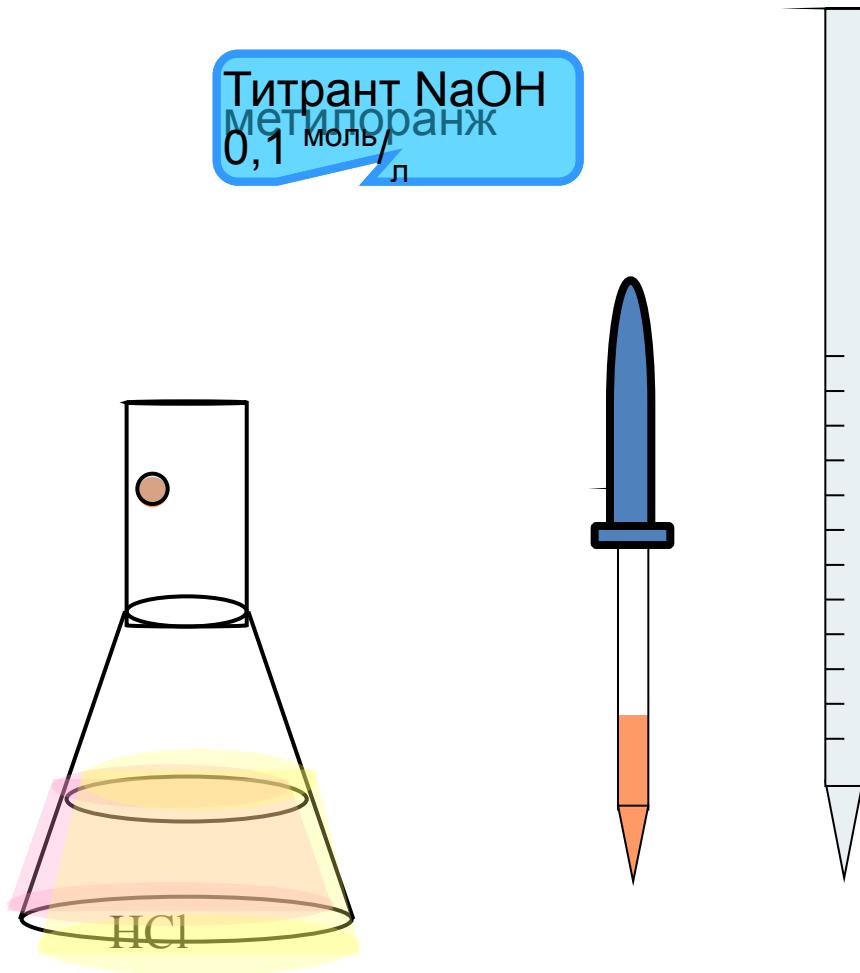
Способы титрования:

- 1) прямое;
- 2) обратное;
- 3) титрование заместителя.

Прямое титрование- титрование анализируемого вещества титрованным раствором.

Прямое титрование

На примере Соляной кислоты



$$\varpi \% = \frac{V_T \cdot K_P \cdot T_{x/y} \cdot 100}{m}$$

**Заместительное титрование
(по заместителю)** - взаимодействие анализируемого вещества со вспомогательным реагентом, в результате которого выделяется эквивалентное количество продукта реакции, который титруют титрованным раствором.

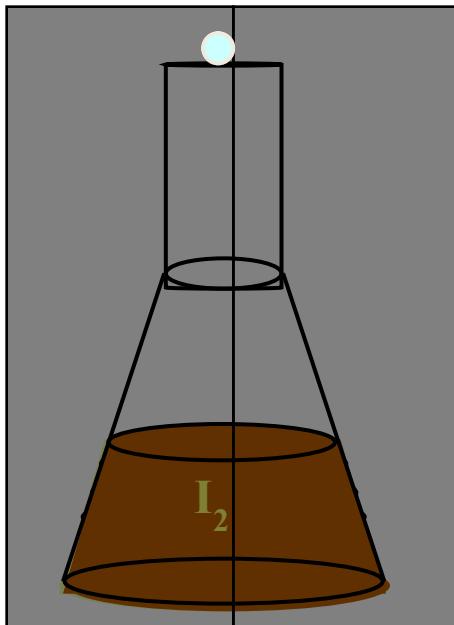
Заместительное титрование

На примере установки титрованного раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

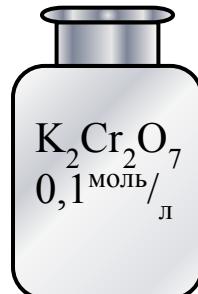
В тёмное место на 5
минут

$$C_{\text{Y}(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)} \cdot V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} = C_{\text{Y}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)} \cdot V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$$

$$C_{\text{Y}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)} = \frac{C_{\text{Y}(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)} \cdot V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}}{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}}$$



Титрант №1



Титрант №2



Обратное титрование (по остатку) - взаимодействие анализируемого вещества с избытком титранта, непрореагировавшая часть которого титруют вторым титрованным раствором.

Обратное титрование

По методу Фольгарда
(на примере NaBr)

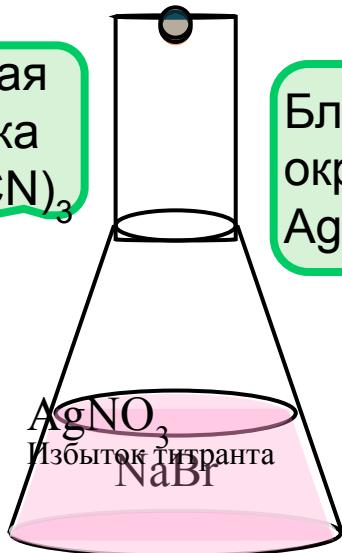
$$T_{x/y} = \frac{C_{\text{Y}}(\text{AgNO}_3) \cdot M_{\text{Y}}(\text{NaBr})}{1000}$$

$$\varpi \% = \frac{(V_{T1} \cdot K_{I1} - V_{T2} \cdot K_{I2}) \cdot T_{x/y} \cdot 100}{m}$$

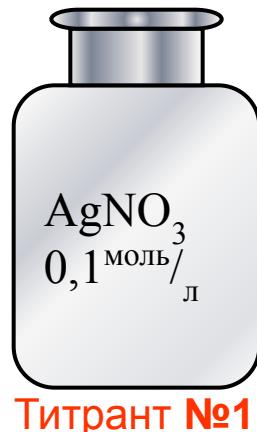
Титрант №1
Титрант №2
(определенный объем)
квасцы $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$



Розовая
окраска
 $\text{Fe}(\text{SCN})_3$



Бледно-жёлтая
окраска осадка
 $\text{AgBr} \downarrow$



Титрант №1



Титрант №2

СПАСИБО за ВНИМАНИЕ!

