

**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 поэтапного 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 титриметрическое 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:

$$C_{э_1} \cdot V_1 = C_{э_2} \cdot V_2,$$

где V — объем реагирующего раствора, л;

C — концентрация, моль/л.

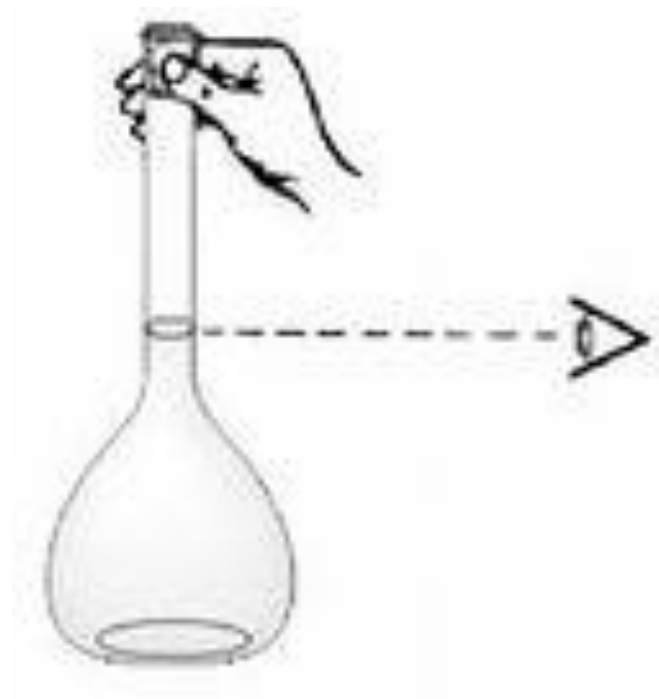
Условия титриметрического определения:

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



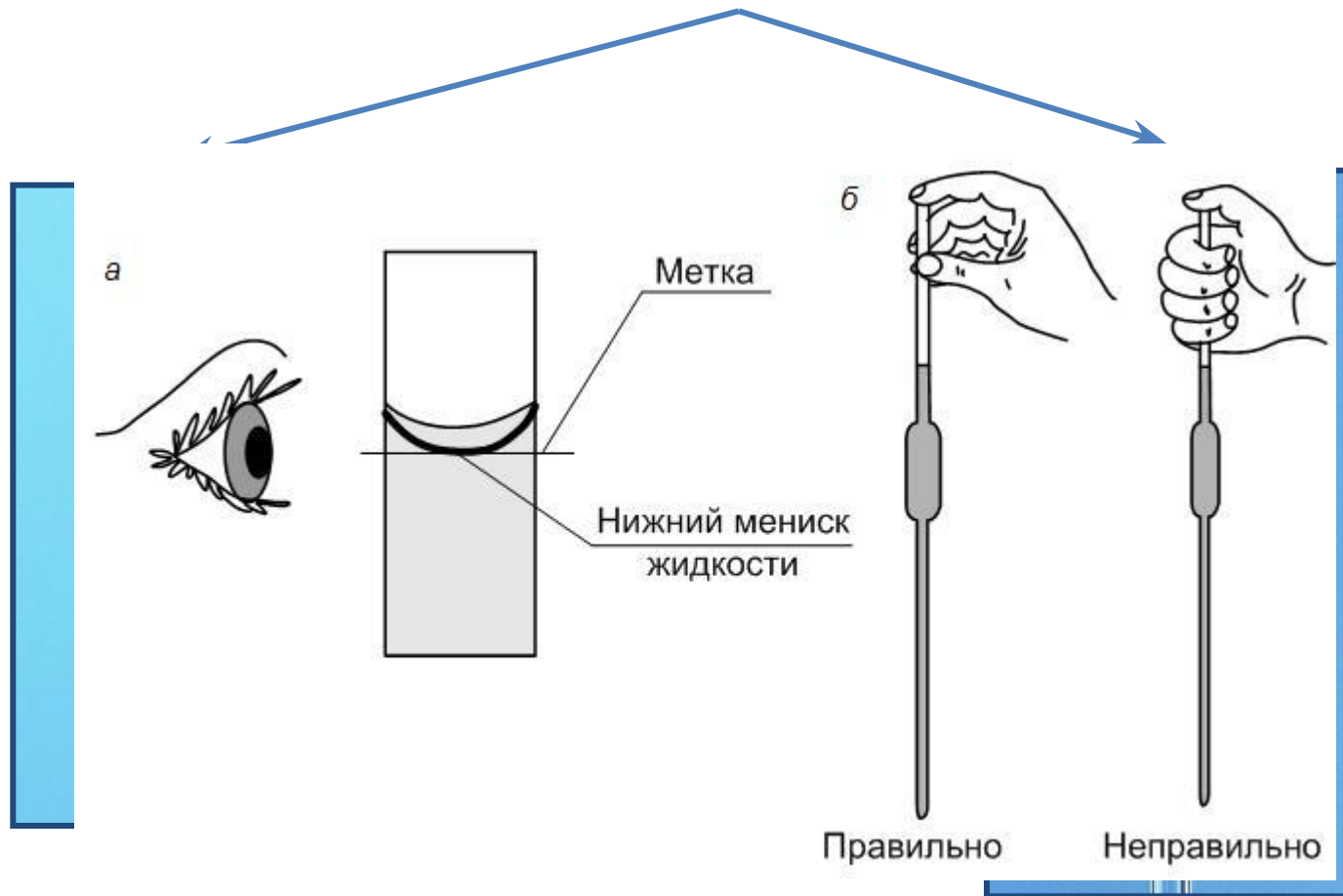
Цилиндры, мензурки



Бюретки



Пипетки



Условия титриметрического 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 установленным титром (вторичный стандартный раствор)

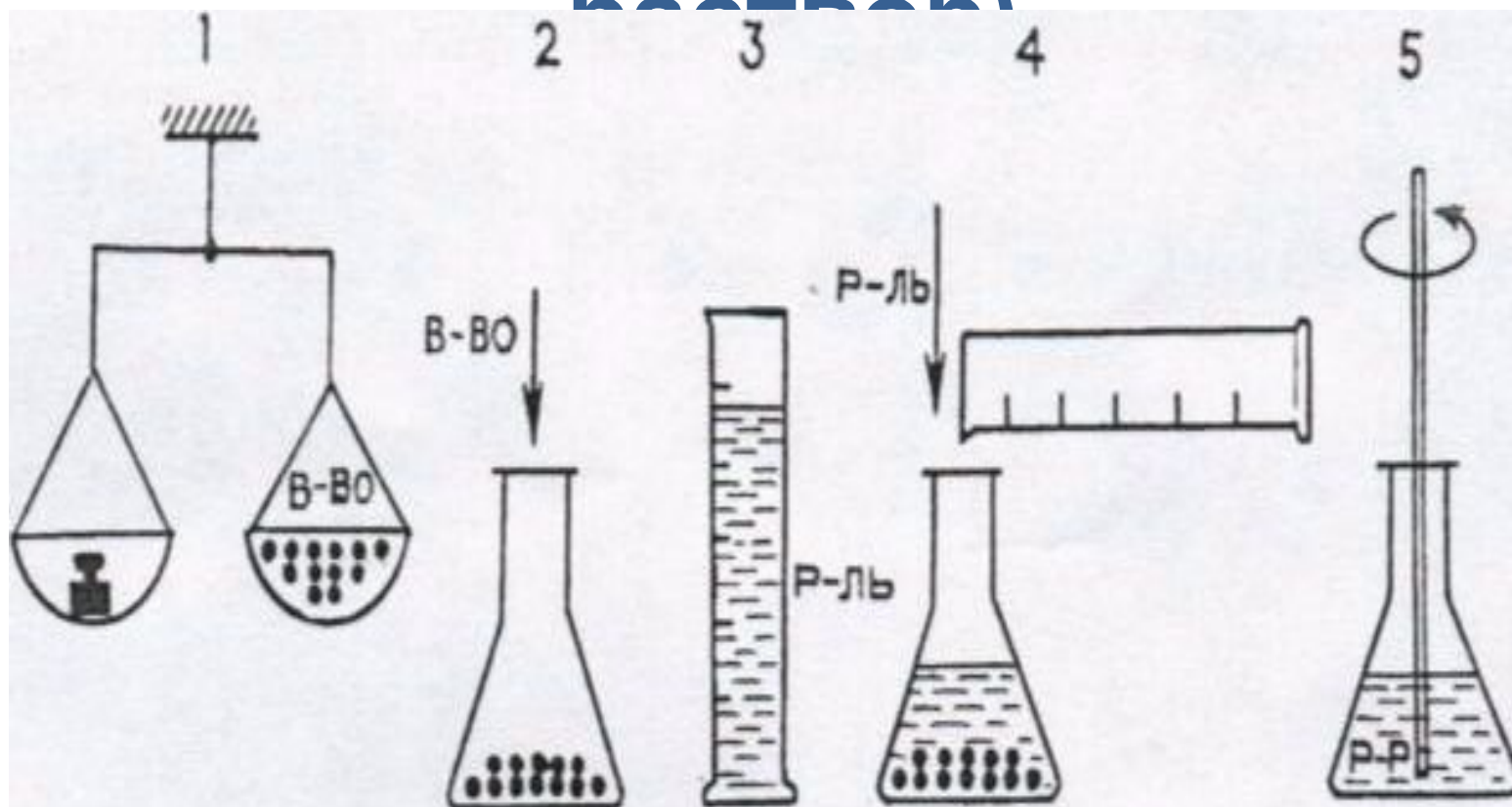
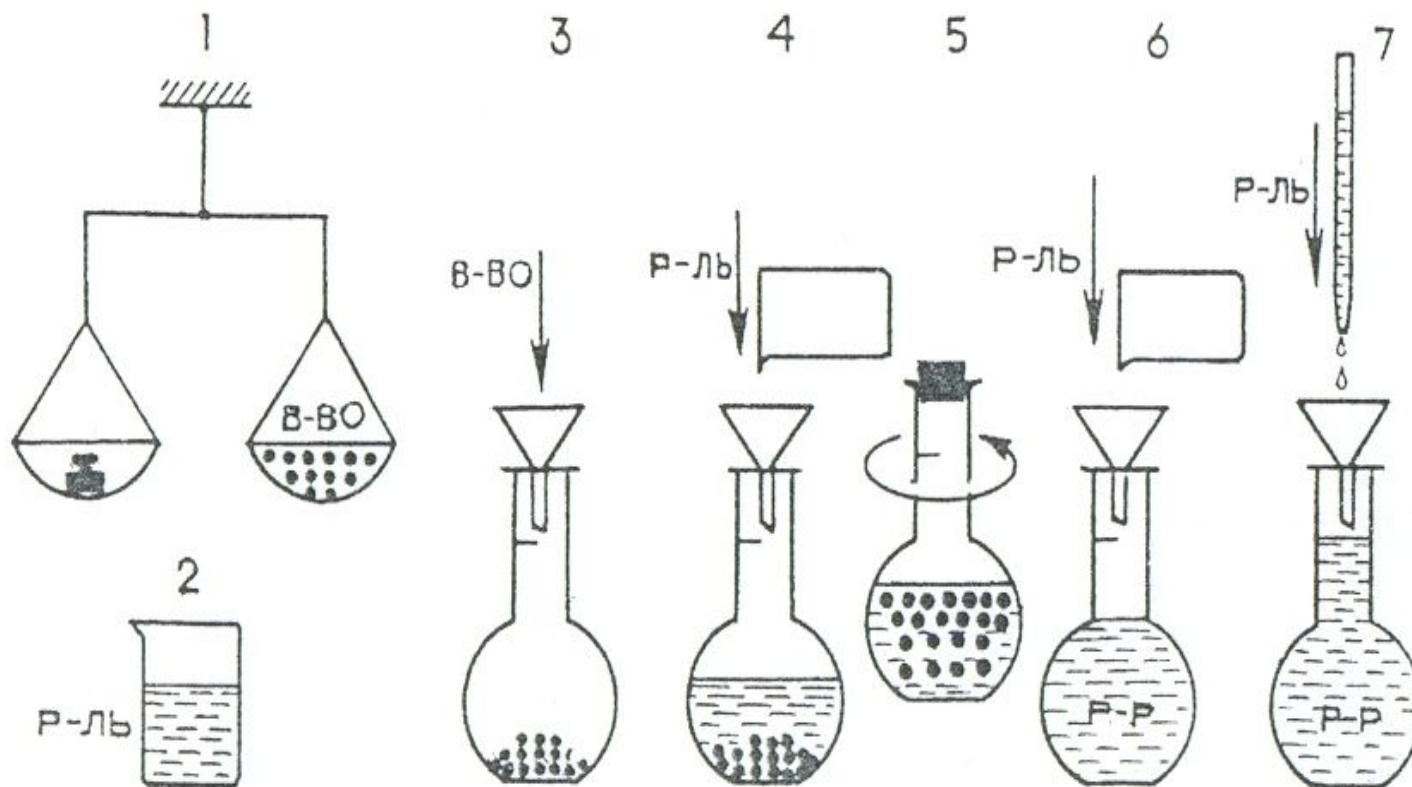
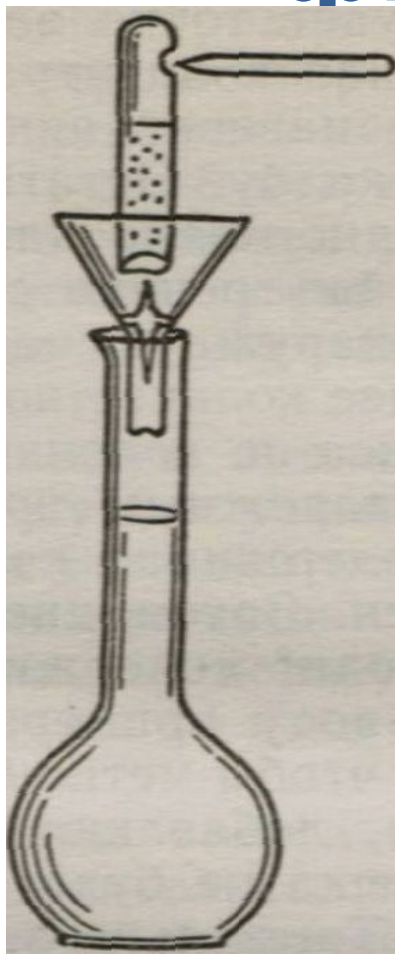


Схема приготовления раствора с приготовленным титром (первичный стандартный раствор)



Приготовление из фиксанала



Фиксаналы - запаянные стеклянные ампулы, с точными навесками реактивов.



УРАЛХИМИНВЕСТ
СТАНДАРТ-ТИТР

2-ВОДНАЯ ДИНАТРИЕВАЯ
СОЛЬ ЭТИЛЕНДИАМИН
N,N,N',N' - ТЕТРАУКСУСНОЙ
КИСЛОТЫ (ТРИЛОН Б)
C10H16N4O10
250 213 62 - 01
Дата изготовления Партия Упаковка
СРОК ГОДНОСТИ 7 ЛЕТ

ИНСТРУКЦИЯ ПО ПРИГОТОВЛЕНИЮ СТАНДАРТ-ТИТРОВ

Перед применением стандарт-титров необходимо снять надпись с ампулы и промыть ее наружную поверхность дистиллированной водой. В мерную колбу вместимостью 1000 см³ (для стандарт-титров вода и соли Мора вместимостью 500 см³) вставляют обыкновенную воронку диаметром 9-10 см.

Для приготовления растворов сухих стандарт-титров в торце ампулы пробивают отверстие с помощью стеклянного бойка (пластикового или фигурного). Перевернув ампулу, содержимое переносит в колбу через воронку. Затем ампулу промывают дистиллированной водой. Промывные воды переносит через воронку в мерную колбу.

Для приготовления растворов жидких стандарт-титров в воронку вставляют фигурный боек с углублением. Ампулу ударяют углублением об острый боек, затем, не переворачивая ампулы, вторым бойком пробивают верхнее углубление и дают полностью вытечь содержимому. Не изменяя положения ампулы, ее внутреннюю поверхность тщательно промывают дистиллированной водой.

После растворения содержимого ампулы, объем жидкости доводят до метки и тщательно перемешивают раствор.

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 титриметрического 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:

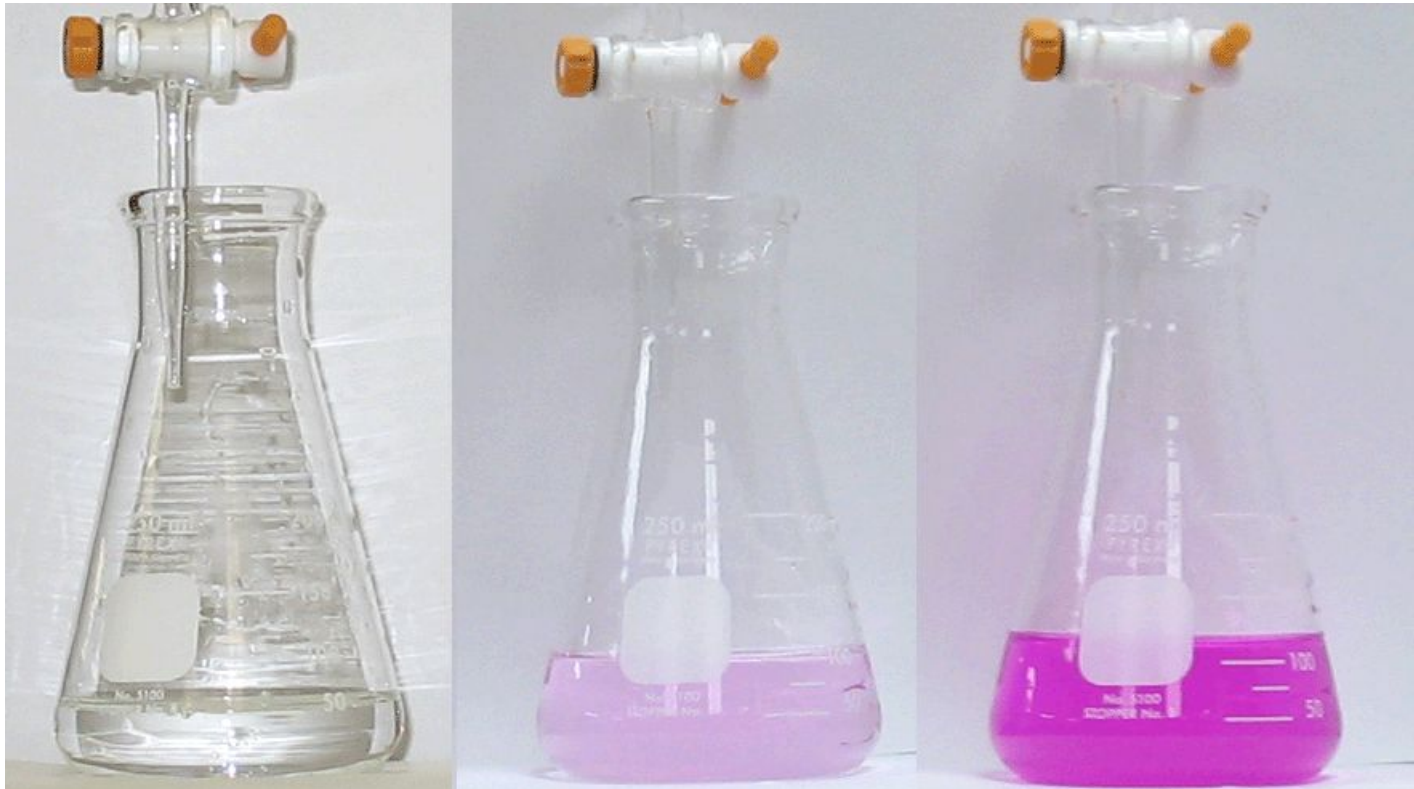
I. Визуальный способ - контроль течения химической реакции путём визуального наблюдения с помощью глаза:

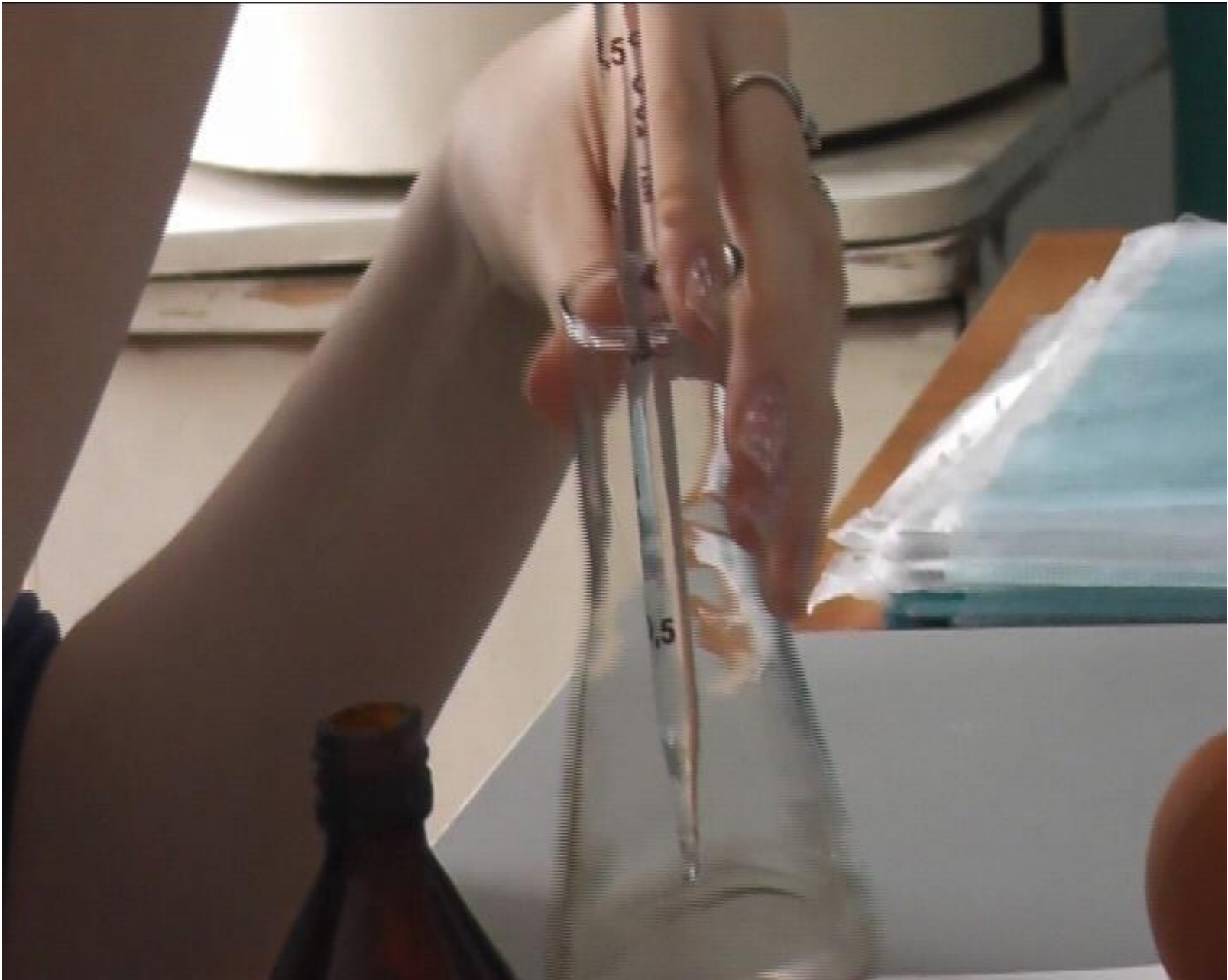
1.1. Безындикаторный в случае использования окрашенного титрованного раствора;

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
изменение 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.

КОЭФИЦИЕНТ ПОПРАВКИ

K_{II} - 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 реактива было эквивалентно количеству определяемого вещества.
3. Реакция должна протекать с достаточной скоростью и быть практически необратимой.

Способы титрования:

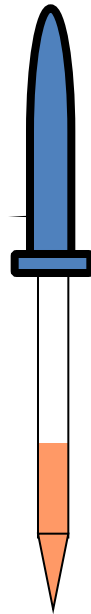
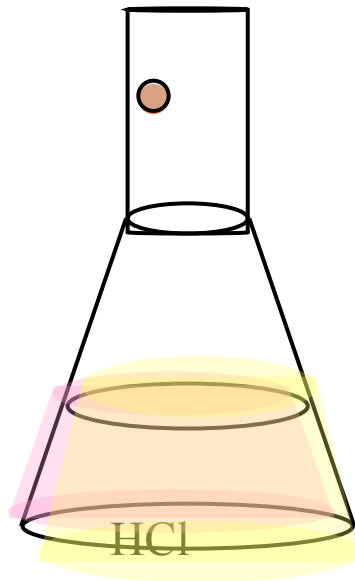
- 1) прямое;
- 2) обратное;
- 3) титрование заместителя.

Прямое титрование - титрование
анализируемого вещества
титрованным раствором.

Прямое титрование

На примере Соляной кислоты

Титрант NaOH
метилоранж
0,1 моль/л



$$\omega\% = \frac{V_T \cdot K_{\text{П}} \cdot T_{x/y} \cdot 100}{m}$$

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

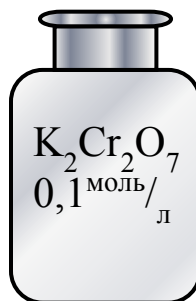
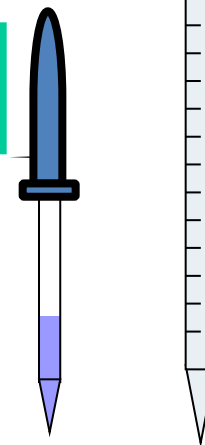
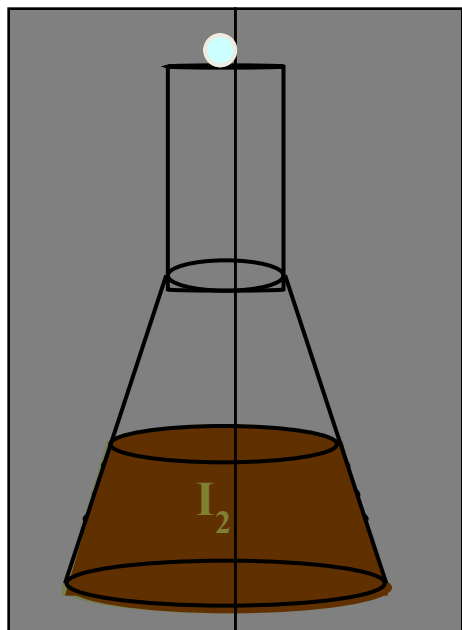
Заместительное титрование

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

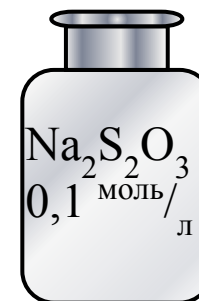
В тёмное место на 5 минут

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

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



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)

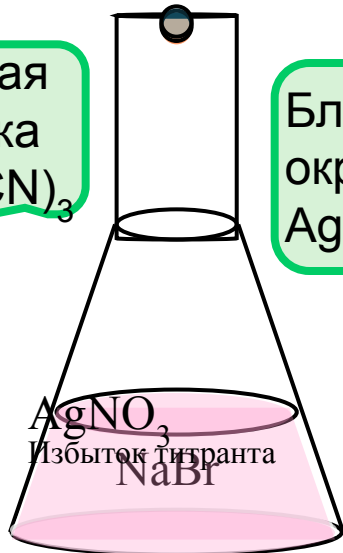
$$T_{x/y} = \frac{C_{Y(AgNO_3)} \cdot M_{Y(NaBr)}}{1000}$$

$$\omega\% = \frac{(V_{T1} \cdot K_{i1} - V_{T2} \cdot K_{i2}) \cdot T_{x/y} \cdot 100}{m}$$

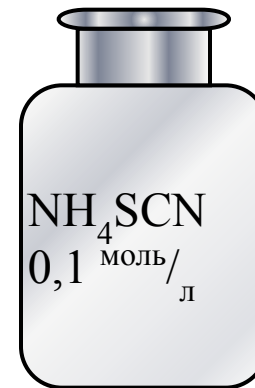
Титрант №1
Титрант №2
(определенный объём)
квасцы $FeNH_4(SO_4)_2$

Розовая окраска $Fe(SCN)_3$

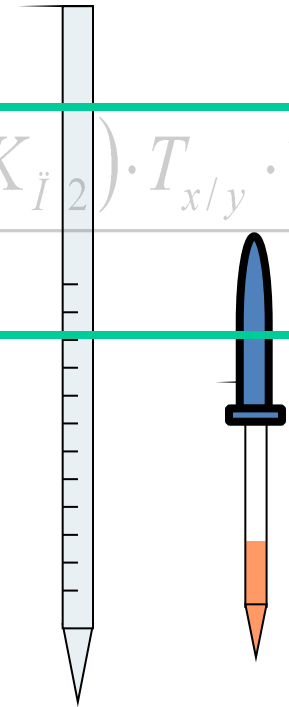
Бледно-жёлтая окраска осадка $AgBr \downarrow$



Титрант №1



Титрант №2



СПАСИБО за ВНИМАНИЕ!

