

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ



**ПОДГОТОВИЛА ПРЕЗЕНТАЦИЮ
ПАВЛОВСКАЯ АВ.**



Титрование

1. Понятие о титре
2. Работа с пипетками
3. Работа с бюретками
4. Индикаторы
5. Техника титрования
6. Установление титра
рабочего раствора
7. Расчеты при титровании



• Титрование - определение количества вещества или точной концентрации раствора (титра) объемно-аналитическим путем.

В основе титрометрических определений лежит положение о том, что объемы растворов, реагирующих между собой, обратно пропорциональны концентрациям этих растворов.

$$\frac{V_1}{V_2} = \frac{N_2}{N_1}$$



В основе
титрования лежат
химические
реакции, которые
должны
удовлетворять ряду
требований



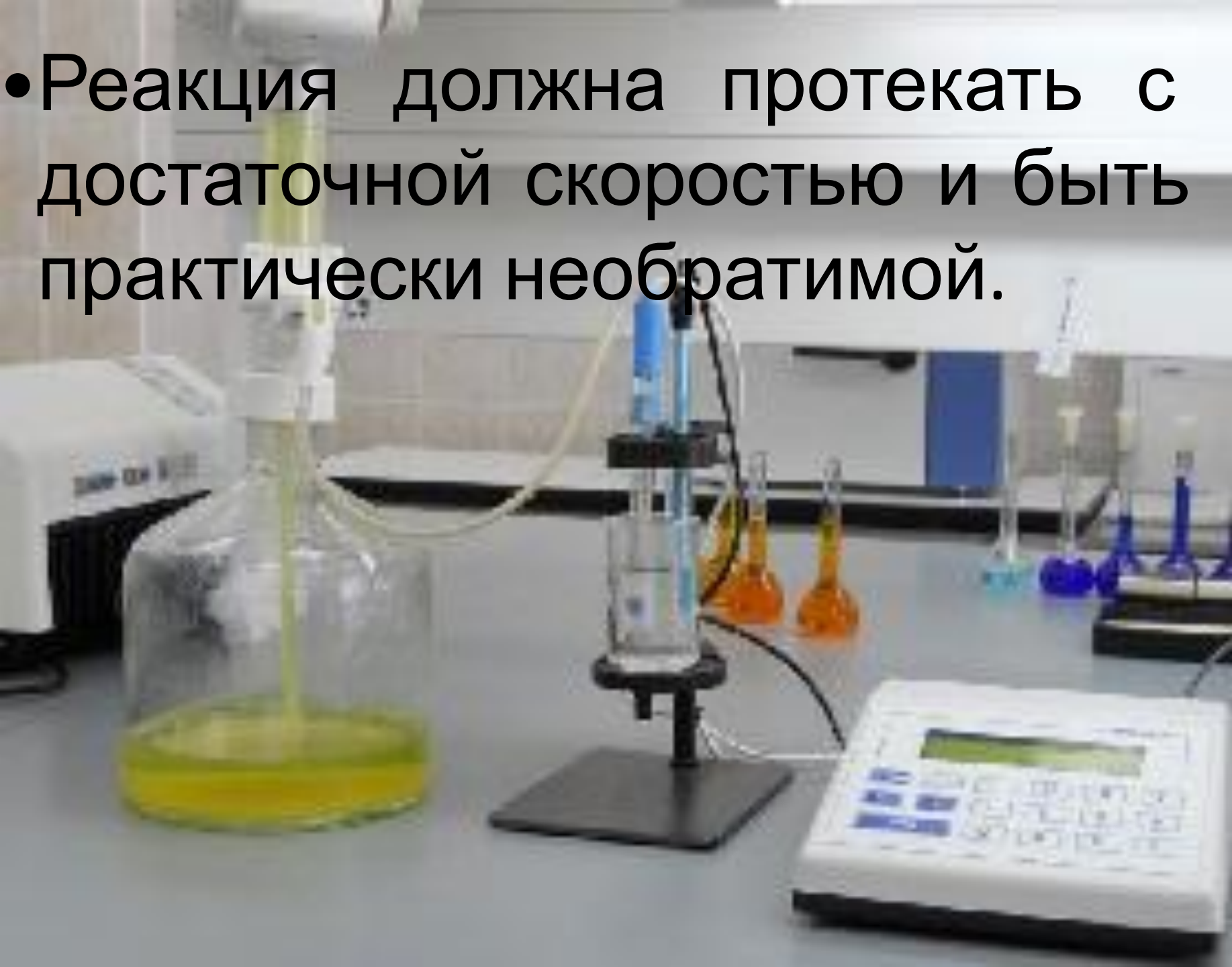
- Реакция должна проходить количественно по определенному уравнению без побочных реакций, т.е. прибавляемый реактив должен расходоваться исключительно на реакцию с определенным веществом.



- Окончание реакции должно точно фиксироваться, чтобы количество реактива было эквивалентно количеству определяемого вещества. На эквивалентности реагирующих веществ основано вычисление результатов анализа.



- Реакция должна протекать с достаточной скоростью и быть практически необратимой.



Методы титрометрического анализа

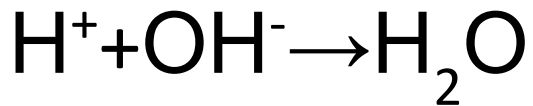
1. Кислотно-основные методы

2. Методы окислительно-восстановительные (оксидиметрии).

3. Методы осаждения и комплексообразования



Кислотно-основные методы, в основании которых лежит реакция нейтрализации. Этим методом определяют количество кислот, оснований и некоторых солей.



Нейтрализационное титрование применяется в клинике для определения кислотности желудочного сока, в санитарно-гигиенических лабораториях применяются для определения карбонатной жесткости воды, кислотности молочных продуктов, квашенной капусты и безалкогольных напитков.

Методы окислительно-восстановительные (оксидиметрии). Основана на реакциях окислительного восстановления. При помощи растворов окислителей определяют содержание восстановителей и наоборот. (перманганатометрия, йодометрия, нитритометрия)



Методы осаждения и комплексообразования, основанные на осаждении ионов в виде труднорастворимых соединений и на связывании ионов в малодиссоциирующий комплекс.
(аргентометрия, меркурометрия, комплексонометрия)



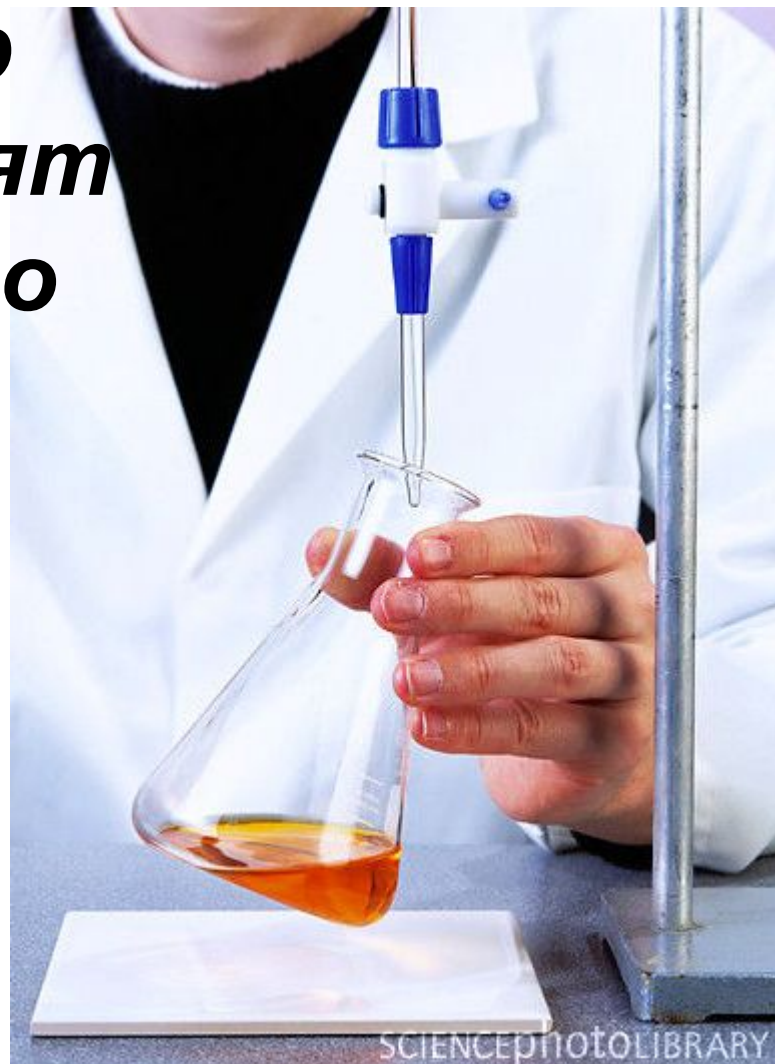
При титровании

взаимодействуют

1) **рабочий раствор** –

тот раствор
которым проводят
титрование его
концентрация
известна;

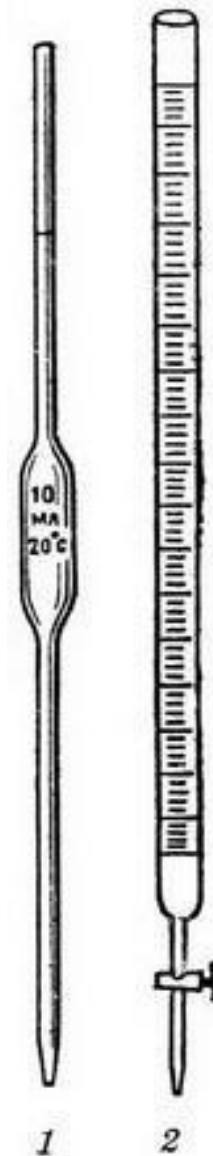
2) **титруемый**
раствор,
концентрация
которого неизвестна.



РАБОТА С ПИПЕТКАМИ

Для отмеривания титруемого раствора применяют пипетку Мора или градуированную пипетку.

Пипетки д.б. идеально чистыми, перед набором раствора пипетку ополаскивают этим раствором. Жидкость в пипетку набирают с помощью груши. Уровень жидкости в пипетке определяется по нижнему мениску на уровне глаза. Выливая из пипетки жидкость из кончика пипетки не выдувают.



РАБОТА С БЮРЕТКАМИ

Бюретки д.б. тщательно вымыты и отрегулированы.

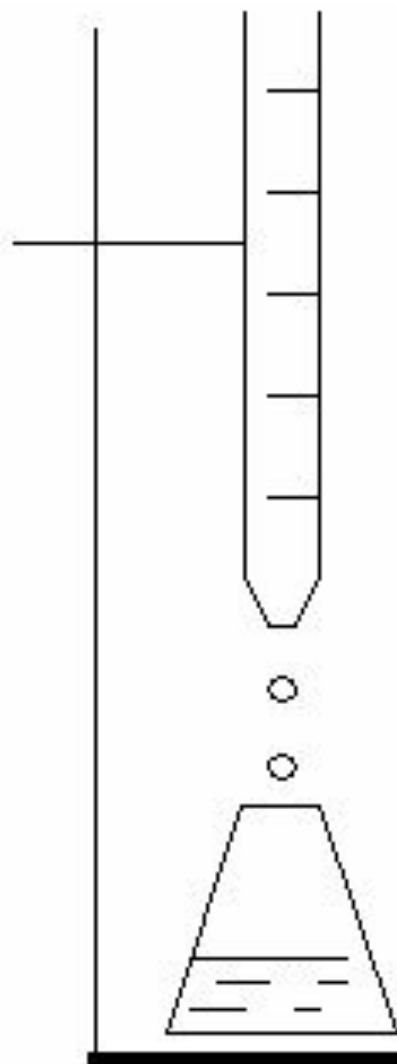
Перед заполнением бюретку промывают раствором, которым будут в нее наливать. Кончик бюретки д.б. полностью заполнен, без пузырьков воздуха.

Уровень светлых растворов определяют по нижнему мениску на уровне глаз, а темных – по верхнему.

После каждого титрования рабочий раствор в бюретку доливают до «0».

После титрования остатки раствора сливают, бюретку тщательно промывают, сушат.





Бюретка

Рабочий раствор с точно известной
концентрацией $C_{э(1)}$


Колба с исследуемым раствором
определяемой концентрации $C_{э(2)}$



Индикатор	Окраска индикатора в зависимости от характера среды		
	Нейтральная среда	Щелочная среда	Кислая среда
Лакмус	фиолетовая	синяя	красная
Фенолфталеин	бесцветная	малиновая	бесцветная
Метилоранж	оранжевая	желтая	красно-розовая
Универсальный	желтая – желто-зеленая	от синей до фиолетовой	красная

Индикаторы

Для установления точки эквивалентности, т.е. момента, когда заканчивается реакция между рабочим раствором и титруемым растворами применяют индикаторы. Действие их состоит в том, что при наступлении конца титрования индикаторы меняют цвет раствора, т.к. изменилась pH среды.



Индикаторы могут быть:

-внутренними, когда индикатор добавляют в титруемый раствор перед титрованием.

-внешними, когда по мере титрования титруемый раствор капают на фильтровальную бумагу и капают туда же индикатор.





ТЕХНИКА ТИТРОВАНИЯ

1. Размер колбы или стакана, в котором проводится титрование, д.б. таким, чтобы объем жидкости в конце титрования не превышал $\frac{1}{2}$ его объема.

2. В колбу помещают титруемый раствор и добавляют индикатор 2-3 капли

3. Бюретку заполняют рабочим раствором до «0». От других отметок нельзя титровать, т.к. шкала бюреток может быть неравномерной.



4. Колбу держат в правой руке и вращательными движениями перемешивают раствор

5.левой рукой открывают и закрывают кран бюретки, выпуская жидкость

6.Раствор из бюретки прибавляют до тех пор, пока не появится устойчивое изменение окраски титруемого раствора, т.е. пока не установится точка конца титрования





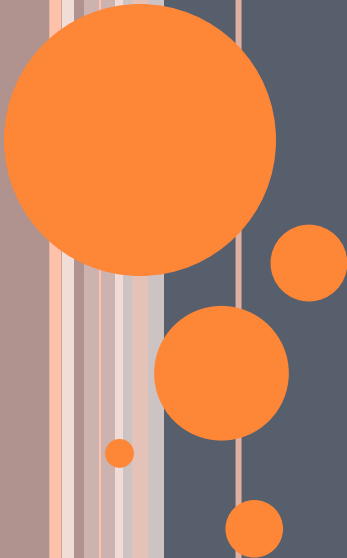
7. Результат титрования записывают до второго десятичного знака.

8. Для точности исследования необходимо проводить 3 параллельных титрования. При расчете определяют среднее арифметическое всех трех результатов.

9. Все результаты титрования записываются в рабочий журнал.



УСТАНОВЛЕНИЕ ТИТРА РАБОЧЕГО РАСТВОРА



Рабочий раствор тот, который расходовался для титрования. Необходимо точно знать его точную концентрацию (титр).

Для *приготовления рабочего*
раствора существуют 2 метода:

1. Растворы с приготовленным
титром - растворяют точную
навеску и получается раствор с
приготовленным титром



2. Растворы с установленным титром -
раствор готовят примерно
нужной концентрации, а
точную концентрацию
определяют титрованиями,
получается раствор с
установленным титром.



Два способа установки титра.

1. По навеске – это более точный способ. На аналитических весах будут три навески исходного вещества. Аккуратно переносят их в колбу, растворяют в воде и титруют рабочим раствором.



2. По точному раствору – берется определенный объем исходного раствора, приготовленного из фиксана.

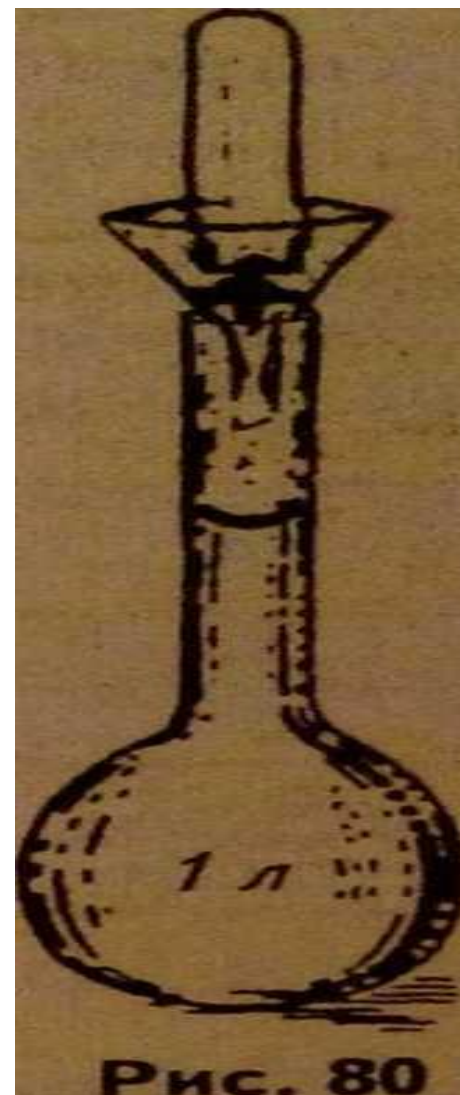
По результатам титрования устанавливают нормальную концентрацию рабочего раствора, поправочный коэффициент и титр.

Затем этот раствор можно использовать для работы.



Приготовление растворов из фиксаналов

Фиксанал —
стеклянная ампула,
содержащая строго
отмеренное
количество вещества.



РАСЧЕТЫ ПРИ ТИТРОВАНИИ

1. Вычисление *точной N-ой концентрации*
2. *Поправочный коэффициент K*
3. *Вычисление титра*
4. *Вычисление массы определяемого вещества*

1. Вычисление *точной N-ой*
концентрации:

$$\frac{V1}{V2} = \frac{N2}{N1} \quad N2 = \frac{V1 * N1}{V2}$$

Нормальность подсчитывается до
4-го десятичного знака



Пример: определить N-ую концентрацию HCl, если на титрование пошло 10,0 мл раствора HCl пошло:

а) 10,25 мл б) 10,27 мл

в) 10,25 мл 0,1Н NaOH.

$V_{\text{ср}} = 10,26 \text{ мл}$



$$N_{\text{HCl}} = \frac{V(\text{NaOH}) * N(\text{NaOH})}{V(\text{HCl})} = \frac{10.26 * 0.1}{10} = 0.1026$$



2. Для вычисления точной N-ой концентрации часто применяют *поправочный коэффициент К*.

Это величина, на которую умножают предполагаемую N-ую концентрацию рабочего раствора, чтобы получить точную концентрацию раствора. ●

Например, предполагали, что концентрация титруемого раствора будет $0,1n$, а при титровании определена концентрация $= 0,0945n$

$$\rightarrow K = \frac{N}{N_0} = \frac{0.0945}{0.1} = 0.945$$

N -концентрация определенная экспериментально

N_0 - предполагаемая концентрация


Если рабочий раствор приготовлен из фиксанала, то $K=1$



3. Вычисление титра

Концентрацию рабочего раствора часто выражают в виде титра по определенному веществу.

Титр - это количество g определяемого вещества, соответствует 1 мл рабочего раствора.



Для расчетов применяется формула:

$$T_{x/y} = \frac{N_{x*Э} y}{1000}$$

где: x-рабочий
раствор,
y-определяемое в-во



Например, дан рабочий раствор
 AgNO_3 с $N=0.1020n$ $\text{Э}_{\text{Cl}}=35.45$
Следовательно, титр AgNO_3 по Cl
равен

$$T_{\text{AgNO}_3/\text{Cl}} = \frac{0.1020 * 35.45}{1000} = 0.003616 \text{ г/мл}$$

Столько г Cl соответствует 1мл
 AgNO_3



4. Вычисление *массы* *определяемого вещества*

где: P_y - масса определяемого вещества

V_x – объем определяемого вещества

$T_{x/y}$ – титр

$$P_y = V_x * T_{x/y}$$



Например, какое количество Cl
содержалось в титруемом
хлориде, если на титрование
пошло 8,2 мл AgNO_3 ?

$$P_{\text{Cl}} = 8,2 * 0,0036 = 0,02965 \text{ г.}$$



