

**ИЗУЧЕНИЕ ОСНОВНЫХ
ПРИНЦИПОВ И МЕТОДОВ
КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА**

1. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА.

Задача количественного анализа - определение количественного содержания отдельных составных частей в исследуемом веществе.

Методы количественного анализа:

- 1.химические;
- 2.физико-химические;
- 3.физические.

Химические методы количественного анализа:

- *Гравиметрический анализ* – основан на определении массы вещества, выделенного в чистом виде или в виде соединения известного состава.
- *Титриметрический анализ* – основан на точном измерении объёма реактива, затраченного на реакцию с определяемым компонентом.
- *Газовый анализ.*

Физико-химические методы количественного анализа:

- *Фотометрический анализ* – методы фотометрии основаны на измерении поглощения, пропускания и рассеивания света определяемым раствором.
- *Электрохимический анализ* – методы основаны на определении различных электрических характеристик растворов: ЭДС, электропроводность, сила тока и т.п.
- *Хроматографический анализ* – основан на использовании явления избирательной адсорбции растворённых веществ (или ионов) различными твёрдыми веществами (адсорбентами).

Физические методы количественного анализа:

- спектральный анализ;
- люминесцентный анализ и др.

В количественном анализе различают:

- макрометоды;
- микрометоды;
- полумикрометоды.

2. ВЕСОВОЙ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА. ВАЖНЕЙШИЕ ОПЕРАЦИИ.

Гравиметрический анализ – метод количественного химического анализа, при котором о количестве элемента (вещества) в исследуемой пробе судят по массе вещества, полученного в результате анализа.

Задача гравиметрического анализа - определение содержания в анализируемых образцах летучих веществ и влаги, зольности органических материалов и количественный анализ некоторых веществ.

Основная операция гравиметрического анализа - осаждение определяемого вещества. Взвешивание при гравиметрическом методе анализа производят сначала на ручных весах или весах Мора, затем на аналитических весах.

Операции гравиметрического анализа при определении отдельных элементов:

1. расчет навески и взятие пробы для взвешивания;
2. растворение навески анализируемой пробы;
3. осаждение определяемого вещества;
4. фильтрование на беззольных фильтрах;
5. промывание осадка и проверка на полноту осаждения;
6. высушивание и прокаливание во взвешенном тигле;
7. охлаждение в эксикаторе;
8. взвешивание на аналитических весах;
9. расчёты.

Операции при определении влаги:

1. взятие навески (на ручных весах);
2. взвешивание пустого тигля на аналитических весах;
3. уточнение навески (взвешивание тигля с навеской);
4. просушивание при $t=110-125^{\circ}\text{C}$, 45-60 минут;
5. охлаждение в эксикаторе;
6. взвешивание (несколько раз) - различие не более 0,0005г;
7. расчёты.

Посуда, оборудование гравиметрического анализа:

стеклянные бюксы

фарфоровые тигли

тонкостенные химические стаканы и колбы

воронки

стеклянные палочки

промывалки

эксикаторы

электрические сушильные шкафы (20-300⁰С)

электрические муфельные печи (800-1200⁰С)

ручные весы

аналитические весы

Титриметрический (объёмный) анализ

Титриметрический анализ основан на точном измерении объёма реактива, затраченного на реакцию с определяемым компонентом. Реактив берётся в виде раствора определённой концентрации – титрованный раствор.

Титриметрический анализ даёт менее точные результаты, чем гравиметрический, но важным его преимуществом является большая скорость выполнения анализа.

В зависимости от типа реакции, протекающих в процессе титрования, титриметрический анализ делят на три группы:

- методы кислотно-основного титрования;
- методы оксидиметрии;
- методы осаждения и комплексообразования.

Методы фотометрии

Эти методы основаны на измерении поглощения, пропускания и рассеивания света определяемым раствором. Для большинства фотометрических методов используют так называемые цветные реакции, т.е. химические реакции, сопровождающиеся изменением окраски раствора.

Метод, основанный на определении содержания вещества по интенсивности окраски, называют *колориметрией*.

Нефелометрия – метод, основанный на определении содержания вещества по интенсивности помутнения.

Электрохимические методы

К этим методам относятся электрогравиметрический анализ, кондуктометрия, потенциометрия, полярография.

Электрогравиметрический метод применяется для определения металлов. Определяемый элемент осаждают путём электролиза на электроде, масса которого известна.

Кондуктометрия и потенциометрия относятся к методам электротитриметрии. Окончание реакции при титровании устанавливают путём измерения электропроводности раствора, или потенциала электрода, погружённого в исследуемый раствор.

Потенциометрический метод применяется также для определения рН раствора. Определение основано на измерении ЭДС, которая зависит от концентрации ионов водорода.

В полярографическом методе о количестве определяемого иона судят по характеру вольтамперной кривой (полярограмме), получаемой при электролизе исследуемого раствора с капельным ртутным катодом в особом приборе – полярографе.

Этот метод отличается высокой чувствительностью. Применяя полярографический метод, можно в одном и том же растворе качественно и количественно определять различные элементы, не прибегая к химическому разделению.