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 ана*лиз – основан на определении массы вещества, выделенного в чистом виде или в виде соединения известного состава.

- *Титриметрический ана*лиз – 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^{0}С, 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 (20-300^{0}C)

электрические муфельные печи (800-1200^{0}C)

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 комплексонообразования.

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 pH 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.