**Титриметрический (объёмный) анализ**

**План**

1. Сущность и особенности титриметрического анализа
2. Методы титриметрического анализа
3. Выражение концентраций растворов в титриметрическом анализе
4. Приготовление исходных и рабочих титрованных растворов
5. Вычисления в титриметрическом анализе

1

Титриметрический анализ имеет ряд преимуществ перед гравиметрическим методом:

1. Скорость выполнения определений
2. Определенная простота (несложность) операций
3. Достаточная точность получаемых результатов

Указанные положения ставят титриметрические методы анализа на одно из первых мест в лабораторной практике. В этом анализе взвешивание заменяется измерением объёмов как определяемого вещества, так и реагента, который применяется при данном определении. Процесс прибавления раствора с известной концентрацией к раствору вещества неизвестной концентрации называют титрованием. Реакции титриметрических определений должны удовлетворять следующим требованиям:

1. Момент окончания реакции (точка эквивалентности) должен четко и хорошо определяться. Точка эквивалентности может фиксироваться или по изменению окраски титруемого раствора, или по изменению физико-химических показателей его (электропроводность, окислительно-восстановительный потенциал и др.)
2. Постоянная равновесия проводимой титриметрической реакции должна быть достаточно велика, чтобы имелась возможность точно фиксировать точку эквивалентности. При реакциях имеющих небольшую скорость, весьма трудно, а часто даже невозможно определять конец титрования, вследствие чего раствор будет перетитрован.
3. При титровании не должны иметь место побочные реакции
4. Вещества, мешающие определению точки эквивалентности и протеканию основной реакции, должны отсутствовать.

2

Разделяют 4 группы методов титриметрического анализа

1. Методы кислотно-основного титрования (нейтрализации)

В основу этих методов положены следующие реакции

H+ + OH- → H2O

H3O+ + OH- → 2H2O

При использовании методов кислотно-основного титровании точка эквивалентности определяется при помощи индикаторов, которые меняют свою окраску в зависимости от реакции среды (величины рН). Этим методом определяют концентрации кислот, щелочей и солей

2. Методы окисления-восстановления (редоксиметрия)

Данная группа методов основана на окислительно-восстановительных реакциях, которые протекают между рабочим раствором и определяемым веществом. К этой группе относятся:

* Перманганатометрия – рабочий раствор KMnO4 – окислитель, при помощи которого определяют Fe2+, NO2-, CNS- и д.
* Йодометрия, где в качестве окислителя используют I2, а в виде восстановителя I- . Этим способом определяют KMnO4, MnO2, Cl2, Na2SO3, и др.
* Хроматометрия – в виде окислителя применяют рабочий раствор дихромата калия K2Cr2O7
* Броматометрия – используют в качестве рабочего раствора окислитель – бромат калия KBrO3
* Ванадатометрия – рабочим раствором служит раствор ванадата аммония NH4VO3
* Цериметрия – окислителем и рабочим раствором являются различные соединения церия – Ce(IV)

3. Методы осаждения – основаны на реакциях обмена, при которых определяемый элемент (ион) переходит в осадок. Точку эквивалентности устанавливают различными способами. В зависимости от того , какой реагент используют в качестве рабочего раствора, метод получает соответствующее название. Если используют раствор нитрата серебра AgNO3, то способ называют аргентометрией, если раствор роданида аммония NH4CNS – роданометрия, при применении раствора соли ртути (I) – меркуриметрией и т.д.

4. Методы комплексообразования – дают возможность определять целый ряд катионов и анионов, которые обладают способностью образовывать малодиссоциированные комплексные ионы. Особый интерес представляют комплексоны, широко используемые в количественном анализе – комплексон III ( Трилон Б)

Титрование можно проводить различными способами в зависимости от характера проводимых определений

* Способом прямого титрования, когда определяемый ион непосредственно титруют раствором реагента или наоборот
* Способом обратного титрования, при котором к анализируемому раствору приливают некоторый избыток реагента и этот избыток оттитровывают другим реагентом. Данный способ применяют в различных методах титриметрического анализа, в частности в роданометрии
* Способом замещения, который используют в тех случаях, когда определяемый ион не взаимодействует непосредственно с рабочим раствором, или же не дает реакции с индикатором. Н-р: метод определения окислителей йодометрией

При любом способе проведения титриметрических определений, всегда требуется рабочий титрованный раствор, точное измерение объемов растворов реагирующих веществ, четкое определение точки эквивалентности, правильное вычисление результатов анализа.3

Титром раствора называют количество граммов растворенного вещества, содержащееся в 1 мл.раствора. Н-р: ТHCl = 0,03604. Это означает , что каждый миллилитр этого раствора HCl содержит 0,03604 г. HCl

Способы выражения концентрации растворов различны. При проведении титриметрического анализа применяют главным образом растворы, концентрация которых выражена через нормальность.

**Нормальностью** называют число, которое показывает, сколько грамм эквивалентов растворенного вещества содержится в 1 л. раствора.

**Грамм-эквивалентом** какого либо вещества называют количество граммов его химически эквивалентно 0,5 моль или 1 г-ион водорода.

В окислительно-восстановительных реакциях грамм-эквивалент какого-либо вещества, будет равен молекулярной массе деленной на число электронов, принятых или отданных атомами или ионами.

Рабочими титрованными растворами (титрантами) называются растворы с точно известной концентрацией. Титрованные растворы могут быть приготовлены различными способами.

Если взять точную навеску нужного вещества, количественно перенести ее в мерную колбу, растворить и долить дистиллированной водой до метки, а затем закрыть пробкой и перемешать, то получим раствор требуемой концентрации, титр которого будет легко определяться по фомуле

Титрованные растворы, приготовленные таким способом, называют стандартными растворами, или растворами с приготовленным титром. Вещества, которые могут быть использованы для получения растворов с приготовленным титром, называют исходными (стандартными) веществами. Они должны быть химически чистыми, состав их должен строго соответствовать химической формуле, они должны быть устойчивы в растворе и при хранении в твердом состоянии, для повышения точности концентрации раствора величина их грамм-эквивалента должна быть по возможности наибольшей.

Приготовление титрованных растворов из исходных веществ проводят таким же образом. Навеску вещества, необходимую для получения определенного объема раствора нужной концентрации рассчитывают по формуле

Растворы, титр которых находят не по точной навеске, а путем титрования или раствора того, или иного исходного вещества, называют растворами с установленным титром. Титры рабочих растворов могут быть установлены косвенным путем. Н-р: раствор готовят пользуясь фиксаналами – стандартными растворами. Фиксаналы представляют собой строго определенное количество вещества, помещенного в запаянную ампулу, которое рассчитано для приготовления 1 л. 0,1н раствора. Так как ампула запаяна, то фиксанал может храниться продолжительное время.

По своему назначению титрованные растворы делят на рабочие и исходные.

С помощью рабочих растворов производят титриметрические определения, узнают количество определяемых веществ в растворах.

С помощью исходных растворов определяют титр и нормальность рабочих растворов.

Титрование при выполнении титриметрических определений производят двумя способами

1. Способом отдельных навесок, при этом берут 2-3 близких по величине навески анализируемого вещества. Каждую помещают в отдельную колбу для титрования, растворяют в произвольном количестве дистиллированной воды и полученные растворы титруют.
2. Способом пипетирования - навеску анализируемого вещества переносят в мерную колбу, растворяют в дистиллированной воде, доводят раствор до метки и тщательно перемешивают, закрыв колбу пробкой. Затем пипеткой берут определенную часть раствора и титруют её. Титрование проводят 3-4 раза. Способ пипетирования менее точен, но более удобен и экспресен.

5