

## Об'ємний метод аналізу

Титриметричний (об'ємний) метод аналізу значно відрізняється від вагового аналізу. У ваговому аналізі зважують на аналітичних терезах продукт реакції, а концентрація і кількість розчину введеного осаджувача має другорядне значення. В об'ємному аналізі вимірюють точний об'єм розчину реактиву відомої концентрації, який витрачено на взаємодію з розчином визначуваної речовини. За рівнянням хімічної реакції обчислюють кількість речовин.

Об'ємний аналіз на відміну від вагового має свої особливості:

- Якщо при ваговому визначає мій компонент переводять в осад, а за вагою осаду розраховують кількість його компоненту, то об'ємному аналізі вимірюють об'єми двох взаємодіючих розчинів і по відомій концентрації одного з них визначають невідому концентрацію іншого.
- Якщо при ваговому аналізі реактив додають в надлишку, то в об'ємному аналізі його додають в кількості точно еквівалентній визначає мій речовині.
- В ваговому аналізі головну роль відіграють терези і зважування на них, то в об'ємному аналізі точне вимірювання об'ємів.

Найважливішим завданням в об'ємному аналізі є приготування робочих розчинів і точне вимірювання об'єму цих розчинів. Розчин реактиву відомої концентрації називають робочим, або титрованим розчином (титрантом). Назва титрований розчин походить від терміна **титр** - (це одиниця вимірювання концентрації розчину, що показує масу розчиненої речовини в грамах, яка міститься в 1 мл розчину).

Процес додавання робочого (титрованого) розчину до розчину визначуваної речовини називається **титруванням**. Як правило титрують до того моменту, коли кількість реактиву, яка є в об'ємі робочого розчину, стане еквівалентною кількості визначуваної речовини. Цей момент титрування називають **точкою еквівалентності**. Правильне визначення точки еквівалентності має вирішальне значення для правильності результатів аналізу. Точку еквівалентності встановлюють за допомогою індикаторів.

В кількісному аналізі для вимірювання об'ємів розчинів використовують бюретки, піпетки, мірні колби, мірні циліндри.

Залежно від типу хімічної реакції, що лежить в основі визначення, існує така класифікація методів об'ємного аналізу:

1. Метод кислотно-основного титрування, або нейтралізації;
2. Методи осадження і комплексоутворення;
3. Методи окислення-відновлення(перманганатометрія, йодомертія).

Швидкість і універсальність методів об'ємного аналізу є причинами їх широкого застосування при аналізі різноманітних матеріалів. Існують, проте, деякі обмеження, що трохи звужують коло хімічних реакцій, які можна використати для об'ємно-аналітичних визначень. Хімічні реакції в об'ємному аналізі повинні відповідати певним вимогам, а саме:

1. Реакції повинні проходити стехіометрично, тобто згідно з рівнянням.
2. Робочий розчин реактиву повинен реагувати тільки з тією речовиною, яку ми визначаємо, тобто не повинно бути побічних реакцій.
3. Реакція між робочим розчином і розчином визначуваної речовини повинна проходити швидко.

Найважливіші умови для правильного проведення аналітичного визначення:

- Можливість точного вимірювання об'ємів;
- Наявність стандартних розчинів з відомою концентрацією;
- Можливість точного визначення точки еквівалентності, закінчення титрування.

В кількісному аналізі концентрацію розчинів виражають нормальністю  $N(N)$ , та титром  $T$ .

Нормальна концентрація виражається кількістю еквівалента речовини, розчинених в 1л розчину.(1н розчин значить в 1 л - 1г –еквівалент розчинової речовини) . Грам-еквівалент – це кількість речовини, виражене в грамах, яке в хімічних реакціях еквівалентно(равноціно) одному грам-іону, або грам-атома гідрогена (1,008г), або половині грам-атома оксигена (8,000г).

При реакціях повної нейтралізації грам-еквівалент кислоти визначається діленням молекулярної маси на основність кислоти:

$$E_{(H_2SO_4)} = M/2 = 98/2 = 49г$$

Грам-еквівалент основи при повній нейтралізації дорівнює його молекулярній масі поділеної на число гідроксильних груп:

Грам-еквівалент солі дорівнює її молекулярній масі поділеної на добуток числа атомів металу на їх валентність:

$$E_{(Al_2(SO_4)_3)} = M/2 \cdot 3 = 342,16/6 = 57,02\text{г}$$

Використання нормальних концентрацій зручно, так як відповідно закону еквівалентів, в хімічних реакціях речовини взаємодіють у кількостях, пропорційних їх еквівалентам, тобто розчини однакової нормальної концентрації реагують рівними об'ємами. Титр розчину – маса речовини, яка міститься в 1 мл розчину. При розрахунках часто використовують титр (Т) по визначальній речовині.

Наприклад. Титр хлоридної кислоти по соді.  $T_{HCl/Na_2CO_3}$

$$T_{HCl/Na_2CO_3} = N_{HCl} \cdot E_{Na_2CO_3} / 1000$$

Розчини з точно відомою концентрацією (титровані або стандартні) готуються так: на аналітичних терезах беруть наважку речовини і переносять її в мірну колбу, розчиняють у невеликому об'ємі води, потім об'єм розчину у колбі доводять до мітки дистильованою водою. Титр одержаного таким чином розчину можна обчислити за формулою:

$$T=Q/V$$

T- титр розчину, г/мл; Q- наважка речовини, г; V - об'єм колби, мл.

Якщо титр помножити на 1000, одержимо масу речовини в 1 л розчину, а якщо розділити одержане число на E, одержимо нормальну концентрацію розчину.

$$N = T \cdot 1000/E \quad \text{або} \quad N = Q \cdot 1000/V \cdot E \quad \text{або} \quad N = Q/E \cdot V$$

Таким чином, прямо з наважки приготувати точний розчин можна тільки для установчих розчинів, які відповідають таким вимогам:

1. Речовина повинна бути хімічно чистою;
2. Склад речовини повинен відповідати формулі;
3. Речовина не повинна взаємодіяти з киснем, діоксидом вуглецю, вологою повітря. До таких речовин відносяться:  $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$  (щавелева кислота),  $K_2Cr_2O_7$ ,  $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$  (бура).

При об'ємно – аналітичних визначеннях найчастіше приходиться обчислювати одну з трьох величин: об'єм стандартного розчину  $V$  (мл), концентрацію стандартного розчину  $N$  (н), та вміст визначальної речовини у розчинах (маси)  $Q$ (г). Дані величини зв'язані між собою, тому знаючи дві з них, завжди можна знайти третю. Масу речовини у розчині розраховують за формулою

$$Q = T \cdot V \quad \text{або} \quad Q = N \cdot E \cdot V / 1000$$

якщо титр виразити через нормальну концентрацію, еквівалент.

Відповідно закону еквівалентів на титрування 1 екв. будь-якої речовини буде витрачений 1 екв. другої речовини. Із цього витікає правило : об'єми двох різних розчинів(наприклад: кислоти та основи) реагують між собою в кількостях обернено пропорційно їх нормальностям.

$$V_{(к-ти)} / V_{(лугу)} = N_{(лугу)} / N_{(к-ти)} \quad \text{або} \quad V_k \cdot N_k = V_l \cdot N_l$$