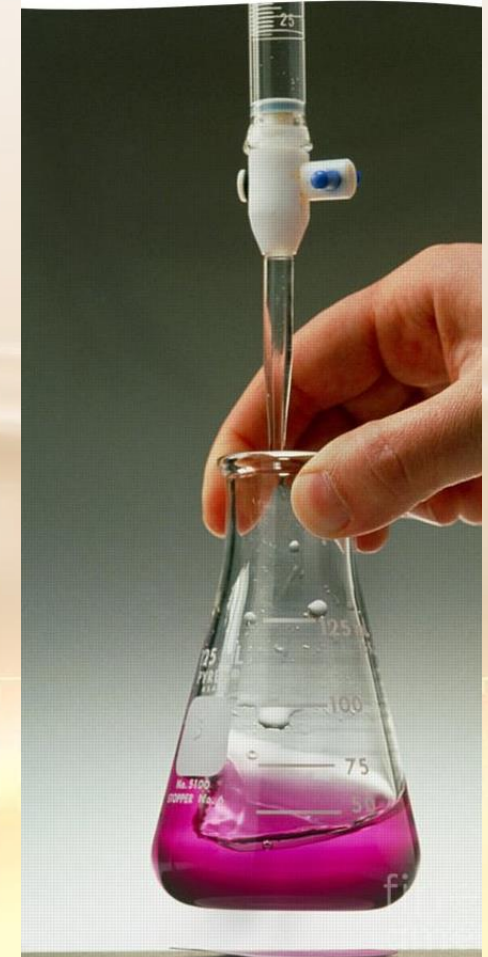


№ 5 Дәріс

*Титриметриялық талдаудың негіздері.
Стандартты ерітінділер.*



Химиялық талдау

Сапалық талдау – зерттелетін заттың қандай элементтерден, иондардан тұратынын анықтау

Сандық талдау – зерттелетін заттың құрамындағы компоненттердің мөлшерін, талданатын қоспаның құрам бөліктерінің мөлшерлік арақатынасын анықтау

Титриметриялық талдау әдісі

Гравиметриялық талдау әдісі

Сандық талдаудың химиялық әдістері құрам тұрақтылық, заттың массасының сақталу, эквиваленттер заңдарына негізделген.

Титриметриялық талдау

- Титриметриялық әдіс – анықтайтын затпен реакцияласуға жұмсалатын реагенттің мөлшерін дәл өлшеуге негізделген.
- Титриметрлік әдіс әрекеттесетін заттардың ерітінділерінің көлемдерін дәл өлшеуге негізделген. Сондықтан титриметрлік әдісті **көлемдік әдіс** деп атайды
- Әдістің анықтау қателігі – 0,1 – 0,05 %
- Әдістің сезімталдығы – 10^{-3} М немесе 0,10 %
- Талдау тез орындалады
- Орындалу жағдайы қарапайым



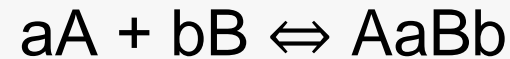


Титриметрия әдісінің сипаттамалары

- Аналитикалық химияда титр (Т) ерітіндінің концентрациясын белгілеудің бір жолы. **Титр** – 1 мл ерітіндідегі еріген заттың грамм не миллиграмм мөлшері.
- **Титрант (реагент) дегеніміз** – анықталатын затты титрлейтін, титрі анық (стандартты ерітінді) ерітінді.
- **Титрлеу деп** стандартты ерітіндіні анализдейтін ерітіндіге ептеп эквивалентті нүктеге жеткенше қосу процесін айтады.

Әдістің теориялық негіздері

- Титранттың әр үлесін жүйеге қосқан сайын мынандай теңдеумен бере аламыз:



A – талданатын зат; B – титрант.

Титриметриялық әдіс – **эквиваленттер заңына** бағынады.

$n_A = n_B$ - эквиваленттік нүкте

Мұндағы **n_A, n_B** - талданатын зат пен титранттың мөлшері

Титриметриялық анализде реакцияның аяқталу кезеңі эквиваленттік нүкте (э.н.) деп аталады.



Әдістің теориялық негіздері

- **Эквивалентті нүкте (э.н.)** - қосылған титрант мөлшері анықталатын зат мөлшеріне эквивалентті болған мезгілді, яғни реакцияның соңын айтады.
- Реакцияның аяқталғаны тәжірибеде индикатордың түсінің өзгеруіне, не ерітіндінің электрохимиялық не физикалық қасиетінің өзгеруіне сүйеніп табылса, оны **титрлеудің соңғы нүктесі (т.с.н.)** деп атайды.



Титриметриялық әдісте кез-келген химиялық реакциялар пайдалана берілмейді. Титриметрияда пайдаланылатын реакциялар белгілі шарттарға жауап берулері керек:

Реакция аяғына шейін жүруі керек. Анализдің нәтижесі дұрыс болу үшін титранттың эквивалентті мөлшері қосылғанда реакцияның толық жүру мәні 99,9%-тен кем болмау керек.

Реакция үлкен жылдамдықпен жүруі керек.

Ерітіндіде титрант тек анықтайтын затпен белгілі стехиометриялық қатынаста реакцияласуы қажет.


Реакцияның аяқталғанын, яғни эквивалентті нүктені анықтайтын мүмкіншілік болу керек.

Титриметриядағы пайдаланылатын концентрацияларды белгілеу түрлері

Титриметрлік талдауда жиі пайдаланатын концентрация түрлері: проценттік, мольдік концентрация, эквиваленттің мольдік концентрациясы және титр.

Проценттік концентрация не заттың массалық үлесі төмендегі қатынастан анықталады:

$$\omega(\text{ер.}) = \frac{m(\text{зат})}{m(\text{ер})} \cdot 100$$



Мольдік концентрация дегеніміз – жүйедегі еріген заттың мөлшерінің (ν) осы жүйенің көлеміне қатынасы:

$$C_M(A) = \frac{\nu(A)}{V}$$

$$\nu(A) = \frac{m(A)}{M(A)}$$

Сонда

$$C_M = \frac{m(A)}{M(A) \cdot V}$$

$$C_M = \frac{m(A) \cdot 1000}{M(A) \cdot V}$$

Эквиваленттің мольдік концентрациясы (нормальді концентрация) дегеніміз – жүйедегі еріген заттың эквивалент санының (n) осы жүйе көлеміне қатынасы:

$$C_n(A) = \frac{n}{V}$$

$$n(A) = \frac{m(A)}{f_{\text{экв}}(A) \cdot M(A)}$$

$$C_n = \frac{m(A)}{f_{\text{экв}} M(A) \cdot V}$$

$$C_n = \frac{m(A) \cdot 1000}{f_{\text{экв}} M(A) \cdot V}$$

Мольдік концентрация мен нормальді концентрация арасындағы байланыс:

$$C_M(A) = f_{\text{экв}}(A) \cdot C_n(A)$$

Жалпы түрде $m(A) = C_H \cdot f_{\text{ЭКВ}} \cdot M(A)$.

Ерітіндінің титрі, T – 1 мл ерітіндідегі еріген заттың грамм, не миллиграмм мөлшері.

Егер ерітіндінің молярлы, не нормальды концентрациялары белгілі болса бұл ерітіндінің титрін былай табуға болады:

$$T = \frac{m}{V} = \frac{C_M \cdot M}{1000}$$

$$T = \frac{C_H \cdot f_{\text{ЭКВ}} \cdot M(A)}{1000} = \frac{C_H \cdot M_{\text{Э}}(A)}{1000};$$

Титрлеу әдісінің негізгі теңдеуі

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$$

Анализ нәтижелерін өрнектеу

Өлшеудің нәтижесі	дұрыс	Дұрыс емес
Аналитикалық таразыда өлшенген заттың массасы	7,2430 г	7,243 г
0,1 мл градуирленген бюретка бойынша титранттың өлшенген көлемі	11,26 мл	11,2 мл 11,265 мл
Анализдің нәтижесі	51,45%	51,453%
Ерітіндінің концентрациясы	0,1070 моль/л	0,107 моль/л
Титр	0,003901 г/мл	0,00390122 г/мл 0,00390 г/мл



Титриметриялық талдау әдістерінің жіктелуі

Титриметриялық анализ әдістерін анализде пайдаланылатын химиялық реакциялардың түріне қарай бөледі:

- *қышқыл-негіздік титрлеу (протолитометрия);*
- *тотығу-тотықсыздану титрлеуі (редоксиметрия);*
- *комплексометриялық титрлеу (комплексометрия);*
- *тұнба алып титрлеу (седиметрия).*

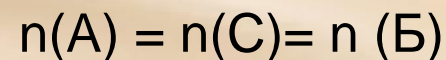
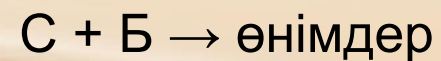
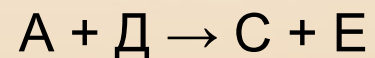
Титрлеудің тәсілі бойынша титрлеу тура, кері және жанама (немесе орын басатын) деп бөлінеді:

- **Тікелей титрлеу әдісі** – анықтайтын зат концентрациясы белгілі ерітіндімен титрленеді; $n(A)=n(B)$;



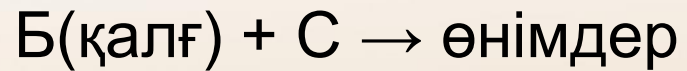
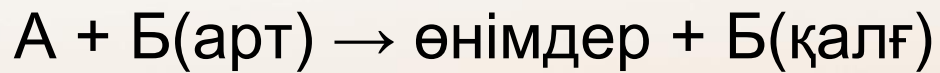
- **Жанама немесе орын басу титрлеу** барасында зерттелетін ерітіндіге қосалқы реагент қосады, нәтижесінде анықталатын компонентке эквиваленттік мөлшердегі түзілген жана қосылысты стандартты титрантпен титрлейді:

Жанама (ауыстыру) титрлеу – Концентрациясы анықталуға тиісті А заты Д затымен әрекеттесіп, С және Е өнімдерін түзеді. Түзілген С немесе Е өнімін концентрациясы белгілі стандартты Б затының ерітіндісімен титрлейді:





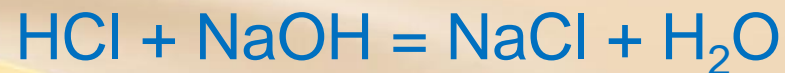
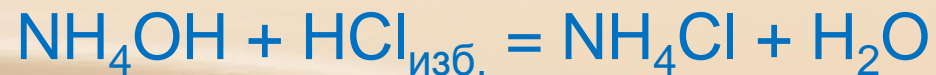
Кері титрлеу барысында екі титрант қолданады. Мұндай жағдайда зерттелетін ерітіндіге эквиваленттік мөлшерімен әрекеттесетін нақты өлшенген қосалқы титранттың артық мөлшерін қосады. Реакция аяқталған соң заттың артық мөлшерін екінші титранттың ерітіндісімен титрлейді.



$$n(A) = n(B) - n(C)$$



Мысалы, аммиак ерітіндісін кері қышқылдық-негіздік титрлеу:



Қышқылдық-негіздік титрлеу әдісі

Бұл әдіс сутек немесе гидроксоний ионының гидроксил топпен реакциясына негізделген:

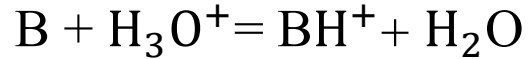


Бұл әдіспен:

- ✓ Күшті қышқылдар мен негіздердің;
- ✓ Әлсіз қышқылдар мен негіздердің;
- ✓ Суда гидролизденетін тұздардың;
- ✓ Органикалық қосылыстардың концентрацияларын;
- ✓ Олардың қоспасындағы тұздардың қышқылдар мен негіздердің концентрациясын анықтай аламыз.

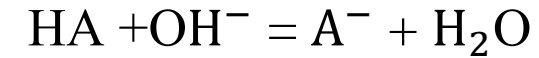
Қышқылдық-негіздік титрлеу

Ацидиметрия



Титрант қышқыл (HCl, H₂SO₄ т.б.)

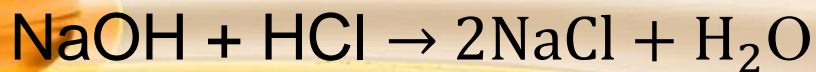
Алкалиметрия



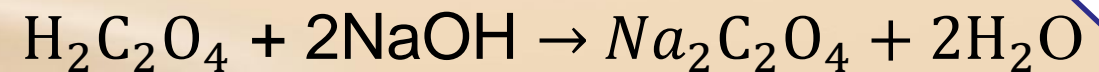
Титрант негіз (NaOH, KOH т.б.)

Қышқылдық-негіздік титрлеудегі біріншілік стандартты ерітінділер

Қышқыл ерітінділерін стандарттау үшін



Сілті ерітінділерін стандарттау үшін



Қышқылдық-негіздік титрлеудің мәні

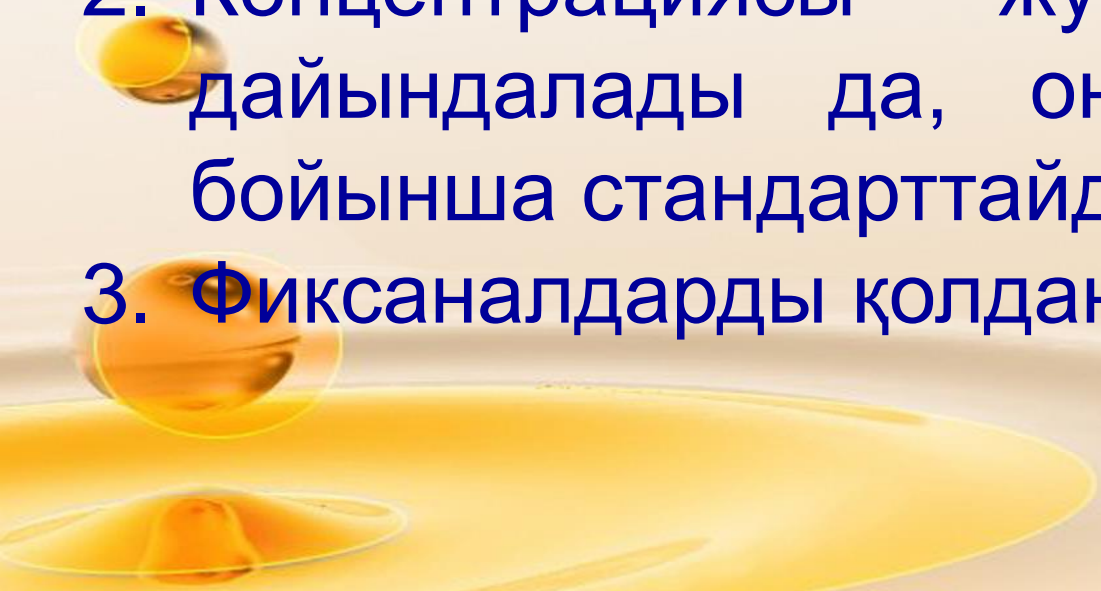
- Протолиттік реакциялар титрлеу әдісінде қолданылатын реакцияларға жатады;
- Реакция жылдам, белгілі стехиометриялық қатынаста жүреді;
- Қышқылды не негізді титрлегенде K_a және K_b мәніне байланысты реакция аяғына дейін жүретін жағдайды жеңіл жасауға болады;
- Эквиваленттік нүктені анықтауға жиі қышқылды-негіздік индикаторлар пайдаланылады, сонымен қатар кейбір физика-химиялық әдістерді де пайдалануға болады – потенциометрия, кондуктометрия, амперометрия, фотометрия т.б



Стандартты ерітінділер

Ерітіндіні *стандарттау* – бұл оның дәл концентрациясын анықтау (қателігі $\leq \pm 0,1\%$).

Стандартты ерітінділерді даярлау тәсілдері:

1. Алғашқы заттың дәл өлшенген массасы бойынша ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, NaCl , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, KBrO_3 , $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, т.б.).
 2. Концентрациясы жуық мәнімен белгілі ерітінді дайындалады да, оны белгілі стандартты ерітіндіні бойынша стандарттайды.
 3. Фиксаналдарды қолдана арқылы.
- 



Бірінші ретті стандарттарға қойылатын талаптар:

1. Зат химиялық таза болуы керек.

2. Заттың құрамы белгілі химиялық формулаға сәйкес болуы керек.

3. Заттың құрамы ауада тұрақты болуы керек.

4. Өлшеу қатесінің мәнін азайту үшін заттың молекулалық массасы үлкен болғаны қажет

Ұсынылатын әдебиеттер:

1. 1 Бадавамова Г.Л., Минажева Г.С. Аналитикалық химия. Оқулық. Алматы, Экономика. 2011.- 474 б.
2. 2 Исмаилова А.Г., Злобина Е.В., Долгова Н.Д. Аналитикалық химия пәні бойынша зертханалық жұмыстардың әдістемелік нұсқаулары және тапсырмалары. Алматы: Қазақ университеті, 2012. - 102б.
3. 3 Мендалиева Д.К. Аналитикалық химиядан есептер мен жаттығулар жинағы. Алматы, 2003, 217 б.
4. 4 Аргимбаева А.М. Талдаудың физика-химиялық әдістері. Алматы: Қазақ университеті, 2018. – 208б
5. 5 Исмаилова А.Г. Қоршаған орта объектілерін талдаудағы химиялық және аспаптық әдістер. Алматы: Қазақ университеті, 2018. - 156б
6. 6 Под редакцией академика Ю. А. Золотова. Основы аналитической химии. М.: Академия. 2014. - 400б