**Дәріс №8**

Амперметрлік титрлеу

Дәрістің жоспары:

1. Амперметрлік титрлеу.

2. Амперметрлік титрлеу шарттары.

1. Әдіс тікелей вольтметрияға қарағанда әмбебап, өйткені талданатын заттың электроактивті болуы міндетті емес. Маңыздысы - реакцияның екі қатысушысының кем дегенде біреуінің немесе олардың өзара әрекеттесу өнімінің электродында тотығу немесе тотықсыздандыру қажеттілігі. Титрант немесе реакция өнімі электроактивті болуы мүмкін.

Титрлеу процесінде реагенттің жеке бөліктерін қосқаннан кейін ток күші шекті токтың мәніне сәйкес келетін кернеуде өлшенеді. Амперометриялық титрлеудің қисықтары ток күші координатасында тұрғызылады – титрант көлемі және графикалық түрде эквиваленттік нүктені табыңыз. Қисық екі қимадан тұрады, олардың қиылысуы эквиваленттік нүктеге сәйкес келеді (27-сурет).

Амперометриялық титрлеу қисығының пішіні қандай реакция компоненті электрод реакциясына түсетініне байланысты. Сондықтан қисықтардың түрлері әртүрлі (8.1-сурет).

 

 Сурет 8.1 Амперометриялық титрлеу қисықтары:

а - электроактивті анықталған зат; b – электроактивті титрант; (c) талданатын зат пен титрант электроактивті; d - бір зат электродта тотықсызданады, ал екіншісі тотықтырады; e – реакция өнімі электроактивті; e - полярографиялық көрсеткіш қолданылады.

Титрлеу реакциясында электрохимиялық белсенді компонент болмаған жағдайда амперометриялық титрлеу үшін полярографиялық индикаторлар қолданылады. полярографиялық

(немесе амперометриялық) көрсеткіш білдіреді электрохимиялық тотықтыратын немесе тотықсыздандырылатын зат, бірақ ол талданатын затқа қарағанда әлдеқайда әлсіз титрантпен әрекеттеседі. Бұл полярографиялық көрсеткіштің концентрациясы, демек, диффузиялық ток күші эквиваленттік нүктеден кейін ғана төмендей бастайтынына әкеледі (28-сурет).

 Условия выполнения анализа

1. Титрлеу деполяризатордың шекті диффузиялық токына сәйкес келетін тұрақты потенциалда жүргізіледі (E=const).

2. Ерітіндіге табиғаты мен концентрациясы алдын ала таңдалған фондық электролит қосылады.

3. Аналитикалық сигналды тіркеу үшін екі электродтар жүйесі қажет – жұмысшы (индикатор, поляризацияланатын) микроэлектрод және эталондық электрод (поляризацияланбайтын).

4. Ерітіндіні араластыру жылдамдығы тұрақты болуы керек.

Амперометриялық титрлеуге арналған қондырғының диаграммасы сурет. 8.2- көрсетілген.

 

 Сурет 8.2 Екі индикаторлық электродтармен амперометриялық

 титрлеуге арналған қондырғының схемасы: 1 - платина электродтары;

 2 – титрлеуге арналған стақан; 3 - араластырғыш; 4 - бюретка; 5 - гальванометр.

Шектеулі диффузиялық ток зерттелетін зат, титрант және олардың реакция өнімі ерітіндісі арқылы өтетін индикатор электродқа кернеу беріледі. Оның мәні электроактивті заттың концентрациясына пропорционал болғандықтан, титрлеу кезінде концентрация өзгерген сайын шекті диффузиялық токтың мәні де өзгереді.

Ток күшінің жұмсалған титрант көлеміне тәуелділігінің графигін құрастырыңыз. Титрлеу қисығының екі тармағының қиылысуы соңғы нүктеге сәйкес келеді (8.2-сурет).