**15-ші зертханалық жұмыс**

**Мырышты амперометриялық эдіспен анықтау**

Амперометриялық титрлеу тәсілі титриметрлік тәсілдерге жатады, бұл тәсілде титрлеудің соңғы нүктесін анықтау үшін платина электродында байқалатын диффузиялық ток құбылысы пайдаланылады. Амперометриялық титрлеуді полярографиялық талдау тәсілінің бір түрі деп қарастыруға болады. Амперометриялық тәсіл де электрохимиялық реакцияға қатысатын заттың концентрациясы мен шекті диффузиялық ток күшінің тәуелдігіне негізделген.

Амперометриялық титрлеуді орындау үшін электродта шекті диффузиялық ток күшіне сәйкес кернеуді вольтметр арқылы беру қажет.

Титрант анықталатын затпен әрекеттесіп, оның ерітіндегі концентрациясын төмендету тиісті. Көбіне ол үшін тұнбаға түсіру, тотығу-тотықсыздану реакцияларын пайдаланады, кейбір жағдайда комплекс түзу реакциясы пайдалануы мүмкін болады.

Амперометриялық титрлеудің полярографиялық тәсілге қарағанда ерекшелігі – полярографиялық тәсілде анықталатын қосылыс электродта өзі тотығу немесе тотықсыздануы тиісті, ал амперометриялық титрлеуде иә титрант, иә анықталатын зат электроактивті болса жеткілікті.

Егер зерттелетін ерітіндіде электродтық реакцияға қатысатын қосылыс бар болса, онда (қажетті кернеу мәнінде) титрлеуге дейін оған сәйкес белгілі диффузиялық ток күші байқалады. Титрлеу барысында реакция нәтижесінде диффузиялық ток шамасы төмендей бастайды. Ал егерде анықталатын компонент электрохимиялық реакцияға қатыспайтын болса, онда тотығатын немесе тотықсызданатын титрант таңдау қажет. Бұл жағдайда титрлеу қисығының түрі басқаша болады: ток күші эквивалент нүктеден кейін жоғарлайды. Амперометрлік титрлеу тәсілінде титрлеу қисықтарының басқа да түрлері болады. Графиктен сызықтардың қиылысқан нүктесі эквивалентті нүктедегі титранттың көлеміне сәйкес болады.

Жұмысты орындау.

Алдын ала қажетті ерітінділерді даярлау қажет.

Микробюреткаға даярланған 0,050 моль/л K4[Fe(CN)6] ерітіндісін құяды. Көлемі 50 мл стаканға пипеткамен мырыш сульфаты 0.5 мг мырышы бар ерітіндісіні және 10 мл ацетатты буфер ерітіндісі қосылады ( электродтар батырылып тұрулары қажет).Зерттелетін ерітіндіні тұз көпіршемен салыстырмалы электродпен қосады. Қондырғыны қосып, вольтметрде +0,8 В орнатады да, магнитті араластырғышты қосады. Титрлеуді орындап, гальванометрдегі ток күшінің мәнін жазып отыру қажет. Алынған мәліметтер кестеге жазылып, ток күші-титрант көлемі координатасында график тұрғызылады. График бойынша титранттың эквивалентті нүкдеде жұмсалған көлемін анықтап, ерітіндідегі мырыштың мөлшері есептеледі:



