

Методы контроля и анализа веществ

Рейтинговый контроль

Вид занятий	Распределение баллов	
	6 семестр	
	min	max
Лабораторные работы	24	40
ОргСРС (семестровые работы №1 и №2 в виде теоретического коллоквиума на ЭВМ)	17	20
Зачет	20	40
Итого	61	100

Рекомендуемая литература:

1. Крешков А.П. Основы аналитической химии. Т.2-М., Химия, 1976г.
2. Пилиненко А.Т., Пятницкий И.В. Аналитическая химия. т.1и т.2. М., Химия, 1990г.
3. Ляликов Ю.С. Физико-химические методы анализа, М., Химия, 1974г.

Методы и задачи аналитического контроля

Классификация методов анализа в зависимости от количества анализируемого вещества

Метод	Количество вещества	
	г	мл
Макро-	$10^{-1} - 1$	$1 - 10$
Полумикро-	$10^{-2} - 10^{-1}$	$10^{-1} - 1$
Микро-	$10^{-3} - 10^{-2}$	$10^{-2} - 10^{-1}$
Ультрамикро-	$10^{-9} - 10^{-3}$	$10^{-4} - 10^{-2}$
Субмикро-	$10^{-12} - 10^{-9}$	$10^{-6} - 10^{-4}$

Выбор метода анализа

1. Аналитические свойства определяемого вещества
2. Природа анализируемого объекта
3. Имеющееся оборудование
4. Требуемая продолжительность синтеза
5. Необходимая точность и чувствительность определения

Методы подготовки пробы к анализу

Отбор средней пробы

Средняя проба – это небольшое, взятое из общей массы количество вещества, средней состав которого идентичен среднему составу анализируемого объекта.

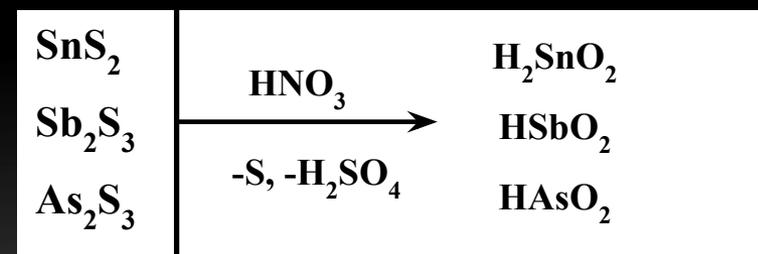
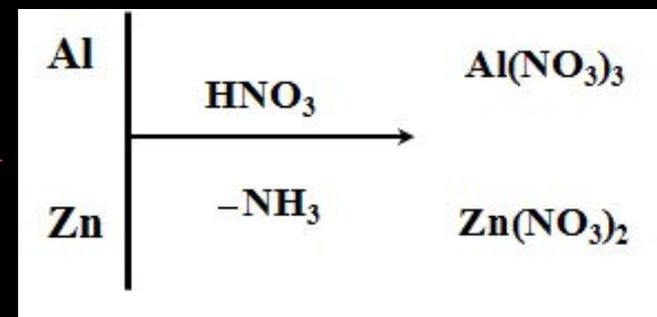
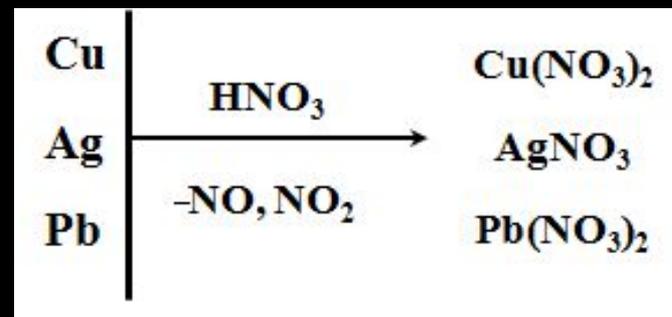
Методы переведения пробы в раствор

Растворение галогенводородными кислотами

CaCO ₃ (кальцит) BaCO ₃ (витерит) SrCO ₃ (стронционит)	→	Растворяются в разбавленной HCl при комнатной температуре
Fe ₂ O ₃ (гематит) Fe ₂ O ₃ · n H ₂ O (лимонит) и другие	→	Растворяется в HCl с добавлением восстановителей типа Sn (II)
MnO ₂ (пирролюзит) Mn ₃ O ₄ (гаусманит)	→	Растворяются в HCl с добавлением H ₂ O ₂ как восстановителя
Bi ₂ S ₃ ZnS CuS	→	Растворяются в HCl в присутствии сильных окислителей (NaClO ₂ и NaClO ₃) при этом образуются растворимые сульфаты

Для растворения минералов, содержащих графит, кварц и другие силикаты используют смесь HCl с HNO₃ и HF

Растворение
кислородсодержа-
щими кислотами
(Азотная кислота)
 HNO_3



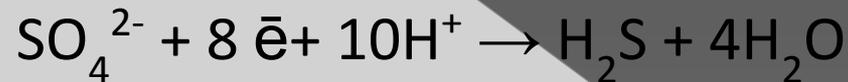
Царская водка: $\text{HCl} + \text{HNO}_3 = 3:1$



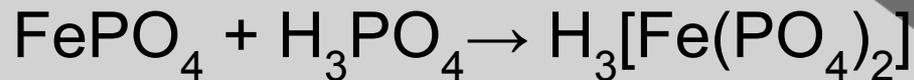
Растворение кислородсодержащими кислотами

Серная кислота (H_2SO_4)

В концентрированном состоянии – окислитель.
В процессе окисления H_2SO_4 восстанавливается до H_2SO_3 , H_2S , S , SO , SO_2 :



Фосфорная кислота (H_3PO_4)



H_3PO_4 разлагает руды, содержащие Cr, Ti, Nb, Ta

$\text{H}_3\text{PO}_4 + \text{HNO}_3$ - анализ марганцевых руд
(H_2O_2)

Растворение металлов

Растворитель	Металл
HCl	Al, Be, Fe, Co, Mg, Mn, Sn, Cr, Zn, Pb (горяч. конц)
H₃PO₄	Be, Fe, Cd, Co, Mg, Mn, Cu, Mo, As, Ni, Pb, Zn
H₂SO₄	Be, Fe, Co, Mg, Mn (горяч. конц), Cu (горяч. конц), As (горяч. конц) Sn (горяч. конц), Sb (горяч. конц), Ni, Cr, Zn
HCl + HNO₃	W, As, Sn, Sb
щелочи	Al, Be, Zn

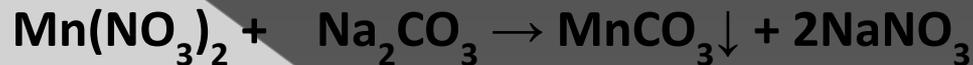
Растворение сплавов

Основа	Сопутствующие элементы	Растворитель
Fe	Mn, Cr, V, Ni, Co, Mo, Cu, W, Al, Ti, Zn, Nb, C, P, Si, S	HCl, HNO ₃ , H ₂ SO ₄ (разб.),
Cu	Sn, Sb, Zn, Pb, Al, Cd, Mn, Fe, Ni, Be, C, P	HNO ₃ (1:2)
Pb, Sn	Cu, Fe, Cd, Zn, Ca, Na, As, Sb	HNO ₃ (1:3)
Al, Mg	Zn, Cu, Mn, Ni, Fe, Si, Ca, Sn, Cd	20% NaOH, HCl (1:1), H ₂ SO ₄

Методы разделения и концентрирования

Осаждение как химический метод разделения.

Осаждение считается полным, когда в растворе остается менее 0,1% определяемого вещества.



Устанавливается равновесие:



$$[\text{Mn}^{2+}] = [\text{CO}_3^{2-}]$$

$$\text{ПР}_{\text{MnCO}_3} [\text{Mn}^{2+}] \cdot [\text{CO}_3^{2-}] = 1,8 \cdot 10^{-11}$$

Влияние на эффективность осаждения pH – среды

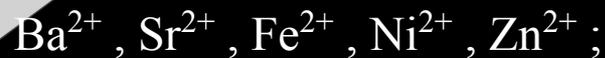
При pH > 12, 4 из 0,01M раствора полностью осаждаются $\text{Mg}(\text{OH})_2$

При pH ≥ 3, 5 из 0,01M раствора полностью осаждаются $\text{Fe}(\text{OH})_3$

При pH ≥ 8, 4 из 0,01M раствора полностью осаждаются $\text{Zn}(\text{OH})_2$

Соосаждение

1. Адсорбционное – соосаждение возникает за счет сил адсорбции на поверхности осадка, создаваемых вследствие возникающего силового поля при электростатическом взаимодействии неуравновешенных поверхностных частиц.
2. Окклюзия – это захват примесей всей массой образующегося осадка, не только поверхностью.
3. Изоморфизм (сокристаллизация) – образование общей с примесями кристаллической решетки для ионов близких по природе или размеру.



4. Химическое соосаждение



При избытке PbCl_2 :



Другие способы разделения МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ СИСТЕМ

1. Отгонка
2. Термообработка с образованием газообразных продуктов $\text{CaCO}_3 + 2\text{H}^+ \rightarrow \text{CO}_2\uparrow + \text{Ca}^{2+} + \text{H}_2\text{O}$
(CO_2 поглощается щелочью)
3. Экстракция - метод избирательного извлечения целевых компонентов из смеси жидких или твердых веществ жидкостью, имеющую границу раздела фаз с анализируемой системой
4. Ионообменная хроматография – метод основанный на обмене ионов между неподвижной фазой (сорбентом) и ионами находящимися в подвижной фазе (анализируемое)

Гравиметрический (весовой) метод анализа

Наиболее распространенные методы весового анализа основаны на выделении определяемого компонента в виде осадка, т.е. труднорастворимого соединения.

Некоторые виды соединений переменного состава:



Произведение растворимости



$$K = \frac{[\text{Ba}^{2+}] \cdot [\text{SO}_4^{2-}]}{\text{Ba}_2\text{SO}_4}$$

$[\text{BaSO}_4]$ – const, по физическому смыслу это плотность вещества.

$$\text{ПР}_{\text{BaSO}_4} = [\text{Ba}^{2+}] \cdot [\text{SO}_4^{2-}] = 1,1 \cdot 10^{-10}$$



$$\text{ПР}_{\text{CaF}_2} = [\text{Ca}^{2+}] \cdot [\text{F}^-]^2$$

Растворимость осадков в присутствии избытка (осадителя) общих ионов

13

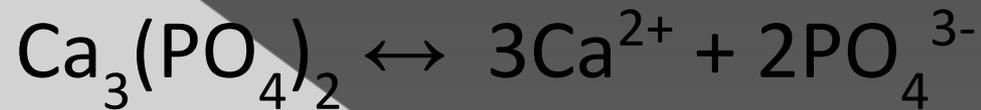
1. Избыток осадителя может вызвать осаждение не только целевого иона, но и других:



2. Большой избыток осадителя иногда повышает растворимость осадка вследствие образования комплексных соединений:



Вычисление растворимости осадков, исходя из величины ПР



$$\text{ПР}_{\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2} = [\text{Ca}^{2+}]^3 \cdot [\text{PO}_4^{3-}]^2$$

$$\frac{[\text{Ca}^{2+}]}{[\text{PO}_4^{3-}]} = \frac{3}{2}$$

$$\frac{2}{3} [\text{Ca}^{2+}] = [\text{PO}_4^{3-}]$$

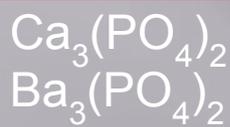
$$\text{ПР}_{\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2} = [\text{Ca}^{2+}]^3 \cdot \left(\frac{2}{3} [\text{Ca}^{2+}]\right)^2$$

$$\text{ПР}_{\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2} = \frac{4}{9} [\text{Ca}^{2+}]^5$$

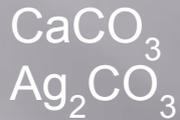
$$[\text{Ca}^{2+}] = \sqrt[5]{\frac{9}{4} \text{ПР}_{\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2}}$$

Растворимость осадков в кислотах

Соли слабых кислот:

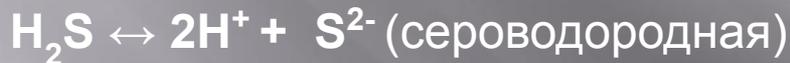


сульфиды



оксалаты

Слабые кислоты:

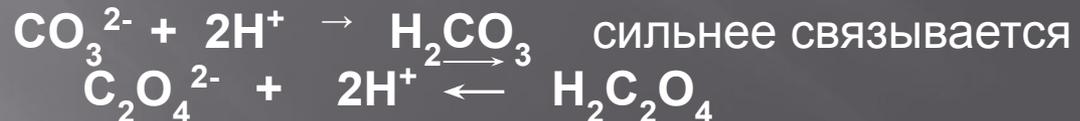


Сравнение растворимости BaCO_3 и BaC_2O_4 в кислой среде

$$\text{ПР}_{\text{BaCO}_3} = 4 \cdot 10^{-10}$$

$$\text{ПР}_{\text{BaC}_2\text{O}_4} = 1,1 \cdot 10^{-7}$$

В присутствии уксусной кислоты (т.е. H^+)



т.е. осадок BaCO_3 будет растворяться в уксусной кислоте легко в отличие от BaC_2O_4

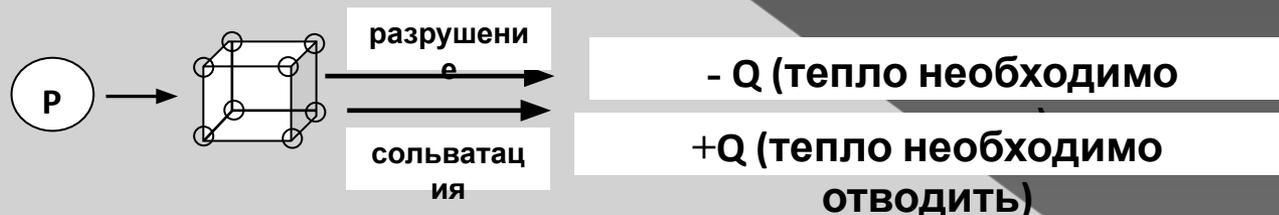


Зависимость растворимости осадков от состава смесей водных и неводных растворителей

Растворимость $K[PtCl_4]$ в граммах на 100г растворителя в зависимости от содержания спирта:

Содержание спирта, %	0	50	100
Растворимость осадка, г	0,77	0,049	0,0009

Влияние температуры



Влияние присутствия инородных ионов

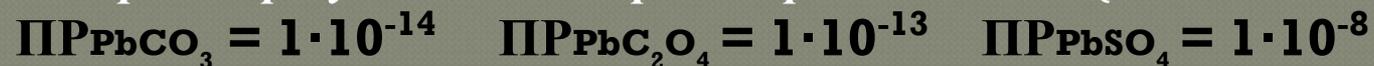


Неактивные столкновения: $Ag^+ + Cl^-$ и $K^+ + NO_3^-$

Вероятность встречи $Ag^+ + Cl^-$ снижается, т.е. повышается растворимость $AgCl$.

Условия осаждения и промывания осадков

Выбор осадителя: наилучшим осадителем обычно является тот, который образует наименее растворимый осадок (ПР - меньше).



Однако в присутствии ионов Cu^{2+} и Bi^{3+} наблюдается их совместное осаждение с Pb^{2+} в виде CuCO_3 , CuC_2O_4 , $\text{Bi}_2(\text{CrO}_4)_3$.

Тогда как CuSO_4 и $\text{Bi}_2(\text{SO}_4)_3$ - водорастворимы.

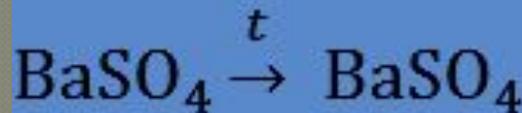
Получение весовой формы



осаждаемая
форма

- отстаивание;
- фильтрование;
- промывание;
- прокаливание;
- взвешивание

Прокаливание:



Титрометрический (объемный) метод анализа

N – нормальная концентрация: количество г-экв. вещества, содержащегося в 1л. раствора.

Например: 1) 0,1 N раствор NaOH; Э = M/n; MM (NaOH) = 40;

1г-экв. NaOH = 40 г.; 0,1 г-экв. = 4 г.

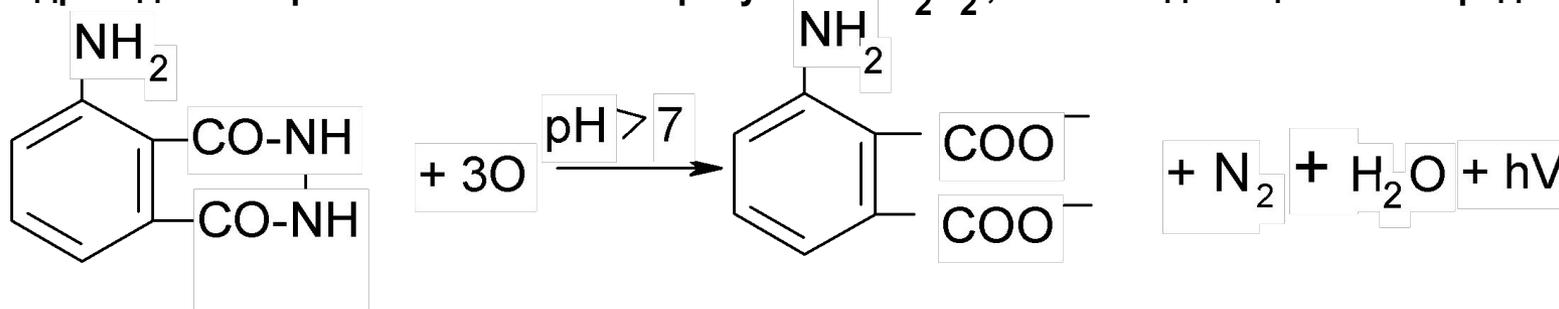
2) 0,1 N раствор H₂SO₄ Э = M/n; MM (NaOH) = 98;

1г-экв. H₂SO₄ = M / 2 = 98 / 2 = 49 г.; 0,1 г-экв. = 4,9 г.

Классификация индикаторов

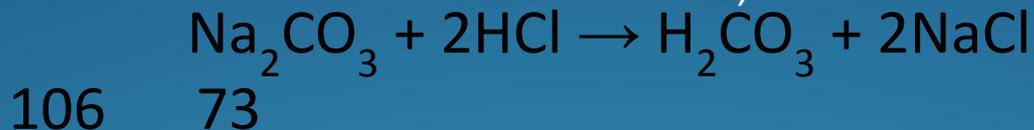
1. Цветные
2. Окрашенные и неокрашенные осадки
3. Флуоресцентные
4. Экстрагируемые органическими растворителями
5. Физические
6. Хемолюминесцентные

Гидразид аминфталевой кислоты в присутствии H₂O₂, солей меди в щелочной среде:



Вычисления в объемном анализе

Закон эквивалентов: $N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2;$



$$\mathcal{E} = \frac{M}{n}; \quad \mathcal{E} \text{ Na}_2\text{CO}_3 = \frac{106}{2} = 53 \text{ г.}$$

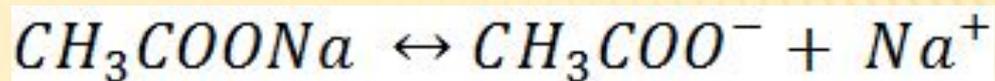
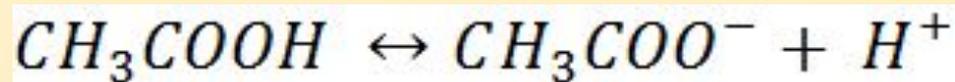
На 53 г. (1г-экв.) Na_2CO_3 расходуется 35,5 г. (1г-экв.) HCl

Для окислительно-восстановительных реакций:

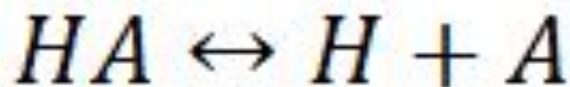


$$\mathcal{E}_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} = \frac{294}{6} = 49 \text{ г.}$$

$$\mathcal{E} = \frac{M}{n \cdot \bar{e}}$$



БУФЕРНЫЕ РАСТВОРЫ



$$K_{HA} \text{ (кислота)} = \frac{[H^+] \cdot [A^-]}{[HA]}$$

$$[A^-] = C_{\text{соли}} \quad [HA] = C_{\text{кислоты}}$$

$$K_{\text{кислоты}} = \frac{[H^+] \cdot C_{\text{соли}}}{C_{\text{кислоты}}}; \quad [H^+] = K_{\text{кислоты}} \frac{C_{\text{кислоты}}}{C_{\text{соли}}}$$

$$-\lg[H^+] = -\lg K_{\text{кислоты}} \cdot \frac{C_{\text{кислоты}}}{C_{\text{соли}}}$$

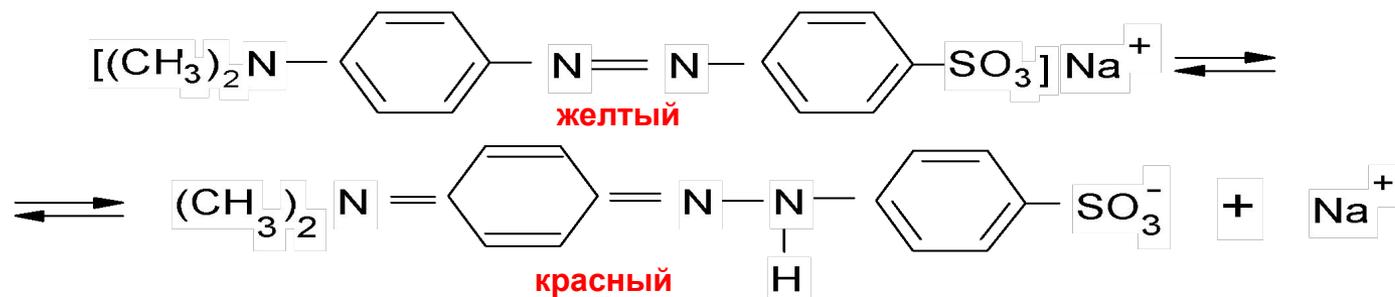
$$pH = pK_{\text{кислоты}} + \lg \frac{C_{\text{соли}}}{C_{\text{кислоты}}}$$

ЗАВИСИМОСТЬ ОКРАСКИ ИНДИКАТОРА ОТ pH СРЕДЫ

Индикатор	$pK_{\text{инд.}} = -\lg K_{\text{инд.}}$	Окраска	
		Молекулярная форма	Ионная форма
Метиловый оранжевый	3,6	красный	желтый
Бромфеноловый синий	4,1	желтый	сине-фиолетовый
Метиловый красный	5,2	красный	желтый
Феноловый красный	8,0	желтый	красный
Фенолфталеин	9,1	бесцветный	красный
Тимолфталеин	10	бесцветный	синий

ИНТЕРВАЛ ПЕРЕХОДА ОКРАСКИ ИНДИКАТОРА

Метилловый
оранжевый



$$K_{\text{инд.}} = \frac{[\text{H}^+] \cdot [\text{Ind}^-]}{[\text{Ind}]}$$

для МО $K_{\text{инд}} \approx 10^{-4}$

Обозначим: $[\text{Ind}^-] = C_{\text{ж}}$ ионная форма $[\text{Ind}] = C_{\text{кр.}}$ – молекулярная форма

$$\frac{[\text{H}^+] \cdot C_{\text{ж}}}{C_{\text{кр.}}} = 10^{-4} \quad \frac{C_{\text{кр.}}}{C_{\text{ж}}} = \frac{[\text{H}^+]}{10^{-4}}$$

1) Допустим: $\text{pH} = 1$, т.е. $[\text{H}^+] = 10^{-1}$ Тогда: $\frac{C_{\text{кр.}}}{C_{\text{ж}}} = \frac{10^{-1}}{10^{-4}} = [\text{H}^+] = 10^3$

2) $\text{pH} = 2$, т.е. $[\text{H}^+] = 10^{-2}$ Тогда: $\frac{C_{\text{кр.}}}{C_{\text{ж}}} = \frac{10^{-2}}{10^{-4}} = 10^2$

3) $\text{pH} = 3$, т.е. $[\text{H}^+] = 10^{-3}$ Тогда: $\frac{C_{\text{кр.}}}{C_{\text{ж}}} = \frac{10^{-3}}{10^{-4}} = 10$

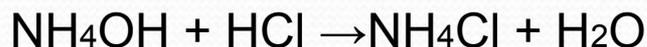
4) $\text{pH} = 4$, т.е. $[\text{H}^+] = 10^{-4}$ Тогда: $\frac{C_{\text{кр.}}}{C_{\text{ж}}} = \frac{10^{-4}}{10^{-4}} = 1$

Показатели титрования индикатора (pT)

Индикатор	pT
Метиловый оранжевый	4
Метиловый красный	5
Лакмус	7
Фенолфталеин	9
Тимолфталеин	10

Титрование слабых оснований

Выбрать индикатор для титрования 0,1N NH₄OH 0,1 N рабочим раствором HCl



В точке эквивалентности объем анализируемого раствора увеличивается

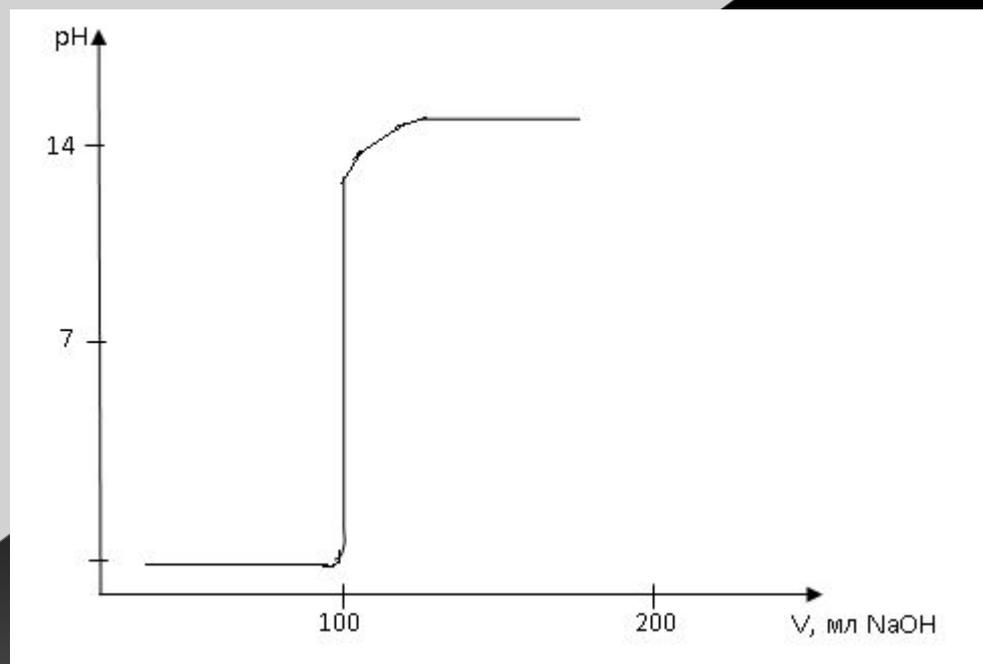
$$\begin{aligned} \text{pOH} &= 7 + \frac{1}{2} \text{p}K_{\text{осн}} + \frac{1}{2} \lg C_{\text{соли}} = 7 + \frac{1}{2} \cdot 4,7 + \frac{1}{2} \lg 5 \cdot 10^{-2} \\ &= 7 + 2,35 - 0,7 = 8,65 \end{aligned}$$

$$\text{тогда } \text{pH} = 14 - 8,65 = 5,35$$

Индикатор – метиловый красный

Кривые титрования

Титрование сильной кислоты
сильным основанием



в точке эквивалентности $[\text{H}^+] = [\text{OH}^-]$ $\text{pH} = 10^{-7}$

Титрование многоосновных кислот и их солей

Для 0,1 М раствора



$$pH = 7 + \frac{1}{2} pK_2 + \frac{1}{2} \lg C_{\text{соли}} = 7 + \frac{1}{2} \cdot 10,2 + \frac{1}{2} \lg 10^{-1} = 7 + 5,1 - 0,5 = 11,6$$

для средней соли

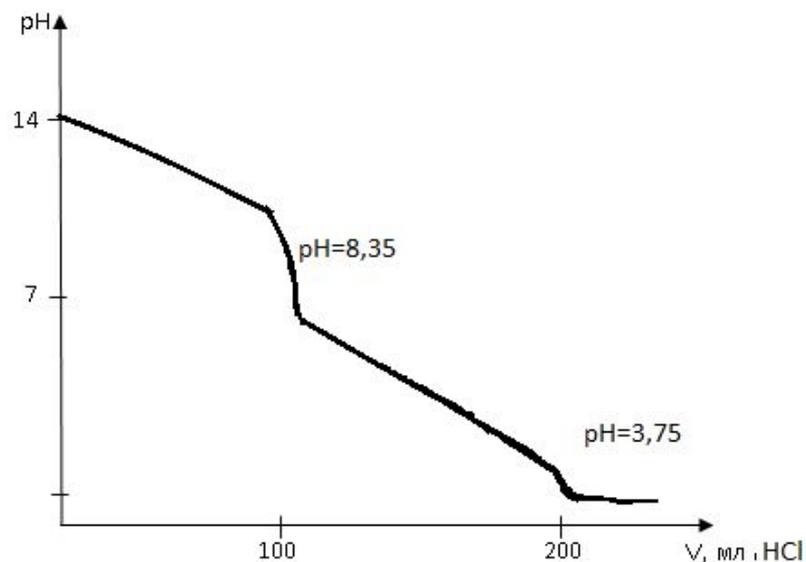
При титровании образуется буферный раствор (при $C_{\text{соли}} : C_{\text{кислоты}} = 91 : 9 \approx 10 : 1$)

$$pH = pK_2 + \lg \frac{[\text{CO}_3^{2-}]}{[\text{HCO}_3^-]} = 10,2 + \lg 10 - \lg 1 = 11,2 \text{ и т.д.}$$

$$1 - \text{ый скачек: } pH = \frac{pK_1 + pK_2}{2} = \frac{6,5 + 10,2}{2} = 8,35 \text{ (фенолфталеин)}$$

$$pH = 3,75 \text{ (метилоранжевый)}$$

слабая кислота



Неводное кислотно – основное титрование

Смесь МУХК и HCl

$K_{CH_2ClCOOH} = 1,4 \cdot 10^{-3}$ (МУХК) в водном растворе.

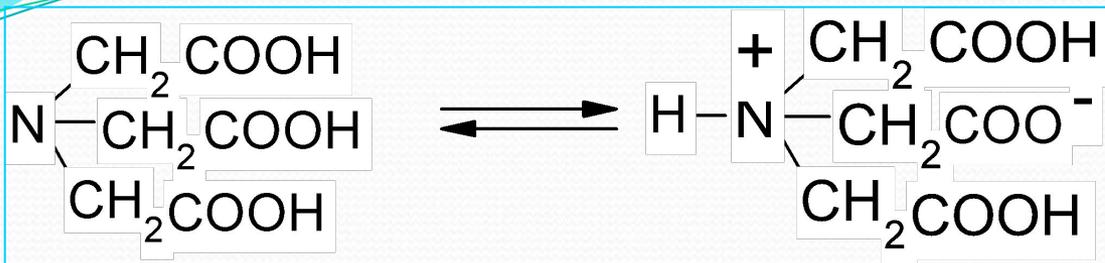
В ацетоне: $K_{CH_2ClCOOH} \approx 10^{-10}$

Смесь CCl_3COOH и HCl

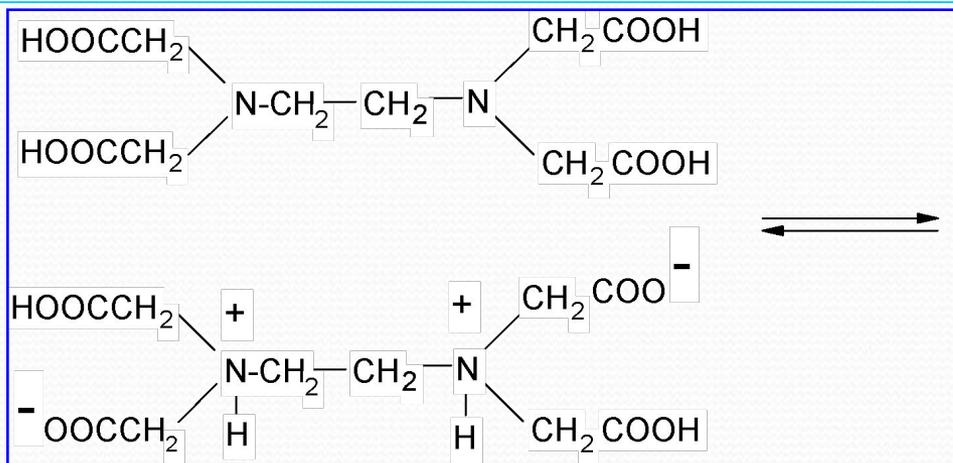
$K_{CCl_3COOH} = 1,3 \cdot 10^{-11}$ в водном растворе

В ацетоне: $K_{CCl_3COOH} \approx 10^{-3}$

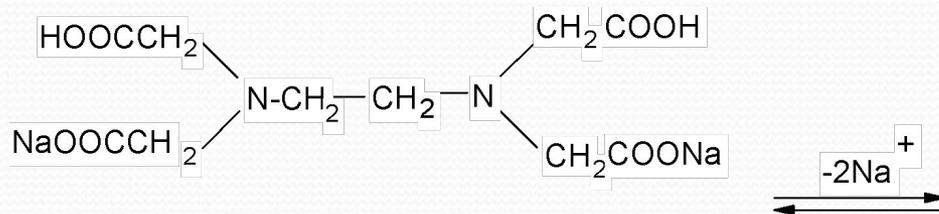
Комплексонометрический метод



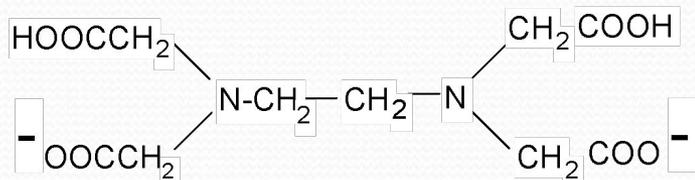
Нитрилотриуксусная кислота (Комплексон I)

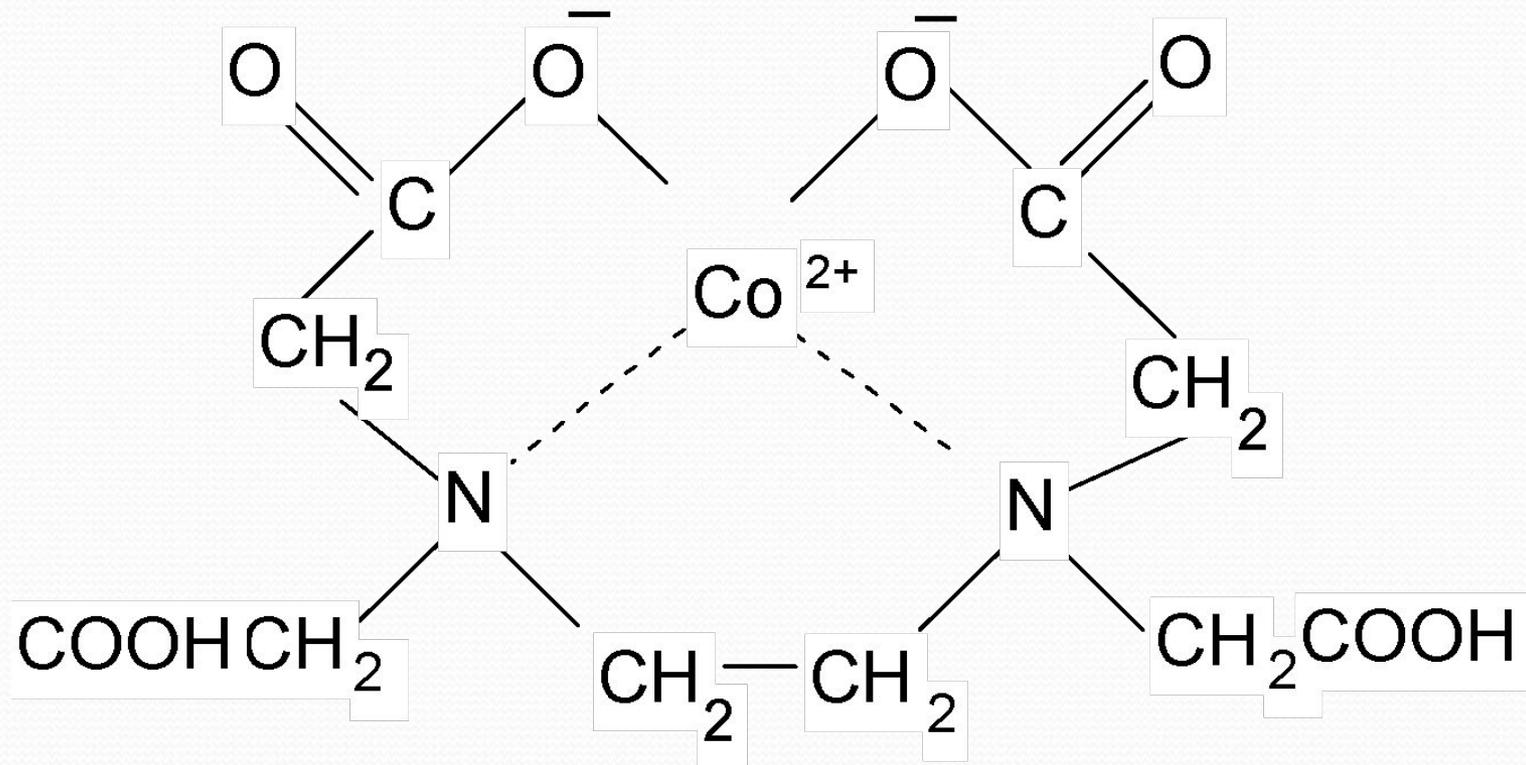


Этилендиаминтетрауксусная кислота (Комплексон II)



Трилон Б (Комплексон III)

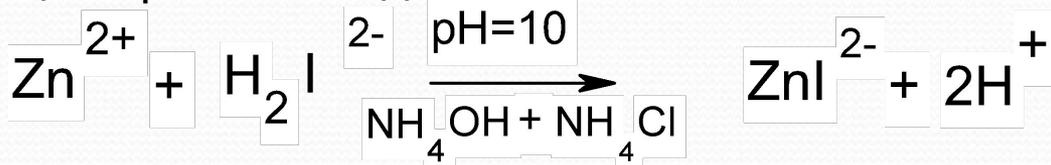




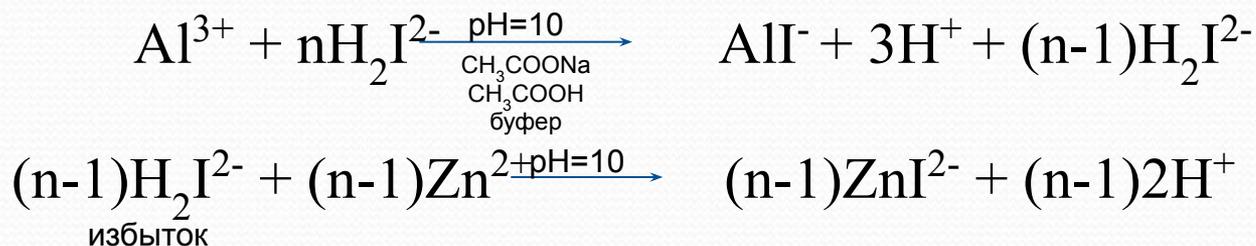
Типы реакций используемых в комплексометрии



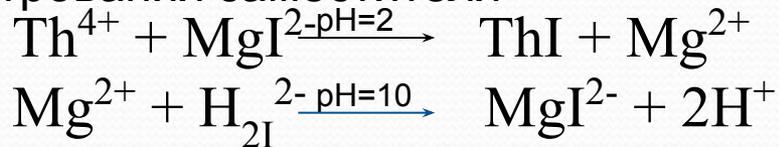
1. Реакции прямого воздействия иона металла с комплексоном



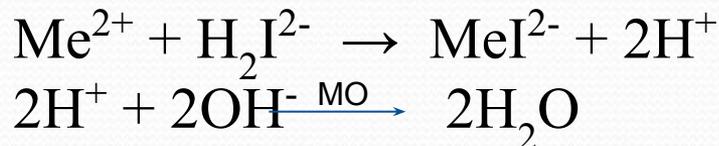
2. Реакции взаимодействия с избытком комплексона (обратное титрование)



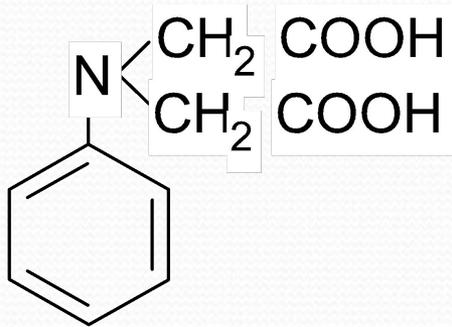
3. Метод титрования заместителя



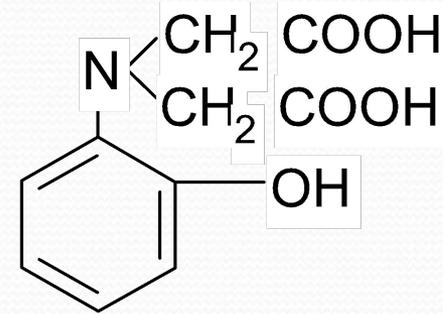
4. Метод кислотно-основного титрования



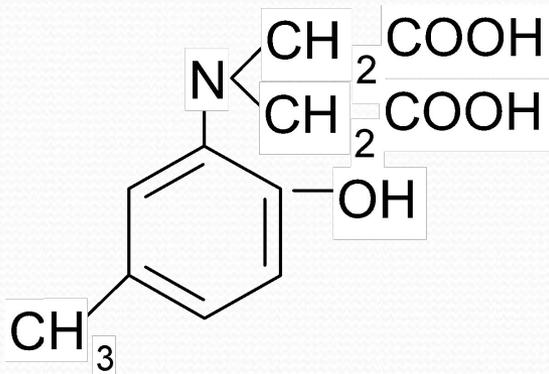
Другие комплексоны



1-фенилиминодиуксусная кислота

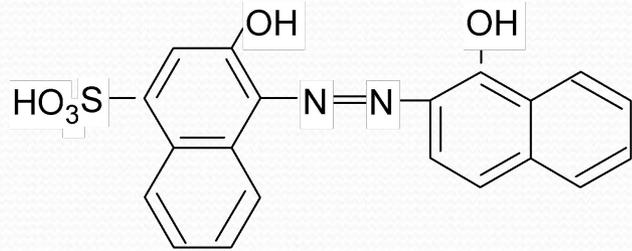


2-оксифенилиминодиуксусная кислота



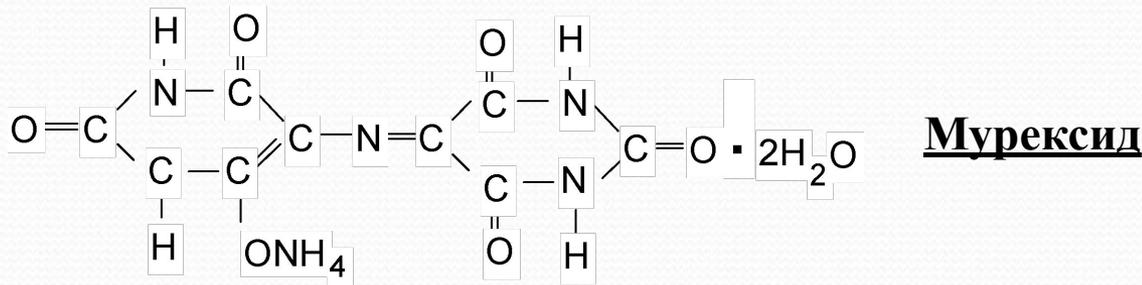
2-окси-5-метилфенилиминодиуксусная кислота

ИНДИКАТОРЫ



Эриохром черный Т
(производное диоксиазонафталина)

Образует соединения синего цвета с ионами: Cu^{2+} , Mg^{2+} , Zn^{2+} , Mn^{2+} , In^{2+} , Al^{3+} и др. при $\text{pH} = 7 \div 11$.



Мурексид

Образует соединения красного или желтого цвета с ионами: Ca^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Cu^{2+} и др.

Определение жесткости воды

Индикатор: эриохром черный Т или хром темно-синий

Титрант: комплексон II, N=0,05

Буферный раствор: $\text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl}$ pH ≈ 9

$$Ж = 0,05 \cdot V \cdot k \cdot 1000 / V_{\text{H}_2\text{O}} = 50 \cdot V \cdot k / V_{\text{H}_2\text{O}}$$

где Ж – жесткость воды, мг-экв/л;

V – объем титранта, мл;

K – поправочный коэффициент на 0,05 N

раствор комплексона;

$V_{\text{H}_2\text{O}}$ - объем пробы.

Методы окисления - восстановления

(Reduction-Oxidation, Red - Ox)



Система	$E^0, \text{В}$
$\text{MnO}_4^- + 8\text{H}^+ + 5\bar{e} \rightarrow \text{Mn}^{2+} + 4\text{H}_2\text{O}$	+1,52
$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 14\text{H}^+ + 6\bar{e} \rightarrow \text{Cr}^{3+} + 7\text{H}_2\text{O}$	+1,30
$\text{Br}_2 + 2\bar{e} \rightarrow 2\text{Br}^-$	+1,07
$\text{Fe}^{3+} + \bar{e} \rightarrow \text{Fe}^{2+}$	+0,77
$2\text{H}^+ + 2\bar{e} \rightarrow \text{H}_2$	0
$\text{Cr}^{3+} + \bar{e} \rightarrow \text{Cr}^{2+}$	-0,41

1. Значения E^0 относятся к определенным условиям среды:



2. E^0 зависит от соотношения концентраций окисленных и восстановленных форм ионов.

$$E_x = E^0 + \frac{RT}{nF} \cdot \ln \frac{[A_{\text{ок}}]}{[A_{\text{восст}}]}$$

где E_x – электрохимический потенциал системы в конкретных условиях, В;

E^0 – стандартный потенциал, В;

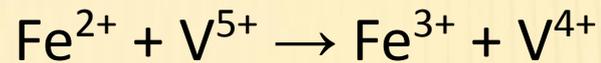
R – газовая постоянная;

T – температура, °К;

F – число Фарадея;

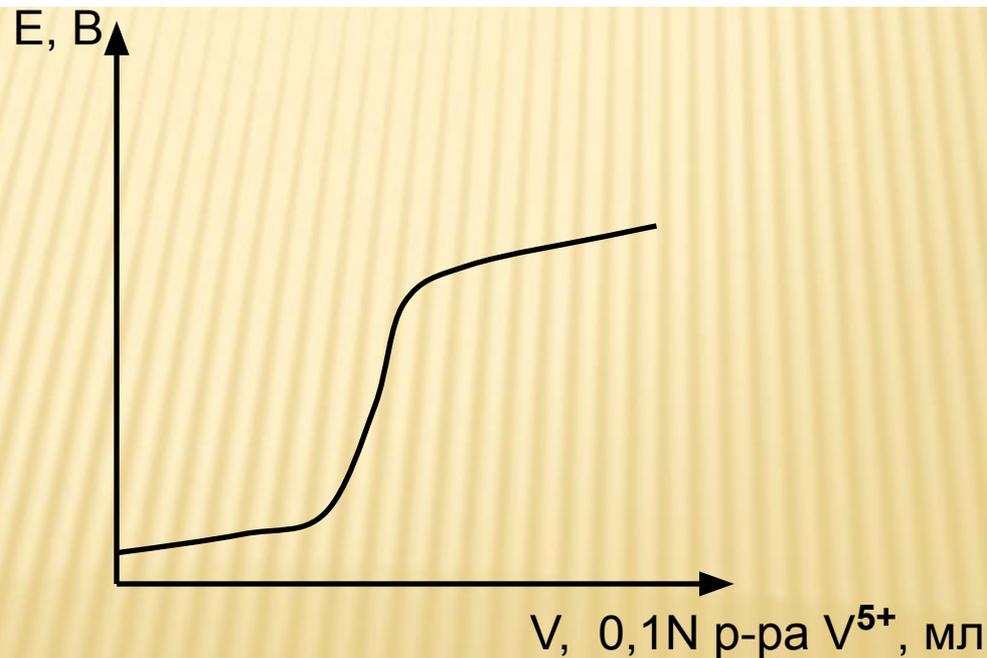
n – количество электронов участвующих в процессе.

Кривые титрования



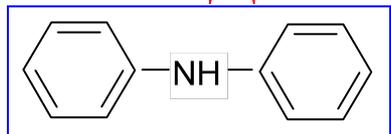
$$E_{\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}} = E_{\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}}^0 + 0,058 \lg \frac{[\text{Fe}^{3+}]}{[\text{Fe}^{2+}]}, E_{\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}}^0 = 0,77\text{В}$$

$$E_{\text{V}^{5+}/\text{V}^{4+}} = E_{\text{V}^{5+}/\text{V}^{4+}}^0 + 0,058 \lg \frac{[\text{V}^{5+}]}{[\text{V}^{4+}]}, E_{\text{V}^{5+}/\text{V}^{4+}}^0 = 1,20\text{В}$$

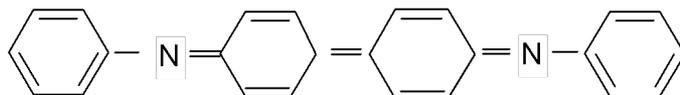
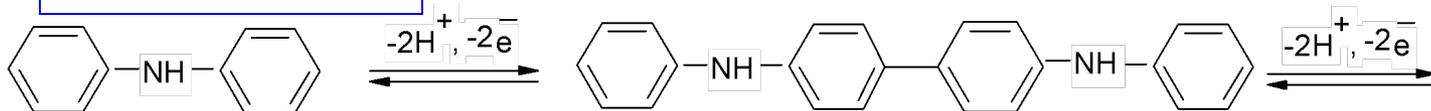


Ред-окс индикаторы

1. Дифениламин



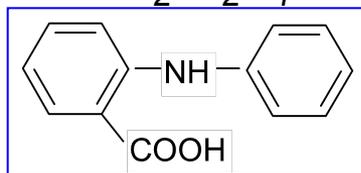
$E^0 = +0,76\text{В}$ Применяется в растворе H_2SO_4



дифенилбензидин фиолетовый

Используется с рабочими растворами: $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, NH_4VO_3 и др.

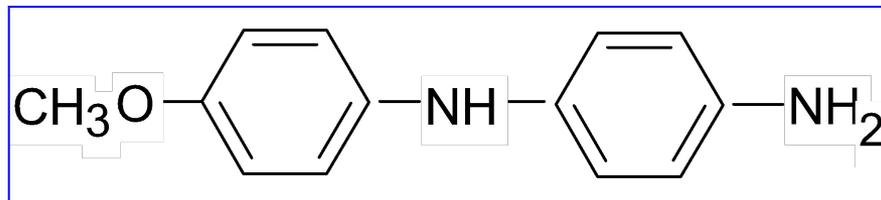
2. Фенилантропиловая кислота



$E^0 = +1,08\text{В}$

Применяется в растворе H_2SO_4 или соды.
Восстановленная форма – бесцветна.
Окисленная – красно-фиолетовая.

3. Вариламиновый голубой



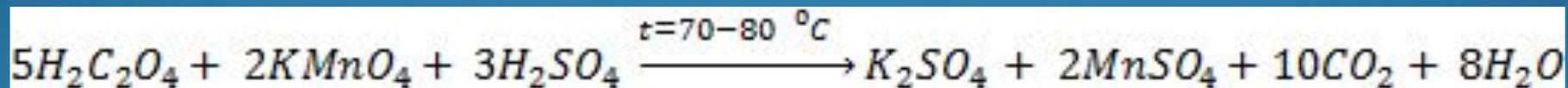
$E^0 = +0,60\text{В}$

Перманганатометрия

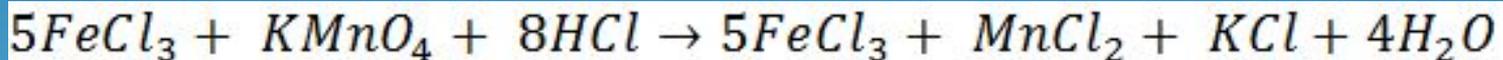
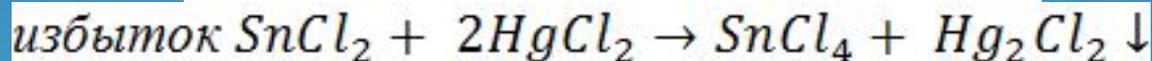


$$E_x = E^0 + \frac{0,058}{5} \lg \frac{[\text{MnO}_4^-] \cdot [\text{H}^+]^8}{[\text{Mn}^{2+}]}$$

Для установления нормальности рабочего раствора KMnO_4 применяют щавелевую кислоту или $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

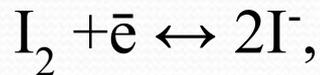


Определение железа



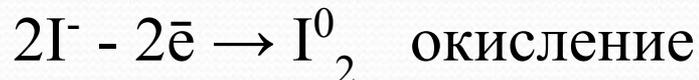
В т. эквивалентности наблюдается переход окраски раствора из желтого в розовую.

Иодометрия



$$E_{I_2/2I^-}^0 = +0,53V$$

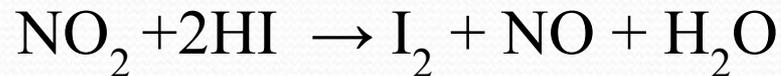
Определение меди



Разложение пробы и удаление мешающих элементов



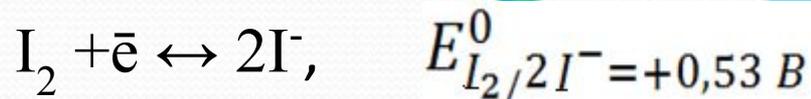
Окислы азота мешают определению:



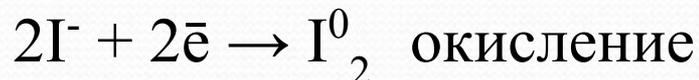
Соли Fe^{3+} также мешают определению: $2Fe^{3+} + 2I^- \rightarrow I_2 + 2Fe^{2+}$

Небольшое количество $Fe^{3+} + 6F^- \rightarrow [FeF_6]^{3-}$

Иодометрия



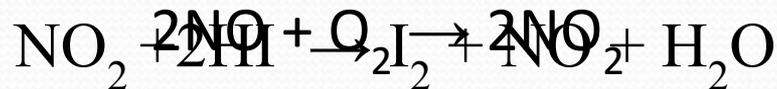
Определение меди



Разложение пробы и удаление мешающих элементов

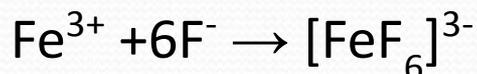


Окислы азота мешают определению:



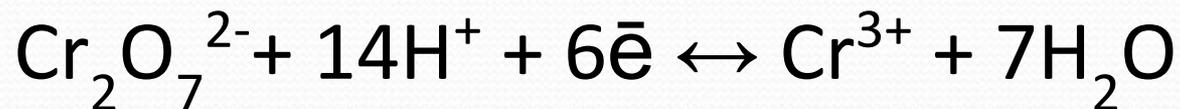
Соли Fe^{3+} также мешают определению: $2Fe^{3+} + 2I^- \rightarrow I_2 + 2Fe^{2+}$

Небольшие количества Fe можно связывать в комплексы



Хроматометрия

Титрант: раствор $K_2Cr_2O_7$ $E^0=1,36$ В



$$E_{Cr_2O_7^{2-}/Cr^{3+}} = E^0_{Cr_2O_7^{2-}/Cr^{3+}} + \frac{0,058}{6} \lg \frac{[Cr_2O_7^{2-}] \cdot [H^+]^{14}}{[Cr^{3+}]}$$

$$\text{Э } K_2Cr_2O_7 = \frac{294,22}{6} = 49,04 \text{ г}$$

0,1 N раствор: 4,904 г $K_2Cr_2O_7$ растворенного в 1л. дистиллированной воды в мерной колбе.

Определение железа

