

Инструментальные методы анализа: амперометрическое титрование

Майстренко В.Н.

Башкирский государственный университет

Кафедра аналитической химии

V_maystrenko@mail.ru

Тел: 229-97-12

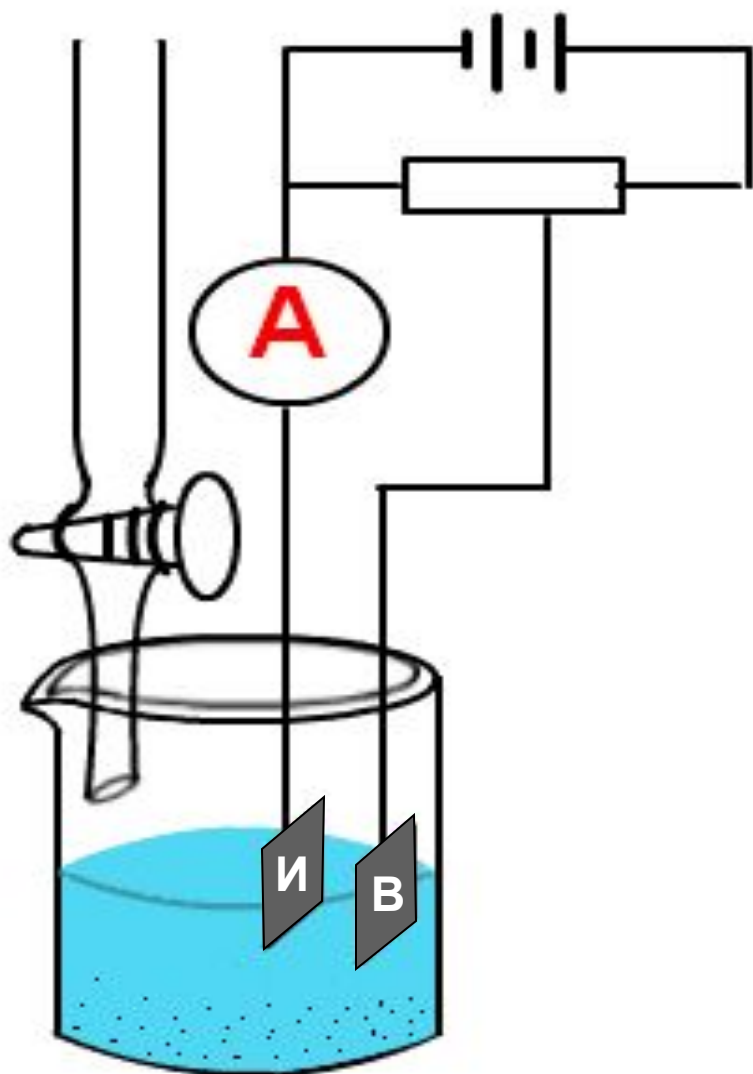
Амперометрическое титрование

Амперометрическое титрование – титриметрический метод с амперометрической индикацией конечной точки титрования, т. е. по мере титрования измеряют величину предельного диффузионного тока, обусловленного электропревращением на электроде хотя бы одного из компонентов реакции титрования. Эквивалентный объем титранта определяют из кривых титрования $I_{пр} = f(V)$.

Амперометрическое
титрование

Титрование
с индикатором

Титрование
без индикатора



Один электрод поляризованный – **индикаторный**, второй – неполяризованный (**вспомогательный**). **Деполяризатор** – титрант, или определяемый компонент, или продукт титрования. **Потенциал индикаторного электрода** устанавливают в области предельного диффузионного тока, $I_{пр} \sim C$.

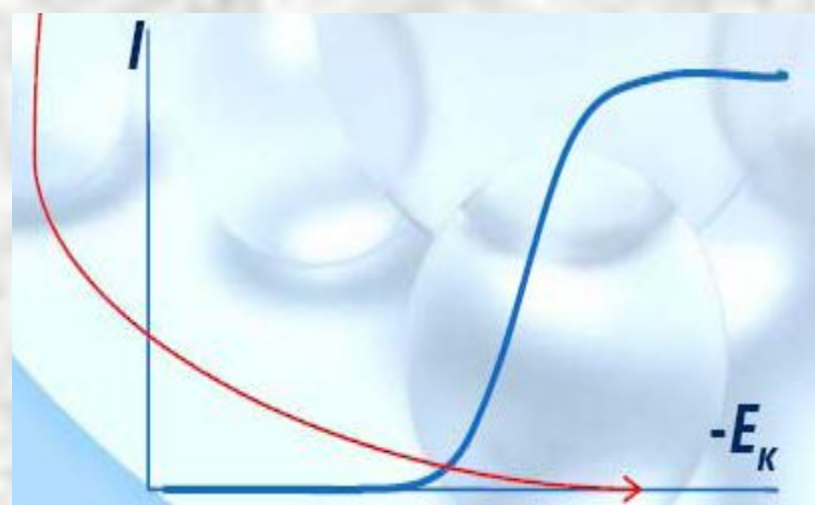
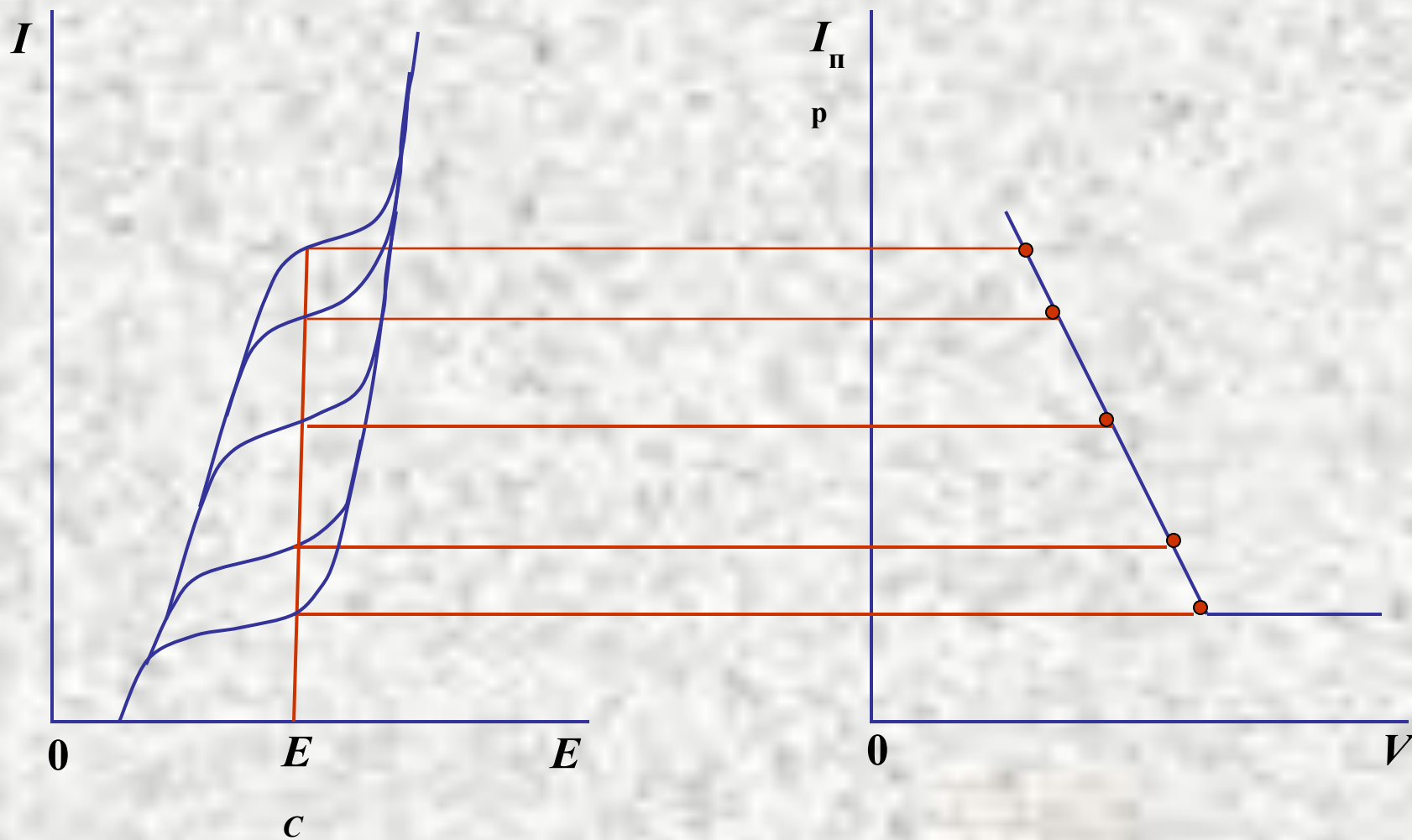


Схема установки для амперометрического титрования



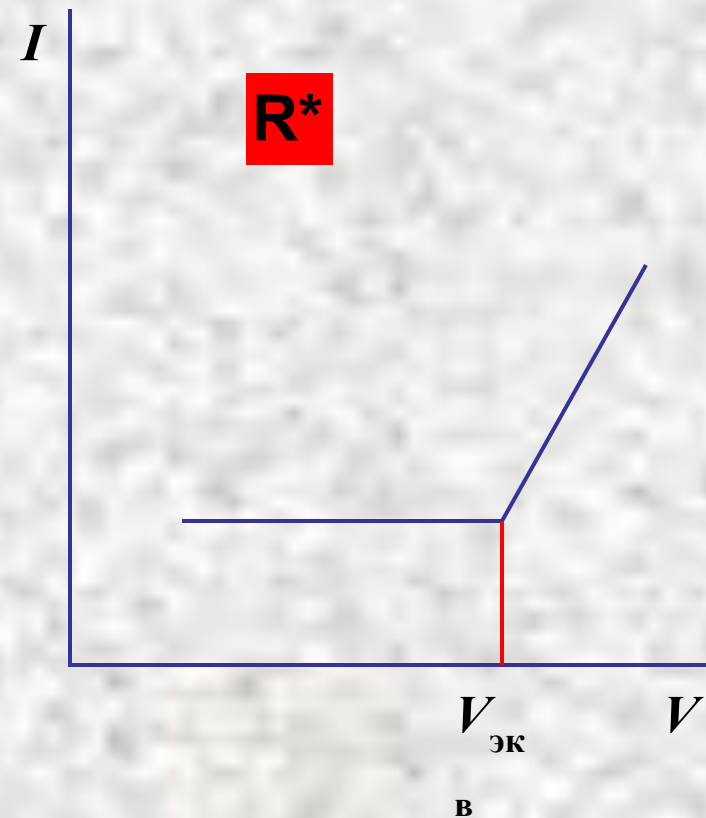
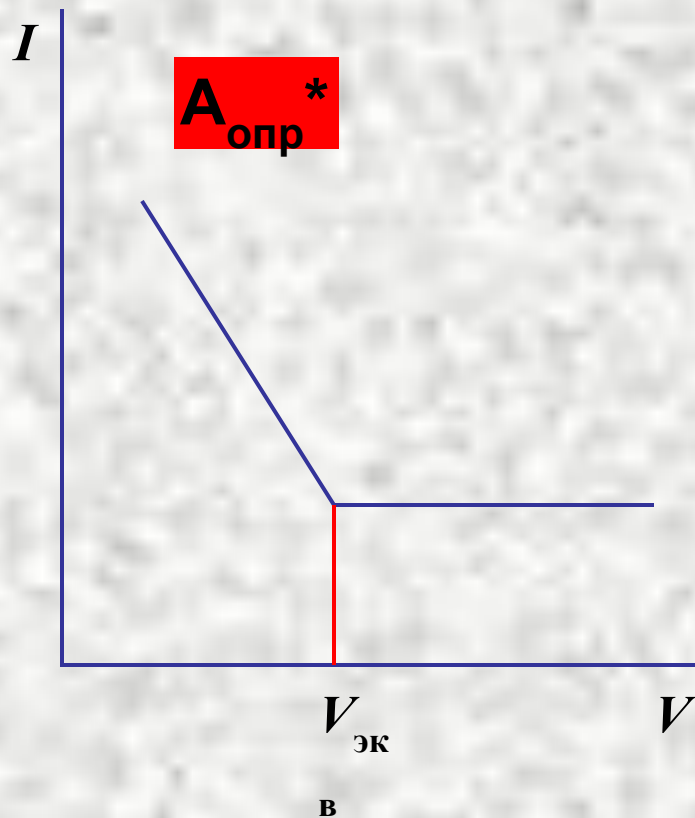
Типичная установка амперометрического титрования

Взаимосвязь между вольтамперограммами и кривыми амперометрического титрования

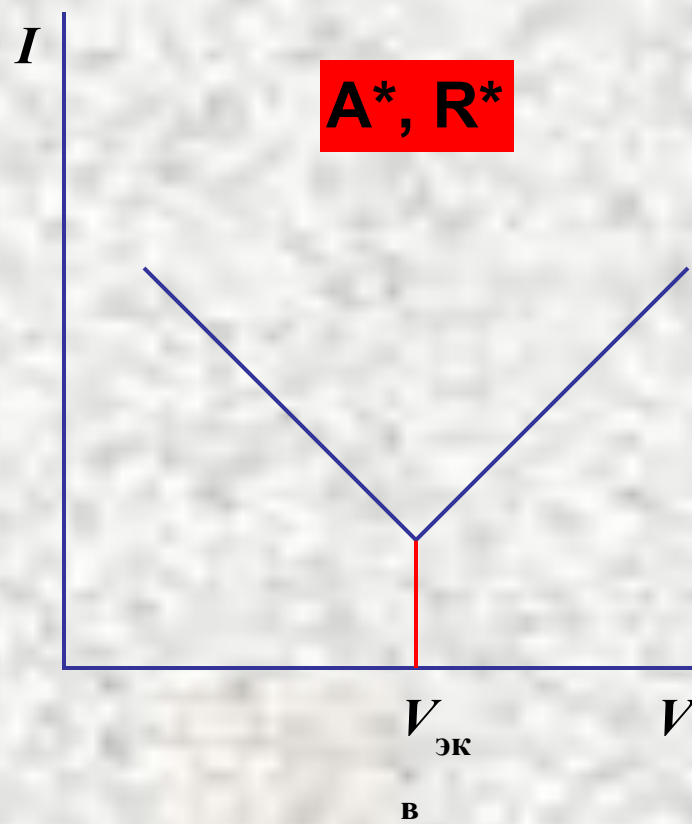
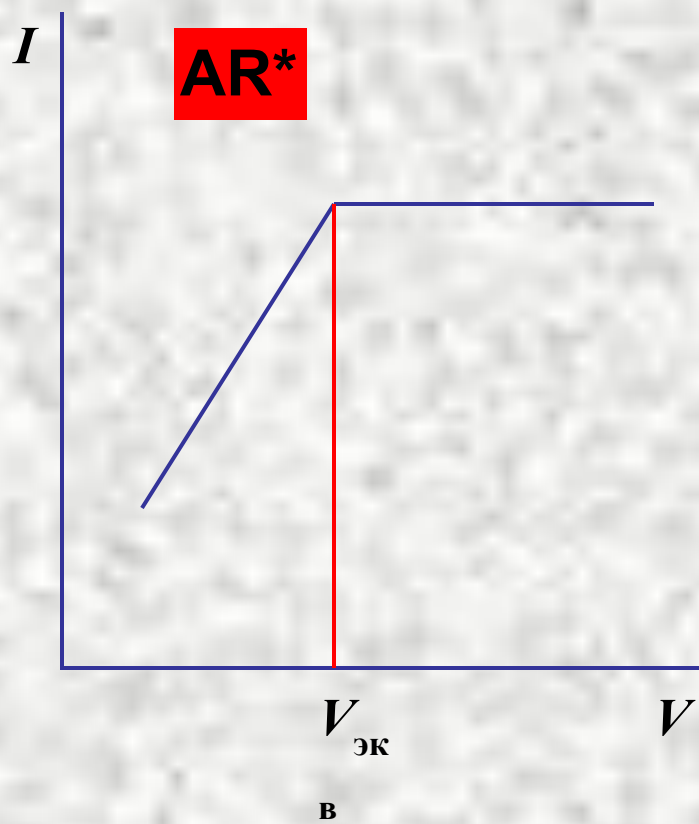


Кривые амперометрического титрования

Титрование без индикатора проводят в том случае, когда хотя бы один из компонентов реакции титрования является электроактивным.

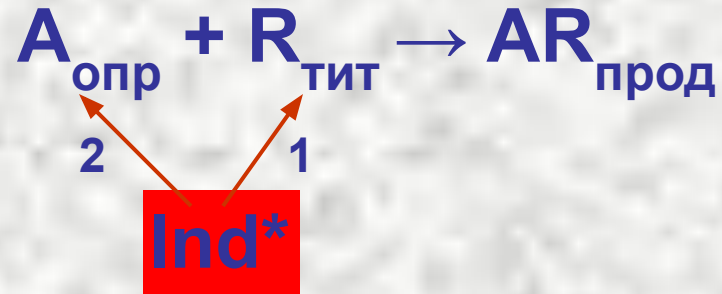
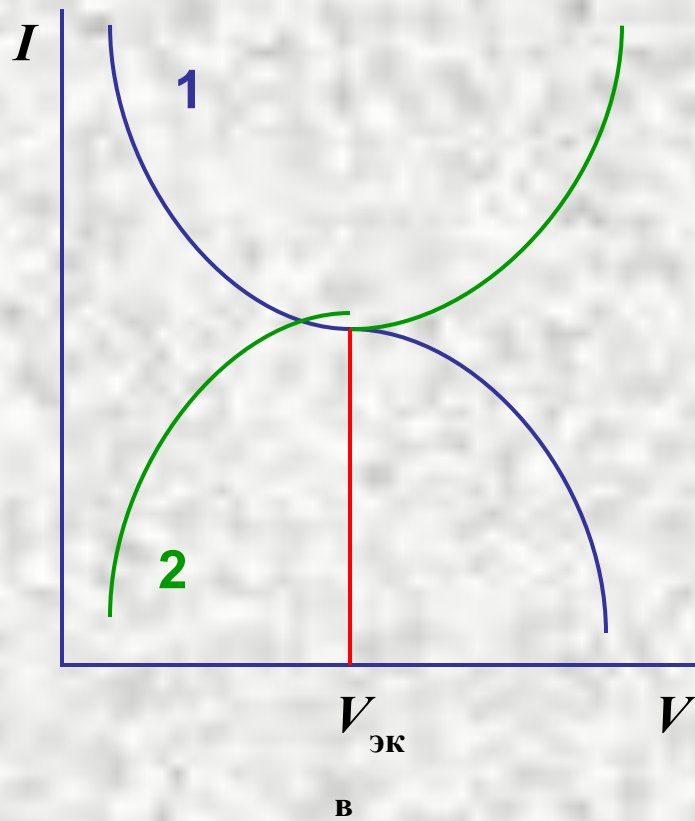


Кривые амперометрического титрования



Кривые амперометрического титрования

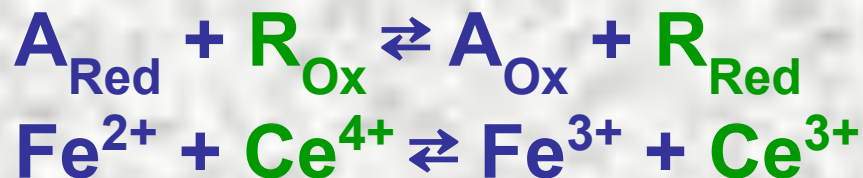
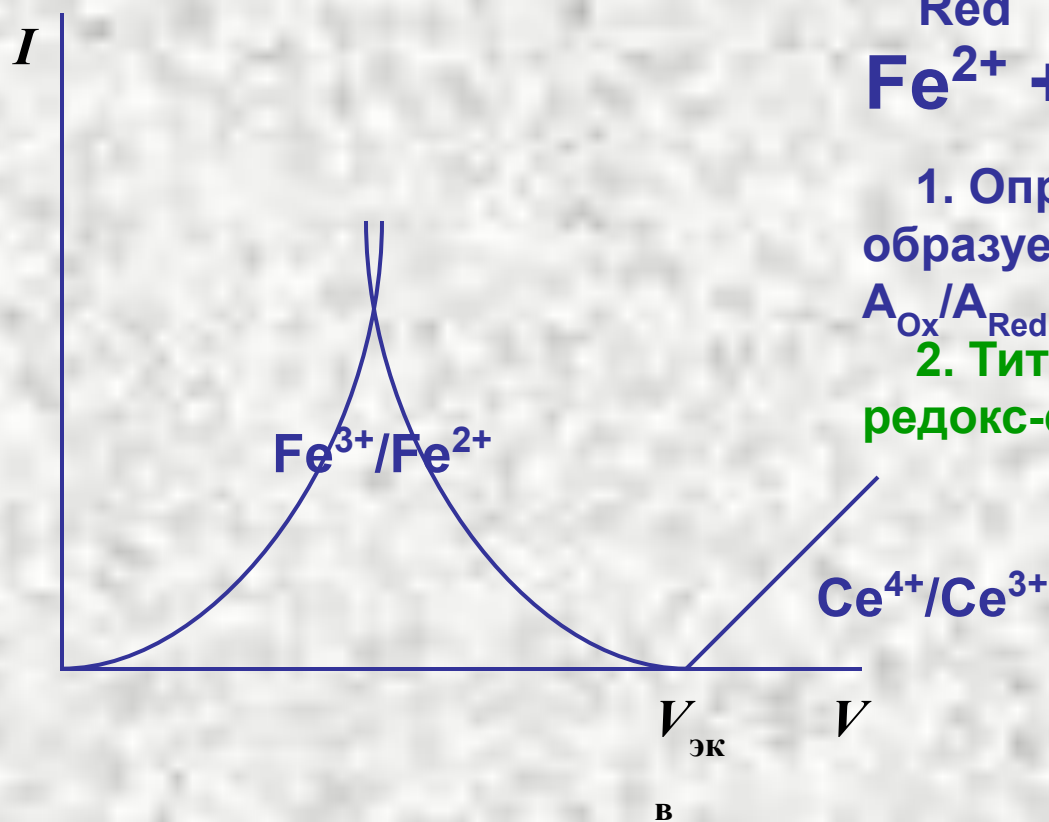
Титрование с индикатором проводят в том случае, когда все компоненты реакции титрования являются неэлектроактивными, а индикатор – электроактивен.



1. Индикатор взаимодействует с титрантом.
2. Индикатор взаимодействует с определяемым веществом.

Биамперометрическое титрование

В случае **биамперометрического титрования** оба электрода поляризованы – между ними устанавливают небольшую разность потенциалов. Ток в цепи протекает, если окисленная форма одного из компонентов восстанавливается на катоде, а восстановленная – окисляется на аноде.



1. Определяемое вещество образует обратимую редокс-систему $A_{\text{Ox}}/A_{\text{Red}}$
2. Титрант образует обратимую редокс-систему $R_{\text{Ox}}/R_{\text{Red}}$

Литература

- 1. Основы аналитической химии. Кн. 2. Методы химического анализа. / Под ред. Ю. А. Золотова. 2-е изд. М.: Высшая школа, 2004.**
- 2. Аналитическая химия. Физические и физико-химические методы анализа. Под ред. О. М. Петрухина. М.: Химия, 2001.**
- 3. Будников Г. К., Майстренко В. Н., Вяселев М. Р. Основы современного электроанализа. М.: Мир, 2004.**

Дополнительная литература

- 1. Аналитическая химия. Проблемы и подходы: В 2 т. / Под ред. Р. Кельнера, Ж-М. Мерме, М. Отто, Н. Видмера. М.: Мир, 2004.**
- 2. Отто М. Современные методы аналитической химии. В 2 т. М.: Техносфера, 2003.**
- 3. Плэмбек Дж. Электрохимические методы анализа. Основы теории и применение. М.: Мир, 1985.**
- 4. Сонгина О. А., Захаров В. А. Амперометрическое титрование. М.: Химия, 1979.**

Инструментальные методы анализа: кулонометрия

Майстренко В.Н.

Башкирский государственный университет

Кафедра аналитической химии

V_maystrenko@mail.ru

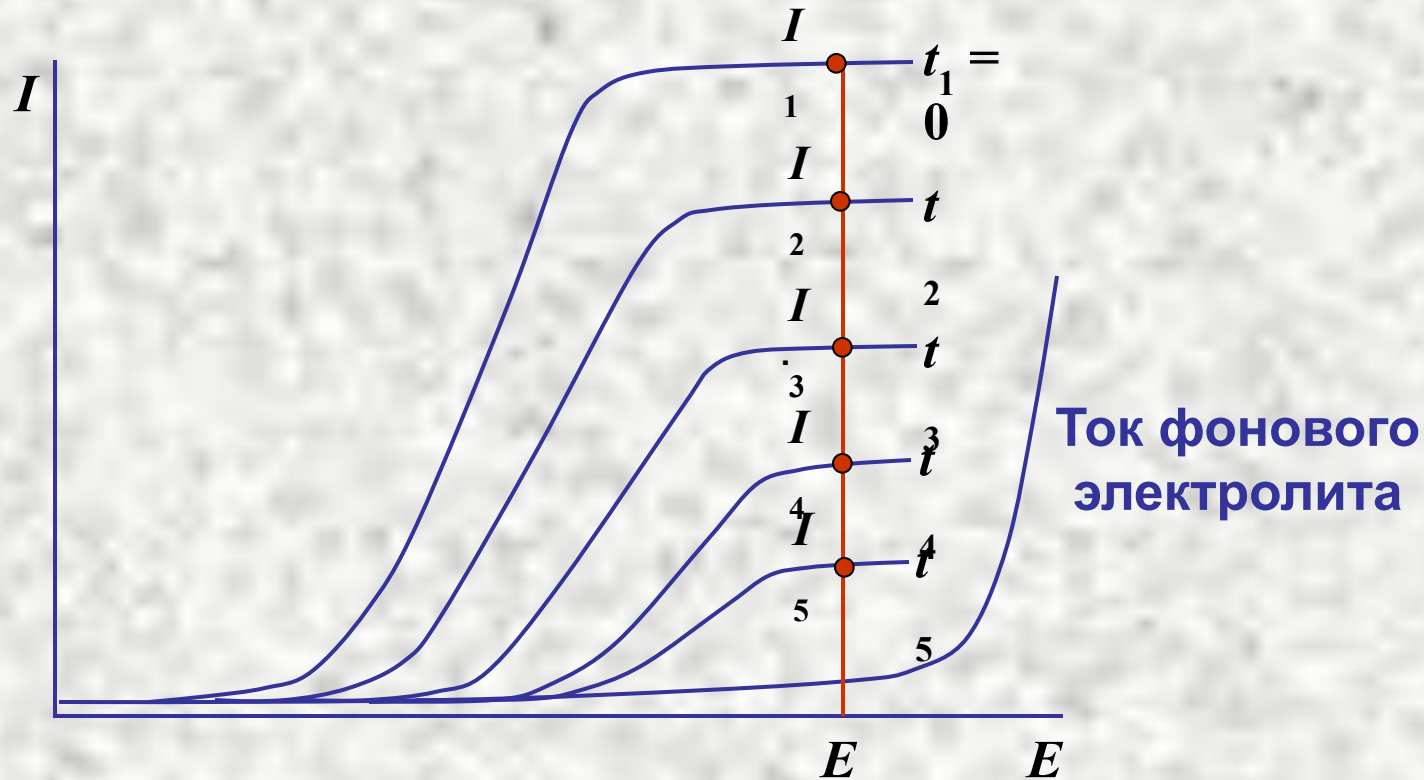
Тел: 229-97-12

Кулонометрия



КУЛОНОМЕТРИЯ - метод анализа, основанный на измерении количества электричества (Q), которое расходуется в ходе электрохимической реакции при окислении или восстановлении определяемого вещества на рабочем электроде.

Кулонометрия при контролируемом потенциале

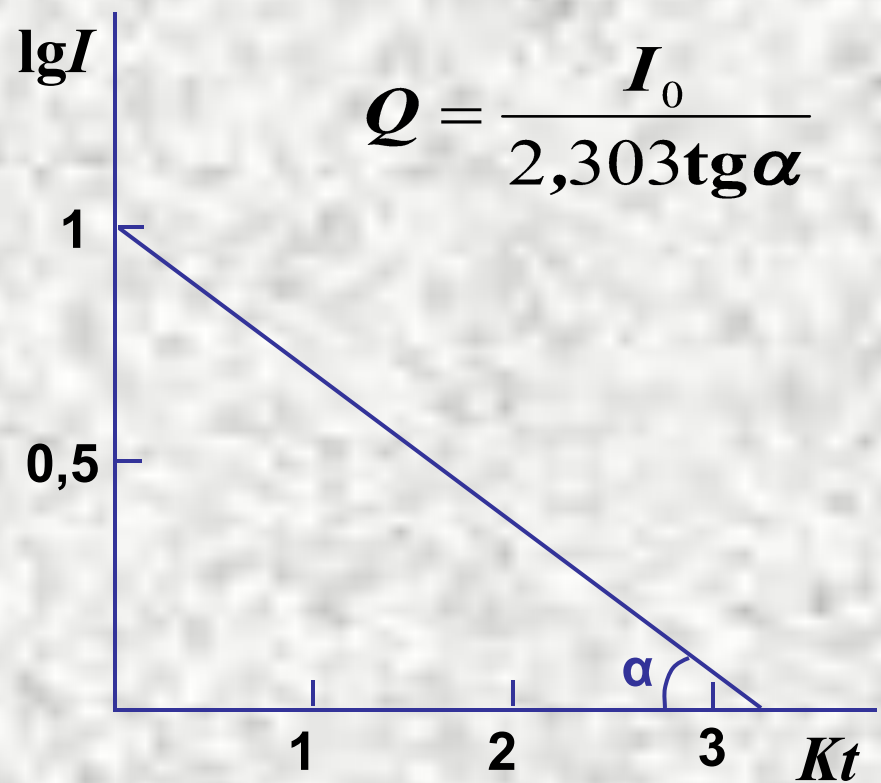
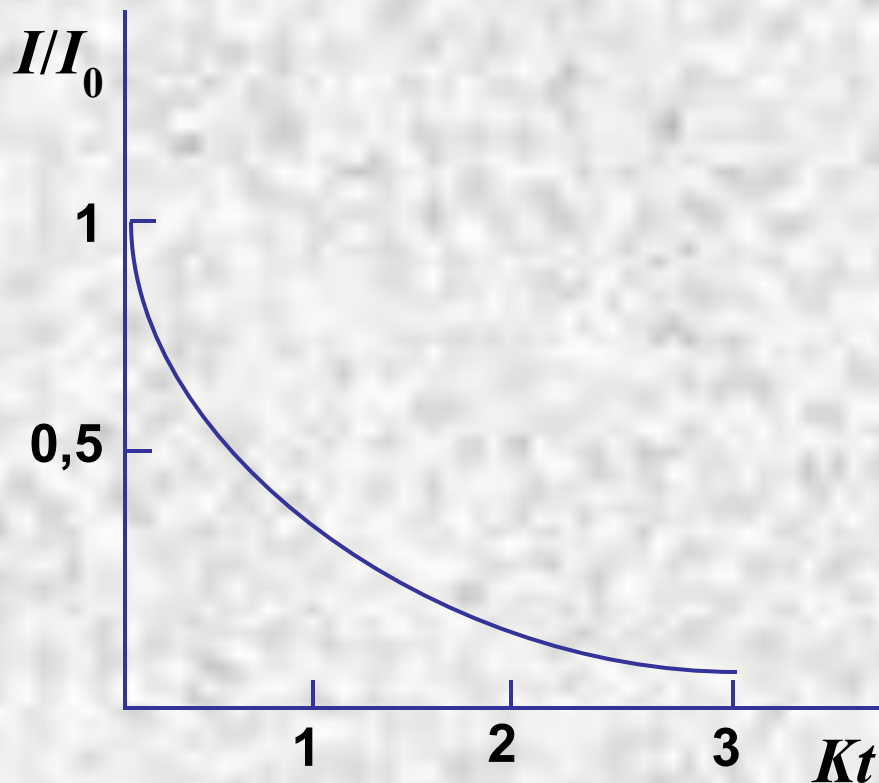


Кривые ток–потенциал вещества Ox , подвергаемого электролизу $Ox + ne \rightarrow Red$ при контролируемом потенциале

$$I = I_0 \exp(-Kt)$$

$$K = DA/V\delta$$

где I_0 – ток в начальный момент электролиза, D – коэффициент диффузии вещества Ox , A – площадь электрода, δ - толщина диффузионного слоя, V – объем раствора.



Зависимости силы тока от времени электролиза

Для всех методов кулонометрии обязательным является условие, при котором превращение вещества на электроде должно протекать со 100%-ной эффективностью, т. е. со 100%-ным выходом по току. Иначе говоря, внешнее напряжение должно обеспечивать электролиз определяемого вещества и в то же время быть недостаточным для возникновения побочных электрохимических реакций. Это условие означает строгое выполнение пропорциональной зависимости между количеством прошедшего через ячейку электричества и суммарным количеством продукта электролиза.

Преимущества и недостатки потенциостатической кулонометрии

Преимущества

- метод безталонный (не нужны стандартные растворы);
- предел обнаружения до 10^{-9} г;
- погрешность определения 0,05 – 0,1 %.
- чувствительность и точность измерений определяется возможностью регистрации минимального значения тока.

Недостатки

- выход по току должен быть близок к 100 %;
- влияние побочных электрохимических процессов.

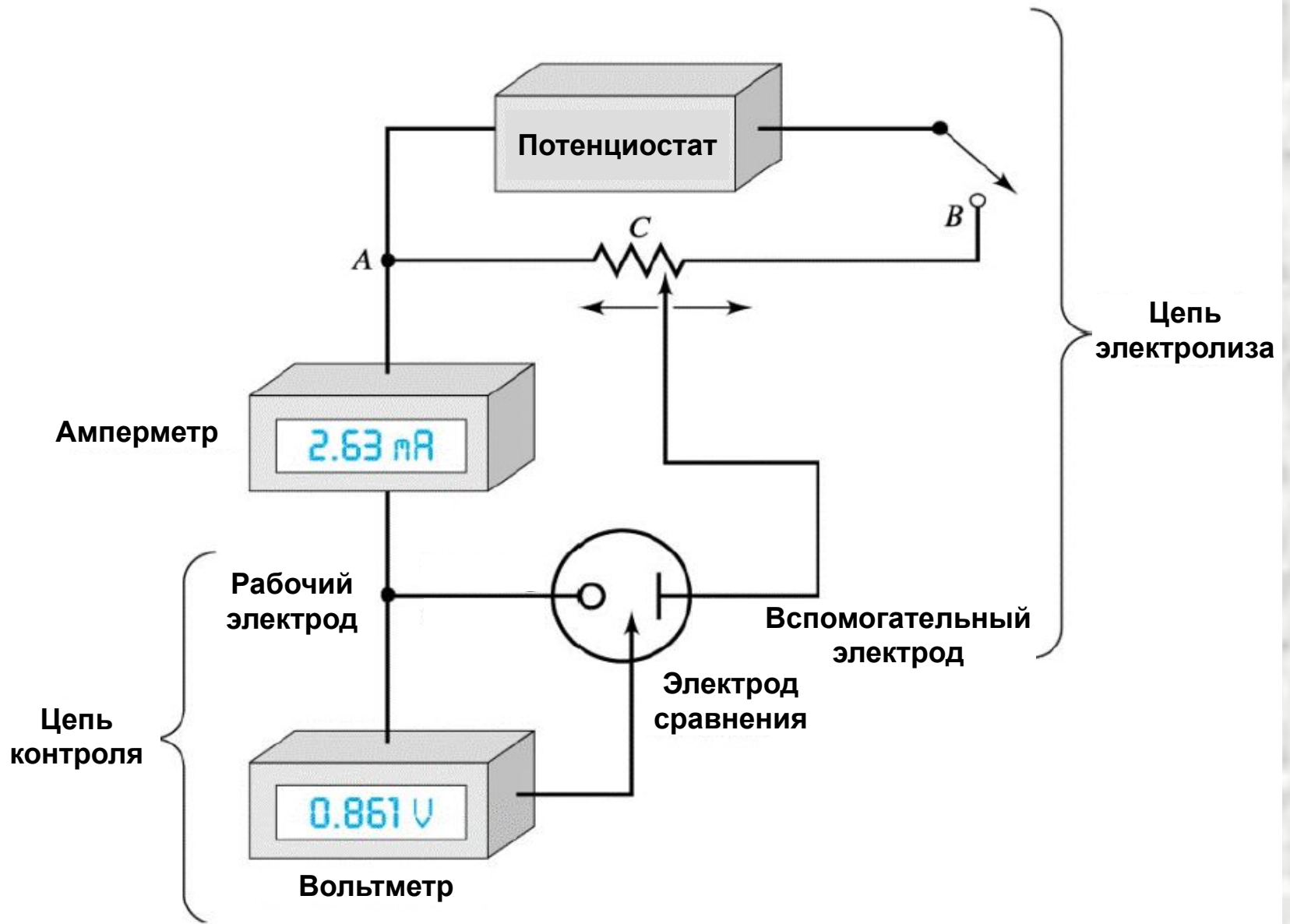
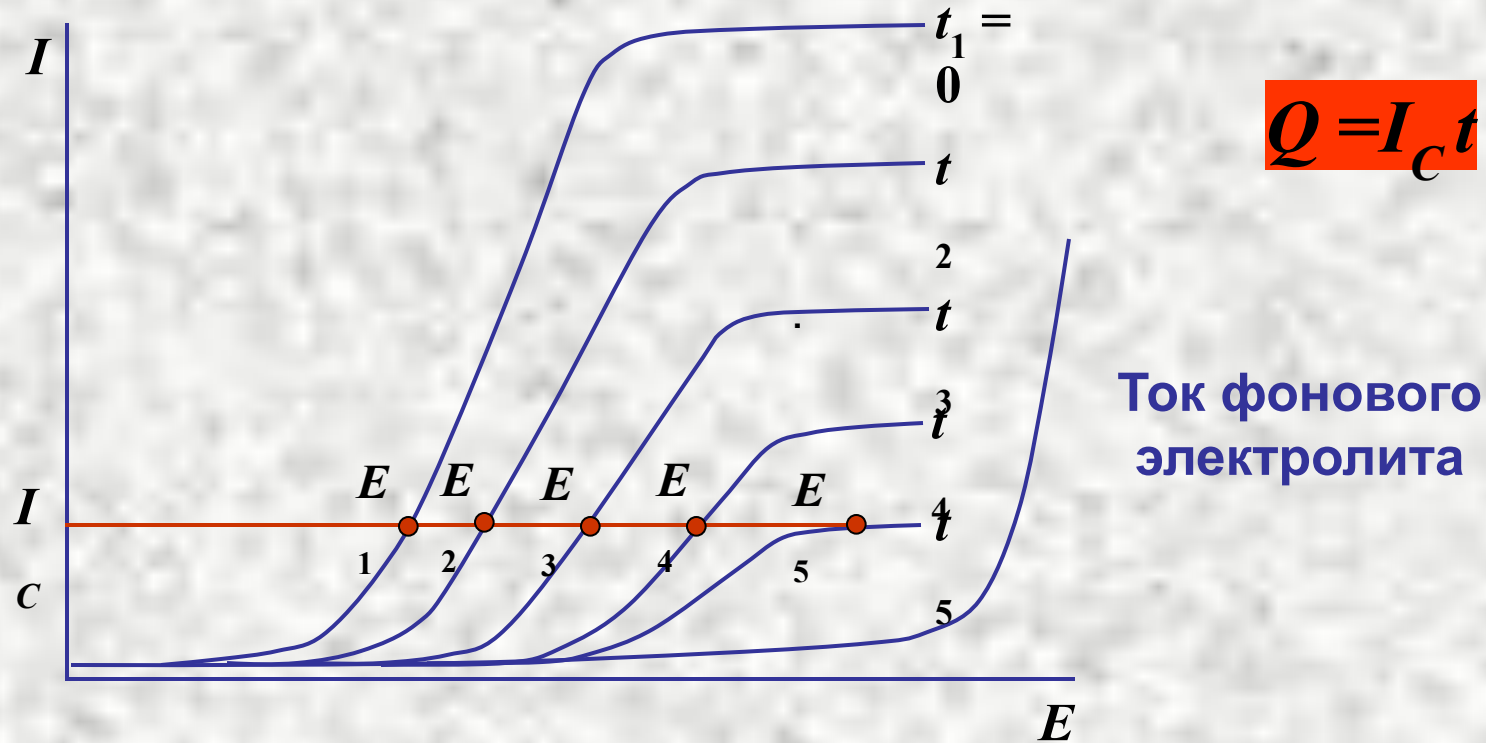


Схема установки для кулонометрических измерений при контролируемом потенциале

Кулонометрия при контролируемой силе тока



Кривые ток–потенциал вещества Ox , подвергаемого электролизу $Ox + ne \rightarrow Red$ при контролируемой силе тока

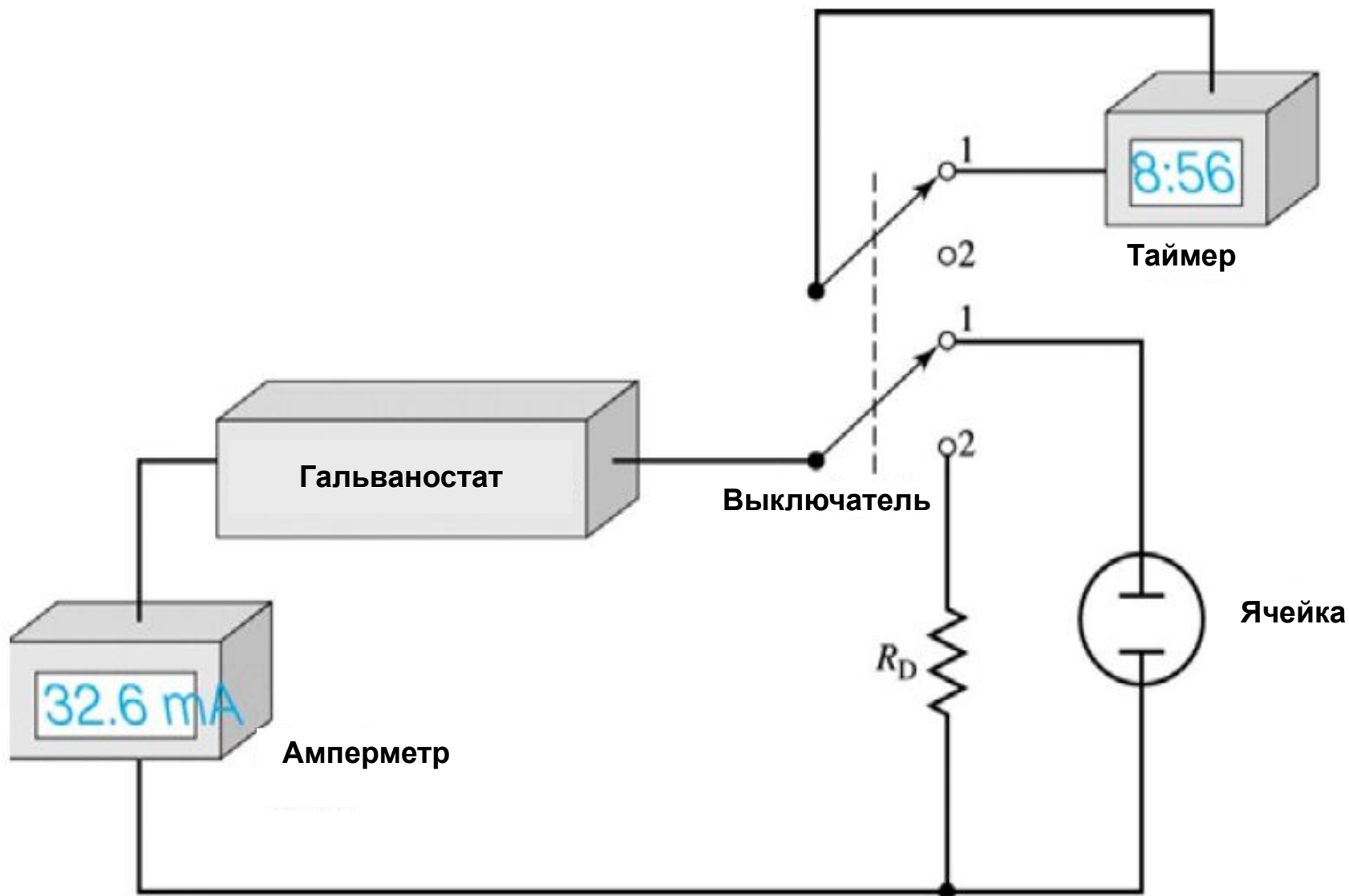


Схема установки для кулонометрических измерений при контролируемой силе тока

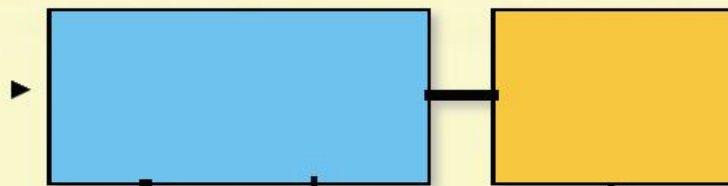
Кулонометрическое титрование

В методе кулонометрического титрования определяемое вещество не принимает участие в электрохимической реакции, протекающей непосредственно на электроде. В ходе реакции на электроде генерируется промежуточный реагент (титрант), реагирующий с определяемым веществом. Реакции реагента с определяемым веществом обычно относятся к типу редокс-реакций, однако это могут быть и кислотно-основные взаимодействия.

Требования к условиям проведения кулонометрического титрования

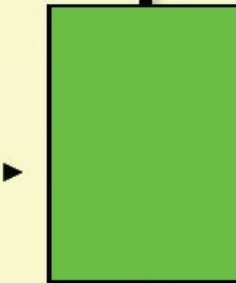
- для обеспечения 100 % выхода по току вводят большой избыток вспомогательного реагента;

**Источник
постоянного тока**

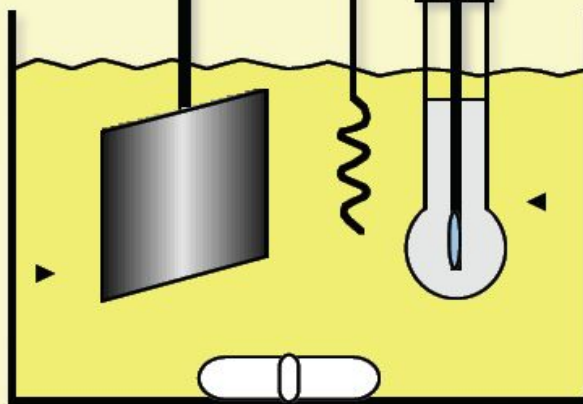


Таймер

Потенциометр

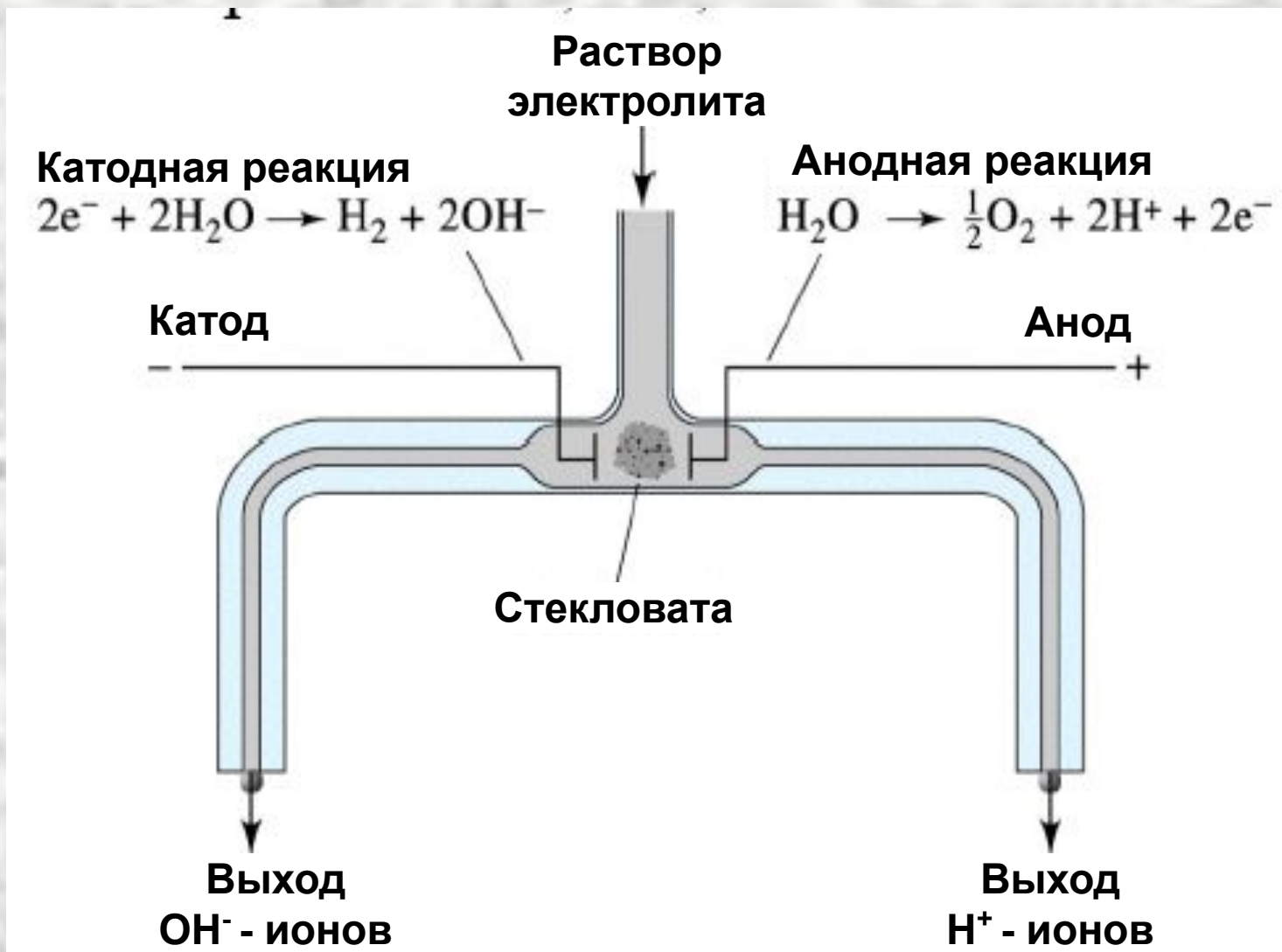


**Генераторный
электрод**



**Индикаторный
электрод**

Схема установки для кулонометрического титрования



Устройство для кулонометрического титрования кислот и оснований



Кулонометрический титратор фирмы Metrohm для определения следовых количеств влаги по Карлу Фишеру в диапазоне 100 – 200 мкг.

Электрогенерированные кулонометрические титранты

Титрант	Вспомогательный реагент	Реакция генерации титранта на электроде	Применение
Кислотно-основное титрование			
OH ⁻	H ₂ O	$2\text{H}_2\text{O} + 2\text{e} \rightarrow 2\text{OH}^- + \text{H}_2$	Титрование кислот
H ⁺	H ₂ O	$2\text{H}_2\text{O} - 4\text{e} \rightarrow 4\text{H}^+ + \text{O}_2$	Титрование оснований
Осадительное титрование			
Ag ⁺	Ag-анод	$\text{Ag} - \text{e} \rightarrow \text{Ag}^+$	Титрование Cl ⁻ , Br ⁻ , I ⁻ , серосодержащих веществ
Окислительно-восстановительное титрование			
Mn ³⁺	MnSO ₄	$\text{Mn}^{2+} - \text{e} \rightarrow \text{Mn}^{3+}$	Титрование Fe(II), H ₂ C ₂ O ₄
Br ₂	Br ⁻	$2\text{Br}^- - 2\text{e} \rightarrow \text{Br}_2$	Титрование As(III), I ⁻ , фенолов
CuCl ₂ ⁻	CuCl ₂	$\text{Cu}^{2+} + 2\text{Cl}^- + \text{e} \rightarrow \text{CuCl}_2^-$	Титрование Cr(VI)
Cl ₂	KCl	$2\text{Cl}^- - 2\text{e} \rightarrow \text{Cl}_2$	Титрование I ⁻ , As(III)
I ₂	KI	$2\text{I}^- - 2\text{e} \rightarrow \text{I}_2$	Титрование S ₂ O ₃ ²⁻ , As(III)

Примеры кулонометрического определения органических соединений

Титрант	Фоновый электролит	Определяемое соединение
Cu(II)	ДМФА, 0,5 моль/л NaClO ₄	Аскорбиновая кислота, тиомочевина, бензилтиомочевина
Cu(I)	ДМСО, 1 моль/л LiCl	Азобензол, <i>n</i> -бензохинон
V(V)	CH ₃ COOH, 0,5 моль/л HClO ₄	Аскорбиновая кислота, гидрохинон, дифенилдисульфид, метагид, пирокатехин, фтивазид
Co(II)	Ацетатный буфер, 0,1 моль/л KCl	Рубеановодородная кислота, 8-оксихинолин, 1,10-фенантролин
Mn(III)	CH ₃ COOH, 0,5 моль/л HClO ₄	Тиомочевина, фенилгидразин
Ce(IV)	То же	<i>n</i> -Аминофенол, норсульфазол, сульгин, сульфаниловая кислота
V(III)	То же	2,5-Дихлорбензол
Ti(III)	То же	Азобензол, ализариновый желтый, гидразобензол, метиловый красный
Br ₂	CH ₃ COOH, 0,2 моль/л HClO ₄	Анальгин, метионин, стирол, метилтиоурацил
	Ацетонитрил, 0,2 моль/л HClO ₄	Циклогексен, фенол
Cl ₂	CH ₃ COOH, 0,2 моль/л HClO ₄	Кофеин, теобромин
	Ацетонитрил, 0,2 моль/л HClO ₄	Теофиллин
I(I)	CH ₃ COOH, 0,2 моль/л HClO ₄	Дибазол, димедрол, витамин B ₁ , метагид, метол, папаверин, тубазид
BrO ⁻	Фосфатный буфер, pH 8,7, 0,2 моль/л KBr	Изониазид, никотинамид, фталазол, стрептоцид, этазол
H ⁺	Ацетонитрил, 0,25 моль/л NaClO ₄	Амидопирин, <i>n</i> -аминосалицилат натрия
	Ацетон, 0,25 моль/л NaClO ₄	Димедрол, кофеин, новокаин

Литература

- 1. Основы аналитической химии. Кн. 2. Методы химического анализа. / Под ред. Ю. А. Золотова. 2-е изд. М.: Высшая школа, 2004.**
- 2. Аналитическая химия. Физические и физико-химические методы анализа. Под ред. О. М. Петрухина. М.: Химия, 2001.**
- 3. Будников Г. К., Майстренко В. Н., Вяселев М. Р. Основы современного электроанализа. М.: Мир, 2004.**

Дополнительная литература

- 1. Аналитическая химия. Проблемы и подходы: В 2 т. / Под ред. Р. Кельнера, Ж-М. Мерме, М. Отто, Н. Видмера. М.: Мир, 2004.**
- 2. Отто М. Современные методы аналитической химии. В 2 т. М.: Техносфера, 2003.**
- 3. Плэмбек Дж. Электрохимические методы анализа. Основы теории и применение. М.: Мир, 1985.**
- 4. Агасян П. К., Хамракулов Т. К. Кулонометрический анализ. М.: Химия, 1984.**

Инструментальные методы анализа: электрогравиметрия

Майстренко В.Н.

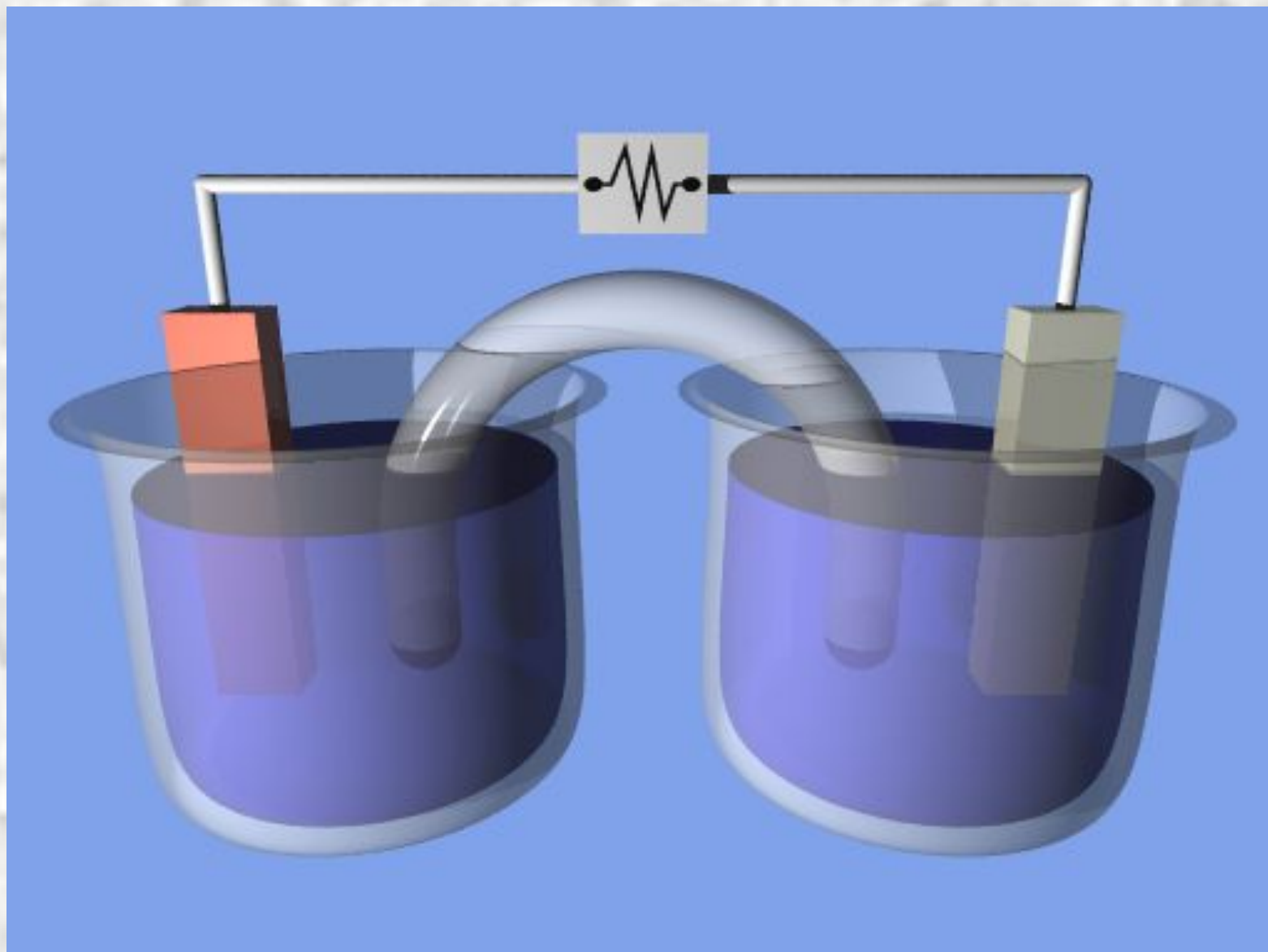
Башкирский государственный университет

Кафедра аналитической химии

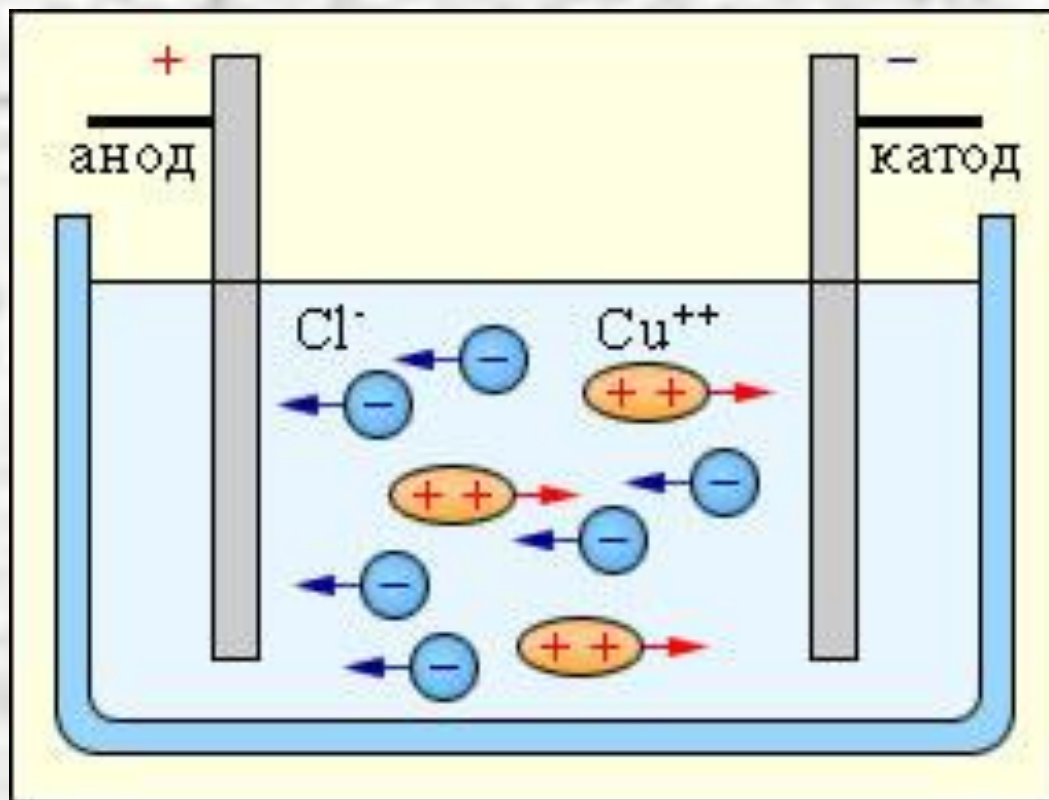
V_maystrenko@mail.ru

Тел: 229-97-12

Электрогравиметрия



Электрогравиметрия - разновидность гравиметрии. Ее особенность - осаждение определяемых элементов (в основном металлов) в ходе электролиза на предварительно взвешенном электроде. О содержании элемента в растворе судят по увеличению массы электрода. При электролизе катионы металлов осаждаются на катоде, выделяясь в виде металлов. Электрогравиметрию применяют для определения металлов, образующих плотные осадки на электроде, не осыпающиеся при промывании, высушивании и взвешивании.



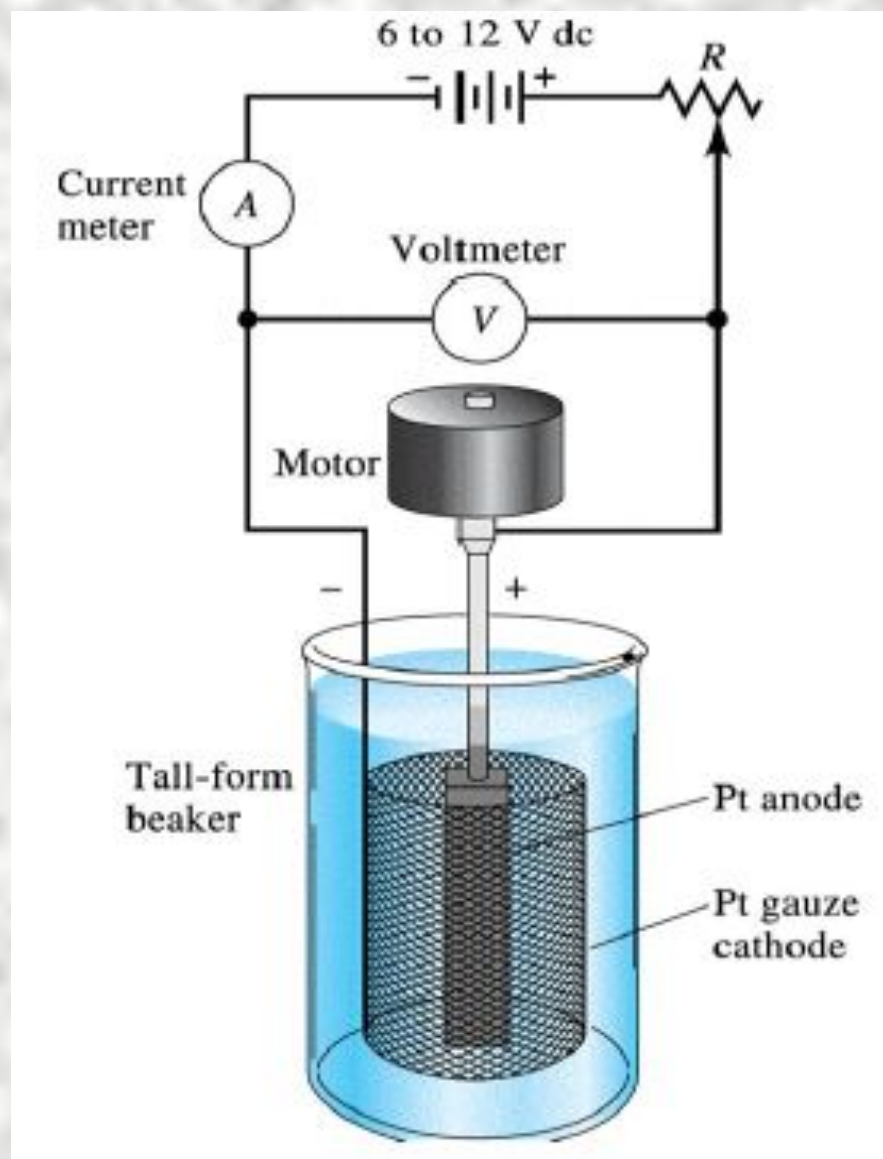
На аноде осаждаются немногие металлы. К ним относятся Mn и Pb, окисляющиеся в процессе электролиза до MnO_2 и PbO_2 .

Электроды, применяемые в электрогравиметрии должны отвечать следующим требованиям.

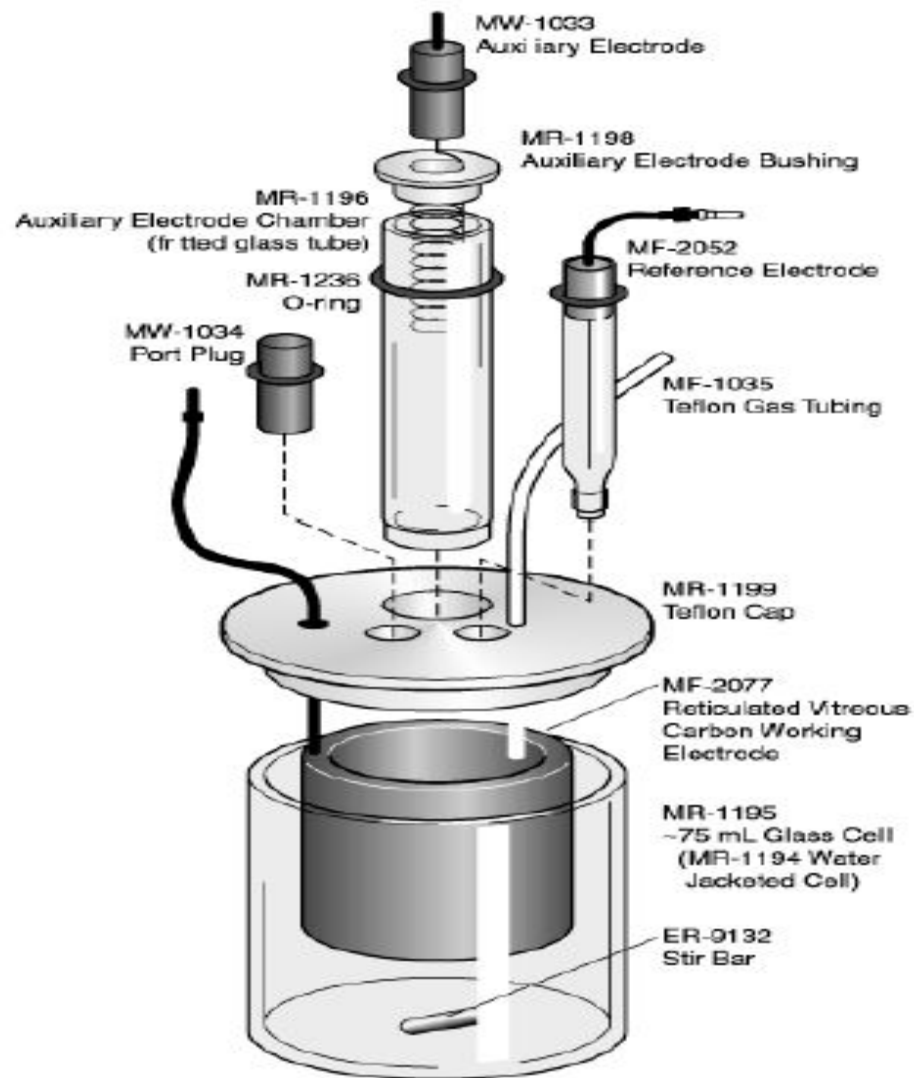
1. Быть химически инертными.
2. Хорошо удерживать образующиеся осадки.
3. Иметь возможно меньшую массу и большую поверхность.
4. Не препятствовать перемешиванию раствора.

Этим требованиям в наибольшей степени удовлетворяют **платиновые сетчатые электроды**. Анодом обычно служит **платиновая проволока**, согнутая в спираль. Для проведения анализа платиновые электроды погружают в стакан с анализируемым раствором, подсоединяют электроды к внешнему источнику тока и проводят электролиз.

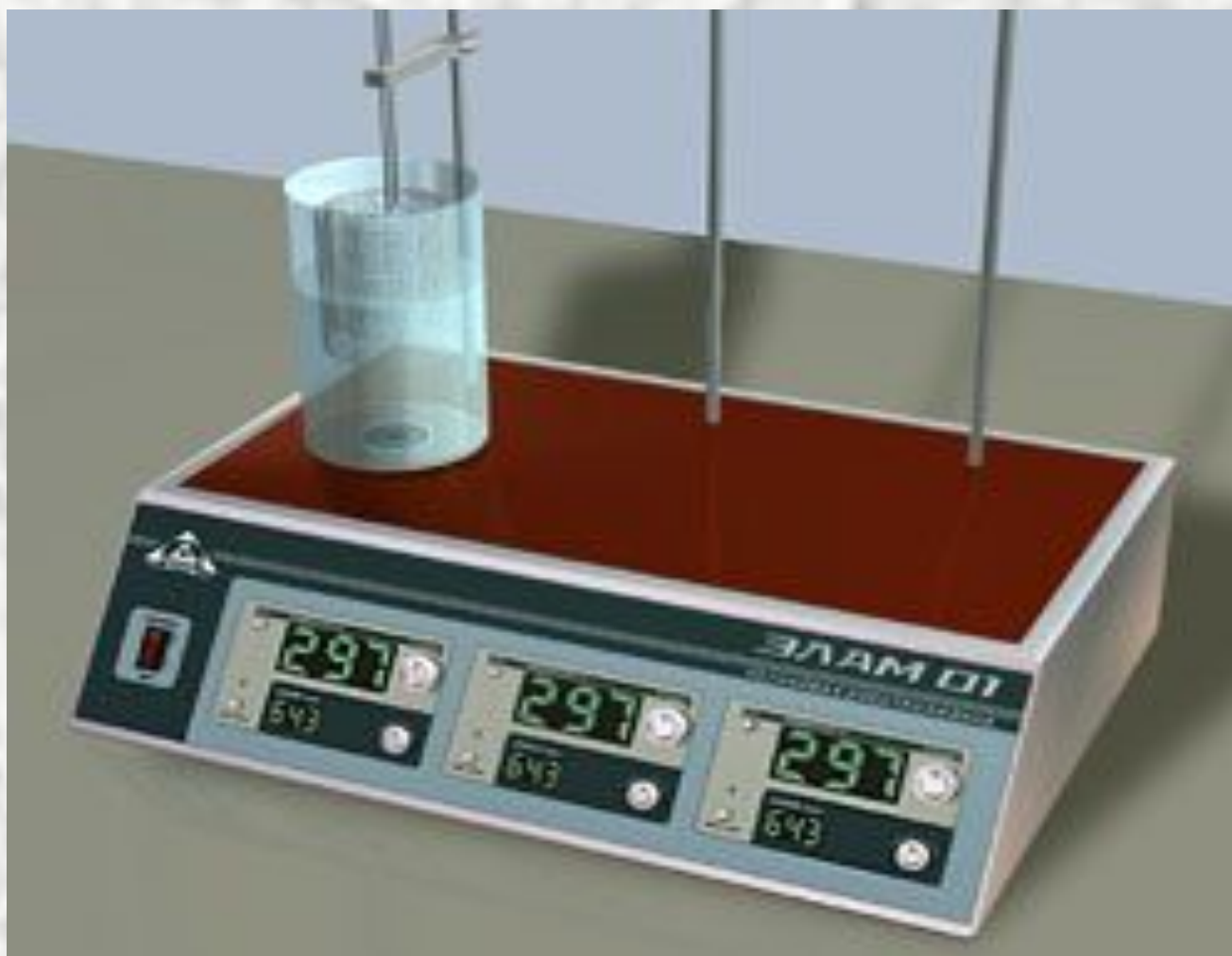




Электрохимическая ячейка для электрогравиметрии



Электрохимическая ячейка MF-1056 для электрогравиметрии



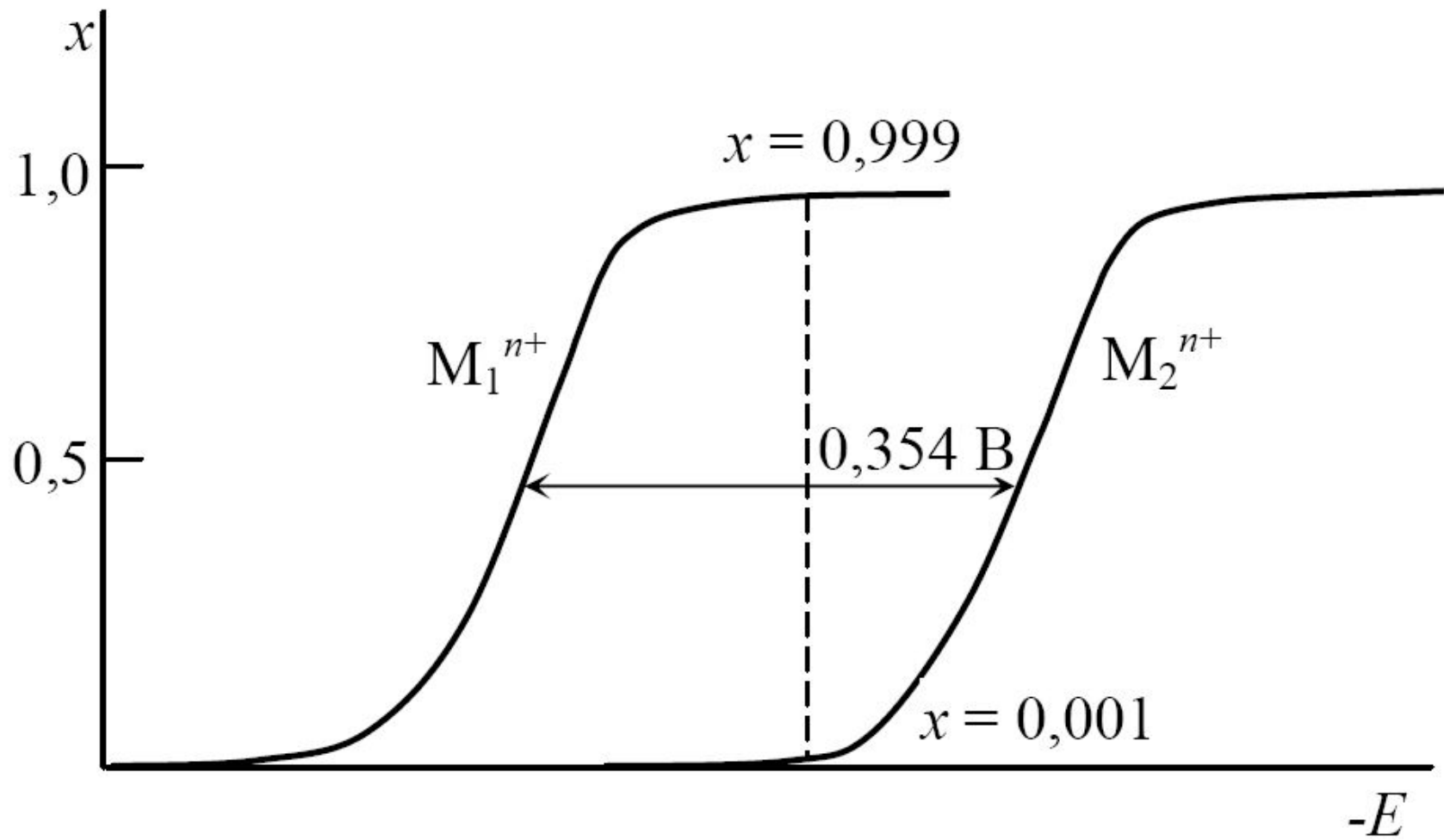
Установка для электрогравиметрического определения металлов (меди, свинца, кобальта и др.) в сплавах и чистых металлах «ЭЛАМ 01».

Особенности электрогравиметрии

Свойства образующихся осадков существенно зависят от **температуры и скорости перемешивания раствора**. Повышение температуры приводит к снижению концентрационной поляризации за счет уменьшения вязкости раствора и увеличения подвижности ионов. В то же время при повышении температуры из-за снижения перенапряжения может увеличиться образование газа. Оптимальную температуру раствора для каждого конкретного случая устанавливают экспериментально.

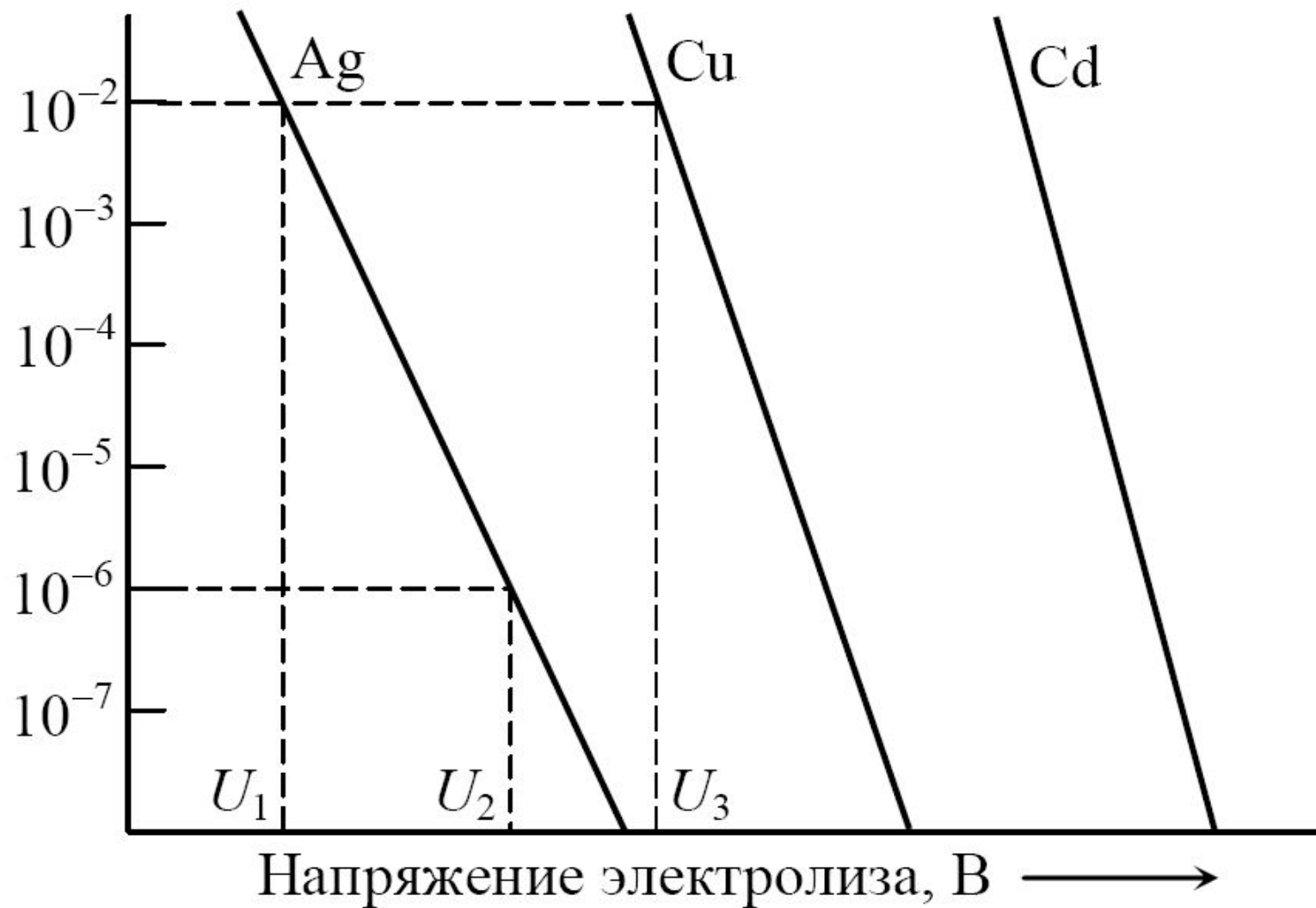
Электролиз растворов солей металлов в присутствии **комплексобразующих веществ** приводит к образованию лучших по свойствам осадков, нежели в растворах, содержащих только соли металлов. Лучшие осадки получаются при электролизе растворов, содержащих цианид-ионы или аммиак.

Для выбора **потенциала электролиза** используют поляризационные кривые, полученные на соответствующих электродах в аналогичных условиях. Путем изменения напряжения выбирают такой потенциал, при котором определяемый ион селективно выделяется на электроде.



Условие полного разделения металлов при электролизе

C , моль/л



**Зависимость концентрации ионов в растворе от
напряжения электролиза**

Литература

- 1. Основы аналитической химии. Кн. 2. Методы химического анализа. / Под ред. Ю. А. Золотова. 2-е изд. М.: Высшая школа, 2004.**
- 2. Аналитическая химия. Физические и физико-химические методы анализа. Под ред. О. М. Петрухина. М.: Химия, 2001.**
- 3. Будников Г. К., Майстренко В. Н., Вяселев М. Р. Основы современного электроанализа. М.: Мир, 2004.**

Дополнительная литература

- 1. Аналитическая химия. Проблемы и подходы: В 2 т. / Под ред. Р. Кельнера, Ж-М. Мерме, М. Отто, Н. Видмера. М.: Мир, 2004.**
- 2. Отто М. Современные методы аналитической химии. В 2 т. М.: Техносфера, 2003.**
- 3. Плэмбек Дж. Электрохимические методы анализа. Основы теории и применение. М.: Мир, 1985.**

Инструментальные методы анализа: кондуктометрия

Майстренко В.Н.

Башкирский государственный университет

Кафедра аналитической химии

V_maystrenko@mail.ru

Тел: 229-97-12

Кондуктометрия



Непосредственное измерение электропроводности растворов электролитов можно использовать для определения их концентрации. Этот метод положен в основу **кондуктометрии**.

Кондуктометрический метод анализа основан на использовании зависимости электропроводности растворов электролитов от их концентрации

$$W = k S C l / L$$

где W – электропроводность, S – площадь электродов, L – расстояние между электродами, C – концентрация, l – подвижность ионов.

Для конкретной пары электродов при неизменных S и L после объединения всех постоянных в одну константу получим

$$W = k C l$$

Электропроводность раствора прямо пропорциональна концентрации и подвижности ионов в растворе.

Если в растворе присутствуют несколько ионов, то его электропроводность пропорциональна сумме произведений концентраций отдельных ионов на их подвижность.

Иногда приходится сравнивать электропроводность растворов на различных электродах. В этом случае пользуются **удельной электропроводностью** k (электропроводность раствора, находящегося между электродами площадью 1 м^2 при расстоянии между ними 1 м). Единицей измерения k является См/м ($\text{Ом}^{-1} \cdot \text{м}^{-1}$).

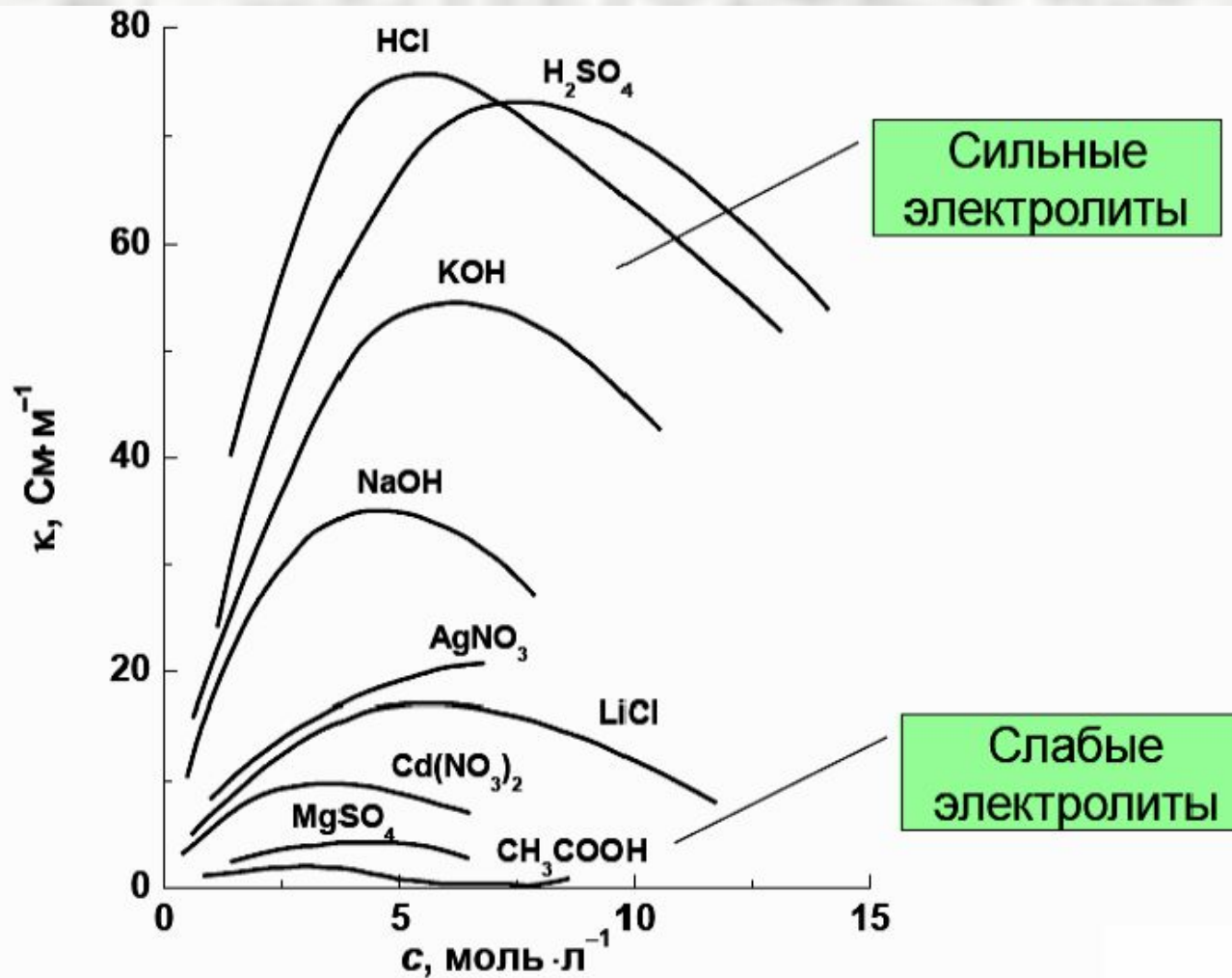
Удельная электропроводность, также как электропроводность, зависит от концентрации раствора, природы электролита и температуры.

В разбавленных растворах с увеличением концентрации удельная электропроводность растет, достигает максимума и затем уменьшается из-за образования ионных ассоциатов.

Для аналитических измерений используют разбавленные или умеренно концентрированные растворы.

Удельная электропроводность растворов электролитов

$$\kappa = \frac{l}{RS},$$
$$[\kappa] = \text{ОМ}^{-1}\text{М}^{-1}$$



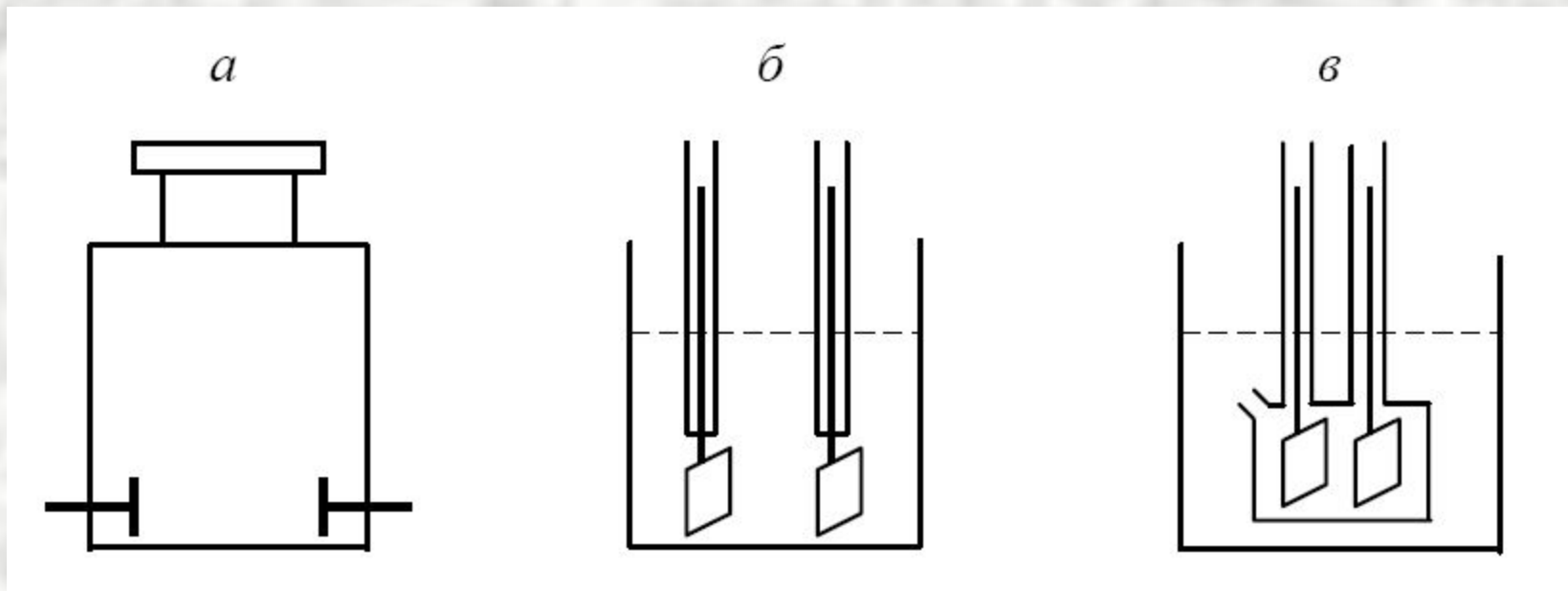
Существуют два варианта кондуктометрического анализа

прямая кондуктометрия – метод, позволяющий непосредственно определять концентрацию электролита путем измерения электропроводности раствора;

кондуктометрическое титрование – метод анализа, основанный на определении содержания вещества по излому кривой титрования, которую строят по изменению удельной электропроводности раствора в результате протекания химической реакции в процессе титрования.

Прямая кондуктометрия широко применяется для контроля очистки воды. Значение удельной электропроводности чистой воды, рассчитанное из ее ионного произведения и подвижности ионов водорода и гидроксида при бесконечном разбавлении, составляет при 18 °С $3,8 \cdot 10^{-8} \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$. Приготовление воды столь высокой чистоты связано с большими трудностями. Даже вода, полученная перегонкой в вакууме, имеет удельную электропроводность $(4 - 6) \cdot 10^{-8} \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$. Для лабораторных целей применяют воду с электропроводностью порядка $1 \cdot 10^{-6} \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$, что соответствует содержанию солей $\sim 1 \text{ мг/л}$.

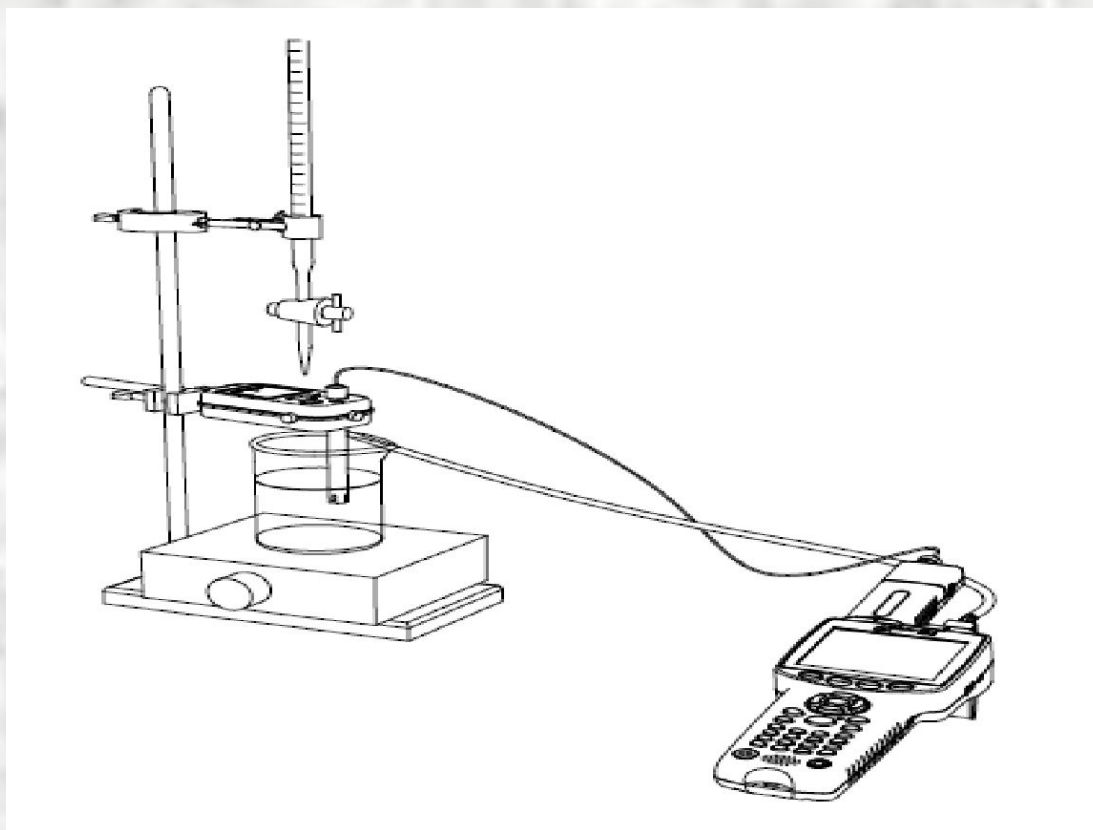
Измерение электропроводности



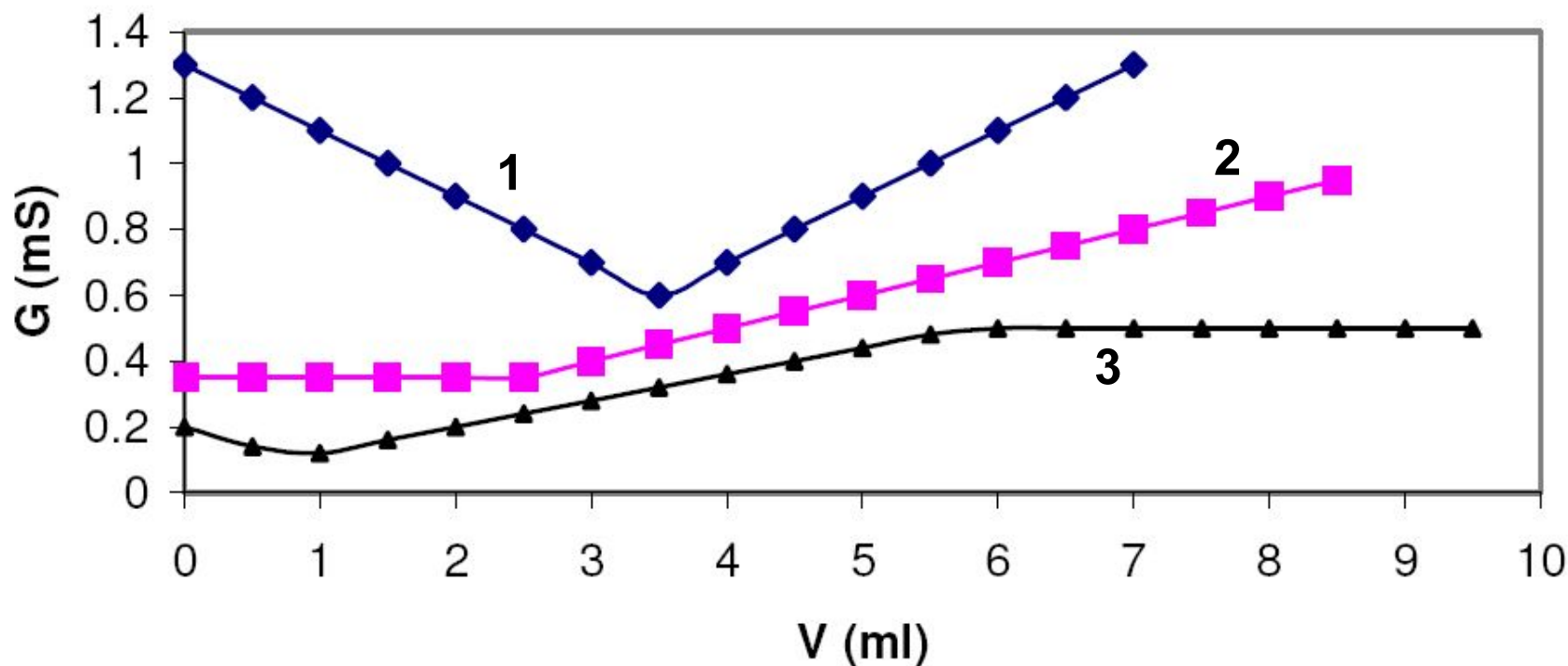
Ячейки для измерения электропроводности растворов
а – с жестко закрепленными электродами, б – для кондуктометрического титрования, в – погружного типа

Кондуктометрическое титрование

Определение конечной точки титрования по изменению электропроводности раствора при известной концентрации раствора титранта.



Известны примеры кислотно-основного, осадительного, комплексометрического кондуктометрического титрования. Точность кондуктометрического титрования составляет 1%, но если принять меры по термостатированию анализируемого раствора, то точность определений можно повысить в несколько раз.

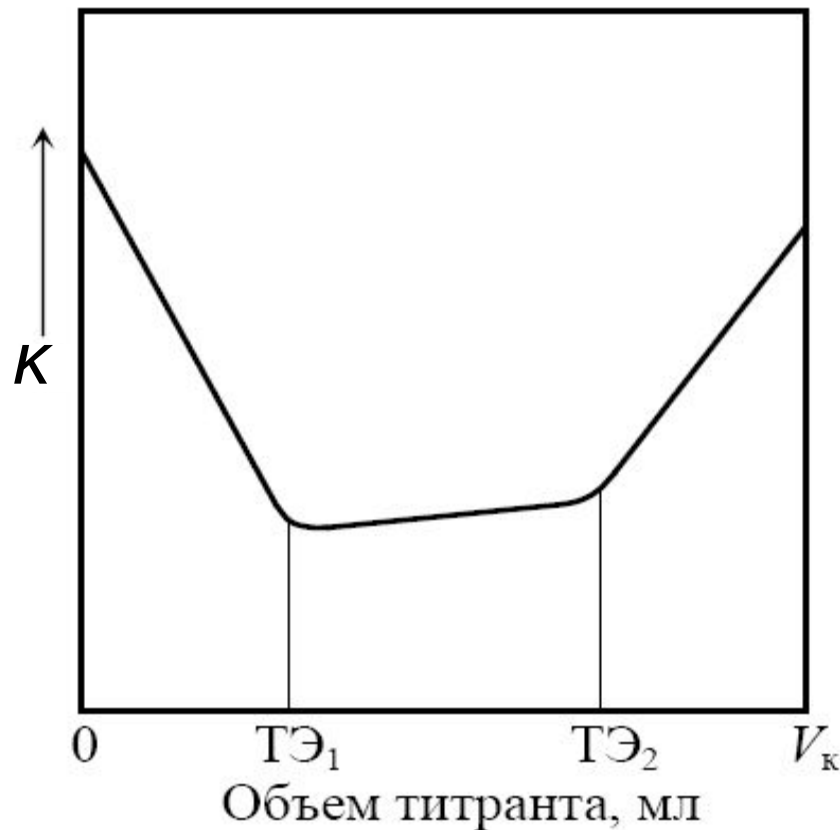


Кривые кондуктометрического титрования
1 – HCl – NaOH, 2 – AgNO₃ – KCl, 3 – CH₃COOH – NH₄OH

Точку эквивалентности находят на пересечении двух прямых. Одна прямая (до точки эквивалентности) отражает изменение концентрации определяемого иона и ионов титранта, а другая (после точки эквивалентности) является следствием увеличения концентрации ионов титранта.



Кривые титрования сильной (1) и слабых (2 - 4) кислот



Кривая титрования смеси кислот

Достоинства кондуктометрического титрования

1. Возможность проводить определения не только в прозрачных, но в окрашенных и мутных растворах, а также в присутствии окислителей, восстановителей, органических веществ.
2. Возможность определения различных неорганических и органических индивидуальных соединений.
3. Высокая чувствительность метода, позволяющая работать с разбавленными растворами.
4. Анализ как водных, так и органических растворов.
5. Возможность автоматизации процесса (хронокондуктометрия).
6. Использование разнообразных типов реакций.
7. Во многих случаях отсутствие необходимости проводить предварительную пробоподготовку.
8. Простота определения конечной точки титрования по пересечению двух прямых.

Литература

- 1. Основы аналитической химии. Кн. 2. Методы химического анализа. / Под ред. Ю. А. Золотова. 2-е изд. М.: Высшая школа, 2004.**
- 2. Аналитическая химия. Физические и физико-химические методы анализа. Под ред. О. М. Петрухина. М.: Химия, 2001.**
- 3. Будников Г. К., Майстренко В. Н., Вяселев М. Р. Основы современного электроанализа. М.: Мир, 2004.**

Дополнительная литература

- 1. Аналитическая химия. Проблемы и подходы: В 2 т. / Под ред. Р. Кельнера, Ж-М. Мерме, М. Отто, Н. Видмера. М.: Мир, 2004.**
- 2. Отто М. Современные методы аналитической химии. В 2 т. М.: Техносфера, 2003.**
- 3. Плэмбек Дж. Электрохимические методы анализа. Основы теории и применение. М.: Мир, 1985.**

Инструментальные методы анализа: КИНЕТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ

Майстренко В.Н.

Башкирский государственный университет

Кафедра аналитической химии

V_maystrenko@mail.ru

Тел: 229-97-12

Кинетические методы анализа — методы химического анализа, использующие зависимость между скоростью реакции и концентрацией реагирующих веществ. Определяемое вещество может расходоваться в процессе реакции, быть её **катализатором**, а также **активатором** или **ингибитором** действия катализатора.

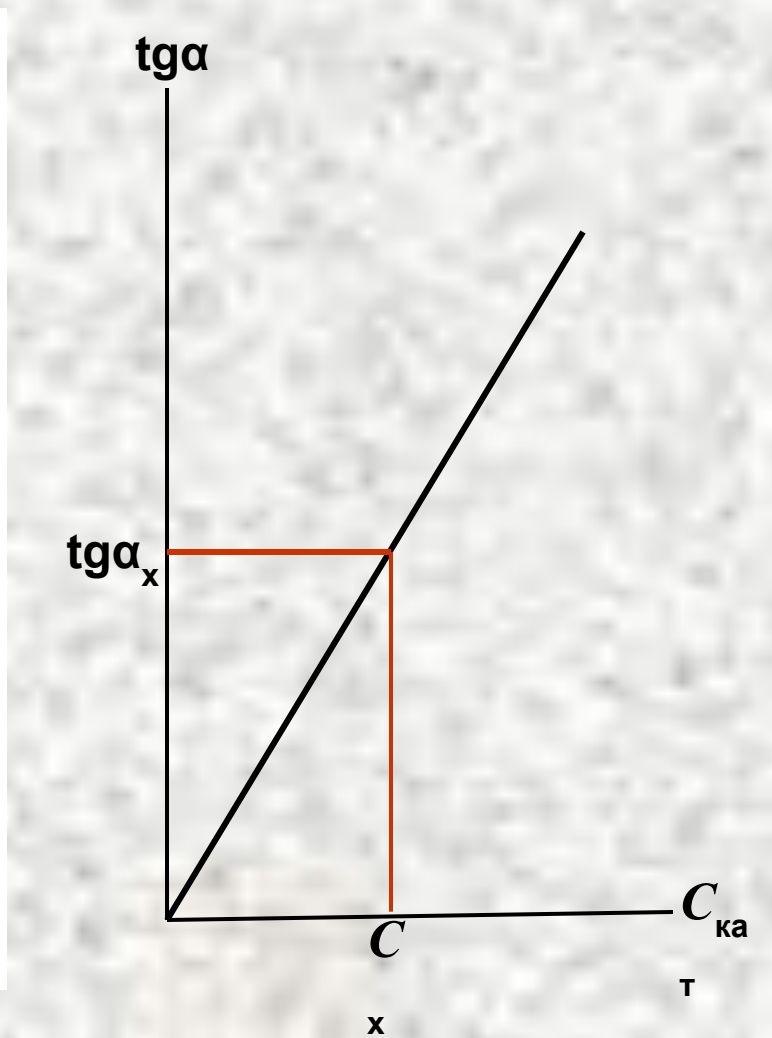
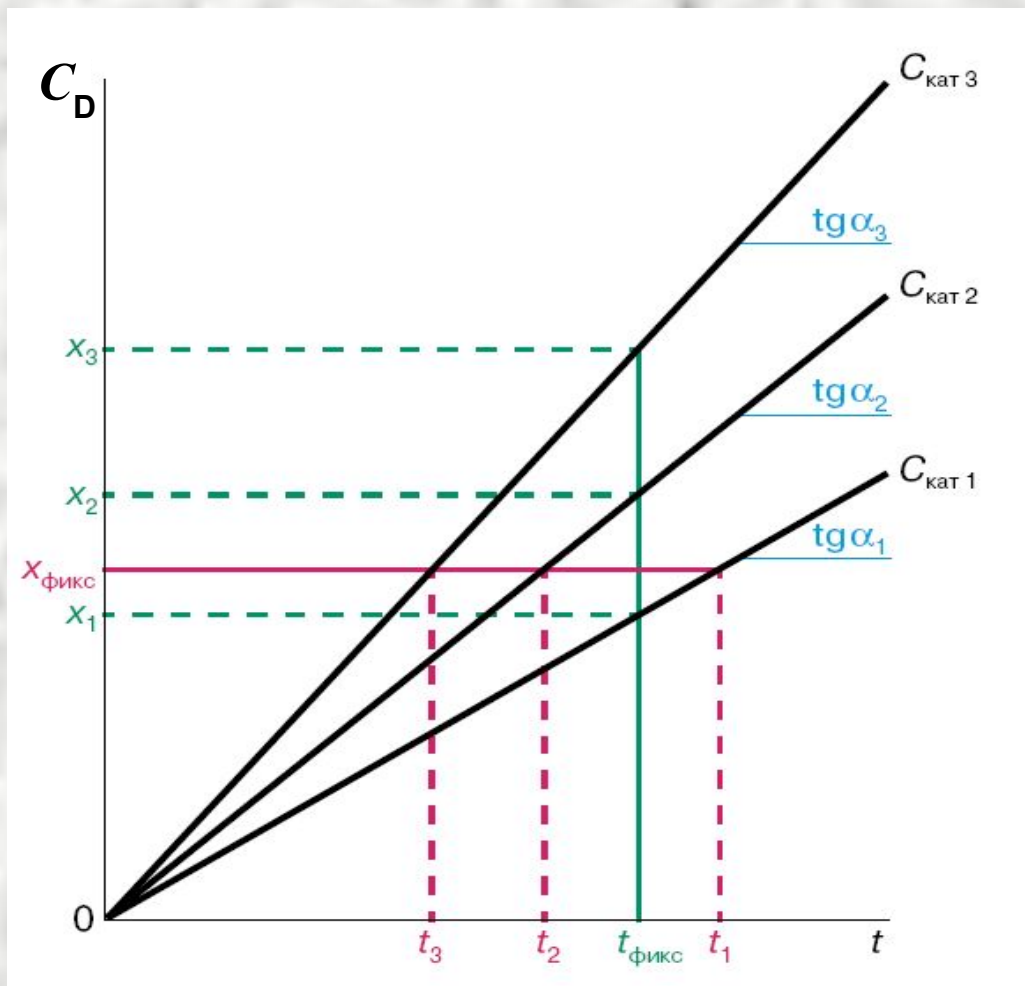
Аналитическим сигналом в кинетических методах является скорость реакции, положенная в основу определения. Такая реакция называется **индикаторной**, а реагирующее вещество или продукт реакции, по изменению концентрации которого судят о ее скорости, - **индикаторным веществом**.

Если в реакции $A + B \rightarrow C + D$ индикаторным веществом является D, то скорость реакции в начальный момент времени можно записать как

$$dC_D/dt = kC_A C_B C_{\text{кат}} \quad \text{или} \quad C_D = kC_A C_B C_{\text{кат}} t$$

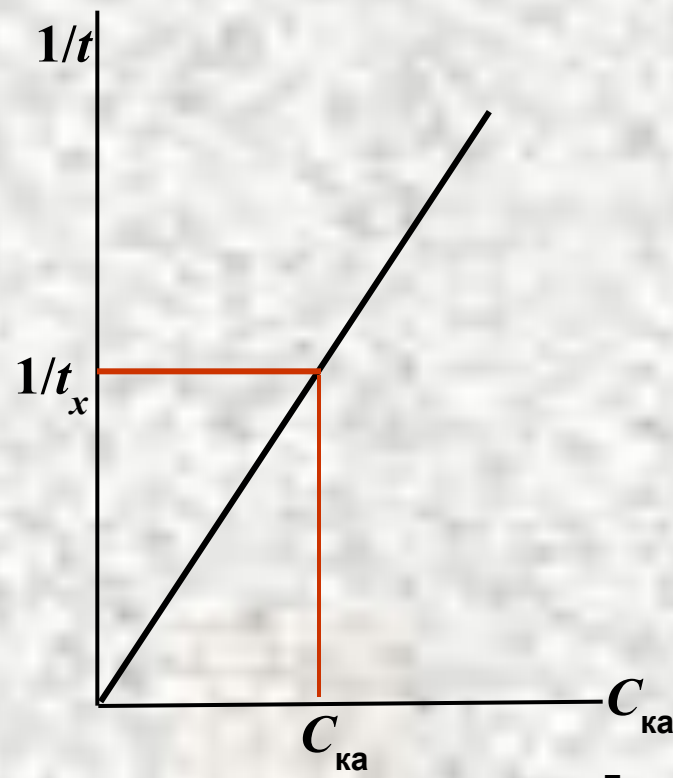
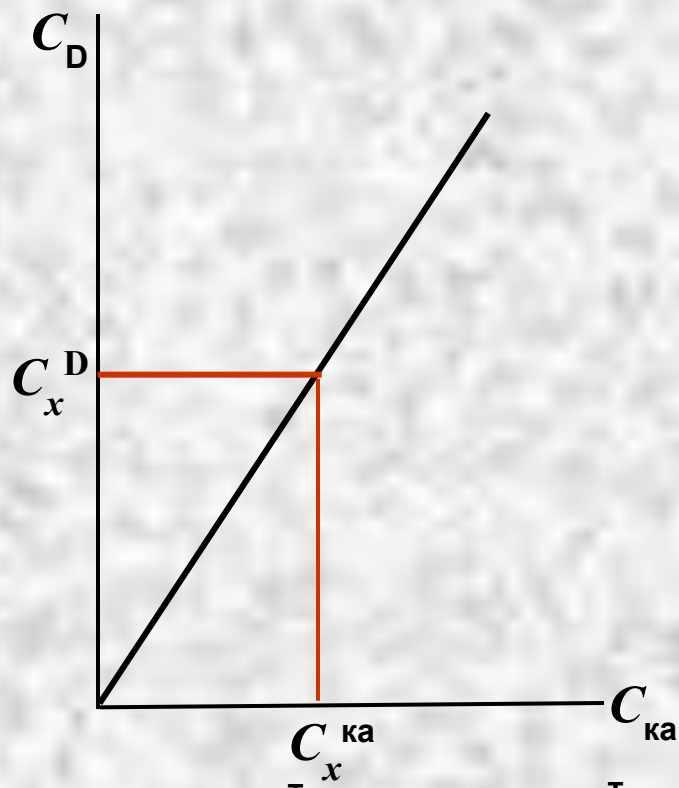
т. е. наблюдается прямолинейная зависимость между концентрацией индикаторного вещества D и временем протекания реакции.

Измерив тангенсы угла наклона кинетических кривых в координатах $C_D - t$ при различных концентрациях катализатора строят градуировочный график в координатах $\text{tg}\alpha - C_{\text{кат}}$, который используют для определения неизвестной концентрации катализатора. Этот способ называется **способом тангенсов**.



Помимо способа тангенсов достаточно часто используют **способ фиксированного времени**. Через строго определенный промежуток времени $t_{\text{фикс}}$ в пробах с известным содержанием катализатора измеряют концентрацию индикаторного вещества и строят график в координатах $C_D - C_{\text{кат}}$.

В способе **фиксированной концентрации** проводят реакцию до постоянного значения $x_{\text{фикс}}$ и определив для различных концентраций катализатора время t достижения постоянного значения аналитического сигнала, строят график в координатах $1/t - C_{\text{кат}}$.



Основные требования к индикаторным реакциям

1. Простой и надежный метод наблюдения за скоростью реакции.
2. Умеренная скорость протекания реакции.
3. Доступность используемых реагентов.

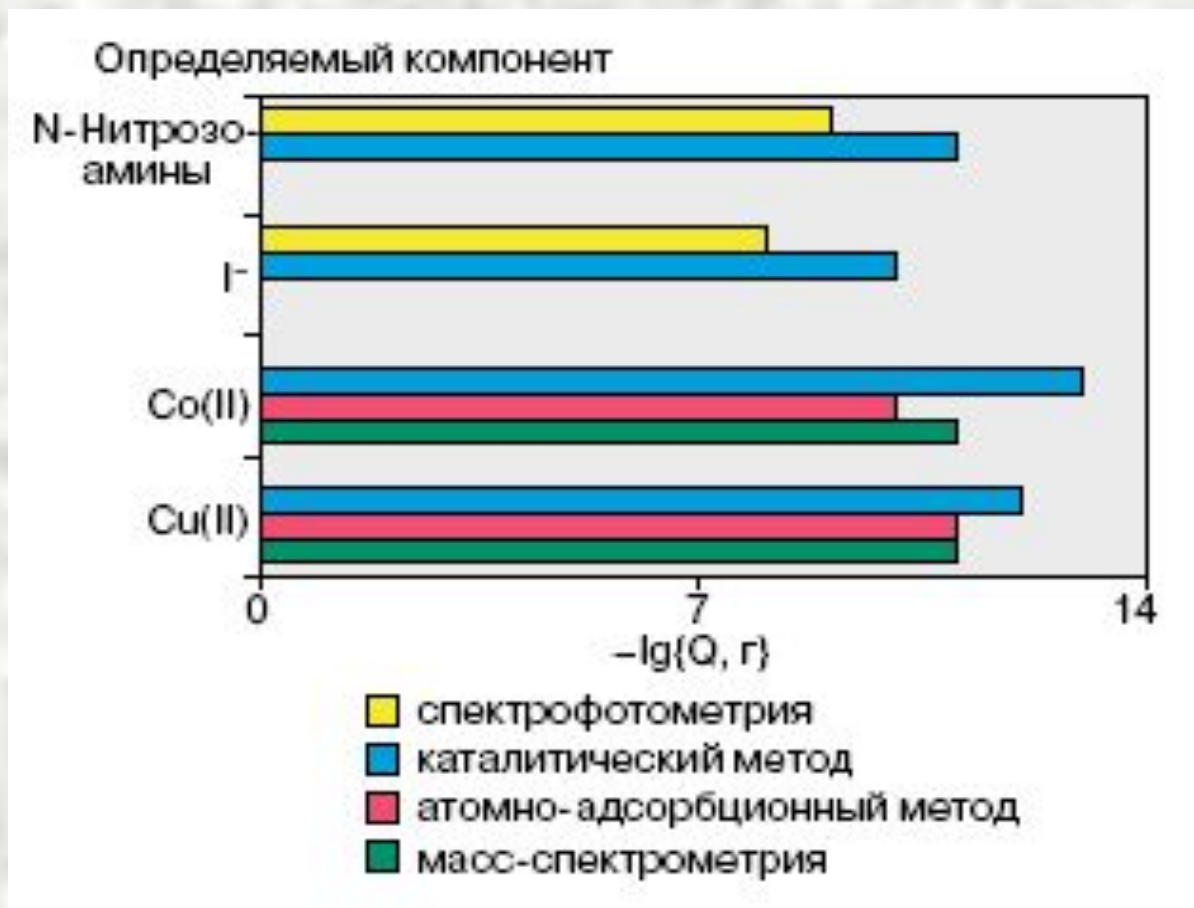
Индикаторная реакция	Метод контроля скорости*	Определяемый компонент	Предел обнаружения, нг/мл
$\text{I}^- + \text{H}_2\text{O}_2$	Сф., Пот.	Mo	10
Гидрохинон + H_2O_2	Сф.	Cu	0,2
Тайрон + H_2O_2	Сф.	Co	0,05
<i>n</i> -Фенилендиамин + H_2O_2	Сф.	Формальдегид	10
Люминол + H_2O_2	Хл.	Cu	0,2
		Co	0,02
$\text{AsO}_2^- + \text{IO}_3^-$	Пол.	I^-	5
$\text{I}^- + \text{BrO}_3^-$	Сф.	V	0,01
Сульфаниловая кислота + $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$	Сф.	Ag	5
$\text{NaN}_2 + \text{I}_2$	Сф.	S^{2-}	2
Zr(IV) + ксиленоловый оранжевый	Сф.	F^-	5
$\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-} + \text{H}_2\text{O}$	Сф.	Hg	5
Гидразон 2, 2'-дипиридилкетон + O_2	Терм., Фл.	Cu	0,4
Малоновая кислота + BrO_3^- (колебательная реакция)	Сф., Пот.	Ru	10

* Сф. – спектрофотометрия, Пот. – потенциометрия, Хл. – хемилюминесценция, Пол. – полярография, Терм. – термометрия, Фл. – флуоресценция.

Преимущества и недостатки кинетических методов

Преимущества

1. Высокая чувствительность – до 10^{-11} мкг/мл.
2. Простота аппаратного оформления и методики измерений.
3. Экспрессность и высокая точность.



Чувствительность определений некоторых веществ различными методами.

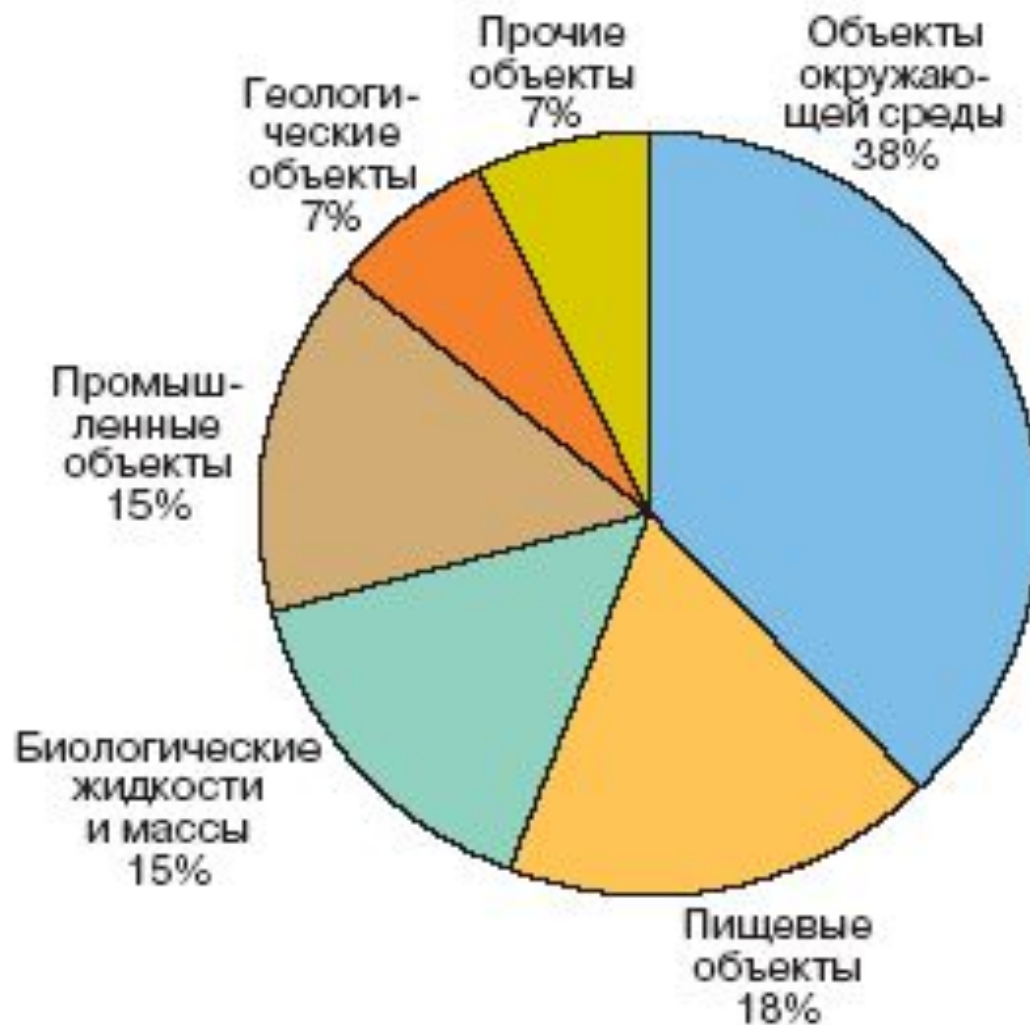
Недостатки

1. Низкая селективность.
2. Влияние мешающих веществ и состава раствора.

Способы повышения селективности кинетических методов

Способ	Индикаторная реакция	Определяемый компонент	Примечание
Изменение условий проведения реакции	$I^- + H_2O_2$ $AsO_2^- + Ce(IV)$	Hf, Zr Os, Ru	Изменение pH: Hf (pH 1), Zr (pH 2) Изменение концентраций реагирующих веществ
Использование разных активаторов	α -Дианизидин + H_2O_2	Cr(III), Cr(VI)	Cr(III) – активатор γ -пиколин Cr(VI) – <i>n</i> -аминобензойная кислота
Проведение реакции в водно-органических средах	Дифенилкарбазон + H_2O_2	Co, Ni	Водно-диметилсульфоксидная среда (H_2O_2 , ДМСО): Co (25 об. % ДМСО), Ni (45 об. % ДМСО)
Маскирование	Люциногенин + H_2O_2	Os	ЭДТА маскирует Co, Ni, Cu
Сочетание каталитического метода с методами разделения	Дифенилкарбазон + тайрон + H_2O_2	Ni	Предварительная экстракция бензилдиоксим/ $CHCl_3$

Области применения кинетических методов анализа



Литература

- 1. Основы аналитической химии. Кн. 2. Методы химического анализа. / Под ред. Ю. А. Золотова. 2-е изд. М.: Высшая школа, 2004.**
- 2. Аналитическая химия. Физические и физико-химические методы анализа. Под ред. О. М. Петрухина. М.: Химия, 2001.**
- 3. Прикладной химический анализ: Практическое руководство / Под ред. Т. Н. Шеховцовой и др. М.: Изд-во МГУ, 2010.**

Дополнительная литература

- 1. Кристиан Г. Аналитическая химия. В 2-х т. М.: БИНОМ, 2009.**
- 2. Яцимирский К.Б. Кинетические методы анализа. М.: Химия, 1967.**
- 3. Мюллер Г., Отто М., Вернер Г. Каталитические методы в анализе следов элементов. М.: Мир, 1983.**
- 4. Перес-Бендито Д., Сильва М. Кинетические методы в аналитической химии. М.: Мир, 1991.**
- 5. Марк Г., Рехниц Г. Кинетика в аналитической химии. М.: Мир, 1972.**



Благодарю за внимание!