

ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

Амперометрическое титрование

ОФС.1.2.1.19.0001.15

Взамен ст. ГФ XI, вып.1

Амперометрическое титрование является методом количественного анализа, при котором конечная точка титрования определяется по изменению тока между погруженными в анализируемый раствор электродами в зависимости от количества прибавляемого титранта. Один из электродов – индикаторный, второй – электрод сравнения, обладающий постоянным потенциалом. Напряжение, накладываемое на электроды, должно быть таким, чтобы потенциал индикаторного электрода обеспечивал предельный диффузионный ток, обусловленный разрядом электрохимически активных соединений, участвующих в титриметрической реакции.

Разновидностью метода является использование пары идентичных индикаторных электродов небольшой поверхности (обычно платиновые или золотые), находящихся под напряжением, достаточным для протекания катодного и анодного процессов при наличии в растворе окислительно-восстановительной пары. Это вид титрования рекомендуется при йодометрическом и нитритометрическом определении, а также при определении воды по методу К. Фишера.

Оборудование. Прибор для амперометрического титрования состоит из источника постоянного тока с регулируемым напряжением, микроамперметра и электродной пары. В качестве индикаторного электрода обычно используют инертные электроды – платиновый, золотой, ртутный капельный, графитовый или стеклоуглеродный, а также сделанный из этих

материалов вращающийся дисковый электрод. В качестве электрода сравнения обычно используют каломельный или хлорсеребряный электрод.

При титровании в средах с большим сопротивлением может использоваться трехэлектродная схема. Напряжение накладывается на индикаторный и вспомогательный электроды, а требуемый потенциал индикаторного электрода устанавливается относительно электрода сравнения.

Методика. При амперометрическом титровании устанавливают потенциал индикаторного электрода, обеспечивающий протекание электрохимической реакции, и регистрируют величину тока в зависимости от количества прибавленного титранта. Титрование продолжают после достижения предполагаемой точки эквивалентности. По меньшей мере, три точки с двух сторон от точки эквивалентности должны лежать на прямой. Конечная точка титрования является точкой пересечения двух прямых.

При амперометрическом титровании с двумя индикаторными электродами регистрируют всю кривую титрования и используют для определения конечной точки титрования.

Перечень параметров, указываемых в фармакопейных статьях. Конкретные параметры – тип индикаторного электрода, потенциал индикаторного электрода (или разность потенциалов двух индикаторных электродов), электрод сравнения, массу анализируемого вещества, тип и концентрацию титранта – указывают в фармакопейных статьях.