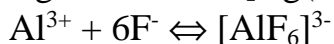
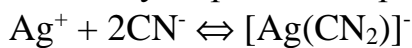


МЕТОДИ КОМПЛЕКСИМЕТРІЇ

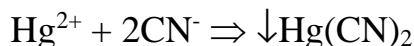
Методи комплексиметрії ґруновані на використанні реакцій комплексоутворення, наприклад:



Користуючись методами комплексоутворення, можна кількісно визначити різні катіони (Ag^+ , Hg^{2+} , Al^{3+} та інші) і аніони (CN^- , F^- , Cl^- та інші), здатні вступати в реакцію комплексоутворення. Особливе місце серед методів комплексоутворення займає комплексометрія: метод, що базується на використанні реакцій утворення стійких комплексних сполук елементів з амінополікарбоновими кислотами, найчастіше трилоном Б.

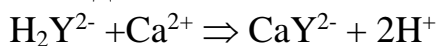
Серед важливіших методів комплексоутворюючого титрування слід відмітити наступні.

1. Меркуриметрія - метод комплексоутворюючого титрування, ґрунований на утворенні комплексних сполук двовалентного меркурію HgCl_2 , $\text{Hg}(\text{CN})_2$, $\text{Hg}(\text{SCN})_2$:



В якості індикатору в меркуриметрії використовують розчин нітропрусиду натрію $\text{Na}[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, який реагує з Hg^{2+} -іонами з утворенням білого осаду $\text{Hg}[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, або дифенілкарбазон, який з надлишком йонів меркурію утворює комплексні сполуки, забарвлені в синьо-фіолетовий колір (власне забарвлення індикатора червоне).

2. Комплексометрія - метод титриметрії, ґрунований на використанні реакцій комплексоутворення за допомогою комплексонів:



де: HY^{2-} - аніон комплексону.

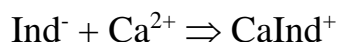
Комплексо́ни є похідними амінополікарбонових кислот. Найбільшого значення набула етилендіамінтетраацетатна кислота ЕДТА - комплексон II (H_4Y). На практиці зазвичай застосовують динатрієву сіль етилендіамінтетраацетатної кислоти, яку називають ще комплексоном III або трилоном Б (скорочено $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$).

Точку кінця титрування встановлюють за допомогою індикаторів – органічних барвників, що утворюють з катіонами металів забарвлені комплексні сполуки (металохромні індикатори).

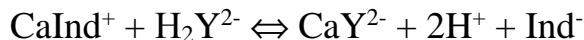
При титруванні комплексоном III такої забарвленої комплексної сполуки вона поступово розкладається внаслідок утворення нової більш стійкої внутрікомплексної сполуки катіону з комплексоном. В точці еквівалентності початковий колір комплексної сполуки, утвореної металохромним індикатором з певним катіоном, зникає й з'явиться забарвлення, властиве вільній формі індикатору.

Наприклад, в кислому або нейтральному середовищі індикатор мурексид (амонійна сіль одноосновної пурпурової кислоти) забарвлює розчин в червоний колір, а в лужному середовищі (при $\text{pH} > 9$) аніон пурпурової кислоти надає розчину характерного "лілового" забарвлення. З йонами Ca^{2+}

аніон пурпурової кислоти в лужному середовищі утворює комплекс, забарвлений в червоний колір:



Цей комплекс менш стійкий, ніж комплексна сполука Ca^{2+} з трилоном, і при титруванні останнім в точці еквівалентності проходить різка зміна кольору з червоного в синій:



Метод комплексонометричного титрування придатний для визначення багатьох елементів і поділяється на:

- а) метод прямого титрування;
- б) метод зворотного титрування;
- в) метод титрування замісника;
- г) метод алкаліметричного титрування.

1. Приготування робочого розчину трилону Б

Трилон Б кристалізується з двома молекулами води. Його загальна формула:



Молекулярна маса еквіваленту трилону Б рівна:

$$M = \frac{Mr_{\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}}}{2} = \frac{372.24}{2} = 186.12 \text{ г.}$$

Для приготування 1 л 0,1 моль-екв/л розчину трилону Б розчиняють 18,612 г його в гарячій дистильованій воді. Якщо потрібно – фільтрують, а тоді об'єм розчину доводять до 1 л. Розчин трилону Б стандартної концентрації зручно готувати з фіксаналу. Тоді його точну концентрацію не потрібно встановлювати.

2. Встановлення концентрації розчину трилону Б

Відбирають в конічну колбу піпеткою аліквоту виготовленого стандартного розчину кальцію (0,1 моль-екв/л), додають 50 мл дистильованої води, 25 мл аміачної буферної суміші, 2-3 краплі індикатору еріохром чорного Т і титрують 0,1 моль-екв/л розчином трилону Б до зміни кольору з червоного в синій. Титрування під кінець реакції слід проводити дуже повільно при енергійному перемішуванні розчину. Титрування повторюють 2-3 рази, знаходять середнє значення витраченого на титрування об'єму трилону Б і вираховують його концентрацію за формулою:

$$C_1 = \frac{C_2 \cdot V_2}{V_1}$$

3. Визначення “твердості води”

Твердість води виражають числом міліграм-еквівалентів кальцію й магнію в 1 л розчину.

Відбирають в колбу для титрування 50-100 мл проби досліджуваної води і приливають 5 мл аміачного буферного розчину. Потім додають 2-3

краплини розчину (можна всипати трохи сухого порошку) індикатору еріохром чорного Т до одержання “винно-червоного” кольору і титрують робочим розчином трилону Б до зміни забарвлення в синє (із зеленуватим відтінком).

Твердість води в міліграм-еквівалентах (Н) вираховуємо за формулою:

$$H = \frac{C \cdot V \cdot 1000}{V_x}$$

де: V - об'єм робочого розчину трилону Б, затрачений на титрування, мл;

C - концентрація розчину трилону Б;

V_x - об'єм води, взятої для визначення, мл.

4.Визначення кальцію

Визначивши загальну твердість води за допомогою трилону Б, знаходимо суму мг-екв кальцію й магнію. Потім за допомогою трилону Б в присутності індикатора мурексиду визначають вміст кальцію і за різницею - вміст магнію.

В конічну колбу місткістю 200-250 мл відбирають піпеткою 50-100 мл досліджуваної води. Додають 2 мл 2 М розчину NaOH і 10-15 мг сухого індикатору мурексиду. Титрують розчином трилону Б при інтенсивному перемішуванні. Перехід забарвлення від червоного до “лілового” свідчить про кінець титрування.

Вміст йонів Ca²⁺ в досліджуваній воді розраховують за формулою:

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 1000}{V_x}$$

де: V - об'єм робочого розчину трилону Б, затрачений на титрування, мл;

C - концентрація розчину трилону Б;

V_x - об'єм води, взятої для визначення, мл.

Вміст йонів Mg²⁺ вираховують за різницею (H-X).