# **Лабораторне заняття № 12**

**Тема: МЕТОД КОМПЛЕКСОНОМЕТРІЇ.**

**Мета:** засвоїти теоретичні основи методу комплексонометрії. Вміти готувати титранти, виконувати їх стандартизацію, а також проводити кількісні визначення з використанням методу комплексонометричного титрування.

**Теоретичні положення**

Комплексонометрія – методи аналізу, які базуються на реакціях, що супроводжуються утворенням комплексних сполук катіонів з органічними реактивами – комлексонами. Сполуки, що при цьому утворюються, називаються внутрішньокомплексними (клешньовидними, хелатами).

Комплексони – найчастіше є похідними поліамінополікарбонових кислот. Серед комплексонів найпоширенішими є комплексон II (етилендиамінтетраоцтова кислота) та її динатрієва сіль – комплексон III (трилон Б):



Завдяки такій будові ці сполуки здатні утворювати одразу декілька координаційних зв'язків з іонами металів – комплексоутворювачів.

Na-ЕДТА (трилон Б) утворює з багатьма катіонами стійкі малодисоційовані розчинні у воді внутрішньокомплексні солі.

Реакції між комплексоном і йонами металів комплексоутворювачів проходять стехіометрично. Стійкість комплексів катіонів металів із трилоном Б у значній мірі залежить від природи металу та рН середовища. Наприклад, Fе3+-іони з трилоном Б утворюють дуже стійкі комплекси і можуть бути визначені в кислому середовищі. Більшість катіонів у цих умовах утворюють менш стійкі комплексні сполуки, тому їх визначення проводять у присутності амоніачного буферного розчину (рН = 8,0-9,0), який зв’язує гідроген-іони, що утворюються внаслідок реакції. Як титранти використовують розчини трилону Б 0,02-0,1 молярної концентрації.

Незалежно від характеру катіона і ступеня його окиснення взаємодія його з комплексоном відбувається у молярних співвідношеннях 1:1 – один моль трилону Б взаємодіє з 1 молем будь-якого катіона.

Для фіксування кінцевої точки титрування у комплексонометрії застосовують металохромні індикатори, що теж являють собою комплексони і утворюють з досліджуваними катіонами хелати, але менш стійкі, ніж комплекс іона металу з трилоном Б. При досягненні точки еквівалентності відбувається руйнування комплексу йона металу з індикатором і розчин набуває забарвлення звільненого індикатора. Як індикатори при комплексонометричних титруваннях часто застосовують барвники: кислотний хром темно-синій, кислотний хромоген чорний спеціальний (інакше еріохром чорний Т), ксиленоловий оранжевий і інші. Наприклад: еріохром чорний Т утворює з катіонами комплекси, що мають у лужному середовищі червоно-фіолетове забарвлення.

При додаванні до цього розчину титранту трилону Б катіон металу переходить із комплексу його з індикатором до більш стійкого комплексу з трилоном Б і в точці еквівалентності забарвлення розчину стає синім (забарвлення вільного індикатора). Комплекси катіонів металів з трилоном Б безбарвні.

У комплексонометрії застосовують пряме, зворотне титрування, титрування замісника. Прямим титруванням трилоном Б визначають твердість води, Cu2+, Co2+, Pb2+, Ni2+, Zn2+, Fe3+, Al3+, Ba2+, Sr2+, Ca2+, Mg2+ та інші.

* 1. **Приготування титранту трилону Б і його стандартизація**

***Прилади і реактиви*:** техно-хімічні терези,аналітичні терези, мірні колби (250 – 1000 мл), конічні колби, піпетки, бюретки, трилон Б, кислотний хром темно-синій.

***Розчини:*** кальцію хлорид або магнію сульфат (фіксанал), амонію хлорид (20 %), амонію гідроксид (20 %).

***Хід роботи***

 Розраховують наважку трилону Б, необхідну для приготування 250 мл 0,1н розчину за формулою:

*m(Тр.Б)= *

де *Сн –* нормальна концентрація трилону Б

 *me –* еквівалентна маса трилону Б

 Vр-ну –об’єм розчину

Титрант трилону Б можна приготувати двома способами:

 1. Шляхом взяття точної наважки хімічно чистого препарату – первинний стандартний розчин.

 2. Шляхом приготування титранту трилону Б приблизної концентрації (0,1н) – вторинний стандартний розчин і стандартизація його за розчином кальцію хлориду або магнію сульфату, приготовлених з фіксаналів.

Зберігати розчин трилону Б краще в пластикових посудинах. У них не відбувається зміна титру розчину трилону Б. Посудини із м'якого скла для цієї мети непридатні, оскільки через незначний проміжок часу з поверхні скла переходить у розчин значна кількість йонів лужноземельних і інших заважаючих металів, що призводить до зміни концентрації титранту трилону Б.

***Спосіб 1***

* 1. Беруть точну наважку хімічно чистого трилону Б близьку до розрахованої і розчиняють в мірній колбі на 250 мл.
	2. Знаючи величину наважки, розраховують нормальність розчину за формулою:

*Сн=*

***Спосіб 2***

* 1. На техно-хімічних терезах зважують наважку трилону Б близьку до розрахованої і готують титрант в колбі на 250 мл.
	2. Розчин стандартизують за кальцієм хлоридом чи магнію сульфатом, приготовлених із фіксаналів. Для цього відбирають піпеткою 10 мл приготовленого із фіксаналу розчину CaCl2·6H2O або MgSO4·7H2O, додають 5 мл буферного розчину, 50 мл дистильованої води, ≈ 0,03 г індикатора кислотного хрому темно-синього і титрують розчином трилонуБ до переходу винно-червоного забарвлення в синє.
	3. Розраховують нормальність розчину трилону Б.

Для приготування аміачного буферного розчину змішують 100 мл 20 % розчину амонію хлориду та 100 мл 20 % розчину амоніаку і доводять об’єм до мітки в колбі на 1 л.

**7.2 Приклади кількісних визначень методом комплексонометричного титрування**

**7.2.1 Визначення загальної твердості води**

***Прилади та реактиви:*** мірні колби, конічні колби, піпетки, бюретки.

***Розчини*:** аміачний буферний розчин, титрант – розчин трилону Б, еріохром чорний Т.

**Теоретичні положення**

Твердість води обумовлена наявними в ній так званих катіонів твердості, які з вищими жирними кислотами дають нерозчинні солі. Мила – це суміш натрієвих або калієвих солей вищих жирних кислот: RCOONa; RCOOK.

При взаємодії з катіонами твердості ці розчинні солі перетворюються в нерозчинні. Наприклад:

2RCOO- + Ca2+= RCOOCaOOCR.

Нерозчинні солі вищих жирних кислот не мають поверхнево-активних властивостей і тому не придатні як миючі засоби.

Катіони твердості не тільки унеможливлюють застосування мила, а також утворюють нерозчинні карбонати, фосфати і інші нерозчинні сполуки, які відкладаються на стінках водопровідних труб, установок, що працюють на воді. Це призводить до закупорки водопровідних труб, зменшення теплопередачі приладів і установок, у яких нагрівається вода.

Розрізняють загальну, постійну і тимчасову твердість води. Загальна твердість води обумовлена розчинними солями металів твердості незалежно від характеру аніона цих солей. Наприклад: СаС12, MgSO4, Ca(NO3)2, Са(НСO3)2, Mg(HCO3)2, ZnCl2, Al2(SO4)3.

Постійна твердість води обумовлена наявністю у воді розчинних солей металів твердості з усіма аніонами, крім гідрокарбонат-аніона.

Тимчасова твердість води обумовлена розчинними гідрокарбонатами металів твердості – Ме(НСО3)n. В основному це гідрокарбонати Кальцію і Магнію. Тимчасовою ця твердість називається тому, що вона може бути усунена переведенням розчинних гідрокарбонатів у нерозчинні карбонати при нагріванні і вода при цьому пом'якшується:

Са(НСO3)2→СаСO3↓+Н2O+СO2.

***Хід роботи***

1. В колбу для титрування відмірюють піпеткою 100 мл досліджуваної проби води (можна водопровідної), приливають 5 мл аміачного буферного розчину і додають краплями розчин індикатора (еріохрома чорного Т) до появи добре видимого, але не дуже темного винно-червоного забарвлення.
2. Титрують аналізовану воду розчином трилону Б до переходу винно-червоного забарвлення в синє.
3. Титрування повторюють 3 рази, знаходять середнє значення об’єму комплексону, витраченого на титрування.
4. Загальну твердість води обчислюють за формулою:

*Тв.=*

де *Сн –* нормальна концентрація трилону Б

 *VТр Б –* об’єм трилону Б, витраченого на титрування

 Vводи –об’єм проби води, взятий для визначення.

Для переходу в градуси твердості, одержане значення твердості в ммоль/л (ммоль**.**екв/дм3) множать на 2,8. Об’єм аналізованої проби води залежить від вмісту солей кальцію та магнію і знаходиться в межах від 10 до 100 мл:

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Твердість води, градуси | 1-15 | 15-30 | 30-60 | 60 |
| Об’єм проби води, мл | 100 | 50 | 25 | 10 |

За ступенем твердості вода поділяється на:

- дуже м’яка вода – до 2 ммоль**.**екв/дм3;

* м’яка вода – до 4 ммоль**.**екв/дм3;
* вода середньої твердості – 4-8 ммоль**.**екв/дм3;

- тверда вода – 8-12 ммоль**.**екв/дм3;

- дуже тверда вода – більше 12 ммоль**.**екв/дм3.