

(4 години) Метод осаду та комплексоутворення.

Характеристика методу осадження.

В основі методу лежать реакції що йдуть з утворенням осаду. Кількість визначаємої речовини знаходять за об'ємом реактиву, що витратився на реакцію осадження. Але не всі реакції підходять для цього методу, а лише ті у яких :

- 1.Осад практично нерозчинний.
- 2.Осад повинен випадати швидко.
- 3.Точка еквівалентності повинна визначатися чітко.
- 4.Реакція повинна йти у відповідності до рівняння реакції.

Найчастіше методом осадження визначають вміст іонів : I^- , Br^- , Cl^- у вигляді їх солей AgI , $AgBr$, $AgCl$. Широко застосовується метод для визначення вмісту кухонної солі в деяких продуктах або розсолах.

Стандартним розчином є $AgNO_3$ тому метод називають **аргентометричний**.

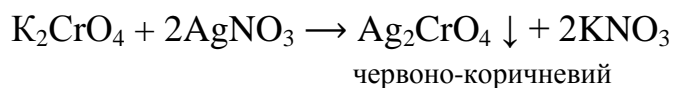
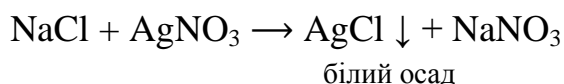
Точку еквівалентності можна установити :

- 1.Без індикатора фіксуючи припинення утворення осаду від додаванні нової порції стандартного розчину.
- 2.Можна використовувати індикатор, який в точці еквівалентності дає забарвлення.

Спосіб Мора.

Стандартний розчин 0,05 н. р-н $AgNO_3$, титр та нормальність якого установлюють за розчином $NaCl$. Індикатор – 5% р-н K_2CrO_4 .

В основі цього методу лежать реакції :



Титрування за методом Мора проводять в нейтральному середовище, тому що в кислому розчиняється хромат срібла Ag_2CrO_4 , а в лужному – утворюється бурий оксид срібла Ag_2O , який затрудняє визначення точки еквівалентності.

Приготування стандартного розчину $AgNO_3$.

Для роботи достатньо 250 мл. 0,05 н. р-ну. $AgNO_3$

Готують приблизну концентрацію, тому що $AgNO_3$ містить домішки, а точні значення нормальності та титру установлюють за $NaCl$.

1 г- еквівалент $AgNO_3 = 169,89$, а

0,05 г- еквівалент $AgNO_3 = 169,89 \cdot 0,05 = 8,4945$ г.

В 1000 мл. 0,05н. р-ну – 8,4945 г. AgNO₃
250 мл. – X г. AgNO₃

$$X = 250 \cdot 8,4945 / 1000 = 2,1236 \text{ г.}$$

$$Q = N \cdot E \cdot V / 1000 = 0,05 \cdot 169,89 \cdot 250 / 1000 = 2,1236 \text{ г.}$$

Взяту наважку розчиняють у невеликому об'ємі води, потім об'єм розчину у колбі 250 мл. доводять до мітки дистильованою водою, закривають колбу пробкою і ретельно перемішують розчин. Розчин AgNO₃ розпадається на світлі, тому зберігають у темному посуді.

Приготування установчого розчину NaCl.

Достатньо 100 мл. р-ну NaCl 0,05н.

1 г-еквівалент NaCl = 58,44г.

$$Q = N \cdot E \cdot V / 1000 = 0,05 \cdot 58,44 \cdot 100 / 1000 = 0,2925 \text{ г.}$$

Взяту наважку розчиняють у невеликому об'ємі води, потім об'єм розчину у колбі 100 мл. доводять до мітки дистильованою водою, закривають колбу пробкою і ретельно перемішують розчин.

Визначення титру та нормальності AgNO₃

Заповнити бюретку AgNO₃. В конічну колбу для титрування відміряють

10 мл. NaCl і додають 0,5 мл. 5%-ного р-ну K₂CrO₄ розчин забарвлюється у жовтий колір. Титрують до утворення червоно – коричневого коліру.

Титрування	V (NaCl)	V (AgNO ₃)
1.	10	10,26
2.	10	10,28
3.	10	10,25
		10,26 середне

$$V_{\text{AgNO}_3} = 10,26 \text{ (з титрування)}$$

$$V_{\text{NaCl}} = 10 \text{ мл.}$$

$$T_{\text{NaCl}} = Q / V_{\text{(коли)}} \quad ; \quad T_{\text{NaCl}} = 0,2936 / 100 = 0,002936 \text{ г/мл}$$

$$N_{\text{NaCl}} = T_{\text{NaCl}} \cdot 1000 / E_{\text{NaCl}}$$

$$N_{\text{AgNO}_3} = V_{\text{NaCl}} \cdot N_{\text{NaCl}} / V_{\text{AgNO}_3} = 10 \cdot 0,05 / 10,26 = 0,048$$

$$T_{\text{AgNO}_3 / \text{NaCl}} = N_{\text{AgNO}_3} \cdot E_{\text{AgNO}_3} / 1000$$

Характеристика метода комплексометрії.

Метод комплексометрії заснований на реакції, в результаті якої стандартний розчин(робочий) з дослідним іоном утворює міцну комплексну сполуку. Комплексні сполуки - це результат взаємодії катіонів металів з комплексонами.

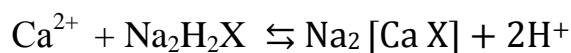
Комплексо́ни – органічні сполуки, похідні поліамінокислот, які утворюють з катіонами багатьох металів розчинні у воді та безбарвні(виняток іони Fe^{3+} , Cu^{2+}) комплексні сполуки.

Індикатори – метал індикатори, які дають комплексні сполуки з цими ж іонами металів, але менш стійкі та характерно забарвлені.

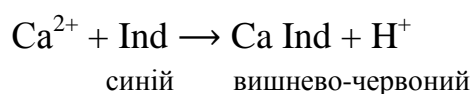
Комплексо́ни використовують при кількісному аналізі різних мікроелементів та для визначення твердості води.

Комплексо́метричне титрування дозволяє значно скоротити час аналізу, являється простим і точним(метод дає хороші результати, має високу чутливість). Існує багато комплексонів, найбільш поширений комплексон III, його ще називають «ТРИЛОН Б» це кислота динатрієва сіл етилендіамінтетраоцтової кислоти $\text{Na}_2\text{C}_{10}\text{H}_4\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Скорочена її формула $\text{Na}_2\text{H}_2\text{X}$. Трилон Б утворює стійку комплексну сполуку з багатьма катіонами, де метал заміщує атоми водню.

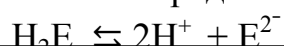
Наприклад, трилон Б утворює комплексну сполуку з іонами Ca^{2+} .



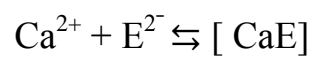
Точки еквівалентності установлюють за допомогою метал індикаторів(наприклад: ериохром чорний - Т). В лужному середовищі при рН 8-10 водні розчини ериохрома чорного забарвлені в синій колір, а його комплексні сполуки з катіонами Ca^{2+} , Mg^{2+} , Zn^{2+} мають вишнево-червоний колір.



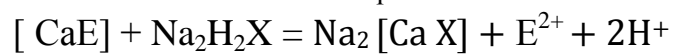
Якщо ериохром чорний умовно позначити H_2E , комплексон $\text{Na}_2\text{H}_2\text{X}$ то процес можна представити:



синій синій



синій вишнево-червоний



вишнево-червоний безбарвн. безбарвн. синій

В точці еквівалентності іде перехід червоного до синьо – блакитного.