

ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

**Комплексонометрическое
титрование**

**ОФС.1.2.3.0015.15
Взамен ст. ГФ XI, вып.1**

Комплексонометрическое титрование – метод титриметрического анализа, основанный на реакции комплексообразования катионов металлов с комплексонами – аминополикарбонowymi кислотами и их солями.

В настоящее время среди известных комплексонов наибольшее применение для комплексонометрического титрования получила динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты, известная под названиями: натрия эдетат, трилон Б, комплексон III, хелатон III и др.

Натрия эдетат образует с катионами различных металлов в стехиометрическом отношении (1:1) устойчивые и хорошо растворимые в воде комплексоны, что позволяет использовать его для количественного определения алюминия, висмута, кальция, магния, свинца, цинка и других ионов металлов в лекарственных препаратах.

Индикаторы, применяемые для визуального определения конечной точки титрования, называются металлоиндикаторами. В химическом отношении они, как правило, являются органическими кислотами и обладают способностью изменять окраску при образовании комплексных соединений с катионами металлов. Взаимодействие металлоиндикаторов с катионами определяемых металлов должно быть обратимым и константа устойчивости металлоиндикаторного комплекса должна быть на 10^4 меньше константы устойчивости комплекса катиона металла с титрантом.

Прямое титрование раствором натрия эдетата проводят следующим образом: к раствору анализируемого катиона прибавляют буферный раствор, имеющий необходимое значение рН, и указанное количество металлоиндикатора. В точке эквивалентности окраска раствора изменяется от окраски комплекса катиона с металлоиндикатором до окраски свободного металлоиндикатора.

При обратном титровании избыток натрия эдетата оттитровывают при определенном значении рН в присутствии соответствующего металлоиндикатора растворами солей магния, свинца, цинка и др. до перехода окраски свободного индикатора до окраски комплекса металлоиндикатора с катионом титранта.

Методики определения катионов

Алюминий. Определение проводят одним из приведенных ниже способов.

1. Точную навеску препарата (соответствующую 0,02 – 0,03 г алюминия) растворяют в смеси 2 мл хлористоводородной кислоты раствора 1 М и 50 мл воды. Прибавляют 50,0 мл натрия эдетата раствора 0,05 М и нейтрализуют натрия гидроксида раствором 1 М по метиловому красному. Нагревают раствор до кипения и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 10 мин, охлаждают, прибавляют 0,05 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого, 5 г гексаметилентетрамина и титруют избыток натрия эдетата цинка сульфата раствором 0,1 М до красно-фиолетового окрашивания.

1 мл натрия эдетата раствора 0,05 М соответствует 1,349 мг алюминия.

2. К 20,0 мл раствора препарата, приготовленного, как описано в фармакопейной статье, прибавляют 25,0 мл натрия эдетата раствора 0,1 М и 10 мл смеси равных объемов аммония ацетата раствора 15,5 % и уксусной кислоты разведенной 12 %. Кипятят в течение 2 мин, охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 50 мл этанола и 3 мл свежеприготовленного дитизона раствора 0,025 % в этаноле. Избыток натрия

эдетата оттитровывают цинка сульфата раствором 0,1 М до перехода окраски от зеленовато-голубой до красно-фиолетовой.

1 мл натрия эдетата раствора 0,1 М соответствует 2,698 мг алюминия.

Висмут. Точную навеску препарата (соответствующую 0,1 – 0,2 г висмута) растворяют, как указано в фармакопейной статье. Прибавляют 50 мл воды и доводят рН до 1,0 – 2,0, добавляя по каплям азотную кислоту разведенную 16 % или 10 % раствор аммиака. Прибавляют 0,05 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и медленно титруют натрия эдетата раствором 0,05 М до желтого окрашивания.

1 мл натрия эдетата раствора 0,05 М соответствует 10,45 мг висмута.

Кальций. Точную навеску препарата (соответствующую 0,04 – 0,05 г кальция) растворяют, как указано в фармакопейной статье, в воде или хлористоводородной кислоте разведенной 8,3 % и далее проводят определение по одному из приведенных способов:

1. Доводят объем раствора водой до 100 мл и титруют натрия эдетата раствором 0,05 М. В конце титрования прибавляют 4 мл натрия гидроксида раствора 30 % и 3 мл раствора хальконкарбоновой кислоты – появляется розовое окрашивание. Продолжают титрование до перехода окраски в интенсивно синий цвет.

2. Доводят объем раствора водой до 50 мл, прибавляют 10 мл буферного раствора аммония хлорида рН 10,0; 0,1 г индикаторной смеси или 7 капель раствора индикатора хромового темно-синего и титруют натрия эдетата раствором 0,05 М до сине-фиолетового окрашивания.

1 мл натрия эдетата раствора 0,05 М соответствует 2,004 мг кальция.

Магний. Точную навеску препарата (соответствующую 0,02 – 0,03 г магния) растворяют, как указано в фармакопейной статье. Прибавляют 50 мл воды, 10 мл буферного раствора аммония хлорида рН 10,0; 0,1 г индикаторной смеси или 7 капель раствора индикатора кислотного хром черного специального и титруют натрия эдетата 0,05 М раствором до синего окрашивания.

1 мл натрия эдетата раствора 0,05 М соответствует 1,215 мг магния.

Свинец. Точную навеску препарата (соответствующую 0,1 – 0,2 г свинца) растворяют, как указано в фармакопейной статье. Прибавляют 50 мл воды, 0,05 г индикаторной смеси ксилолового оранжевого, 5,0 г гексаметилентетрамина и титруют натрия эдетата раствором 0,05 М до желтого окрашивания.

1 мл натрия эдетата 0,05 М раствора соответствует 10,36 мг свинца.

Цинк. Точную навеску препарата (соответствующую 0,06 – 0,08 г цинка) растворяют, как указано в фармакопейной статье. Прибавляют 50 мл воды, 0,05 г индикаторной смеси ксилолового оранжевого, 5,0 г гексаметилентетрамина и титруют натрия эдетата раствором 0,05 М до желтого окрашивания.

1 мл натрия эдетата раствора 0,05 М соответствует 3,269 мг цинка.