

Комплексонометрический метод определения содержания алюминия и железа в смеси

1. Сущность метода

На анализ предлагается смесь $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ и $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Метод основан на образовании малодиссоциированных комплексных соединений катионов с ЭДТА (Трилоном Б).

Определение основано на том, что раствор, содержащий ионы железа (III) и алюминия титруют стандартным раствором ЭДТА в присутствии сульфосалициловой кислоты как индикатора при $\text{pH} = 2$. В этих условиях образуется только комплексонат железа (III), алюминий не мешает определению железа. Для определения алюминия после оттитровывания железак той же самой пробераствора добавляют избыток стандартного раствора ЭДТА, нагревают раствор до кипения, а остаток ЭДТА, не вступившего в реакцию с алюминием, оттитровывают стандартным раствором сернокислого цинка при $\text{pH} = 5$. При этом значении pH ранее образовавшийся комплексонат железа (III) не разрушается и не мешает определению ионов алюминия.

2. Средства измерения, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы:

- 2.1 Бюретки 1-1-2-50-0,1 по ГОСТ 29251-91;
- 2.2 Весы электронные аналитические с пределом допускаемой абсолютной погрешности взвешивания не более $\pm 0,0005$ г, с наибольшим пределом взвешивания не менее 210 г по ГОСТ Р 53228-2008;
- 2.3 Весы электронные с пределом допускаемой абсолютной погрешности взвешивания не более $\pm 0,001$ г,
- 2.4 Пипетки 2-2-1, 2-2-10, по 29227-91;
- 2.5 Пипетки 2-2-5, 2-2-25 по ГОСТ 29169-91
- 2.6 Колба коническая на 250 см^3 , 500 см^3 по ГОСТ 25336-82;
- 2.7 Колбы мерные по ГОСТ 1770-74;
- 2.8 Цилиндры 3-250-2, 3-100-2 по ГОСТ 1770-74;
- 2.9 Воронки лабораторные по ГОСТ 25336-82;
- 2.10 Стаканы химические ГОСТ 25336-82;
- 2.11 Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336-82;
- 2.12 Аммиак водный, «чда» раствор с массовой долей 25 % по ГОСТ 3760-79;
- 2.13 Аммоний хлористый, «хч» по ГОСТ 3773;
- 2.14 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018;
- 2.15 Кислота уксусная ледяная, «хч» по ГОСТ 61-75;
- 2.16 Кислота азотная раствор с массовой долей 25%;
- 2.17 Кислота сульфосалициловая раствор с массовой долей 10%;
- 2.18 Натрий уксуснокислый 3-водный «чда» по ГОСТ 199-78;
- 2.19 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (Трилон Б);
- 2.20 Цинк сернокислый 7-водный, «чда» стандарт-титр ТУ 2642-002-96994494;
- 2.21 Ксиленоловый оранжевый, «чда», индикаторная смесь (приготовлена заранее);
- 2.22 Эриохром черный Т, «чда», по ТУ 6-09-1760-72, индикаторная смесь, (приготовлена заранее);

3. Подготовка к анализу

3.1 Приготовление раствора Трилона Б молярной концентрации $C(\text{ди-На-ЭДТА}) = 0,05$ моль/дм³

Рассчитать навеску, приготовить 1,00 дм³ раствора. Молярная масса Трилона Б 372,24 г/моль.

3.2 Раствор 7-водного сернокислого цинка молярной концентрации 0,05 моль/дм³ (для определения молярной концентрации раствора Трилона Б) готовят из стандарт-титра.

3.3 Установление молярной концентрации раствора Трилона Б, моль/дм³.

Концентрацию раствора определяют следующим образом: аликвоту раствора 7-водного сернокислого цинка помещают в коническую колбу, прибавляют воду (общий объем - 90 см³), 10,00 см³ буферного раствора I. К раствору прибавляют около 0,1 г смеси индикатора эриохром чёрного Т. Раствор перемешивают и титруют до перехода окраски из фиолетовой в синюю. Используют не менее трех разных объемов раствора 7-водного сернокислого цинка, моль/дм³ (от 30,00; 35,00; 40,00 см³).

3.4 Молярную концентрацию раствора Трилона Б (C_I , моль/дм³) вычисляют исходя из зависимости между концентрациями и объемами растворов.

3.5 Точную молярную концентрацию раствора Трилона Б моль/дм³ вычисляют по каждому объему раствора 7-водного сернокислого цинка. Из вычисленных значений концентраций берут среднеарифметическое значение результатов.

3.6 Проверка приемлемости результатов определений.

Результаты определения концентрации раствора Трилона Б считаются приемлемыми при выполнении условия:

$$C_{max} - C_{min} \leq R \cdot C_{cp} \cdot 0,01; (1)$$

где C_{min} , C_{max} – полученные значения концентрации Трилона Б в растворе, моль/дм³;

C_{cp} – среднеарифметическое значение результатов, моль/дм³;

R – норматив допустимого расхождения, 3 % относительных единиц при $P=0,95$, $n=3$.

4. Проведение анализа

Навеску ($0,5000 \pm 0,0005$) г анализируемой смеси растворяют в 4,50 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %, количественно переносят в коническую колбу водой объемом 200 см³ и прибавляют 1,00 см³ раствора сульфосалициловой кислоты. Раствор нагревают до 60 - 70 °С и, не охлаждая, титруют из бюретки раствором ди-Na-ЭДТА концентрации

0,05 моль/дм³ до перехода темно-вишневой окраски раствора в желтую.

Далее прибавляют 40,00 см³ раствора Трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм³, 20,00 см³ буферного раствора II и кипятят 5 минут, после чего раствор охлаждают, прибавляют около 0,3 г индикаторной смеси силиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором 7-водного сернокислого цинка установленной концентрации, моль/дм³ до перехода желтой окраски раствора в красный с оранжевым оттенком, устойчивую в течение 30 сек.

5. Обработка результатов

5.1 Массовую долю алюминия в анализируемой смеси (X_{Al}) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_{Al} = \frac{(V_2 \cdot C_2 - V_1 \cdot C_1) \cdot A \cdot 100}{m \cdot 1000}; (2)$$

где V_2 – объем раствора Трилона Б установленной молярной концентрации, взятый для определения, см³;

V_1 – объем раствора соли цинка, молярной концентрации 0,05 моль/дм³, израсходованный на обратное титрование, см³;

C_2 – установленная молярная концентрация раствора Трилона Б,

C_1 – молярная концентрация раствора 7-водного сернокислого цинка, 0,05 моль/дм³.

A -молярная масса определяемого элемента, г/моль;
 m –масса навески смеси, г;

5.2 Массовую долю железа в анализируемой смеси (X_{Fe}) вычисляют по формуле, %

$$X_{Fe} = \frac{V \cdot A \cdot C \cdot 100}{m \cdot 1000}$$

где V - объем раствора Трилона Б, установленной молярной концентрации, израсходованный на титрование, см³;

A – относительная атомная масса определяемого элемента, г/моль;

m – масса навески смеси, г;

C - установленная молярная концентрация Трилона Б, израсходованного на титрование, моль/дм³;

5.3За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 10%.

5.4Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 15\%$ при доверительной вероятности $P=0,95, n=2$.

Приложение Е

Правила округления при обработке результатов измерений

Е.1 Точность результатов измерений и точность вычислений при обработке результатов измерений должны быть согласованы с требуемой точностью получаемой оценки измеряемой величины.

Е.2 Погрешность оценки измеряемой величины следует выражать не более чем двумя значащими цифрами

Две значащие цифры в погрешности оценки измеряемой величины сохраняют:

- при точных измерениях;
- если первая значащая цифра не более трех.

Е.3 Число цифр в промежуточных вычислениях при обработке результатов измерений должно быть на две больше, чем в окончательном результате.

Е.4 Сохраняемую, значащую цифру в погрешности оценки измеряемой величины при округлении увеличивают на единицу, если отбрасываемая цифра не указываемого младшего разряда больше либо равна пяти, и не изменяют, если она меньше пяти.

