**Комплексонометрический метод определения содержания алюминия и железа в смеси**

1. **Сущность метода**

На анализ предлагается смесь FeCl3∙6H2O и AlCl3∙6H2O.

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 рН= 2. В этих условиях образуется только комплексонат железа (III), алюминий не мешает определению железа. Для определения алюминия после оттитровывания железа к той же самой пробе раствора добавляют избыток стандартного раствора ЭДТА, нагревают раствор до кипения, а остаток ЭДТА, не вступившего в реакцию с алюминием, оттитровывают стандартным раствором сернокислого цинка при рН=5. При этом значении рН ранее образовавшийся комплексонат железа (III) не разрушается и не мешает определению ионов алюминия.

1. **Средства измерения, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы:**
   1. Бюретки 1-1-2-50-0,1 по ГОСТ 29251-91;
   2. Весы электронные аналитические с пределом допускаемой абсолютной погрешности взвешивания не более ±0,0005 г, с наибольшим пределом взвешивания не менее 210 г по ГОСТ Р 53228-2008;
   3. Весы электронные с пределом допускаемой абсолютной погрешности взвешивания не более ±0,001 г,
   4. Пипетки 2-2-1, 2-2-10, по 29227-91;
   5. Пипетки 2-2-5, 2-2-25 по ГОСТ 29169-91
   6. Колба коническая на 250 см3, 500 см3 по ГОСТ 25336-82;
   7. Колбы мерные по ГОСТ 1770-74;
   8. Цилиндры 3-250-2, 3-100-2 по ГОСТ 1770-74;
   9. Воронки лабораторные по ГОСТ 25336-82;
   10. Стаканы химические ГОСТ 25336-82;
   11. Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336-82;
   12. Аммиак водный, «чда» раствор с массовой долей 25 % по ГОСТ 3760-79;
   13. Аммоний хлористый, «хч» по ГОСТ 3773;
   14. Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018;
   15. Кислота уксусная ледяная, «хч» по ГОСТ 61-75;
   16. Кислота азотная раствор с массовой долей 25%;
   17. Кислота сульфосалициловая раствор с массовой долей 10%;
   18. Натрий уксуснокислый 3-водный «чда» по ГОСТ 199-78;
   19. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N’, N’-тетрауксусной кислоты 2-водная (Трилон Б);
   20. Цинк сернокислый 7-водный, «чда» стандарт-титр ТУ 2642-002-96994494;
   21. Ксиленоловый оранжевый, «чда», индикаторная смесь (приготовлена заранее);
   22. Эриохром черный Т, «чда», по ТУ 6-09-1760-72, индикаторная смесь, (приготовлена заранее);
2. **Подготовка к анализу**

3.1 Приготовление раствора Трилона Б молярной концентрации С(ди-Na-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 объём - 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 (*С1,* 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:

(1)

где *Сmin, С max* – полученные значения концентрации Трилона Б в растворе, моль/дм3;

С*ср* – среднеарифметическое значение результатов, моль/дм3;

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

1. **Проведение анализа**

Навеску (0,5000 ± 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-Nа-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 ксиленолового 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.

1. **Обработка результатов**

5.1 Массовую долю алюминия в анализируемой смеси (*ХAl*) в процентах вычисляют по формуле:

ХAl = (2)

*где V2* - объем раствора Трилона Б установленной молярной концентрации, взятый для определения, см3;

*V1* - объем раствора соли цинка, молярной концентрации 0,05 моль/дм3, израсходованный на обратное титрование, см3;

*С2* - установленная молярная концентрация раствора Трилона Б,

*С1* - молярная концентрация раствора 7-водного сернокислого цинка, 0,05 моль/дм3.

*А* - молярная масса определяемого элемента, г/моль;

*m* –масса навески смеси, г;

5.2 Массовую долю железа в анализируемой смеси (ХFe) вычисляют по формуле, %

ХFe= V·A·C·100

m·1000

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

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

m – масса навески смеси, г;

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

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

5.4 Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 15 % при доверительной вероятности Р=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.