

Комплексонометрический метод определения содержания висмута и свинца в анализируемой смеси

1. Сущность метода

На анализ предлагается смесь реактивов $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ и $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$.

Метод основан на образовании малодиссоциированных комплексных соединений катионов с этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислотой (ЭДТА).

При этом ионы висмута и свинца реагируют с динатриевой солью этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты (ди-Na-ЭДТА) в молярном соотношении 1:2.

Определение проводится методом прямого комплексонометрического титрования.

2. Средства измерения, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы

2.1 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.

2.2. Весы теххимические с пределом допускаемой абсолютной погрешности взвешивания не более $\pm 0,005$ г.

2.2 Бюретка 1(2)-1(2)-2-50-0,1 по ГОСТ 29251-91.

2.3 Колбы мерные 1(2)-100-2, 1(2)-1000-2 по ГОСТ 1770-74.

2.4 Пипетки 2-2-5, 2-2-10, 2-2-25 по ГОСТ 29169-91.

2.5 Пипетки 1-1(2)-2-1, 1-1(2)-5-1 по ГОСТ 29227-91.

2.6 Цилиндры 1(3)-100-2 по ГОСТ 1770-74.

2.7 Колбы конические вместимостью 250 см³

2.8 Стаканы из термически и химически стойкого стекла группы ТХС по ГОСТ 25336-82.

2.9 Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336-82.

2.10 Воронки лабораторные типа

2.11 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная

(Трилон Б) $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$.

2.12 Цинк сернокислый 7-водный, концентрация 0,1 н

2.13 Буферный раствор II (ацетатный буферный раствор)

2.14 Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 25% (приготовлен заранее).

2.15 Аммиак водный, раствор с массовой долей 25 % по ГОСТ 3760.

2.16 Аммоний хлористый по ГОСТ 3773-72.

2.17 Анализируемая смесь

2.18 Ксиленоловый оранжевый, индикаторная смесь (приготовлена заранее).

2.19 Эриохром черный Т, индикаторная смесь (приготовлена заранее).

2.20 Вода дистиллированная

3. Подготовка к анализу

Общие требования к приготовлению растворов по ГОСТ 10398 — 2016.

3.1 Приготовление буферного раствора I

Буферный раствор I (рН 9,5 — 10,0) готовят следующим образом: 70 г хлористого аммония растворяют в 250—300 см³ воды, прибавляют 250 см³ раствора аммиака с массовой долей 25 % и затем доводят объем раствора водой до 1 дм³.

3.2 Приготовление раствора Трилона Б молярной концентрации $C(\text{ди-Na-ЭДТА})=0,025$ моль/дм³

Раствор Трилона Б молярной концентрации $C(\text{ди-Na-ЭДТА})=0,025$ моль/дм³ готовят в мерной колбе объемом 500 см³ из сухой соли. Молекулярная масса Трилона Б 372,24

3.3 Установка коэффициента поправки

Коэффициент поправки для раствора Трилона Б молярной концентрации $C(\text{ди-Na-ЭДТА})=0,025$ моль/дм³ определяют следующим образом: 10,00 см³

раствора 7-водного сернокислого цинка молярной концентрации точно 0,05 моль/дм³ помещают в коническую колбу, прибавляют 5,00 см³ буферного раствора I и добавляют воду до общего объема 100 см³. К раствору прибавляют приблизительно 0,1 г индикаторной смеси эриохрома чёрного Т. Раствор перемешивают и титруют до перехода окраски из фиолетово-красной в синюю.

3.4 Коэффициент поправки для раствора Трилона Б молярной концентрации $C(\text{ди-На-ЭДТА})=0,025$ моль/дм³ (K) вычисляют исходя из зависимости между точными концентрациями и объемами растворов.

За результат принимается среднее арифметическое трёх параллельных определений, полученное по формуле:

$$\bar{K} = \frac{K_1 + K_2 + K_3}{3}, \quad (1)$$

Коэффициент поправки титрованных растворов должен быть в пределах $1,0000 \pm 0,0300$.

4. Проведение анализа

К навеске ($0,5000 \pm 0,0005$) г анализируемой смеси добавляют 4,50 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 25%, суспензию количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100,00 см³, перемешивают до полного растворения навески и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки. В коническую колбу вместимостью 250 см³ отбирают 25,00 см³ полученного раствора, добавляют 75,0 см³ воды, прибавляют приблизительно 0,2 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором Трилона Б молярной концентрации $C(\text{ди-На-ЭДТА})=0,025$ моль/дм³ до перехода розовой окраски раствора в желтую, устойчивой в течении 1 минуты. По бюретке фиксируют объем (V_1) пошедший на титрование висмута.

Затем добавляют 10,00 см³ буферного раствора II и продолжают титрование до перехода розовой окраски раствора в лимонно-желтую. По бюретке фиксируют объем (V_2) пошедший на титрование.

5. Обработка результатов

5.1 Массовую долю висмута в анализируемой смеси (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot V_1 \cdot A \cdot K \cdot C \cdot 100}{V_a \cdot m \cdot 1000}, \quad (2)$$

где V - общий объем раствора анализируемой смеси, см³;

A –молярная масса определяемого элемента, г/моль;

K - коэффициент поправки для раствора Трилона Б с молярной концентрацией $C(\text{ди-НаЭДТА})=0,025$ моль/дм³;

C -молярная концентрация раствора Трилона Б, моль/дм³;

V_a - объем части раствора (аликвота) анализируемой смеси, взятой для титрования, см³;

m - масса навески анализируемой смеси, г.

5.2 Массовую долю свинца в анализируемой смеси (Y) в процентах вычисляют по формуле

$$Y = \frac{V \cdot (V_2 - V_1) \cdot A \cdot K \cdot C \cdot 100}{V_a \cdot m \cdot 1000}, \quad (3)$$

5.3 Вычисления проводят для каждой из двух параллельных проб, получая $X_1(Y_1)$ и $X_2(Y_2)$ соответственно.

5.3.1 За результат измерения массовой доли висмута (\bar{X}), %, принимают среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений, полученных в условиях повторяемости X_1 и X_2

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (4)$$

для которых выполняется условие:

$$|X_1 - X_2| \leq 0,01 \cdot r \cdot \bar{X}, \quad (5)$$

где r – предел повторяемости(относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений, полученных в условиях повторяемости при $P = 0,95$), $r = 5 \%$.

5.3.2 За результат измерения массовой доли свинца (\bar{Y}), %, принимают среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений, полученных в условиях повторяемости Y_1 и Y_2

$$\bar{Y} = \frac{Y_1 + Y_2}{2}, \quad (6)$$

для которых выполняется условие:

$$|Y_1 - Y_2| \leq 0,01 \cdot r \cdot \bar{Y}, \quad (7)$$

где r – предел повторяемости(относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений, полученных в условиях повторяемости при $P = 0,95$), $r = 5 \%$.

5.4 Результат измерений массовой доли висмута представляют в виде:

$(\bar{X} \pm \Delta)$, % при $P=0,95$

где \bar{X} - результат измерений висмута, %;

Δ - характеристика погрешности измерений массовой доли висмута, %, при $P=0,95$.

Значение Δ , %, рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \bar{X} \quad (8)$$

где δ - относительная погрешность измерения массовой доли висмута, $\delta = 10 \%$.

5.5 Результат измерений массовой доли свинца представляют в виде:

$(\bar{Y} \pm \Delta)$, % при $P=0,95$

где \bar{Y} - результат измерений свинца, %;

Δ - характеристика погрешности измерений массовой доли свинца, %, при $P=0,95$.

Значение Δ , %, рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \bar{Y} \quad (9)$$

где δ - относительная погрешность измерения массовой доли свинца, $\delta = 10$ %.

Результаты округляют в соответствии с ГОСТ Р 8.736-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Методы обработки результатов измерений. Основные положения. Приложение Е

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.