**Комплексонометрический метод определения содержания алюминия в анализируемом препарате на основе ГОСТ 10398 — 2016**

ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

По физико-химическим показателям 9-водный азотнокислый алюминий должен соответствовать требованиям и нормам по ГОСТ 3757-75, указанным в таблице.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Наименование показателя | Норма | |
| Чистый для анализа (ч.д.а.) | Чистый (ч.) |
| ОКП 26 2126 0012 00 | ОКП 26 2126 0012 00 |
| Массовая доля 9-водного азотнокислого алюминия (Al(NO3)3∙9H2O), % не менее | 98,0 | 97,0 |

1. **Сущность метода**

На анализ предлагается реактив Al(NO3)3∙9H2O.

Метод основан на образовании малодиссоциированных комплексных соединений катионов с трилоном Б.

При этом ионы алюминия реагируют с трилоном Б в молярном соотношении 1:1.

Определение проводится методом обратного титрования.

Точку эквивалентности при титровании определяют с помощью соответствующего индикатора.

1. **Общие требования**

При определении соединений с неопределенным составом (некоторые гидроокиси, кристаллогидраты, основные карбонаты), когда нормируется массовая доля части определяемого соединения или металла (катиона), массу навески (*m*) в граммах вычисляют c учетом диапазона объема раствора трилона Б и содержания основного вещества в анализируемом препарате по формуле:

(1)

где *A*- молярная масса определяемого элемента, г/моль;

*C*- концентрация раствора трилона Б (0,05 моль/дм3);

*b*- норма массовой доли определяемого элемента или части соединения, %;

*n* - количество атомов элемента, входящих в определяемую часть соединения, n=1;

V- объем раствора трилона Б, прореагировавший с ионами алюминия, см3.

Объем раствора сернокислого цинка 0,05 моль/дм3, пошедший на титрование избытка раствора трилона Б (27±2) см3 .

1. **Средства измерения, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы:**
   1. Термогигрометр типа ИВТМ-7 М с погрешностью измерения относительной влажности ± 2,0 % в диапазоне измерений от 0 % до 99 %, погрешностью измерения температуры ± 0,2 °С в диапазоне измерений от минус 20 °С до плюс 60 °С;
   2. Бюретки 1-1-2-50-0,1 по ГОСТ 29251-91;
   3. 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;
   4. Пипетка 3-1-2-1 по ГОСТ 29227-91;
   5. Пипетки 2-2-5, 2-2-15, 2-2-25 по ГОСТ 29169-91;
   6. Колба коническая на 250 см3 по ГОСТ 25336-82;
   7. Колбы мерные по ГОСТ 1770-74;
   8. Цилиндры 3-50-2, 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. Алюминий азотнокислый 9-водный, «ч» ГОСТ 3757-75;
   13. Аммиак водный, «чда» раствор с массовой долей 25 % по ГОСТ 3760-79;
   14. Аммоний хлористый, «хч» по ГОСТ 3773.
   15. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;
   16. Кислота уксусная ледяная, «хч» по ГОСТ 61-75;
   17. Кислота серная, «хч» по ГОСТ 4204-77, концентрированная;
   18. Натрий уксуснокислый 3-водный «чда» по ГОСТ 199-78;
   19. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N’, N’-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б), стандарт-титр по ТУ 2642-001-56278322-2008;
   20. Цинк сернокислый 7-водный, «чда» по ГОСТ 4174;
   21. Ксиленоловый оранжевый, «чда», индикаторная смесь (приготовлена заранее);
   22. Эриохром черный Т, «чда», по ТУ 6-09-1760-72, индикаторная смесь, (приготовлена заранее).

3.23 Буферный раствор I

Буферный раствор рН 9,5 — 10,0 готовят следующим образом: 70 г хлористого аммония растворяют b 250—300 см3 воды, прибавляют 250 см3 раствора аммиака с массовой долей 25 % и затем доводят объем раствора водой до 1 дм3. Готовят 100 см3 раствора.

3.24 Буферный раствор II

Буферный раствор рН 5,5 — 6,0 готовят следующим образом: 550 г 3-водного уксуснокислого натрия растворяют в горячей воде, доводят объем раствора водой до 1 дм3, при необходимости фильтруют и прибавляют 10 см3 концентрированной уксусной кислоты (раствор приготовлен заранее).

1. **Подготовка к анализу**

4.1 Приготовление титрованных растворов

Раствор 7-водного сернокислого цинка молярной концентрации c(ZnSO4·7Н2О), моль/дм3 готовят следующим образом: 14,38 г 7-водного сернокислого цинка помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см3, добавляют 1 см3 концентрированной серной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. Готовят 500 см3 раствора.

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

4.2 Установление молярной концентрации раствора 7-водного сернокислого цинка, моль/дм3.

4.3 Концентрацию раствора определяют следующим образом: аликвоту раствора 7 - водного сернокислого цинка помещают в коническую колбу, прибавляют воду (общий объём - 95 см3), 5 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 15 до 25 см3).

4.4 Молярную концентрацию раствора 7-водного сернокислого цинка (*С1,* моль/дм3) вычисляют исходя из зависимости между концентрациями и объемами растворов.

4.5 Точную молярную концентрацию раствора c(ZnSO4·7Н2О), моль/дм3 вычисляют по каждому объему раствора 7-водного сернокислого цинка. Из вычисленных значений концентраций берут среднеарифметическое значение результатов.

4.6 Проверка приемлемости результатов определений.

Результаты определения концентрации раствора 7-водного сернокислого цинка считаются приемлемыми при выполнении условия:

(2)

где *Хmin, X max* – полученные значения концентрации 7-водного сернокислого цинка в растворе, моль/дм3;

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

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

1. **Проведение анализа**

Рассчитанную навеску соли алюминия переносят в колбу для титрования, растворяют в 50 см3 дистиллированной воды. Прибавляют 40 см3 раствора трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм3, 15 см3 буферного раствора II и кипятят 5 минут, после чего раствор охлаждают, прибавляют около 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют из бюретки раствором 7-водного сернокислого цинка установленной концентрации, моль/дм3 до перехода желтой окраски раствора в розово-фиолетовую, устойчивую в течение 30 сек.

1. **Обработка результатов**

6.1 Массовую долю алюминия в анализируемом продукте (*Х*) в процентах вычисляют по формуле:

Х = (3)

*где V2* - объем раствора трилона Б молярной концентрации точно 0,05 моль/дм3, взятый для определения, см3;

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

*С2* - молярная концентрация раствора трилона Б, 0,05 моль/дм3.

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

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

*m* –масса навески реактива, г;

6.2 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 5 %*.*

6.3 Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 4 % при доверительной вероятности Р=0,95, n=2.

Сделать вывод о заявленной квалификации реактива по массовой доле 9-водного азотнокислого алюминия Al(NO3)3\*9H2O, без учета погрешности измерения.