****

**Задание**

1. Определить основное вещество железо (III) в кристаллогидрате нитрате железа (III) комплексонометрическим методом.

2. Сделать вывод квалификации реактива без учета погрешности измерения.

3. Результат представить в соответствии с ПМГ 96 -2009 Результаты и характеристики качества измерений; ГОСТ 8.736-2011 Измерения прямые многократные, приложение Е.

**Приготовить:**

1. Раствор ЭДТА, объем 0,5 дм3
2. Приготовить раствор MgSO4, объем 1 дм3
3. Буферный раствор, объём 0,1 дм3

**Комплексонометрический метод определения содержания основного вещества ГОСТ 10398-2016 «Комплексонометричекий метод определения содержания основного вещества»**

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и особо чистые вещества (далее продукты) и устанавливает комплексонометрический метод определения содержания основного вещества в соединениях, в состав которых входят следующие элементы:

алюминий, никель, железо(III)

свинец, медь, кальций

цинк, магний и др.

ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

По физико-химическим показателям 9-водное азотнокислое железо (III) должен соответствовать требованиям и нормам по ГОСТ 4111-74, указанным в таблице.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Наименование показателя | Норма | |
| Химически чистый (х.ч.) | Чистый (ч.) |
| Массовая доля 9-водного азотнокислого железа (III)  (Fe(NO3)3∙9H2O), % не менее | 98,5 | 98,0 |

1. **Сущность метода**

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

Метод основан на образовании малодиссоциированных комплексных соединений катионов с ЭДТА.

При этом различные элементы, независимо от валентности, реагируют с ЭДТА в молярном соотношении 1:1,

Настоящий стандарт предусматривает два типа комплексонометрического титрования: прямое.

Эквивалентную точку при титровании определяют с помощью соответствующего индикатора.

1. **Предварительные расчеты**

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 по формуле:

m =

где А – относительная атомная масса определяемого элемента или относительная молекулярная масса определяемой части соединения, г/моль (МFe=55,85 г/моль);

С – концентраций применяемого для титрования раствора ЭДТА (0.05 моль/дм3);

b – норма массовой доли определяемого элемента или части соединения, %, (М (Fe(NO3)3‧9H2O) = 403,88 г/моль);

n – количество атомов элемента, входящих п определяемую часть соединения;

() – примерный объем раствора ЭДТА, необходимый для титрования навески продукта, см3.

1. **Средства измерения, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы**

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;

Весы лабораторные электронные с пределом допускаемой абсолютной погрешности взвешивания не более ±0,001 г; с наибольшим пределом взвешивания не менее 320 г по ГОСТ Р 53228-2008;

Плитка электрическая;

Бюретка 1-1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251-91;

Бюретка 1-1-2-50-0,1 по ГОСТ 29251-91;

Колба коническая на 250 см3 по ГОСТ 25336-82;

Колба коническая на 500 см3 по ГОСТ 25336-82

Колба мерная 1-100 (500, 1000) -2 по ГОСТ 1770-74;

Стакан химический по ГОСТ 25336-82;

Стаканчик для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336-82;

Цилиндр 3-100 (50,25,10,250)-2 по ГОСТ 1770-74;

Воронка лабораторная по ГОСТ 25336-82;

Аммиак водный, раствор с массовой долей 25 %, х.ч. по ГОСТ 3760-79;

# Аммоний хлористый, х.ч. по ГОСТ 3773-72;

# ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

Вода дистиллированная;

# Соль ЭДТА, х.ч. по ГОСТ 10652-73;

Магний сернокислый семиводный, фиксанал;

Железо (III) азотнокислое 9-водное, х.ч. по ГОСТ 4111-74;

Эриохром чёрный Т, индикаторная смесь;

Кислота сульфосалициловая 10% водный раствор.

1. **Подготовка к анализу**

4.1 Приготовление буферного раствора

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.

4.2 Приготовление титрованных растворов

Раствор соли магния концентрации точно 0,05 моль/дм3 (для установки коэффициента поправки раствора Трилона Б) готовят из фиксанала.

Раствор Трилона Б концентрации 0,05 моль/дм3 готовят следующий образом. 18,62 г ЭДТА помещают и мерную колбу вместимостью 1дм3, растворяют в теплой воде (40-60оС), доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

4.3 Определение коэффициента поправки раствора Трилона Б, моль/дм3.

Коэффициент поправки для раствора Трилона Б раствора определяют следующим образом: аликвоту раствора 7-водного сернокислого магния, объемом 25,0 см3 помещают в коническую колбу, прибавляют воду (общий объём - 95 см3), 5,0 см3 буферного раствора. К раствору прибавляют около 0,1 г смеси индикатора эриохром чёрного Т. Раствор перемешивают и титруют до перехода окраски из фиолетовой в синюю.

* 1. Коэффициент поправки для раствора Трилона Б концентрации 0,05 моль/дм3 (К) вычисляют по формуле

К=

где V-объем раствора Трилона Б концентрации 0,05 моль/дм3 , израсходованный на титрование

4.5 Проверка приемлемости результатов определений.

Результаты определения поправочного коэффициента раствора Трилона Б считаются приемлемыми при выполнении условия:

где *Хmin, X max* – полученные значения поправочного коэффициента Трилона Б в растворе;

Х*ср* – среднеарифметическое значение результатов;

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

**5. Проведение анализа**

Раствор, содержащий навеску соединения железа, соответствующую 80-90 мг Fe и 9 см3 раствора соляной кислоты с массовой долей 3,5 %, помещают в коническую колбу, разбавляют водой до 200 см3 и прибавляют 1 см3 раствора сульфосалициловой кислоты. Раствор нагревают до температуры от 60 °С до 70 °С и, не охлаждая, титруют из бюретки раствором Трилоном Б молярной концентрации С (Трилон Б) = 0,05 моль/дм3 до перехода темно-вишневой окраски раствора в лимонно-желтую. Окраску титруемого раствора сравнивают с окраской предварительно перетитрованного анализируемого раствора.

**6. Обработка результатов**

6.1 Массовую долю основного вещества в анализируемом продукте (Х) в процентах вычисляют по формуле:

Х=

где V – объем раствора ЭДТА концентрация точно 0,05 моль/дм3, израсходован­ный па титрование, см3;

*А* – относительная атомная масса определяемого элемента или относительная молекулярная масса определяемой части соединения; г

*т –* масса навески продукта, г,

С – установленная точная молярная концентрация ЭДТА, моль/дм3

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 без учета погрешности измерения.

6.4 Результат представить в соответствии с ПМГ 96 -2009 Результаты и характеристики качества измерений ; ГОСТ 8.736-2011 Измерения прямые многократные, Приложение Е.