**Комплексонометрический метод определения содержания висмута и свинца в анализируемой смеси**

**1. Сущность метода**

На анализ предлагается смесь реактивов Bi(NO3)3∙5H2O и Pb(NO3)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 ±0,0005 г, с наибольшим пределом взвешивания не менее 210 г по

ГОСТ Р 53228-2008.

2.2. Весы технохимические с пределом допускаемой абсолютной погрешности взвешивания не более ±0,005 г.

2.2 Бюретка1(2)-1(2)-2-50-0,1по ГОСТ 29251-91.

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

2.4 Пипетки2-2-5, 2-2-10,2-2-25по ГОСТ 29169-91.

2.5 Пипетки1-1(2)-2-1,1-1(2)-5-1по 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)C10H14O8N2Na2·2H2O.

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   
С(ди-Na-ЭДТА)=0,025 моль/дм3

Раствор Трилона Б молярной концентрации С(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   
С(ди-Na-ЭДТА)=0,025 моль/дм3 определяют следующим образом: 10,00см3 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   
С(ди-Na-ЭДТА)=0,025 моль/дм3 (*К*) вычисляют исходя из зависимости между точными концентрациями и объемами растворов.

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

, (1)

Коэффициент поправки титрованных растворов должен быть в пределах 1,0000±0,0300.

**4. Проведение анализа**

К навеске (0,5000 ±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 С(ди-Na-ЭДТА)=0,025 моль/дм3 до перехода розовой окраски раствора в желтую, устойчивой в течении 1 минуты. По бюретке фиксируют объем (*V1*) 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 (*V2*) пошедший на титрование.

**5. Обработка результатов**

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

, (2)

где   *V*- общий объем раствора анализируемой смеси, см3;

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

*К*- коэффициент поправки для раствора Трилона Б с молярной концентрацией С(ди-NaЭДТА)=0,025 моль/дм3;

*С*-молярная концентрация раствора Трилона Б, моль/дм3;

*Va* - 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

, (3)

5.3 Вычисления проводят для каждой из двух параллельных проб, получая *Х1*(*Y1*) и *Х2*(*Y2*) соответственно.

5.3.1 За результат измерения массовой доли висмута (), %, принимают среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений, полученных в условиях повторяемости *Х1* и *Х2*



, (4)

для которых выполняется условие:

, (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 (), %, принимают среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений, полученных в условиях повторяемости *Y1* и *Y2*



, (6)

для которых выполняется условие:

, (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:

(±Δ), % при *Р*=0,95



где - результат измерений висмута, %;



- характеристика погрешности измерений массовой доли висмута, %, при Р=0,95.



Значение ∆, %, рассчитывают по формуле

 (8)

где - относительная погрешность измерения массовой доли висмута, = 10 %.



5.5 Результат измерений массовой доли свинца представляют в виде:

(±Δ), % при *Р*=0,95

где - результат измерений свинца, %;

- характеристика погрешности измерений массовой доли свинца, %, при Р=0,95.



Значение ∆, %, рассчитывают по формуле

 (9)

где - относительная погрешность измерения массовой доли свинца, = 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.