**Определение никеля и кальция в смеси кондуктометрическим титрованием**

**Сущность метода**

При определении Ni2+ и Ca2+ использована реакция комплексообразования. Метод основан на реакции металлов с раствором Трилона Б в среде буферного раствора. Несмотря на сложный состав раствора на кривых титрования в буферном растворе или в отсутствии его четко выраженный излом. Для стандартизации раствора Трилона Б проводят кондуктометрическое титрование смеси солей кальция и магния.

**Реактивы и оборудование**

1. Кондуктометр;
2. Кондуктометрическая ячейка;
3. Весы электронные;
4. Магнитная мешалка с якорем;
5. Пипетка Мора, вместимостью 10,00 см3;
6. Пипетка градуированная, вместимостью 1,00;2,00;5,00; 25,00 см3;
7. Бюретка, вместимостью 25,00 см3;
8. Цилиндр, вместимостью 10,0; 25,0; 50,0; 100,0 см3;
9. Стакан химический, вместимостью 50; 100; 150; 400; 600 см3;
10. Мерная колба 100,00; 200,00 см3;
11. Хлорид аммония;
12. Раствор аммиака 25 %;
13. Трилон Б.
14. Аммиачный буферный раствор

**1 Приготовление реактивов**

**Приготовление раствора Трилона Б молярной концентрации 0,025 моль/дм3**

В мерную колбу на 200,00 см3 вносят 1,86 г Трилона Б, растворяют в горячей дистиллированной воде, после охлаждения доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

**2 Установка молярной концентрации раствора Трилона Б по смеси искусственной воды с молярной концентрацией 0,005 моль/дм3**

В ячейку для титрования (химический стакан) вносят 20,00 см3 приготовленной смеси растворов солей кальция и магния, приливают 40,0 см3 дистиллированной воды и 5,0 см3 буферного раствора. Полученный раствор титруют раствором Трилона Б порциями по 0,50 см3 не прекращая перемешивание. Регистрируют показания прибора после введения каждой порции титранта. Титрование продолжают до тех пор, пока не обнаружат излом на кривой титрования, после чего измеряют удельную электропроводность еще не менее чем в 5 точках. По полученным данным строят кривую титрования в координатах «удельная электропроводность ─ объем титранта» при помощи программы MS Excel с соответствующим масштабом. По кондуктометрической кривой находят точку эквивалентности и устанавливают объем раствора Трилона Б, вступившего в реакцию.

Титрование следует провести три раза. Полученные значения заносят в таблицу:

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Vтр.Б, см3 | ꭓ1 | ꭓ2 | ꭓ3 |
|  |  |  |  |

Концентрацию вычисляют с точностью до четвертного знака после запятой по каждому объему в точке эквивалентности, в соответствии с формулой:

где V – объем смеси концентрацией 0,005 моль/дм3, взятый для титрования, см3;

V1 – объем раствора Трилона Б, пошедший на титрование, см3.

Рассчитывают среднюю концентрацию раствора Трилона Б.

**3 Проведение анализа**

Анализируют две параллельные пробы.

В ячейку для титрования пипеткой переносят 10,00 см3анализируемой пробы, приливают 60,0–70,0 см3 дистиллированной воды так, чтобы уровень раствора полностью покрыл рабочую часть электрода и при непрерывном перемешивании, титруют раствором Трилона Б порциями по 0,50 см3 не прекращая перемешивание. Регистрируют показания прибора после введения каждой порции титранта. Титрование продолжают до тех пор, пока не обнаружат излом на кривой титрования, после чего измеряют удельную электропроводность еще не менее чем в 3-х точках, затем вносят 20,0 см3 аммиачного буферного раствора, продолжают титрование, пока не обнаружат излом на кривой титрования, после чего измеряют удельную электропроводность еще в 5 точках. Полученные значения удельной электропроводности пересчитывают с учетом разбавления путем умножения на коэффициент после добавления буферного раствора (объем раствора изменился после добавления буферного раствора К=0,3) и строят кривые титрования в координатах «удельная электропроводность – объем раствора Трилона Б», используя MS Excel. По изломам кривой находят объемы Трилона Б в точках эквивалентности, соответствующих конечным точкам титрования компонентов пробы. Кривые строят на 2-х графиках с соответствующими масштабами.

По формулам титриметрического анализа рассчитывают массы ионов никеля и кальция в анализируемой пробе.

За результат определения принимается среднее арифметическое двух определений, относительное расхождение между которыми не превышает 15 %. Относительная погрешность анализа составляет 25 % при доверительной вероятности Р = 0,95.

Результат измерения представить в виде:

(X̅ ± ∆) г; Р=0,95; п=2

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.