ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА ОБРАЗЦОВ СОЛЕЙ АЛЮМИНИЯ МЕТОДОМ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

Дудкина Е.Н., Иорбалиди А.А. Белорусский государственный университет пищевых и химических технологий г. Могилев, Беларусь

Стремительное развитие технологий в разных областях жизнедеятельности человека обуславливает необходимость в поиске новых методов очистки воды. Сложность поставленной задачи, особенно при очистке сточных промышленных вод, определяется отсутствием количественных аналитических методов определения всех токсических соединений, возможностью взаимодействия отдельных компонентов в смеси разнородного характера, вторично образуемыми соединениями, которые могут быть более токсичными, чем анализируемые вещества. Кроме того, большинство существующих на сегодня методов очистки воды требует применения дорогостоящих и не всегда регенерируемых реагентов, которые часто изменяют ее физико-химический состав, вызывая повышение минерализации воды [1].

Нашей задачей является синтез неорганических сорбентов глобулярного типа структуры на основе гидроксида алюминия, высокоселективных к ионам металлов.

Известно, что свойства синтезированных соединений существенно зависят от метода получения их прекурсора, поэтому целью настоящей работы является отработка методики для точного определения содержания алюминия в прекурсорах для получения его гидрогеля.

Анализ литературы показал, что оптимальным для выполнения поставленной задачи является метод комплексонометрического определения содержания ионов алюминия в исследуемом растворе. Выбор обусловлен еще и тем, что за контролем содержания ионов металлов в образцах, для которых изучался процесс адсорбции, также используется метод комплексонометричесого титрования.

Константа устойчивости комплекса ионов алюминия с Na₂ЭДТА равна 1,14·10¹⁶, указывает на образование прочного комплекса. Однако, количественное определение алюминия методом прямого комплексонометрического титрования осложняется медленной кинетикой обмена аквалигандов в ионе $[Al(H_2O)_6]^{3+}$ на ЭДТАлиганды. Для увеличения скорости протекающей реакции в ряде работ предлагается кипячение анализируемого раствора. Однако, в работе [2] было показано, что кипячение раствора может быть заменено на выдерживание раствора перед титрованием в течение некоторого времени. В данной работе использовалось выдерживание раствора перед титрованием. В связи с медленной скоростью прямой реакции ионов алюминия с комплексоном невозможно использовать метод прямого титрования, поэтому анализ проводят методом обратного титрования. Определение основано на том, что к раствору, содержащему ионы алюминия, добавляют избыток стандартного раствора Na₂ЭДТА, который связывает ионы алюминия в комплексонат. Остаток Na₂ЭДТА оттитровывают при рН 4,5 - 5,0 стандартным раствором ацетата цинка в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого. При этом избыток трилона не должен быть слишком большой, так как при большом избытке трилона и недостаточной для поддержания величины рН ёмкости ацетатного буфера, постоянной ΜΟΓΥΤ неудовлетворительные результаты из-за сильного подкисления раствора в ходе реакции:

$$H_2Y^{2-} + Zn^{2+} \rightarrow ZnY^{2-} + 2H^+$$
.

Влияние кислотности среды на точность комплексонометрического определения общеизвестна. В данной работе учет влияния рН среды был особенно актуален. В процессе синтеза образцов солей алюминия раствор подкислялся для предотвращения реакции гидролиза алюминия, при проведении анализа маточного раствора после образования гранул гидроксида алюминия раствор мог иметь как слабокислую, так и слабощелочную реакции, в зависимости от способа синтеза [3].

Для отработки методики были приготовлены следующие образцы:

- раствор нитрата алюминия, полученный растворением таблетки алюминия в азотной кислоте;
- раствор нитрата алюминия, полученный растворением точной навески свежеперекристаллизованого $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O;$
 - раствор сульфата алюминия, полученный растворением Al₂(SO₄)₃·18H₂O.

Точный состав последнего образца требовал определения.

Потенциометрически измеренное значение pH для первых двух растворов было равно соответственно 1,02 и 2,35. При титровании растворов солей алюминия с концентрацией около 0,02 – 0,05 моль/л рекомендовано добавлять 5 мл ацетатного буфера (pH = 5). Добавление такого количества буферного раствора в пробы первого и второго растворов позволяло повысить pH до 4,3 – 4,5. Однако, в процессе титрования, особенно проб первого раствора, полученные результаты были неудовлетворительными. Особую сложность представляло определение точки эквивалентности, четкого перехода окраски индикатора не было. Опытным путем было установлено, что получение достоверных результатов возможно при добавлении двухкратного от рекомендуемого объема ацетатного буферного раствора (10 мл) и добавление в анализируемый раствор (общий объем соли алюминия и трилона 25 мл) после его выдерживания 50 мл дистиллированной воды. Титрование проб с соблюдением данных условий позволило получить достоверный результат. Достоверность полученного результата была подтверждена следующим образом:

- 1. Масса растворенной части таблетки алюминия (растворение протекает очень медленно, за 10 дней растворилась лишь часть таблетки) составила 0,2281 г. Масса алюминия, определенная в данном растворе, составила 0,2279 г.
- 2. Определенный состав свежеперекристаллизованного наногидрата нитрата алюминия можно представить в виде формулы: $Al(NO_3)_3 \cdot 9,02H_2O$.

Отработанная методика позволила достичь четкого и быстрого (от одной капли) перехода окраски индикатора, оперативно и точно определять концентрации растворов, приготовленных для синтеза гидроксида алюминия.

Список использованных источников

- 1. Марченко, Л.А. Влияние модификаторов на сорбцию ионов тяжелых металлов [Электронный ресурс] / Л.А. Марченко // Режим доступа: https://fh.kubstu.ru/fams/issues/issue06/st0616.pdf. Дата доступа 05.03.2023.
- 2. Огородников, В.А. Совершенствование методики комплексонометрического определения алюминия / Огородников В.А., Рубанов А.О. // Аналитика РБ 2012: сборник тезисов докладов Второй республиканской научной конференции по аналитической химии, Минск, 14—15 мая 2012 года / БГУ и др.; редкол.: Е.М. Рахманько, А.Л. Гулевич Минск: БГУ и др., 2012. С.56
- 3. Комаров, В.С. Адсорбенты: Вопросы теории, синтез и структуры / В.С. Комаров Минск: Белорусская наука, 1997. 287 с.