

## ПОТЕНЦИОМЕТРИСКО ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ЖЕЛЕЗО И АЛУМИНИУМ ВО КОНЦЕНТРАТОТ НА ОЛОВНА РУДА

Д. Тошев, Е. Станишиќ

### УВОД

Во литературата се опишани голем број методи за комплексометриско определување на катјони со употреба на метални индикатори, или потенциометриски, во присуство на разни електродни системи.

При употребата на комплексон III за железото се употребува директна титрација, додека алуминиумот се определува со ретитрација на вишок на ЕДТА, бидејќи реакцијата меѓу алуминиумот и комплексонот тече мошне бавно.

Во почетокот на развојот на комплексометриската потенциометриска метода се мислело дека на ваков начин можат да се определуваат само катјоните што се јавуваат во повеќевалентни состојби (1), додека останатите јони се одредувани со ретитрација на вишокот на комплексонот со раствор на тривалентно железо (1,2). Подоцна се покажало дека потенциометриски можат да се определуваат и елементи што имаат само едновалентна состојба, употребувајќи и други електродни системи (3,4,5).

Во оваа работа ние си поставивме за задача да одредиме железо и алуминиум во концентратот на оловната руда (Велики Мајдан Зајача) со комплексон III во присуство на електродните системи платинаграфит и платина-волфрам.

### ЕКСПЕРИМЕНТАЛЕН ДЕЛ

Апаратура. Сите мерења се вршени на апаратот рН-метар „Радиометар“ тип 22. Во текот на работата растворот е мешан со магнетна мешалка. Електроди. Во текот на работата употребена е платинска електрода во облик на жица со должина 0,5 см, волфрамова електрода  $\phi=0,2$  см и должина 0,5 см, графитна електрода  $\phi=0,5$  см и должина 1,0 см. Реагенси. Како титрационо средство е употребен 0,1 М раствор ЕДТА. Растворот на цинк е приготвен од цинкнитрат, кој е стандардизиран со ЕДТА во присуство на ериохромцрно Т. Растворот на бакар е при-

готвен од бакар нитрат и стандардизиран со ЕДТА во присуство на мурексид. Растворот на алуминиум е приготвен од алуминиум сулфат и стандардизиран со ретитрацијата на вишокот на ЕДТА со цинк сулфат. Растворот на железо е приготвен од фери хлорид кој е стандардизиран со ЕДТА во присуство на сулфосалицилна киселина (6).

Постапка при работењето. За квантитативно испитување концентратот се загрева со пушлива азотна киселина и калиумнитрит. По разредувањето се филтрира, во филтратот прво се исталожува оловот во облик на оловосулфат а потоа со додавање на амонијак и амониумхлорид се исталожуваат железото и алуминиумот. По филтрирањето и измивањето, талогот се раствора во хлороводородна киселина. Киселиот раствор кој содржи железо и алуминиум се неутрализира со концентриран амонијак до појавата на јасно замагување, кое се раствора во 2+3 кашки хлороводородна киселина (1 : 1). Во тој раствор се потопуваат електродите, а потоа се врши титрирање со комплексон III во присуство на електродната система платина-јагленород или платина-волфрам.

На растворот по титрирањето на железото, се додава (во сооднос со количеството на алуминиумот) вишок на 0,1M раствор на комплексон III и се загрева, околу 5 минути до вриење. Потоа, растворот се неутрализира со концентриран амонијак (метилцрвено), се лади и вишокот се титрира со стандарден раствор на бакар (II) сулфат, во присуство на електродната система платина-јагленород.

За да се провети резултатот на растворот по првото вриење се додава 5cm<sup>3</sup> 10% раствор на натриумацетат, 10 cm<sup>3</sup> раствор на заситен натриумфлуорид и остава да врие 15 минути покриен со саатно стакло. Потоа, пробата се лади и повторно титрира со стандарден раствор на бакар (II) сулфат.

Двата резултата (титрацијата на вишокот од ЕДТА и титрацијата на ЕДТА што се ослободуваат од алуминиум комплексонатот), мораат да се поклопуваат.

Во табелата 1 се дадени добиените резултати на железо и алуминиум во испитуваниот концентрат на рудата.

## РЕЗУЛТАТИ И ДИСКУСИЈА

При практичната работа со комплексонот III секогаш треба да се има предвид дека овој комплекс се однесува како универзално средство за комплексирање. Затоа, при одредувањето на кој и да било катјон неопходно е да се знае дека нема други јони, кои, исто така, при истаите услови на титрација, можат да реагираат со растворот на ЕДТА. Затоа е потребно катјонот претходно да се оддели, а потоа да се одреди комплексометриски или пак да се маскираат другите јони. При определувањето на железното и алуминиумот во концентратот на рудата тие прво се исталожуваат во облик на хидроксид, а потоа титрираат.

Табела 1

Потенциометриско одредување на железо и алуминиум во концентратот на оловна руда

% на железо			% на лауминиум		
гравим.	потенциом.	разлика	гравим.	потенциом.	разлика
10,21	10,25	+0,04	0,49	0,29	— 0,20
9,97	10,57	—0,40	0,48	0,37	— 0,11
10,29	10,59	+0,30	0,52	0,40	+ 0,12

Добиените резултати се средна вредност од три проби

За споредба на резултатите направена е вештачка смеса, која содржи приближно иста концентрација од секој јон, кој влегува во составот на рудата. Добиените резултати се прикажани во табелата 2. Како што се гледа од табелата резултатите добро се сложуваат.

Во текот на титрацијата се употребени електродни системи на платина-графит и платина-волфрам. Притоа, кога се титрира железо промените на потенцијалот на завршната точка на титрацијата, јасно се уочливи во присуство и на едната и на другата електродна система додека при одредувањето на алуминиумот е употребена само системата глатина-графит, бидејќи при работа со системата платина-волфрам при употребените услови, не се добиваат јасно уочливи скокови.

Табела 2

Потенциометриска титрација на железо и алуминиум во вештачка смеса

Вештачка смеса	Одмерено мг	Најдено мг со потенциом. метода			
		платина-С	Разлика	платина-W	Разлика
железо	92,01	92,31	— 0,30	—	—
алуминиум	4,86	4,84	— 0,02	—	—
железо	26,00	25,74	— 0,26	—	—
алуминиум	1,30	1,27	— 0,03	+	—
железо	26,00	—	—	26,22	+ 0,22
алуминиум	1,30	1,28	— 0,02	+	—
железо	70,01	—	—	70,22	+ 0,21
алуминиум	3,90	3,86	— 0,04	—	—

Добиените резултати се средна вредност од три проби

## ИЗВОД

Извршено е потенциометриско определување на железо во концентрат на оловна руда со комплексон (III) во присуство на електродните системи платина-јагленород и платина-вольфрам.

Во истиот аликвотен дел определен е и алуминиумот со титрација на вишокот на ЕДТА со раствор на бакар (II) сулфат во присуство на електродната система платина-јагленород. Во присуство на истата електродна система е определен и алуминиумот со титрација на ослободениот комплексон по загревањето на алуминиумкомплексонатот со раствор на натриум флуорид.

## LITERATURA

1. Pribil, R., Chem. Listy, 10, 222 (1950)
2. Polyak, L., Hemičeskie metodi analiza, 11, 1300 (1955)
3. Budanova, L. M., Platonova, O.P., Hemičeskie metodi analiza, 11, 12
4. Berkovič, M. T., Sirina, A. M., Tr. Uraljskogo n. i. him. in-ta, XI, 38
5. Berkovič, M. T., Sirina, A. M., Lagunova, N. L., Uraljskij n. i. stitut, vip XI, 32 (1964)
6. Schwarzenbach, G., Kompleksometričeskoe titrovanie. „Mir“, Moskva 9456

## ABSTRACT

**POTENTIOMETRIC DETERMINATION FERRUM AND ALUMINIUM  
IN CONCENTRATED LEAD ARE.**

**D. Tošev, E. Stanišić**

*Faculty of Chemistry, University „Kiril i Metodij“ — Skopje*

It has been performed the potentiometric determination of ferrum in a concentrated lead are by complexone III in the presence of the electrode pair Pt-C and Pt-W.

By analysis an aliquot aluminium was determined by titration the overplus complexone III by solution copper (II) sulfat in the presence of electrode pair Pr-SC. The same electrode pair was used for determination of Al by titration released complexone III after heating Al-EDTA with sodium fluoride.