

Зачетная Задача по Аналитической Химии

Выполнил: студент

20X группы

XXXXX X.

Преподаватель:

XXXXXX X.X.

2001г

1. Введение.....	3
2. Качественный анализ образца.....	4
3. Литературный обзор.....	6
3.1 Методы определения никеля.....	6
3.1.1 Методы титриметрического определения никеля.....	6
3.1.1.1 Диметилглиоксиматный метод.....	6
3.1.1.2 Цианометрический метод.....	7
3.1.2 Методы гравиметрического определения никеля.....	8
3.1.2.1 Пиридино-роданидный метод.....	8
3.1.2.2 Оксихинолиновый метод.....	9
3.1.2.3 Диметилглиоксимовый метод.....	9
3.2 Методы определения железа.....	10
3.2.1 Методы титриметрического определения железа.....	10
3.2.1.1 Методы восстановления железа (III).....	10
3.2.1.2 Иодометрический метод.....	10
3.2.1.3 Цериметрический метод.....	11
3.2.1.4 Ванадатометрический метод.....	11
3.2.1.5 Перманганатометрический метод.....	11
3.2.1.6 Бихроматометрический метод.....	12
3.2.2 Методы гравиметрического определения железа.....	13
3.2.2.1 Определение железа осаждением аммиаком по методу Танаева.....	13
3.2.2.2 Определение железа купфероновым методом.....	13
3.2.2.3 Определение железа осаждением 8-оксихинолином.....	13
4. Экспериментальная часть.....	15
4.1 Гравиметрический анализ.....	15
4.1.1 Расчет массы навески для гравиметрии.....	15
4.1.2 Взятие навески.....	15
4.1.3 Подготовка тигля.....	16
4.1.4 Определение никеля диметилглиоксиматным методом.....	16
4.2 Титриметрический анализ.....	17
4.2.1 Расчет массы навески для титриметрии.....	17
4.2.2 Взятие навески.....	17
4.2.3 Приготовление раствора первичного стандарта бихромата калия.....	18
4.2.4 Определение железа бихроматометрическим методом.....	18
5. Литературный обзор.....	20

1. Введение.

Целью данной работы является проведение анализа выданного образца, представляющего собой природный или промышленный объект. В задачу входит выявление качественного состава объекта, а также определение процентного содержания основных компонентов в анализируемом объекте.

2. Качественный анализ образца

Образец представляет из себя сплав серого цвета. На основании этого были проведены предварительные испытания на растворимость его в кислотах.

Образец полностью растворился в соляной кислоте.

№	Объект	Реагент	Наблюдения	Вывод	Предполагаемый состав раствора	Предполагаемый состав осадка
1	сплав	HCl _(к)	Сплав полностью растворился. Раствор стал желтым.	Возможно, в сплаве присутствует железо	Fe ³⁺ , Co ²⁺ , Ni ²⁺ , Cu ²⁺ , Bi ³⁺ , Sb ³⁺ , Mo ⁶⁺	
2	р-р 1	HNO _{3(к)}	Осадок не выпадает	Сплав не содержит сурьмы	Fe ³⁺ , Co ²⁺ , Ni ²⁺ , Cu ²⁺ , Bi ³⁺ , Sb ³⁺ , Mo ⁶⁺	
3	Р-р 2	Na ₂ S	Чёрный осадок	Присутствует молибден	Fe ³⁺ , Co ²⁺ , Ni ²⁺ , Bi ³⁺ , Sb ³⁺ ,	MoS ₃
4	MoS ₃	HNO ₃	Растворение осадка	-	Mo ⁶⁺	S
5	Mo ⁶⁺	SnCl ₂ + NH ₄ SCN	Красное окрашивание	Молибден есть	MoO(SCN) ²⁻⁵	
3	р-р 2	NH ₃ (изб)	Выпало много рыжего осадка, раствор обесцветился	В осадке, возможно, есть гидроксид железа и нет меди.	Co ²⁺ , Ni ²⁺ , Cu ²⁺	Fe(OH) ₃ Sb(OH) ₃ Bi(OH) ₃
4	р-р 3	Диметил-	Выпадает	В растворе	Co ²⁺ , Cu ²⁺	Димети

		глиоксим	розовый осадок	присутствует никель		л- глиокси мат никеля
5	р-р 3	NH ₄ NCS (тв), изоамило- вый спирт	Органический слой не синеет	В растворе нет кобальта	Cu ²⁺	
6	р-р 3	NaF	Выпадения осадка не наблюдается	В растворе нет меди		
7	ос-к 3	HCl	Осадок полностью растворился. Раствор стал желтым		Fe ³⁺ , Bi ³⁺	
8	р-р 7	KI, HCl _(2н) , CsCl _(кр)	Под микроскопом оранжевых кристаллов не видно	В сплаве нет висмута.	Fe ³⁺	
9	р-р 7	NH ₄ NCS	Раствор окрасился в бардовый цвет.	В сплаве есть железо.		

Полученные результаты позволяют говорить о том, что сплав содержит железо и никель с примесями молибдена.

3. Литературный обзор.

3.1 Методы растворения образца.

Наиболее широко применимым является метод растворения образца в смеси азотной и соляной кислот. Смесь HCl и HNO_3 (3:1) применяют благодаря высокой скорости реакции для растворения многих металлов и сплавов, в том числе сталей.

Серная кислота широко используется для перевода в растворимое состояние различных металлических продуктов. Растворение ускоряется в присутствии K_2SO_4 , $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, которые повышают температуру кипения кислоты.

Смеси азотной и серной кислот в различных пропорциях часто используются в анализе для растворения металлов и сплавов. Для растворения сталей рекомендуется смесь (5:2:5) HNO_3 , H_2SO_4 и HCl или смесь (6:7:7) азотной, серной и фосфорной кислот.

Горячая концентрированная HClO_4 растворяет почти все металлы, которые при этом переходят в высшую степень окисления. Её часто применяют при анализе сталей и сплавов, т. к. она быстро растворяет пробы.

HIO_3 и иодаты проявляют сильные окислительные свойства, поэтому их можно использовать для растворения металлов и сплавов. Легированные стали растворяют в смеси йодноватой и хлороводородной кислот. Обычно достаточно нагревать пробу несколько минут до полного растворения.

Как правило, металлы и сплавы растворяют в кислотах, содержащих пероксид водорода. Стали растворяют в смесях H_2O_2 и HCl , H_2O_2 и H_2SO_4 , H_2O_2 и HNO_3 , HF и H_2O_2 [6].

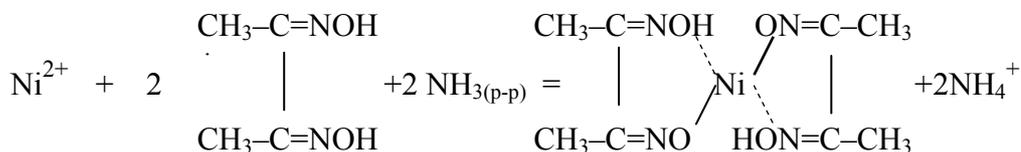
3.2 Методы определения никеля

3.2.1 Методы титриметрического определения никеля.

3.2.1.1 Диметилглиоксиматный метод.[3]

Данный метод основан на реакции осаждения никеля в виде диметилглиоксимата никеля в аммиачной среде в присутствии винной или

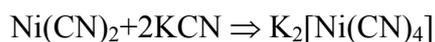
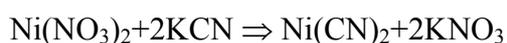
лимонной кислот для связывания в комплексные соединения Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Mn^{2+} и др. Титрование может быть проведено также в уксуснокислой среде спиртовым раствором диметилглиоксима.



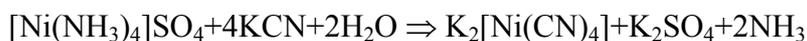
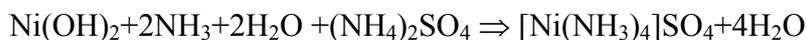
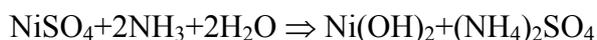
Титрование проводят, приливая спиртовой или щелочной раствор диметилглиоксима к раствору, содержащему никель, при сильном взбалтывании до тех пор, пока капля раствора, взятого из колбы концом стеклянной палочки и нанесенная на фильтровальную бумагу с диметилглиоксимом не будет менять цвет бумаги. Титрованию мешают кобальт и медь. Кобальт можно связать в цианистый комплекс. Медь можно восстановить до металла цинком, но при этом восстановленное железо (II) необходимо окислить, т.к. последнее дает осадок с диметилглиоксимом.

3.2.1.2 Цианометрический метод.[3]

Данный метод основан на образовании никелем бесцветного комплекса с цианидными ионами.



В аммиачной среде сначала образуется комплексное соединение аммиаката никеля, которое потом вступает в реакцию с KCN.

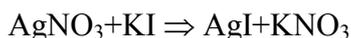


Кислые растворы недопустимы ввиду ядовитости образующегося в них циановодорода.

Медь и кобальт также образуют цианидные комплексы. При содержании Cu и Co до 0,1% их влияние на определение никеля (особенно при больших его содержаниях) практически не оказывает. При более высоком содержании они должны быть предварительно отделены.

Железо, марганец, хром, ванадий и вольфрам не мешают определению цианометрическим методом при условии прибавления к раствору винной или лимонной кислот, для связывания указанных металлов в комплексы.

В качестве индикатора данной реакции, проходящей без видимых изменений, применяют йодид серебра, который, только после завершения указанной реакции с никелем, образует с цианид-ионами растворимый комплекс $\text{K}[\text{Ag}(\text{CN})_2]$. Для образования AgI в раствор перед титрованием добавляют известное количество AgNO_3 и раствор KI , в результате чего раствор мутнеет.



Титрование ведут до тех пор, пока раствор не станет абсолютно прозрачным:



3.2.2 Методы гравиметрического определения никеля.

3.2.2.1 Пиридино-роданидный метод[3]

Данный метод определения содержания никеля основан на осаждении никеля роданитом аммония NH_4SCN и пиридином $\text{C}_6\text{H}_5\text{N}$ (сокращенно Py) при нагревании раствора до кипения. При осаждении выделяется осадок состава $(\text{NiPy})_4(\text{SCN})_2$ ($M=191,29$). Промытый последовательно холодным раствором пиридина и роданита аммония, а затем абсолютным спиртом осадок высушивают и взвешивают. ($F=0,11950$)

3.2.2.2 Оксихинолиновый метод.[4]

Данный метод основан на осаждении никеля в форме дигидрата оксихинолината никеля ($\text{Ni}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) из водного раствора в присутствии ацетата аммония и уксусной кислоты спиртовым раствором оксихинолина при температуре 60°C . Осадок высушивают и взвешивают при 130°C (при этом он теряет воду, поэтому $M=347,02$; $F=0,16918$). Метод не является селективным, т. к. большинство тяжелых металлов дают осадки с оксихинолином.

3.2.2.3 Диметилглиоксимовый метод.[5]

Данный метод основан на реакции осаждения никеля в виде диметилглиоксимата никеля в аммиачной среде в присутствии винной или лимонной кислот для связывания в комплексные соли Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Mn^{2+} и др. этанольным раствором диметилглиоксима (Реакция приведена выше).

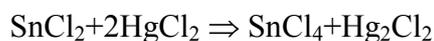
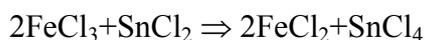
При данном методе осаждения можно использовать различные гравиметрические формы. При сушке при $105-115^\circ\text{C}$ осадок остается в форме диметилглиоксимата никеля ($M=288,94$) поэтому $F=0,20319$, что дает большую точность (около 0,5% никеля). При рядовых анализах осадок на фильтре сушат, затем фильтр осторожно сжигают в тигле и прокаливают осадок при $800-825^\circ\text{C}$. При такой температуре получается оксид никеля(II), который и взвешивают. Гравиметрический фактор в этом случае равен 0,78584).

3.3 Методы определения железа

3.3.1 Методы титриметрического определения железа

3.3.1.1 Методы восстановления железа (III).[2]

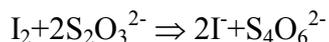
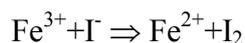
- 1) Восстановление хлоридом олова (II). В раствор вводят небольшой избыток SnCl_2 . Введенный в избытке хлорид затем окисляют хлоридом ртути (II). При этом выпадает хлорид ртути (I). При значительном избытке SnCl_2 выпадает черный осадок металлической ртути, и анализ следует считать испорченным.



- 2) Восстановление металлическим цинком. К раствору трехвалентного железа добавляют концентрированную соляную кислоту и 3-4 гранулы металлического цинка. Восстановление ведут до тех, пор пока раствор полностью не обесцветится и весь цинк не растворится.

3.3.1.2 Иодометрический метод.[2]

Данный метод основан на восстановлении трехвалентного железа избытком йодид иона и последующем титровании образовавшегося йода раствором тиосульфата в присутствии крахмала в качестве индикатора.



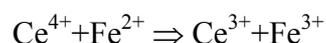
При титровании данным методом необходимо соблюдать следующие условия:

1. Раствор должен быть сильноокислым, т. к. трехвалентное железо образует устойчивые гидроксокомплексы, что уменьшает константу равновесия процесса восстановления железа.
2. Необходимо исключить возможность присутствия анионов образующих устойчивые комплексы с трехвалентным железом (PO_4^{3-} , $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$, F^-)
3. Необходим избыток йодид ионов для полноты протекания реакции, а также для связывания образующегося йода

4. В сильноокислом растворе иодид ион окисляется кислородом воздуха, поэтому перед добавлением иодида калия необходимо вытеснить из колбы воздух путем добавления карбоната натрия.
5. Скорость реакции восстановления не велика, поэтому, прежде чем титровать раствор тиосульфатом, необходимо дать ему постоять около пятнадцати минут.

3.3.1.3 Цериметрический метод.[2]

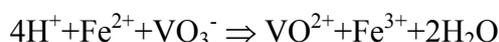
Данный метод основан на титровании раствора двухвалентного железа стандартным раствором Ce(IV) в сернокислой среде, но также возможно титрование и в солянокислой среде. Реакция протекает следующим образом:



Раствор титруют в присутствии 1,10-фенантролина до перехода от розовой окраски к почти бесцветной.

3.3.1.4 Ванадометрический метод.[2]

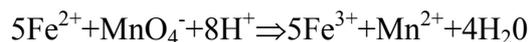
Данный метод основан на окислении железа ванадатом аммония в кислой среде:



Титрование ведут в шестинормальном по серной кислоте растворе. В качестве индикатора используют фенилантраниловую кислоту. Об окончании титрования судят по появлению розово-фиолетового окрашивания.

3.3.1.5 Перманганатометрический метод.[1]

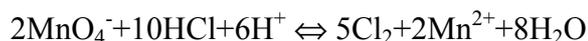
Данный метод основан на восстановлении Fe^{3+} до Fe^{2+} и последующем титровании раствора двухвалентного железа простандартизированным раствором перманганата калия.



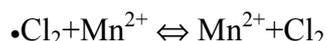
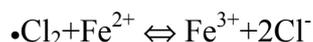
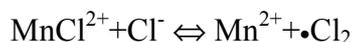
Титрование ведут в присутствии защитной смеси Рейнгарда-Цимермана (раствор сульфата марганца(II) и H_3PO_4 в разбавленной серной кислоте) до появления устойчивой в течении 30 секунд розовой окраски.

Примечание. Основное назначение отдельных компонентов защитной смеси таково:

Как известно, реакция между KMnO_4 и двухвалентным железом индуцирует одновременное окисление соляной кислоты перманганатом.



Индуцированная реакция проходит через стадии образования Mn(III) . Далее протекают следующие реакции:

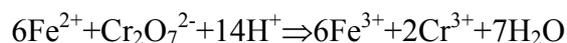


Поэтому в защитной смеси используется Mn^{2+} для понижения потенциала пары $\text{Mn}^{3+} / \text{Mn}^{2+}$, что предотвращает окисление трехвалентным марганцем хлорид ионов. Также в защитной смеси используется фосфорная кислота для связывания трехвалентного марганца в устойчивые комплексы, что также понижает потенциал пары $\text{Mn}^{3+} / \text{Mn}^{2+}$.

Фосфорная кислота применяется также для связывания железа в бесцветные фосфатные комплексы, что предотвращает окрашивание раствора в желтый цвет для более точной фиксации конечной точки титрования, а также для понижения окислительно-восстановительного потенциала системы приблизительно на 0,2в.

3.3.1.6 Бихроматометрический метод.[1]

Данный метод основан на титровании восстановленного железа Fe^{2+} раствором бихромата калия с применением дифениламина в качестве редоксиндикатора.

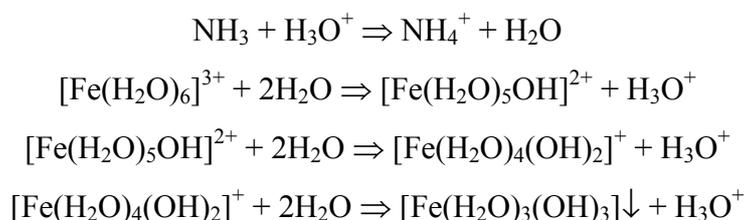


Титрование необходимо вести в кислой среде в присутствии фосфорной кислоты. Фосфорная кислота применяется для понижения потенциала пары $\text{Fe}^{3+} / \text{Fe}^{2+}$. Трехвалентное железо (III) связывается в фосфатный комплекс $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{PO}_4)_4]^-$, что приводит к понижению концентрации Fe^{3+} , а соответственно и к понижению потенциала пары $\text{Fe}^{3+} / \text{Fe}^{2+}$, что делает возможным применять дифениламин в качестве индикатора.

3.3.2 Методы гравиметрического определения железа

3.3.2.1 Определение железа осаждением аммиаком.[2]

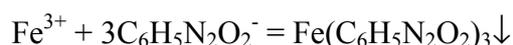
Данный метод основан на осаждении железа аммиаком из раствора в виде гидроксида железа за счет смещения протолитического равновесия вправо аммиаком.



После осаждения содержимое стакана разбавляют горячей водой. Затем осадок отфильтровывают, промывают горячей водой, сушат, прокаливают до постоянной массы при 800⁰С, и взвешивают полученный оксид Fe₂O₃. Прокаливание при более высокой температуре может вызвать разложение оксида трехвалентного железа с образованием Fe₃O₄, что может привести к ошибкам определения количества железа.

3.3.2.2 Определение железа купфероновым методом.[2]

Осаждение купфероном (C₆H₅N(NO)ONH₄) производят из охлажденного раствора железа при помощи 4%-го раствора купферона, который приливают в избытке (до появления на поверхности раствора белой, растворимой при помешивании мути).



Осадок отфильтровывают, промывают холодной водой и разбавленным раствором аммиака, высушивают, прокаливают в муфельной печи при температуре 900⁰С и взвешивают образовавшийся оксид трехвалентного железа.

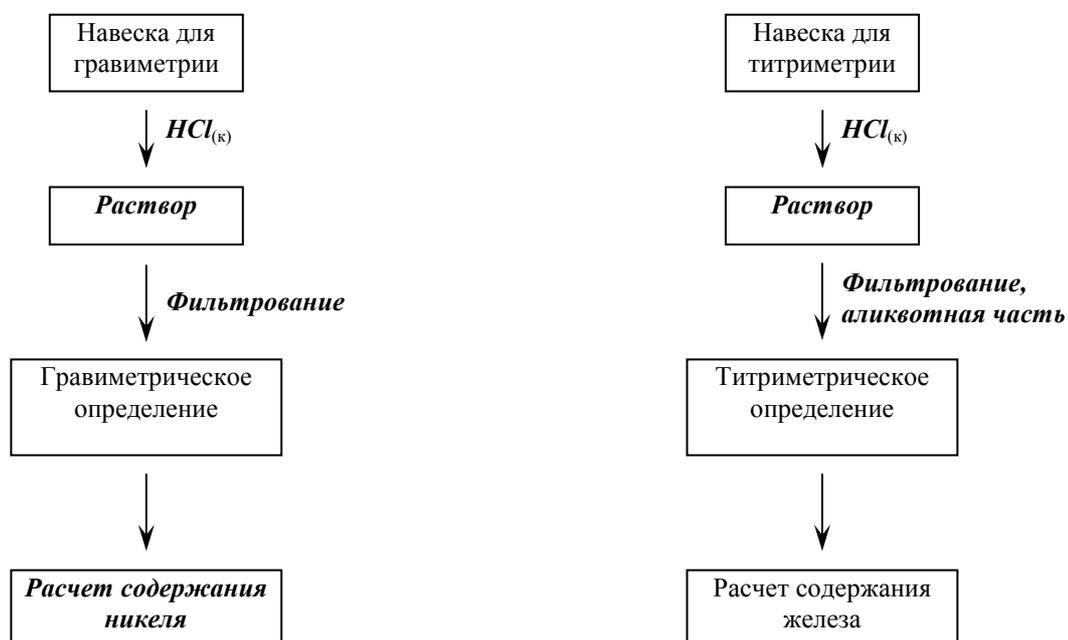
3.3.2.3 Определение железа осаждением 8-оксихинолином.[2]

8-Оксихинолин осаждает железо из растворов, содержащих ацетат аммония. Осадок высушивается при 120-125 °С в виде осаждаемого соединения Fe(Ox)₃. Осаждение 8-оксихинолином не является селективной реакцией, т. к. 8-оксихинолин дает осадок со многими тяжелыми металлами, но его производное — 5,7-дибром-8-оксихинолин-является избирательным реагентом

для осаждения железа. Осаждению им не мешает присутствие ионов Al, Cd, Co, Hg, Mn, Ni.

4. Экспериментальная часть

Количественный анализ вели по следующим схемам:



4.1 Гравиметрический анализ

4.1.1 Расчет массы навески для гравиметрии

Массу навески рассчитывали исходя из того, что никеля в сплаве приблизительно 4%.

$$m_{(\text{навески})} = \frac{100 \cdot m_{(\text{грав. формы})} \cdot F}{\omega(\text{Ni})\%} = \frac{100 \cdot 0,2 \cdot 0,2032}{4} = 1,0160 \text{ г.}$$

$m(\text{нав})$ — искомая масса навески

$m(\text{грав. формы})$ — масса гравиметрической формы

F — гравиметрический фактор

$\omega(\text{Ni})\%$ — массовая доля никеля в сплаве

4.1.2 Взятие навески

$$m(\text{тигля}) = 6,3748 \text{ г.}$$

$$m(\text{тигля}) + m(\text{навески}) = 7,4320 \text{ г.}$$

$$m(\text{навески}) = 1,0572 \text{ г.}$$

4.1.3 Подготовка тигля.

Через тигель предварительно пропустили 20 мл HCl(1:1), а затем промыли большим количеством воды. Далее тигель был высушен и доведен до постоянной массы при 130°C. При этом получили следующие значения его массы:

$$m_1=13,5136 \text{ г}$$

$$m_2=13,5121 \text{ г}$$

$$m_3=11,5120 \text{ г}$$

Конечная масса тигля равна 11,5120 грамма.

4.1.4 Определение никеля диметилглиоксиматным методом.



Реагенты:

- 1) HNO_{3(к)} 5мл
- 2) HCl_(к) 30мл
- 3) Раствор аммиака 25%
- 4) Раствор диметилглиоксима 1%
- 5) Исследуемый раствор, содержащий никель

Ход определения

1. Навеску сплава массой 1,0572 грамма растворили при нагревании в смеси 30 мл соляной кислоты и 5 мл концентрированной азотной кислоты. Раствор грели до тех пор, пока весь диоксид азота не улетучился.
2. Полученный раствор отфильтровали в стакан объемом 500 мл через фильтр (белая лента) и обмыли последний горячей водой.
3. К раствору добавили пять грамм винной кислоты и растворили ее при перемешивании.
4. Раствор нейтрализовали аммиаком до появления слабого запаха.
5. К раствору прилили 35 мл 1% раствора диметилглиоксима.
6. Стакан грели на водяной бане в течение сорока минут для коагулирования осадка.
7. Раствор остудили, отфильтровали на тигле с фильтрующим дном, предварительно доведенном до постоянной массы, и промыли 200 мл 1% раствора аммиака.

8. Осадок высушили при 130°C, доведя до постоянной массы, взвесили и определили массовую долю никеля в сплаве.

При сушке тигля были получены следующие значения его массы

$$m_1 = 14,0785 \text{ г}$$

$$m_2 = 14,0026 \text{ г}$$

$$m_3 = 13,7222 \text{ г}$$

$$m_4 = 13,7222 \text{ г}$$

Значит масса осадка равна $m(\text{осадка}) = 0,2102 \text{ г}$.

$$\omega(\text{Ni})\% = \frac{100 \cdot m_{(\text{осадка})} \cdot F}{m_{(\text{навески})}} = \frac{100 \cdot 0,2102 \cdot 0,2032}{1,0572} = 4,04\%$$

Массовая доля никеля в сплаве составляет 4,04%.

4.2 Титриметрический анализ

4.2.1 Расчет массы навески для титриметрии.

Массу навески рассчитывали исходя из того, что железа в сплаве приблизительно 90 процентов.

$$m(\text{нав}) = \frac{n_{(\text{аликвот})} \cdot V_{(\text{аликвоты})} \cdot C_{M(\text{железа})} \cdot M_{\text{Fe}} \cdot 100}{\omega(\text{Fe})\%} = \frac{10 \cdot 0,02 \cdot 0,05 \cdot 55,847}{90} = 0,6206(\text{г})$$

$m(\text{нав})$ — искомая масса навески

$n(\text{аликвот})$ — количество аликвот

$V_{\text{л}}(\text{аликвоты})$ — объем одной аликвоты

C_M — приблизительная концентрация железа в исследуемом растворе, взятая с учетом того, что титрование будет вестись 0,05М раствором $\frac{1}{6} \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

M_{Fe} — молярная масса железа

$\omega(\text{Fe})\%$ — массовая доля никеля в сплаве

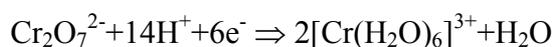
4.2.2 Взятие навески

$$m(\text{тары}) = 6,3764 \text{ г}$$

$$m(\text{тары+навески}) = 6,9570 \text{ г}$$

$$m(\text{навески}) = 0,5824 \text{ г}$$

4.2.3 Приготовление раствора первичного стандарта бихромата калия.



Реактивы:

- 1) $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ — кристаллический, х. ч.

Расчет:

$$M(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 294,181 \text{ г/моль}$$

$$m(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 294,181 \cdot \frac{1}{6} \cdot 0,02 \cdot 0,05 = 0,4903 \text{ г } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \text{ необходимо для приготовления 200 мл 0,05 молярного раствора } \frac{1}{6} \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7.$$

Ход работы:

Навеску бихромата калия растворяют в мерной колбе на 200 мл.

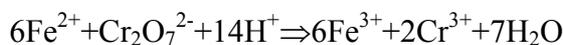
$$m(\text{тары}) = 11,7082 \text{ г.}$$

$$m(\text{тары+навески}) = 12,1893 \text{ г.}$$

$$m(\text{навески}) = 0,4811 \text{ г.}$$

$$C_M(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,4811 / 294,181 \cdot 6 \cdot 5 = 0,0491 \text{ М}$$

4.2.4 Определение железа бихроматометрическим методом



Реагенты:

- 1) $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ — 0,0491 М
- 2) $\text{HCl}_{(к)}$
- 3) H_2SO_4 — 2 Н
- 4) Zn — металлический
- 5) H_3PO_4
- 6) Индикатор — дифениламин

Ход определения:

1. Точную навеску исследуемого сплава растворили в 30 мл концентрированной соляной кислоты.
2. Полученный раствор отфильтровали через фильтр (белая лента) в мерную колбу на 200 мл и обмыли последний горячей водой.
3. Пипеткой отобрали 10 мл исследуемого раствора и перенесли в колбу на 100 мл. Туда же добавили две гранулы цинка и 5 мл $\text{HCl}_{(к)}$, поставили

колбу на песчаную баню и грели до полного обесцвечивания раствора и полного растворения цинка.

4. Колбу охладили под струей воды, добавили 3 мл H_2SO_4 2Н, снова охладили, добавили 4 мл H_3PO_4 , 15 мл воды и четыре капли дифениламина.
5. Раствор оттитровали приготовленным заранее стандартным раствором бихромат до появления сине-фиолетовой окраски.

Результаты титрования раствора Fe^{2+} раствором бихромата калия				
Объем бихромата пошедший на титрование (мл)	9,75	9,80	9,80	9,78

Средний объем, пошедший на титрование, равен

$$V_{\text{ср}} = (7,75 + 7,80 + 7,80 + 7,78) / 4 = 7,78 \text{ мл}$$

$$\omega(\text{Fe})\% = \frac{100 \cdot M_{\text{Fe}} \cdot C_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \cdot V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7(\text{ср})} \cdot V_{\text{колбы}}}{m_{(\text{навески})} \cdot V_{\text{аликвоты}}} = \frac{100 \cdot 55,847 \cdot 0,0513 \cdot 9,78 \cdot 200}{0,5824 \cdot 100} = 92,11\%$$

Массовая доля железа в сплаве составляет 92,11%.

5. Литературный обзор

1. Белявская Т.А. Практическое руководство по титриметрии и гравиметрии. М.: Ньюдиамед. 1996
2. Кольтгоф И. М., Велчер Р., Стенгер В. А., Матсуяма Дж. Объемный анализ т III. М.: Госхимиздат .1961
3. Пешкова В. М., Савостина В. М. Аналитическая химия никеля. М.: наука, 1972. 70-75 с.
4. Алексеев В. Н. Количественный анализ. М.: Химия, 1972. 187 с.
5. Гиллебранд В. Р., Лендель Г. Э, Брайти Г. А., Гофман Д. И. Практическое руководство по неорганическому анализу. М.: Госхимиздат, 1957. 467 с.
6. Бок Р. Методы разложения в аналитической химии. М.: Химия, 1984. 209-216 с.