# МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ имени М.В.Ломоносова

# ХИМИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

Кафедра аналитической химии

Зачетная задача по аналитической химии: «Анализ объекта»

Студента 20X группы XXXXXX X.X. Преподаватель XXXXXXX X.X.

Москва 2000

# Содержание

1. ВВЕДЕНИЕ	3
2. КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ	4
3. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР	6
3.1. Методы определения железа	6
3.1.1 Гравиметрические методы определения железа	
3.1.1.1. Осаждение в форме гидроксида железа (III)	
3.1.1.2. Осаждение в виде купфероната железа (III)	7
3.1.1.3. Осаждение в виде 5,7-дибром-8-оксихинолината.	8
3.1.2. Титриметрические методы определения железа	8
3.1.2.1. Окислительно-восстановительное титрование	8
3.1.2.2. Комплексонометрическое титрование	10
3.2. Методы определения хрома	10
3.2.1. Гравиметрические методы определения хрома	10
3.2.1.1. Осаждение в форме гидроксида хрома (III)	10
3.2.1.2. Осаждение в форме 8-оксихинолината или оксихинальдината	11
3.2.2. Титриметрические методы определения хрома	
3.2.2.1. Окислительно-восстановительное титрование	11
3.2.2.2. Комплексонометрическое титрование	
3.3. Выводы	
4. ВЫПОЛНЕНИЕ КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА	14
4.1. Расчет массы навески	14
4.2. Схема определения	
4.3. Растворение образца	
4.4. Количественное определение железа.	15
4.5. Количественное определение хрома	
4.6. Расчет результатов определений	
5. ЗАКЛЮЧЕНИЕ	
6. СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	18

# 1. Введение

Целью настоящей работы является качественный анализ промышленного или природного объекта и количественное определение в нём двух элементов из числа присутствующих методами гравиметрического и титриметрического анализов.

#### 2. Качественный анализ

Исследуемый образец представляет собой сплав серо-стального цвета с металлическим блеском. Предварительные испытания по растворимости его в кислотах и щелочах показали, что сплав нерастворим в щелочах, легко растворяется в разбавленных серной, соляной и азотной кислотах, однако пассивируется концентрированной азотной кислотой. В растворах, полученных при растворении сплава в разбавленной азотной кислоте, действием роданида аммония обнаруживается железо (III). Из полученных результатов можно предположить, что исследуемый образец представляет собой сплав железа. На основании практического руководства [1] была составлена схема качественного анализа, представленная в таблице 1. Наблюдения и выводы, сделанные в ходе качественного анализа, представлены в таблице 2.

**Вывод:** проведенный качественный анализ позволяет полагать, что исследуемый образец представляет собой сталь, содержащую хром и небольшие количества марганца.

# 3. Литературный обзор

# 3.1. Методы определения железа

#### 3.1.1 Гравиметрические методы определения железа

3.1.1.1. Осаждение в форме гидроксида железа (III)

На сегодняшний день разработано множество методов определения железа путем осаждения гидроксида железа (III). Все их можно разделить на две основных группы: осаждение из разбавленных растворов, содержащих  $\mathrm{Fe}^{3+}$  и осаждение из концентрированных растворов (метод Н.А.Тананаева).

Осаждение из разбавленных растворов. [4,6,7] Данный метод основан на осаждении железа аммиаком из разбавленных подкисленных растворов при нагревании в виде гидроксида железа (III) за счет смещения протолитического равновесия вправо:

$$NH_3 + H_3O^+ = NH_4^+ + H_2O$$

$$[Fe(H_2O)_6]^{3+} + 2H_2O = [Fe(H_2O)_5OH]^{2+} + H_3O^+$$

$$[Fe(H_2O)_5OH]^{2+} + 2H_2O = [Fe(H_2O)_4(OH)_2]^+ + H_3O^+$$

$$[Fe(H_2O)_4(OH)_2]^+ + 2H_2O = [Fe(H_2O)_3(OH)_3] \downarrow + H_3O^+$$

Образовавшемуся коллоидному раствору  $Fe(OH)_3 \cdot nH_2O$  дают скоагулироваться (этому способствуют высокая концентрация солей аммония, образовавшихся в результате нейтрализации кислоты), отфильтровывают, промывают раствором нитрата аммония, сушат и прокаливают при  $800^{\circ}C$ . Весовой формой является  $Fe_2O_3$ . Превышение рекомендуемой температуры или неправильные условия обугливания фильтра могут вызвать восстановление части железа до двухвалентного состояния ( $6Fe_2O_3 = 4Fe_3O_4 + O_2$ ), что приводит к уменьшению веса осадка и, как следствие, к занижению результатов.

Осаждению гидроксида железа мешают все ионы, образующие с железом (III) менее растворимые осадки, как то: фосфат-, ванадат-, арсенат- и силикат-ионы, а также вещества, связывающие железо (III) в растворимые комплексы: оксалат-, фторид-ион, сахара, винная и лимонные кислоты, глицерин. Кроме того, данный осадок, обладая развитой поверхностью, адсорбирует большое количество примесей, в особенности сульфат-ионы и ионы кобальта. Мешают

определению и ионы, образующие нерастворимые в аммиаке гидроксиды, как то  $\operatorname{Cr}^{3+}$ ,  $\operatorname{Al}^{3+}$ , четырехвалентный титан.

Осаждение из концентрированных растворов (метод Тананаева) [6]. Н.А.Танаевым установлено, что чем более разбавлен исследуемый раствор и осадитель и чем медленнее происходит осаждение, тем сильнее проявляется склонность получаемых осадков давать коллоидные растворы. Им было предложено проводить осаждение гидроксида железа (III) из небольшого объема концентрированного раствора, быстро прибавляя осадитель. Полученный коллоидный раствор быстро разбавляется большим количеством горячей воды для уменьшения адсорбционного загрязнения осадка. Данный метод позволяет добиться меньшей адсорбции воды коллоидными частицами, что улучшает точность анализа, т.к. иногда вода при прокаливании удаляется тяжело.

Иногда в исследуемом растворе железо присутствует как в двухвалентной форме, так и в трехвалентной. В этом случае до осаждения необходимо перевести все железо в Fe<sup>3+</sup>. Это достигается путем кипячения с концентрированной азотной кислотой. Иногда для устранения мешающего действия трехвалентного хрома его окисляют персульфатом аммония в присутствии ионов серебра. В этих условиях все железо также переходит в трехвалентное.

#### 3.1.1.2. Осаждение в виде купфероната железа (III)

Согласно методике [3] по реакции  $Fe^{3+} + 3C_6H_5N_2O_2^- = Fe(C_6H_5N_2O_2)_3 \downarrow$  купферон с ионами трехвалентного железа образует купферонат железа (III).

Осаждение 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 900°С и взвешивают образовавшийся оксид трехвалентного железа.

Метод весьма селективен, что позволяет определять железо в присутствии алюминия, никеля и хрома.

#### 3.1.1.3. Осаждение в виде 5,7-дибром-8-оксихинолината [3].

Осаждение железа 8-оксихинолином и его производными проводят из растворов, содержащих ацетат аммония. Осадок, высушенный при 120-125°C, соответствует формуле  $Fe(Ox)_3$ . Осаждение самим 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. В этом случае осаждению не мешает присутствие ионов  $A1^{3+}$ ,  $Cd^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Hg^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$  и  $Ni^{2+}$ .

#### 3.1.2. Титриметрические методы определения железа

#### 3.1.2.1. Окислительно-восстановительное титрование

В окислительно-восстановительном титровании железа используется реакция:  $Fe^{3+} + e^{-} = Fe^{2+}$   $E^{\circ} = 0,77B$ . В зависимости от используемого окислителя или восстановителя различают: бихроматометрию, перманганатометрию, цериметрию, ванадатометрию и титанометрию.

В случаях, когда требуется определять общее содержание железа в исследуемом образце, необходимо для последующего титрования целиком перевести его либо в окисленную форму, либо в восстановленную.

Методы восстановления железа [5]. В обычных случаях анализа хлорид олова (II) является наиболее удобным восстановителем железа, потому что восстановление им происходит быстро и избыток  ${\rm SnCl_4}^{2^-}$  легко удалить с помощью сулемы. Определению мешает небольшое число веществ, и для большинства целей результаты получаются достаточно точными. Из мешающих веществ чаще всего встречаются ванадий, молибден, мышьяк, сурьма и вольфрам.

Восстановление железа амальгамированным цинком проводят в редукторе Джонса. Метод этот быстрый и при анализе растворов, содержащих только железо, дает более точные результаты, чем при восстановлении хлоридом олова (II). Главное препятствие для его применения во всех случаях анализа заключается в том, что многие другие элементы и соединения также восстанавливаются цинком. К ним относятся титан, ниобий, ванадий, хром, молибден, вольфрам, мышьяк и нитраты.

Применение в редукторе серебра вместо цинка имеет преимущество, если железо надо определять в присутствии хрома или титана. Присутствие ванадия также не отражается на результате титрования, если в качестве индикатора применяют o-фенантролин.

<u>Перманганатометрия [2,3].</u> Метод основан на титровании раствора двухвалентного железа стандартизированным раствором перманганата калия.

$$5Fe^{2+}+MnO_4^-+8H^+=5Fe^{3+}+Mn^{2+}+4H_2O$$

Реакция проходит сложно, через образование промежуточных степеней окисления марганца и является аутокаталитической. Поэтому первые капли перманганата стоит добавлять медленно.

Если определение проводится в солянокислой среде, то необходимо предотвратить окисление хлорид-ионов перманганатом путем введения защитной смеси Рейнгарда-Цимермана (раствор сульфата марганца и фосфорной кислоты в разбавленной серной кислоте). Присутствие серной кислоты создает кислотность, требующуюся для восстановления перманганатионов до марганца (II), а не (IV), фосфорная кислота и сульфат марганца (II) понижают потенциал пары Mn(III)/Mn(II).

<u>Бихроматометрия.</u> Данный метод основан на титровании  $Fe^{2+}$  раствором бихромата калия с применением дифениламина в качестве редоксиндикатора.

$$6Fe^{2+}+Cr_2O_7^{2-}+14H^+=6Fe^{3+}+2Cr^{3+}+7H_2O$$

Титрование необходимо вести в кислой среде в присутствии фосфорной кислоты. Фосфорная кислота применяется для понижения потенциала пары  $Fe^{3+}/Fe^{2+}$ . Трехвалентное железо связывается в фосфатный комплекс  $[Fe(H_2PO_4)_4]^-$ , что приводит к понижению концентрации  $Fe^{3+}$ , а соответственно и к понижению потенциала пары  $Fe^{3+}/Fe^{2+}$ , что делает возможным применять дифениламин в качестве индикатора.

Метод имеет много преимуществ – устойчивость стандартного раствора бихромата, отсутствие окисления хлорид-ионов, резкий переход окраски индикатора.

<u>Ванадатометрия</u> [3]. Для титрования восстановленного до двухвалентного состояния можно также применять раствор метаванадата аммония в приблизительно 6M серной кислоте.

$$4H^{+}+Fe^{2+}+VO_{3}^{-}=VO^{2+}+Fe^{3+}+2H_{2}O$$

Индикатором служит фенилантраниловая кислота.

<u>Цериметрия [3].</u> Для титрования сульфата железа (II) можно также применять сульфат церия (IV):

$$Ce^{4+}+Fe^{2+}=Ce^{3+}+Fe^{3+}$$

Определению не мешают умеренные количества хлоридов и соляной кислоты и такие органические кислоты, как уксусная, винная, щавелевая и лимонная. Стоит отметить невозможность проведения титрования в фосфорнокислой среде – фосфат церия (IV) нерастворим

<u>Титанометрия [3].</u> Титрование растворами титана (III) отличается от описанных выше титрований тем, что в этом случае железо титрующим раствором не окисляется, а, наоборот, восстанавливается.

$$Fe^{3+} + Ti^{3+} = Fe^{2+} + Ti^{4+}$$

Конечную точку титрования фиксируют, применяя метиленовую синь или роданид аммония. Определению мешают азотная кислота, некоторые органические соединения, медь, сурьма, вольфрам и ванадий.

#### 3.1.2.2. Комплексонометрическое титрование [2]

Данное определение основано на реакции:

$$Fe^{3+} + H_2Y^{2-} = FeY^{-} + 2H^{+}$$
  $lg\beta = 25.1$ 

Титрование проводят при pH=2,5-4 в горячем растворе для увеличения скорости реакции комплексообразования. Конечная точка титрования фиксируется с помощью металлоиндикаторов, например салициловой или сульфосалициловой кислот.

Мешают все ионы, образующие в подобной среде устойчивые комплексы с ЭДТА (в том числе и хром). Не мешают медь марганец, магний, цинк. Стоит отметить, что большие количества фосфорной кислоты также мешают определению.

## 3.2. Методы определения хрома

#### 3.2.1. Гравиметрические методы определения хрома

#### 3.2.1.1. Осаждение в форме гидроксида хрома (III) [5]

Осадок гидроксида хрома (III) выпадает количественно из растворов солей хрома (III) при действии аммиачного буфера. Осадителем является аммиак:

$$Cr^{3+} + 3NH_3 \cdot H_2O \rightarrow Cr_2O_3 \cdot xH_2O \downarrow + 3NH_4^+$$

Ионы аммония предотвращают осаждение магния, переход хрома в раствор в виде гидроксокомплексов и способствуют коагуляции коллоидного раствора гидроксида. Выделившийся аморфный осадок промывают на фильтре раствором нитрата аммония и прокаливают при  $900^{\circ}$ С для получения гравиметрической формы —  $Cr_2O_3$ . Под конец тигель следует прокаливать в атмосфере водорода, иначе результаты получаются завышенными вследствие окисления хрома в процессе прокаливания. Мешают определению хрома все ионы, чьи гидроксиды осаждаются в тех же условиях. Метод совершенно не избирателен и может применяться лишь в тех случаях, когда раствор не содержит посторонних ионов.

#### 3.2.1.2. Осаждение в форме 8-оксихинолината или оксихинальдината [3]

В слабокислом растворе хрома (III) (pH=4-5) при добавлении спиртового раствора оксихинолина происходит реакция:

$$Cr^{3+} + 3HOx = Cr(Ox)_3 \downarrow + 3H^+$$

Кислотность обычно регулируют добавлением раствора аммиака и раствора ацетата аммония. Осаждение проводят медленно и из горячих растворов. Осадок сушат при  $105-110^{\circ}$ С для получения формы  $Cr(Ox)_3$  или прокаливают при  $700-750^{\circ}$ С до  $Cr_2O_3$ . Определению не мешают ионы  $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Cl^-$ ,  $SO_4^{2-}$ ,  $NO_3^-$ ,  $PO_4^{3-}$ . Из всех гравиметрических методов определения хрома, описанный метод является самым распространенным.

При использовании вместо 8-оксихиналина для осаждения хрома оксихинальдин специфичность повышается и позволяет определять хром в системах, содержащих  $Ca^{2+}$ ,  $Ba^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$  и  $Al^{3+}$ .

#### 3.2.2. Титриметрические методы определения хрома

#### 3.2.2.1. Окислительно-восстановительное титрование [2]

В окислительно-восстановительном титровании хрома применяется следующая реакция:  $Cr_2O_7^{2-} + 14H^+ + 6e = 2Cr^{3+} + 7H_2O$ .  $E^{\circ} = 1,33B$ .

Большинство методик основано на титровании кислых растворов хрома (VI) растворами восстановителей. Следовательно, присутствующий в растворе хром (III) должен быть предварительно окислен в шестивалентный. В кислом растворе хром можно окислить двуокисью свинца, хлоратом калия, перманганатом калия, висмутатом калия, гидроксидом кобальта (III) и персульфатом аммония в присутствии нитрата серебра.

Титрование раствором соли Мора [2]. Определение может производиться двумя способами. Первый способ — прямое титрование кислого раствора бихромата раствором соли Мора с дифениламином в качестве индикатора. Второй — обратное титрование избытка двухвалентного железа перманганатом или бихроматом. Данный метод является самым распространенным при определении концентрации хрома. К недостаткам стоит отнести необходимость восстановления семивалентного марганца, образующегося при окислении марганца (II) персульфатом.

<u>Иодометрический метод [3].</u> Феррохром сплавляют с перекисью натрия, при этом весь хром переходит в хромат натрия, а железо – в феррит:

$$Cr + 4Na_2O_2 = Na_2CrO_4 + 3Na_2O$$
;  $2Fe + 6Na_2O_2 = 2NaFeO_2 + 5Na_2O$ 

При обработке плава водой хромат переходит в раствор, а ферриты полностью гидролизуются до гидроксида железа (III):

$$NaFeO_2 + 2H_2O = Fe(OH)_3 + NaOH$$

Осадок отфильтровывают. Далее в щелочной раствор хромата калия добавляют избыток иодида калия и подкисляют соляной кислотой. Выделившийся иод титруют стандартным раствором тиосульфата.

Данный метод требует больших затрат времени, поэтому применяется только для анализа нерастворимого в кислотах феррохрома.

<u>Титрование раствором SnCl<sub>4</sub><sup>2-</sup> [3].</u> Раствор хрома (VI) титруют хлоридом олова (II). Реакция восстановления происходит количественно и достаточно быстро в солянокислом растворе при комнатной температуре. Обычно бихромат титруют в 3-3,5М HCl в присутствии дифениламина, как индикатора. Следует упомянуть, что к недостаткам данного метода относится необходимость в частой стандартизации растворов хлорида олова.

<u>Титрование раствором гидразина [3].</u> Данный метод используется лишь при совместном присутствии хрома (IV) и ванадия (V). В других случаях

добиться сходимости не удается. Титрование проводится в присутствии дифениламинсульфоната бария и OsO<sub>4</sub> в качестве катализатора.

<u>Титрование раствором гидрохинона [3].</u> Данный метод основан на реакции:

$$3C_6H_4(OH)_2 + Cr_2O_7^{2-} + 8H^+ \rightarrow 3C_6H_4O_2 + 2Cr^{3+} + 7H_2O$$

В качестве индикаторов можно использовать дифениламин или ферроин. Титрование проводят в сернокислой среде. Основное достоинство данного метода — отсутствие влияния Fe(III) на результаты определения, недостатки — плохая воспроизводимость результатов.

## 3.2.2.2. Комплексонометрическое титрование [5]

Прямое титрование растворов хрома (III) растворами ЭДТА невозможно вследствие инертности аквакомплексов трехвалентного хрома. Поэтому используют методы обратного титрования избытка ЭДТА растворами солей висмута (III), меди (II), цинка (II).

#### 3.3. Выводы

На основании проделанного литературного обзора можно сделать выводы о целесообразности определения содержания железа в образце гравиметрическим методом путем осаждения гидроксида железа из концентрированного раствора и определения содержания хрома в образце путем титрования раствора бихромата раствором соли Мора, поскольку данные методики наилучшим образом удовлетворяют целям данной работы и составу образца.

# 4. Выполнение количественного анализа

#### 4.1. Расчет массы навески

Образец содержит примерно 80% железа и 15% хрома.

Рассчитаем массу навески, необходимой для титриметрического определения хрома.

Концентрация хрома, требуемая для титрования:  $C_{Cr} \approx 0.025 \text{M} (^{1}/_{3} \text{ Cr}^{3+})$ 

Объем исследуемого раствора  $V_{\text{кол}} = 200 \text{ мл}$ 

Фактор эквивалентности при титровании  $f_{_{3KB}} = {}^{1}/_{3}$ 

Молекулярная масса хрома  $M_{Cr} = 51,996 \, ^{\Gamma}/_{\text{моль}}$ 

$$m_{\text{\tiny HABBECKU}} = \frac{C_{\text{\tiny Cr}} M_{\text{\tiny Cr}} V_{\text{\tiny KOЛ}} f_{_{9\text{\tiny KB}}} \cdot 100\%}{\% \, \text{\tiny Cr} \cdot 1000} = \frac{0,025 \cdot 51,996 \cdot 200 \cdot \frac{1}{3} \cdot 100\%}{15\% \cdot 1000} \approx 0,582$$

Согласно выбранной методике, на титрование хрома пойдет 3-5 аликвот по 10 мл, то есть по меньшей мере 150 мл раствора остаются невостребованными. Рассчитаем какую аликвоту исследуемого раствора надо будет отобрать, чтобы масса осадка  $Fe_2O_3$  составила  $\approx 0.15$  г.

$$V_{a\pi} = \frac{m_{Fe_2O_3} \cdot f_{epas} \cdot V_{\kappao\pi} \cdot 100\%}{m_{\mu assertu} \cdot \% Fe} = \frac{0.15 \cdot 0.6994 \cdot 200 \cdot 100\%}{0.58 \cdot 80\%} \approx 45$$
мл

Значит, отобрав 50 мл исследуемого раствора, мы можем определить железо гравиметрически.

#### 4.2. Схема определения



# 4.3. Растворение образца

Масса навески на аналитических весах составила 0,7672г.

Растворение образца и окисление хрома проводили персульфатно-(серебряным-) феррометрическим методом.

#### Реактивы:

серная кислота (1:4),

Навеску поместили в стакан емкостью 300 мл, добавили 20 мл серной кислоты (1:4). Стакан накрыли часовым стеклом. Растворение проводили при нагревании на песчаной бане.

После растворения примерно половины навески добавили еще 20 мл кислоты. Раствор с нерастворимым остатком кипятили на песчаной бане 0,5 часа, после чего смесь отфильтровали на фильтре с красной лентой, промыли кислотой, затем водой. Осадок, по-видимому, содержал нерастворимые в разбавленной серной кислоте карбиды железа и марганца. Весь раствор после фильтрования и воды, которыми обмывали часовое стекло, собрали в мерную колбу на 200 мл, довели до метки и перемешали.

## 4.4. Количественное определение железа.

Железо определяли, используя гравиметрический метод осаждения железа в виде гидроксида и взвешивания в форме оксида железа (III).

#### Реактивы:

- нитрат серебра (1% водный раствор),
- персульфат аммония (твердый),
- аммиак (10% водный раствор),
- нитрат аммония (1% водный раствор).

Аликвоту (50мл) исследуемого раствора поместили в стакан на 300 мл, накрыли часовым стеклом и нагрели на песчаной бане до кипения. К горячему раствору добавили 5 капель раствора нитрата серебра. После этого в раствор порциями примерно по 0,2 грамма вносили твердый персульфат аммония до прекращения изменения окраски. После этого раствор оставили кипеть на песчаной бане для разложения избытка персульфата. После того, как пузырьки газа уже больше не выделялись, погрели еще 5 минут, сняли с бани и к горячему раствору добавили 10% аммиака до слабого его избытка и разбавили горячей

водой до 200 мл. Раствору с осадком дали постоять 10 минут на слабом пламени горелки (раствор не кипел) и фильтровали через фильтр с красной лентой. Осадок дважды промыли декантацией 1% раствором нитрата аммония с добавлением аммиака и перенесли на фильтр. Осадок на фильтре промыли 100 мл раствора нитрата аммония. Фильтр просушили и обуглили в предварительно прокаленном тигле. Осадок довели до постоянной массы и взвесили.

```
Масса пустого тигля
```

 $m_1 = 12,9855\Gamma$ 

 $m_2 = 12,9851\Gamma$ 

 $m_3 = 12,9851\Gamma$ 

Масса тигля с Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

 $m_1 = 13,2127\Gamma$ 

 $m_2 = 13,2113\Gamma$ 

 $m_3 = 13,2113\Gamma$ 

 $m(Fe_2O_3) = 0.2262\Gamma$ 

#### 4.5. Количественное определение хрома

Определение хрома проводили персульфатно-(серебряным-) феррометрическим методом.

#### Реактивы

- нитрат серебра (1% водный раствор),
- персульфат аммония (твердый),
- хлорид натрия (5% водный раствор),
- раствор соли Мора с известной концентрацией ( $C_{\text{Fe}} = 0.04849M$ ),
- стандартный раствор бихромата калия ( $C_{K,Cr_2O_2} = 0.02354M, f = \frac{1}{6}$ ),
- серная кислота, конц.,
- фосфорная кислота, конц.

Три аликвоты (10 мл) исследуемого раствора поместили в конические колбы на 100 мл, разбавили водой до 20 мл, накрыли вороночками и нагрели на песчаной бане до кипения. В каждую из колб капнули по 5 капель нитрата серебра. В каждую колбу добавляли твердый персульфат аммония до прекращения изменения окраски. Все три колбы прокипятили до исчезновения пузырьков кислорода и еще пять минут. Не охлаждая колбы, в них влили по 5

мл 5% раствора хлорида натрия. Растворы приобрели чисто желтую окраску. К каждой колбе добавили аликвоту (10 мл) титрованного раствора соли Мора, 5 мл серной кислоты (конц.), 3 мл фосфорной и 3-4 капли дифениламина. Титровали стандартным раствором дихромата калия до перехода окраски из зеленой в синюю.

Результаты титрования:

$$V_1 = 5,48$$
мл,  $V_2 = 5,47$  мл,  $V_3 = 5,52$ мл.

$$V_{cp} = 5,49 \text{ мл.}$$

<u>Приготовление стандартного раствора бихромата калия.</u> На аналитических весах берем навеску бихромата калия массой 0,5770 г. Навеску растворяем в воде в мерной колбе на 250 мл и доводим до метки.

$$C_{K_2Cr_2O_7} = \frac{m_{K_2Cr_2O_7} \cdot 1000}{V_{KO_7} \cdot M_{K_2Cr_2O_7} \cdot f_{3K6}} = 0.02354M(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7)$$

Приготовление стандартного раствора соли Мора. В качестве исходного, использовали раствор, содержащий 0,03684г FeSO<sub>4</sub> в 1мл раствора. Отбирая 20 мл из этого раствора и доводя водой до 100 мл, получаем стандартный раствор соли Мора.

$$C_{FeSO_4} = \frac{m_{FeSO_4} \cdot V_{anuke.}}{M_{FeSO_4} \cdot V_{kon}} = 0,04849M$$

# 4.6. Расчет результатов определений

$$\% Cr = \frac{(C_{Fe^{2+}} \cdot V_{Fe^{2+}} - C_{K_2Cr_2O_7} \cdot V_{K_2Cr_2O_7}) \cdot M_{Cr} \cdot V_{\kappa on\delta bi} \cdot f_{9\kappa 6}}{V_{an} \cdot m_{haseecku} \cdot 1000} = 16,07\%$$

$$\% Fe = \frac{m_{Fe_2O_3} \cdot F \cdot V_{\kappa on\delta}}{V_{an} \cdot m_{haseecku}} = 82,48\%$$

#### 5. Заключение

Проведен качественный анализ образца. Проведено количественное железа и хрома в образце.

$$\omega(Fe) = 82,47\%$$
  
 $\omega(Cr) = 16.07\%$ 

# 6. Список литературы

- 1. Методы обнаружения и разделения элементов (практическое руководство) под ред. И.М.Алимарина. М.:МГУ. 1984, 126-150.
- 2. Т.А.Белявская. Практическое руководство по гравиметрии и титриметрии. М.:Ньюдиамед. 1996, 38-39, 151-155.
- 3. А.М.Дымов Технический анализ. М.:Металлургия. 1964, 34-36.
- 4. А.К.Лаврухина, Л.В.Юкина. Аналитическая химия хрома. М.:Наука, 1979, 30-35.
- 5. В.Ф.Гиллебранд и др. Практическое руководство по неорганическому анализу. М.:Химия, 1964, 135-145, 219-220, 434-452, 489-532.
- 6. Н.И.Тарасевич. Руководство к практикуму по весовому анализу. М.:МГУ, 1958, 122-127.
- 7. А.К.Бабко, И.И.Пятницкий Количественный анализ М.:Высшая школа, 1968, 155-161, 373-376, 384-387.