

## 2.1. АНАЛІЗ ЗАЛІЗНИХ СПЛАВІВ

Для аналізу використовують білу жерсть, оцинковане залізо, чавун, різні сорти сталі. Основні етапи аналізу.

1. Подрібнення твердого матеріалу. Будь-який аналізований твердий матеріал подрібнюють у стальній ступні. Перед аналізом подрібнену пробу промивають ефіром і висушують.

2. Взяття проби. Для аналізу беруть пробу масою 0.1-0.3 г.

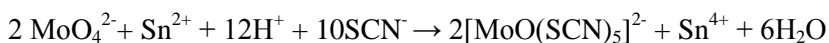
3. Розчинення сплаву. Суміш сплаву з 3-4 см<sup>3</sup> розчину сульфатної(VI) кислоти з масовою часткою 30% нагрівають до повного припинення виділення дигідрогену. Якщо при цьому з'являється темно-сірий або чорний осад у вигляді крупинок, то додають 0.5-1 см<sup>3</sup> концентрованої нітратної(V) кислоти і нагрівають до повного розчинення чорних крупинок. Якщо утворюється білий або оранжевий осад, його відфільтровують, промивають водою, підкисленою хлоридною кислотою. Осад дигідроген тетраоксовольфрамату – H<sub>2</sub>WO<sub>4</sub> і дигідроген триоксосилікату – H<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> не досліджують.

4. Дослідження фільтрату. Фільтрат, що містить MoO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, VO<sub>3</sub><sup>-</sup>, Ti<sup>4+</sup>, Fe<sup>3+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Mn<sup>2+</sup>, Ni<sup>2+</sup>, Co<sup>2+</sup>, Cu<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup> і Sn<sup>2+</sup>-іони досліджують дробним методом аналізу.

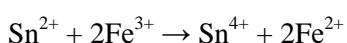
Методика виявлення MoO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, VO<sub>3</sub><sup>-</sup> і Ti<sup>4+</sup>-іонів

1. Виявлення MoO<sub>4</sub><sup>2-</sup>-іона

До 2 крапель досліджуваного розчину додають 2-4 краплі розчину станум(II) хлориду і стільки ж крапель розчину амоній або калій тіоціанату з масовою часткою речовини 10%. Утворення рожевого забарвлення підтверджує присутність у сталі молібдену.



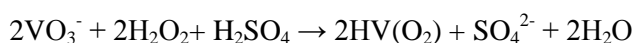
Заважаючи дію ферум(III)-катіона усувають уведенням надлишку відновника, приклад: станум(II)-катіонів:



2. Виявлення VO<sub>3</sub><sup>-</sup>-іона

а) дією H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

Краплю досліджуваного розчину на краплинній пластинці змішують з краплею 2 М розчину сульфатної(VI) кислоти і через 2-3 хв. додають краплю розчину гідроген пероксиду з масовою часткою речовини 1%. У присутності V (V) виникає вишнево-червоне або червонувато-буре забарвлення внаслідок утворення гідроген діоксопероксованадату(V):

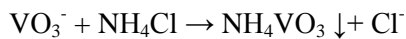


Умови реакції:

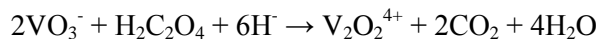
1) відсутність надлишку H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>;

2) відсутність Ti<sup>4+</sup>-, MoO<sub>4</sub><sup>2-</sup>-, CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup>- і Fe<sup>3+</sup>-іонів та ін.

б) Утворення амоній триоксованадату(V) VO<sub>3</sub><sup>-</sup>-іон за нагрівання з твердим амоній хлоридом утворює білий кристалічний осад NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub>, який розчиняється в NaOH, HCl, HNO<sub>3</sub>, концентрованої сульфатній(VI) кислоті:



в) Оксалатна (щавлева) кислота ( $\text{H}_2\text{S}$ ,  $\text{SO}_2$  тощо) відновлює  $\text{VO}_3^-$  -іон до  $\text{V}_2\text{O}_2^{4+}$ -іона синього кольору:



Умови реакції: кисле середовище.

3. Виявлення  $\text{Ti}^{4+}$ -іона

а) дією  $\text{H}_2\text{O}_2$

$\text{Ti}^{4+}$ -іон відкривають дією гідроген пероксиду. Реакція виконується на краплинній пластинці і спостерігають оранжево-жовте, а у присутності малої кількості  $\text{Ti}^{4+}$ -іона - світло-жовте забарвлення.

При цьому утворюється кислота:  $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{H}_2[\text{TiO}_2(\text{SO}_4)_2]$

Умови реакції:

- 1) відсутність надлишку  $\text{H}_2\text{O}_2$ ;
- 2) нейтральна або слабкокисла реакція розчину;
- 3) відсутність ванадатів(V), хроматів(VI) і молібдатів(VI).

б) відновленням активним металом

$\text{Ti}^{4+}$ -іон відновлюють цинком (оловом) у кислих розчинах до  $\text{Ti}^{3+}$ -іона фіолетового забарвлення:

