

17. GRAVIMETRICKÉ STANOVENÍ ŽELEZA JAKO Fe₂O₃

Cíle úlohy:

- seznámit se s metodou chemické kvantitativní analýzy založené na vyloučení stanovované složky ve formě málo rozpustné sloučeniny a na jejím převedení na sloučeninu o přesně definovaném složení, která se poté váží
- kvantitativně stanovit železo Fe jako Fe₂O₃

Použité vybavení:

Chemikálie: 10 % NH₄NO₃, 1 % NH₄NO₃, 2 M HCl, 2 M NH₃, roztok Ag⁺.

Laboratorní pomůcky:

Kádinka 250 ml, kádinka 50 ml, bezpopelový řídký filtrační papír (červené označení, příp. žluté označení), filtrační nálevka, porcelánový kelímek, chemické kleště, kleště na kádinky, skleněná tyčinka, laboratorní kahan, stojan s varným kruhem, příp. vaříč, stojan s filtračním kruhem, asbestová síťka, triangel, exikátor, pipeta nedělená 10 ml, pipeta dělená 2 ml, pipeta dělená 1 ml, pipeta dělená 5 ml, umělohmotná pipetka, malá zkumavka, odměrný válec 50 ml, pipetování balónek, nůžky, kapkovací destička.

Schéma pracovního postupu:

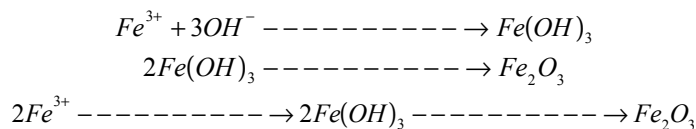
- | | |
|------|--|
| 17.1 | Srážení Fe ³⁺ amoniakem |
| 17.2 | Filtrace sraženiny |
| 17.3 | Spalování filtru, žihání a vážení suroviny |
| 17.4 | Vyhodnocení gravimetrického stanovení |

Princip:

Z kyselého roztoku Fe³⁺ se amoniakem sráží Fe(OH)₃, který se vyžihá na vážitelnou formu Fe₂O₃.

Metoda je použitelná pro stanovení iontů železitých Fe³⁺ a také iontů železnatých Fe²⁺. Ionty Fe²⁺ je však nutné předem kvantitativně zoxidovat na ionty Fe³⁺ přidávkem potřebného množství vhodného oxidačního činidla.

Podstatou metody je srážení roztoku soli Fe³⁺ roztokem amoniaku. Reakcí vzniká nerozpustný hydroxid železitý Fe(OH)₃, který se po oddělení od roztoku (filtrací) převede žiháním na vzduchu při cca 1000 °C na oxid železitý Fe₂O₃ (forma k vážení).



17.1. Srážení Fe³⁺ amoniakem

Roztok vzorku Fe³⁺ ze zkumavky kvantitativně převést do kádinky na 250 ml (každou zkumavku 3x vypláchnout destilovanou vodou) a zředit destilovanou vodou asi na 150 ml.

Poté přidat 10 ml 10% NH₄NO₃ a zahřívát téměř k varu. Případnou hydrolyzu soli Fe³⁺ (projevuje se oranžovým až červenohnědým zbarvením roztoku, přecházejícím na červenohnědou sraženinu) potlačit již před zahříváním přidávkem cca 1 ml 2 M HCl. Před vlastním srážením musí být roztok žlutý a čirý.

Při prvních náznacích varu přerušit zahřívání a srážet 2 M NH₃. Zpočátku lze přidávat větší dávky srážedla až do okamžiku, kdy se roztok začne barvit do oranžova. Dále už přidávat srážecí roztok jen po kapkách, dokud se obsah kádinky zřetelně nezakalí. Tato fáze srážení rozhoduje o kvalitě sraženiny. Další přidávky 2 M NH₃ je možné opět zrychlit. Srážení ukončit, je-li amoniak z roztoku zřetelně cítit. Při správném postupu se sraženina Fe(OH)₃ rychle sbalí, tj. usadí se ke dnu ve formě jemných vloček a zanechá nad sebou bezbarvý čirý roztok.

Tento postup opakovat 2x, příp. 3x (dle zadání vyučujícího). Zkumavky s neznámým vzorkem pro analýzu obsahují stejné množství Fe^{3+} .

17.2. Filtrace sraženiny

Získanou sraženinu ještě za horka filtrovat přes řídký filtrační papír (červeně označená krabička – bezpopelový papír, příp. žlutě označená). Sraženinu dekantovat (tj. promývat na filtračním papíře) horkým 1 % NH_4NO_3 , dokud odtékající filtrát nepřestane dávat reakci na Cl^- (to lze prověřit pomocí roztoku AgNO_3 – tj. dokud odtékající filtrát bude tvořit bílý zákal s roztokem AgNO_3).

Pokud na stěnách kádinky ulpí část sraženiny, rozpustit ji několika kapkami konc.HCl (pomocí tyčinky namočené v HCl smočít celý povrch kádinky), roztok zředit destilovanou vodou na cca 10 – 20 ml, přivést k varu a opět srazet 2 M NH_3 . Získanou sraženinu za horka filtrovat přes filtr s hlavním podílem $\text{Fe}(\text{OH})_3$.

17.3. Spalování filtračního papíru se vzorkem, žíhání a vážení suroviny

Po odkapání posledních kapek promývacího roztoku filtrační papír se sraženinou složit, vložit do předem vyžíhaného (1 hod) a zváženého porcelánového kelímku, který byl po vyžíhání uchovávan v exikátoru. Filtrační papír se sraženinou lze předem zlehka vysušit v sušárně (příp. ho nechat schnout na vyhrazeném místě do příštího cvičení, přičemž je nutné označit si svůj kelímek, tj. neglazurované dno kelímku popsat měkkou tužkou).

Poté v kelímku spálit filtrační papír se sraženinou a porcelánový kelímek vyžíhat do konstantní hmotnosti (1 – 2 hod.). Po vychlazení porcelánového kelímku zvážit produkt - červenohnědý až černý Fe_2O_3 .

Množství získaného Fe^{3+} vypočítat podle následujících rovnic:

$$\frac{n(\text{Fe})}{n(\text{Fe}_2\text{O}_3)} = \frac{2}{1} \quad \rightarrow \quad n(\text{Fe}) = 2n(\text{Fe}_2\text{O}_3)$$

$$m(\text{Fe}) = 2 \cdot \frac{M(\text{Fe})}{M(\text{Fe}_2\text{O}_3)} \cdot m(\text{Fe}_2\text{O}_3)$$

$$\text{kde: } M(\text{Fe}) = 55,847 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1} \text{ a } M(\text{Fe}_2\text{O}_3) = 159,692 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$$

17.4. VYHODNOCENÍ GRAVIMETRICKÉHO STANOVENÍ

Při vyhodnocení stanovení železa gravimetricky v neznámém vzorku v protokolu do závěru uvést:

1. Výpočtem určit obsah Fe ve vzorku.
2. Zdůvodnit případné nepřesnosti při gravimetrickém stanovení železa.