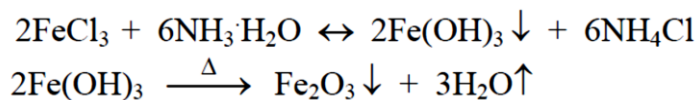


Analiza wagowa

Oznaczanie żelaza w postaci tlenku żelaza(III)

Zasada oznaczania polega na wytrąceniu z soli żelaza(III) koloidalnego osadu brunatnego, trudno rozpuszczalnego wodorotlenku żelaza(III). Powstały osad nie ma ściśle określonego składu i nie może być użyty w obliczeniach stechiometrycznych. Dlatego poddawany jest prażeniu, podczas którego wodorotlenek żelaza(III) ulega rozkładowi do tlenku żelaza(III) o stałym, ściśle określonym składzie.



Osad wodorotlenku żelaza(III) ma bardzo małą rozpuszczalność w wodzie, a jego iloczyn rozpuszczalności wynosi 10^{-36} . W roztworze o pH=4 rozpuszcza się mniej niż 0,05 mg Fe^{3+} /L, dzięki czemu zachodzi całkowite wytrącenie jonów Fe^{3+} . Na wytrącenie ilościowe nie wpływa stężenie jonów OH^- , ponieważ osad nie rozpuszcza się w roztworach alkalicznych. Wodorotlenek żelaza(III) jest koloidem o charakterze hydrofilowym. Aby uniknąć tworzenia się zoli, osad wytrąca się na gorąco z roztworu zawierającego sole amonowe.

Wykonanie oznaczenia

- wyciągnąć szczypcami z eksykatora i zważyć na wadze analitycznej przygotowany wcześniej tygiel porcelanowy. Tygiel został wyprażony do stałej masy - wyniki dwóch kolejnych ważeń różniły się między sobą najwyżej o 0,5 mg,
- do otrzymanej w zlewce próbki zawierającej Fe^{3+} dodać 100 mL wody destylowanej,
- następnie dodać 50 mL 2 mol/L roztworu HCl i ogrzewać do temperatury ok. 80°C (nie dopuścić do wrzenia). Dodatek kwasu chlorowodorowego do roztworu zapobiega hydrolizie soli żelaza podczas ogrzewania,
- zlewkę z roztworem zdjąć z palnika i do gorącego roztworu dodawać powoli, małymi porcjami, ciągle mieszając bagietką około 50 mL roztworu amoniaku (1:2) do wytrącenia osadu. Całość pozostawić na kilka minut, aby osad zebrał się na dnie zlewki. Po wytrąceniu należy unikać dłuższego gotowania roztworu, gdyż osad staje się śluzowaty i trudniej go sączyć,
- przygotować zestaw do sączenia z sączkiem miękkim. Osad przesączyć z gorącego roztworu, starając się pozostawić możliwie cały osad w zlewce i przemyć go przez dekantację 3-4-krotnie wodą z dodatkiem amoniaku,
- osad pozostały na ściankach zlewki przemyć 3-4 porcjami wody z amoniakiem po 50 mL każda. Do przemywania osadu stosuje się podgrzaną do 80°C wodę z dodatkiem kilku kropli amoniaku (amoniak zapobiega rozpuszczaniu osadu – efekt wspólnego jonu). Usuwane są w ten sposób jony chlorkowe,
- sączek z osadem umieścić w tyglu porcelanowym. Wysuszyć i spalić w płomieniu palnika,
- następnie osad wyprażyć w temperaturze 900°C do stałej masy w piecu muflowym (w temperaturze wyższej niż 1000°C Fe_2O_3 może ulec częściowej redukcji do Fe_3O_4 (magnetyt) - wówczas osad z brunatno-czerwonego przechodzi w czarny),
- obliczyć zawartość Fe^{3+} w badanej próbce (mnożnik analityczny 0,6994).