

## Oznaczenie żelaza i niklu w mieszaninie

/opracowały: inż. W. Jagiełło i dr M. Grotowska/

### 1. Oznaczenie wagowe żelaza

#### Sposób wykonania

Odmierzyć 25,00 cm<sup>3</sup> roztworu z kolby miarowej (pipetą przemytą roztworem z kolby) do zlewki o pojemności 250 cm<sup>3</sup>, dodać 1 cm<sup>3</sup> stężonego HNO<sub>3</sub> i ogrzewać do wrzenia.

Rozcieńczyć roztwór do 150 cm<sup>3</sup>, ogrzać do około 70 °C i ciągle mieszając, dodawać po kropli roztworu amoniaku (1:1) do momentu wytrącenia się osadu, nad którym wyczuwa się lekki zapach amoniaku. Do zlewki z osadem dodać 20 cm<sup>3</sup> 1 M buforu octanowego i ogrzewać ostrożnie, nie dopuszczając do wrzenia, aż do skoagulowania osadu. Odczekać aż osad opadnie na dno zlewki i przez dekantację przemyć go trzema porcjami od 80 do 100 cm<sup>3</sup> gorącej wody z dodatkiem buforu (1:100). Przenieść osad na miękki sączek (przy przenoszeniu osadu ze zlewki używać gorącej wody) i rozpuścić go na sączku 25 cm<sup>3</sup> gorącego kwasu solnego (1:5). Przesącz zbierać do zlewki, w której na początku wytrącono osad. Sączek przemywać gorącą wodą aż do zaniku reakcji na żelazo (NH<sub>4</sub>SCN).

Rozcieńczyć przesącz wodą do około 150 cm<sup>3</sup>, ogrzać do 70 °C, zubożyć ostrożnie najpierw stężonym roztworem amoniaku (do barwy bardzo słabej herbaty), a następnie wytrącać osad rozcieńczonym roztworem amoniaku (1:1). Potem dodać 10 cm<sup>3</sup> buforu octanowego i ogrzewać do skoagulowania się osadu. Przemywać osad przez dekantację (3 porcje od 80 do 100 cm<sup>3</sup> gorącej wody z buforem), a następnie na sączku gorącą wodą aż do zaniku reakcji na chlorki.

Sączek z osadem umieścić w tyglu porcelanowym, wysuszyć, spopielić i wyprażyć w temperaturze 900-1000 °C do stałej masy.

### 2. Oznaczenie żelaza chromianometrycznie

#### Sposób wykonania

Próbkę analizowanego roztworu (25,00 cm<sup>3</sup>), zawierającej żelazo i nikiel, zakwasić 5 cm<sup>3</sup> 6 M HCl i ogrzać prawie do wrzenia. Do gorącego roztworu dodawać kroplami SnCl<sub>2</sub> (10 %-wy) do zaniku żółtego zabarwienia (10-20 kropli) i 1-2 kropli nadmiaru. Roztwór ochłodzić i dodać 10 cm<sup>3</sup> 6 % HgCl<sub>2</sub> w celu usunięcia nadmiaru SnCl<sub>2</sub>. Powinna wytracić się (niewielka ilość) jedwabistego, białego osadu Hg<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> (jeśli osad jest szary lub czarny analizę należy powtórzyć).

Rozcieńczyć roztwór wodą do około 100 cm<sup>3</sup>, dodać 30 cm<sup>3</sup> mieszaniny kwasów (6 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> i stężonego H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) i 3 krople 1% roztworu difenyloaminosulfonianu sodu. Miareczkować powoli mianowanym roztworem K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> energicznie mieszając. Kiedy zabarwienie roztworu stanie się szarozielone, miareczkować bardzo ostrożnie, po kropli, do barwy fioletowej. Próbka do pomiarów musi być przygotowana bezpośrednio przed miareczkowaniem.

### 3. Oznaczenie żelaza i niklu kompleksometrycznie

#### Sposób wykonania

Odmierzyć 25,00 cm<sup>3</sup> analizowanego roztworu do kolby stożkowej i dodać 20,00 cm<sup>3</sup> mianowanego roztworu EDTA, celem skompleksowania całości żelaza i niklu. Następnie doprowadzić pH roztworu do wartości około 5-6 przy pomocy urotropiny (heksametylenotetraaminy – 2 małe płaskie łyżeczki porcelanowe) i dodać 5 kropli oranżu ksylenolowego.

Nadmiar EDTA odmiareczkować mianowanym roztworem Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> do zmiany barwy z zielono-żółtej na „mocny koniak”. Obliczyć zawartość niklu, uwzględniając licznosc żelaza oznaczaną wcześniej metodą chromianometryczną.

## Literatura

1. Z. S. Szmal, T. Lipiec, Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej
2. J. Minczewski, Z. Marczenko, Chemia analityczna T-2
3. A. Cygański, Chemiczne metody analizy ilościowej

## Zagadnienia obowiązujące do kolokwium lub kartkówki

### Analiza wagowa

1. Rodzaje osadów i ich postać
2. Warunki jakie muszą spełniać osady w analizie chemicznej
3. Wytrącanie osadów z roztworów homogenicznych
4. Technika analizy wagowej (wytrącanie, przemywanie, sączenie, suszenie, prażenie).
5. Czynniki wpływające na rozpuszczalność osadów
6. Mechanizm zanieczyszczenia osadów i sposoby ich oczyszczania
7. Oznaczanie wagowe żelaza w obecności niklu
8. Rozpuszczalność i iloczyn rozpuszczalności

### Redoksymetria

1. Reakcje redukcji i utlenienia
2. Zmiany potencjału utleniającego w czasie miareczkowania
3. Wskaźniki stosowane w redoksymetrii
4. Sporządzanie i mianowanie roztworu  $\text{KMnO}_4$
5. Nadmanganianometryczne oznaczanie żelaza
6. Chromianometryczne oznaczanie żelaza

### Kompleksonometria

1. Stałe trwałości termodynamiczne i warunkowe kompleksów metali z EDTA (wpływ pH roztworu na procesy kompleksowania).
2. Mechanizm działania wskaźników stosowanych w kompleksometrii (przykłady)
3. Typy miareczkowań kompleksometrycznych

### 4. Kompleksonometryczne oznaczanie:

- a) żelaza i niklu w mieszaninie
- b) wapnia i magnezu
- c) twardości wody

### ZADANIA DOTYCZĄCE

(Analizy wagowej, redoksymetrii i kompleksometrii)

<http://www.zcha.pwr.wroc.pl/dydaktyka/zadania.pdf>