

## ĆWICZENIE 3

### Analiza tlenkowej rudy żelaza

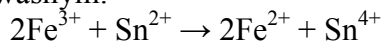
#### Wprowadzenie

Rudy żelaza to przede wszystkim minerały tlenkowe (magnetyt  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , hematyt  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), wodorotlenkowe (limonit  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ), węglanowe (syderyt  $\text{FeCO}_3$ ) oraz siarczkowe (piryt  $\text{FeS}_2$ , chalkopiryt  $\text{CuFeS}_2$ ). Rudy tlenkowe i węglanowe występują niemal we wszystkich krajach świata. Na ogół eksploatuje się rudy zawierające 30-65% Fe. Do najczęstszych domieszek występujących w rudach żelaza należą: mangan, wapń, magnez, glin, fosfor, siarka i krzemionka.

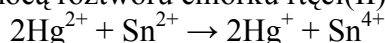
W ćwiczeniu oznacza się ilościowo główny składnik rudy – żelazo. W tym celu stosuje się miareczkowanie metodą manganometryczną.

Istotne znaczenie w analizie rud jest rozpuszczanie materiału. Należy zwrócić uwagę na dobre roztarcie (sproszkowanie próbki), np. w moździerz. Rudę rozpuszcza się zwykle w stężonym kwasie solnym HCl, mieszając i ogrzewając roztwór. Jednak działanie podwyższonej temperatury może prowadzić do ulatniania się części chlorowodoru, co skutkuje zmniejszeniem stężenia czynnika rozpuszczającego.

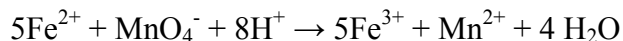
Oznaczanie stężenia jonów żelaza na drodze miareczkowania manganometrycznego jest możliwe jeśli występują one w postaci Fe(II). W przypadku obecności jonów Fe(III) należy uprzednio przeprowadzić redukcję jonów Fe(III) do Fe(II) za pomocą chlorku cyny(II)  $\text{SnCl}_2$  w środowisku kwaśnym:



Nadmiar użytego  $\text{SnCl}_2$  należy usunąć, ponieważ reaguje on z jonami  $\text{MnO}_4^-$ . Usuwanie prowadzi się za pomocą roztworu chlorku rtęci(II)  $\text{HgCl}_2$ :



Powstający w reakcji chlorek rtęci(I)  $\text{HgCl}$  (tzw. kalomel) wytrąca się w postaci białego jedwabistego osadu (nie przeszkadza w oznaczeniu). Próbkę miareczkuje się nadmanganianem potasu  $\text{KMnO}_4$ :



Na podstawie wyników oznaczeń oblicza się procentową zawartość żelaza w analizowanej próbce rudy.

#### Literatura obowiązkowa

Minczewski J., Marczenko Z. „Chemia analityczna. Tom 2. Analiza ilościowa”: rozdziały:

- „Zagadnienia ogólne”
- „Analiza miareczkowa. Część ogólna”
- „Analiza miareczkowa. Redoksometria” - „Manganometria”

## Przebieg ćwiczenia

### Materialy i aparatura

waga analityczna	HCl (stężony)
kuchenska elektryczna	0,1 M KMnO <sub>4</sub>
mieszadło magnetyczne	SnCl <sub>2</sub>
biureta 50 cm <sup>3</sup>	HgCl <sub>2</sub>
2 kolbki stożkowe 250 cm <sup>3</sup>	mieszanina Zimmermanna-Reinhardta
1 zlewka 250 cm <sup>3</sup>	
2 zlewka 150 cm <sup>3</sup>	
kolba miarowa 100 cm <sup>3</sup>	
pipeta 25 cm <sup>3</sup>	
pipeta 10 cm <sup>3</sup>	
cyylinder miarowy 10 cm <sup>3</sup>	
szkiełko zegarkowe	
pręcik szklany	
lejek szklany	
tryskawka	
termometr	

### I. Rozpuszczanie rudy

Na wadze analitycznej należy odważyć ok. 0,5 g dokładnie roztartej rudy tlenkowej żelaza (z dokładnością do 0,1 mg) – wynik zanotować. Naważkę należy umieścić w szklanej zlewce o obj. 250 cm<sup>3</sup>, dodać ok. 20 cm<sup>3</sup> stężonego roztworu HCl. Przykryć naczynie szkiełkiem zegarkowym, umieścić na mieszadle magnetycznym i uruchomić mieszanie. Jeśli po upływie 30 min. nie nastąpi rozpuszczenie rudy, roztwór należy ogrzać do temperatury 50-60°C i ponownie umieścić na mieszadle. Po rozpuszczeniu rudy, roztwór należy ostudzić i przenieść ilościowo do kolbki o objętości 100 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą do kreski.

### II. Manganometryczne oznaczanie żelaza

Do kolbki stożkowej odmierzyć pipetą 25 cm<sup>3</sup> roztworu należy ogrzać prawie do wrzenia na kuchence elektrycznej. W czasie ogrzewania roztwór przybiera intensywnie żółtą barwę. Do gorącego roztworu (kolbkę zdjęć z kuchenki) należy dodawać powoli kroplami roztwór SnCl<sub>2</sub> (stałe mieszając) do zaniku żółtej barwy, po czym wprowadzić dodatkowo 1-2 krople nadmiaru SnCl<sub>2</sub>. Po oziębieniu roztworu, należy dodać 50 cm<sup>3</sup> zimnej wody i 10 cm<sup>3</sup> roztworu HgCl<sub>2</sub>, dokładnie wymieszać i pozostawić na 2 min. Następnie do analizowanej próbki dodaje się 25 cm<sup>3</sup> mieszaniny Zimmermanna-Reinhardta<sup>1</sup> i miareczkuje 0,1M roztworem KMnO<sub>4</sub> do pojawienia się bladnoróżowego trwałego zabarwienia. Oznaczanie należy wykonać trzykrotnie.

Na podstawie wyników oznaczenia obliczyć stężenie jonów żelaza w analizowanym roztworze, następnie policzyć masę żelaza w roztwarzanej próbce rudy oraz zawartość procentową żelaza w rudzie.

<sup>1</sup> Mieszanina Zimmermanna-Reinhardta zawiera: MnSO<sub>4</sub> (zapobiega utlenianiu jonów Cl<sup>-</sup> przez MnO<sub>4</sub><sup>-</sup>), H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (wiąże jony Fe<sup>3+</sup> w bezbarwne kompleksy, co ułatwia uchwycenie punktu równoważnikowego podczas miareczkowania) i H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (zapewnia kwaśne środowisko reakcji).