

## *Návody na laboratorní cvičení z analytické chemie*

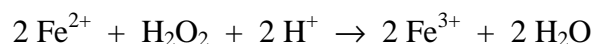
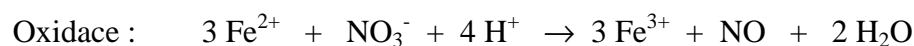
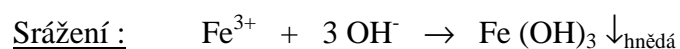
**Téma:** Vážková analýza

**Úkol:** Vážkové stanovení železa amoniakální metodou

### **Princip :**

Roztok soli železa se za horka sráží amoniakem v prostředí  $\text{NH}_4\text{Cl}$ . Vyloučený hydroxid železitý se odfiltruje, promyje, vyžihá na oxid železitý a váží. Je-li v roztoku část železa ve formě železnatých solí, je nutno provést oxidaci na  $\text{Fe}^{3+}$  koncentrovanou  $\text{HNO}_3$  nebo 30% ním  $\text{H}_2\text{O}_2$ .

### **Reakce :**



### **Postup :**

- 1) Diferenčně navažte asi 0,5 g vzorku ( případně navážku udá asistent) do kádinky objemu 500 ml.
- 2) Ke vzorku přidejte 10 - 20 ml  $\text{HCl}$  (1:1), kádinku přikryjte hodinovým sklem a v digestoři zahřívejte. Vzorek se musí rozpustit, tzn. musí být čirý.
- 3) Roztok v kádince zřed'te destilovanou vodou na objem 50 ml.
- 4) K tomuto roztoku přidejte 1 ml koncentrované  $\text{HNO}_3$ , kádinku přikryjte hodinovým sklem a v digestoři vařte několik minut, dokud unikají oxidy dusíku.
- 5) Hodinové sklo opláchněte a roztok zřed'te na objem 150 ml. Přidejte lžičku tuhého  $\text{NH}_4\text{Cl}$ .
- 6) Horký roztok srážejte po kapkách vodným amoniakem ( 1:1) za stálého míchání až do slabého amoniakálního zápachu. Roztok nad sraženinou musí být čirý a sraženina je rezavé barvy. Není-li nad sraženinou roztok čirý, byla provedena špatně oxidace. Proto je nutné sraženinu znovu rozpustit v  $\text{HNO}_3$  a opakovat srážení.
- 7) Sraženinu zahřívejte 15 min. na vodní lázni , aby se lépe sbalila. Nebo ji ponechte 15 min. stát.
- 8) Filtrujte za horka přes filtrační papír s bílou páskou, pomocí rychlonálevky.
- 9) Sraženinu dekantujte a promývejte horkou destilovanou vodou s trochou  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  a s několika kapkami amoniaku. Sraženinu na filtru promývejte tak dlouho, dokud filtrát obsahuje chloridy. Proved'te důkaz roztokem  $\text{AgNO}_3$  na bílý nerozpustný  $\text{AgCl}$ .
- 10) Filtr se sraženinou vysušte a vyžihajte v předem vyžihaném a zváženém kelímku.
- 11) Sraženinu v kelímku žihajte při teplotě  $800^\circ\text{C}$  do konstantní hmotnosti.
- 12) Kelímek chlaďte v exsikátoru.
- 13) Vážíme  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .
- 14) Proved'te výpočet obsahu železa ve vzorku v % hmotnostních.