

ĆWICZENIE 11.

SYNTEZA SZCZAWIANOWEGO KOMPLEKSU ŻELAZA(III). OKREŚLANIE JEGO SKŁADU.

I. Wykonanie ćwiczenia.

Część I.

Synteza szczawianowego kompleksu żelaza(III):

Do zlewki o pojemności 400 ml wsypać 6,1 g $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ i rozpuścić w 120 ml wody destylowanej. W drugiej zlewce (250 ml) w identycznej ilości wody rozpuścić 4,6 g $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Otrzymany roztwór wlać do roztworu chlorku baru. Wytrącony osad oddzielić od roztworu, sącząc go przez bibułę filtracyjną. Otrzymany osad przemyć małą ilością zimnej wody, a następnie przenieść go do zlewki 250 ml. W drugiej zlewce rozpuścić w 80 ml wody 2,75 g $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ i 4,5 g $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Roztwór ten wlać do zlewki z osadem. Całość ogrzewać na płaszczy grzejnym, przynajmniej przez 30 min od momentu rozpoczęcia wrzenia mieszaniny. Następnie osad odsączyć na gorąco, zbierając przesącz do czystej zlewki o pojemności 100 ml. Przesącz zatężyć na płaszczy grzejnym do objętości maks. 40 ml. Roztwór pozostawić do krystalizacji w łaźni lodowej lub lodówce. Otrzymane kryształy oddzielić od roztworu i suszyć w temperaturze pokojowej. Po wysuszeniu (na następnej pracowni) zważyć otrzymany osad.

Część II.

Oznaczanie składu ilościowego otrzymanego kompleksu.

Doświadczenia wykonywać w świetle rozproszonym, z dala od jasnego źródła światła. Na wadze analitycznej odważyć z dokładnością do 0.1 mg, ok. 0.30 g kompleksu (wynik zanotować). Odważkę przenieść do kolby miarowej o pojemności 100 ml, rozpuścić w wodzie i uzupełnić wodą do kreski (roztwór A).

Manganometryczne oznaczenie zawartości jonów szczawianowych:

Do kolby Erlenmayera przenieść, odmierzone pipetą jednomiarową, 20 ml roztworu A i dodać do niego 5 ml 2 mol/dm^3 roztworu H_2SO_4 . Roztwór podgrzać do $60^\circ \div 70^\circ\text{C}$ i miareczkować "na gorąco" mianowanym 0.02 mol/dm^3 roztworem KMnO_4 . Oznaczenie powtórzyć. Otrzymane wyniki uśrednić.

Jodometryczne oznaczenie zawartości jonów żelaza (III):

Do kolby Erlenmayera przenieść, odmierzone pipetą jednomiarową, 20 ml roztworu A i dodać do niego 5 ml 2 mol/dm^3 roztworu H_2SO_4 . Następnie po dodaniu 5 ml 2 mol/dm^3 roztworu KI kolbę z roztworem odstawić w ciemne miejsce. Po upływie 10 minut roztwór miareczkować mianowanym 0.025 mol/dm^3 roztworem $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ stosując jako wskaźnik skrobię. Oznaczenie powtórzyć. Otrzymane wyniki uśrednić.