

Gravimetrinen analyysi

Arttu Junnila, Rasmus Bamberg, Miikka Koskinen

syksy 2006

Sisältö

1	Yhteenveto	2
2	Lähtökohdat	2
3	Työn suoritus	2
3.1	Aineet	2
3.2	Työmenetelmä	3
4	Mittaustulokset ja laskut	3
5	Työn ja tulosten tarkastelu	3

1 Yhteenveto

Määritettiin liuoksen rautapitoisuus gravimetrisellä menetelmällä. Tulokseksi saatiin 3,75 g/l.

2 Lähtökohdat

Gravimetrinen analyysi perustuu siihen, että tutkittavasta aineesta pyritään saamaan niukkaliukoinen saostuma. Saostuma eristetään ja punnitaan mahdollisimman tarkasti.

Tämä eristäminen tapahtuu esimerkiksi suodattamalla. Usein saostumassa on suodatuksen jäljiltä vettä kosteutena tai kidevetänä. Vesi voidaan poistaa kuumentamalla.

Jotta gravimetristä analyysiä olisi mielekästä käyttää, tulee tutkittavan aineen olla helposti saostettavissa ja saostuman tulisi olla mahdollisimman niukkaliukoinen ja helposti eristettävissä muista aineista. Menetelmä sopii hyvin esimerkiksi lyijylle, elohopealle ja hopella. Orgaanisille aineille menetelmä ei sovi, sillä ne jäävät usein tasapainotilaan eivätkä saostu kokonaan. Lisäksi kaikki orgaaniset aineet eivät kestä mahdollisesti vaadittua kuumennusta.

Gravimetrinen analyysi on tärkeä työkalu erityisesti metallurgiassa ja mineraalinäytteitä tutkittaessa.

3 Työn suoritus

Työn tarkoituksena oli määrittää rautaliuoksen rautapitoisuus. Perusideana oli tehdä liuoksesta emäksinen, jolloin liuoksen rauta(III)ionit reagoivat hydroksidi-ionien kanssa ja sakkaantuvat.



Sakka suodatettiin ja kuivattiin hehkuttamalla. Hehkutuksessa rauta(III)hydroksidi muuttui rauta(III)oksidiksi.



Rauta(III)oksidin punnitsemisen jälkeen voidaan laskea alkuperäisen liuoksen sisältämän raudan määrä.

3.1 Aineet

Tutkittavan liuoksen lisäksi käytettiin seuraavia aineita:

- väkevä typpihappo (HNO_3)
- ammoniumkloridi (NH_4Cl)
- 0,1 M ammoniakkiliuos (NH_3)
- 0,2 M ammoniumnitraattiliuos (NH_4NO_3)

3.2 Työmenetelmä

Tarkkuuden takaamiseksi upokas puhdistettiin kuumentamalla ennen punnitusta ja käyttöä, jotta siinä oleva lika ja siihen imeytynyt kosteus haihtuisivat. Upokas laitettiin hehkutusuuniin kuumennettavaksi yli 15 minuutiksi. Kuumentamisen jälkeen upokas punnittiin ja asetettiin eksikaattoriin odottamaan käyttöä.

Mitattiin 20 ml tutkittavaa liuosta 200 ml dekantterilasiin. Lisättiin 1 ml väkevää rikkihappoa ja keitettiin muutama minuutti, jotta liuoksessa mahdollisesti olevat rauta(II)ionit hapeuttuisivat rauta(III)ioneiksi. Lisättiin liuokseen 3 g kiinteää ammoniumkloridia ja laimennettiin liuos 150 ml:ksi. Ammoniumkloridin lisäyksellä varmistetaan, että hydroksidiin mahdollisesti sitoutuvat vieraat ionit ovat ammoniumioneja, joista on mahdollista päästä helposti eroon.

Liuos kuumennettiin. Kuumaan liuokseen lisättiin ammoniakkia hiljalleen samalla lasisauvalla sekoittaen. Ammoniakin lisäystä jatkettiin kunnes liuos haisi selvästi ammoniakilta.

Samalla syntyi ruskeaa rauta(III)hydroksidisakkaa, jonka annettiin laskeutua dekantterin pohjalle. Sakka suodatettiin liuoksen ollessa vielä kuuma. Dekantteriin jäänyt sakka huuhdottiin kuumalla ammoniumnitraatilla. Suodattimella oleva sakkaa pestiin kuumalla ammoniumnitraatilla, kunnes läpi tuleva liuos oli neutraalia.

Suodattaminen tapahtui kuumassa, jotta hydroksidi saostuisi mahdollisimman karkearakeisena. Kylmänä saostuminen tapahtuisi kolloidisena, jolloin hydroksidia ei saataisi erottumaan suodattamalla.

Saostuma käärittiin kokoon ja laitettiin valmisteltuun upokkaaseen. Upokas laitettiin hehkutusuuniin 15 minuutiksi. Hehkutuksen jälkeen upokas siirrettiin eksikaattoriin jäähtymään. Jäähtynyt upokas punnittiin ja laskettiin rauta(III)oksidin määrä.

4 Mittaustulokset ja laskut

upokas	$m_u = 22,9783 \text{ g}$
upokas + näyte	$m_U = 23,0855 \text{ g}$
näyte	$m_n = 0,1072 \text{ g}$

Taulukko 1: Mittaustulokset

Punnitustulokset ovat taulukossa 1. Liuosta otettiin $V = 20 \text{ ml} = 0,020 \text{ l}$. Reaktioyhtälöiden 1 ja 2 nojalla

$$n(\text{Fe}^{3+}) = n(\text{Fe}(\text{OH})_3) = 2n(\text{Fe}_2\text{O}_3)$$

eli

$$\begin{aligned} n(\text{Fe}) &= n(\text{Fe}_2\text{O}_3) \\ \frac{m(\text{Fe})}{M(\text{Fe})} &= \frac{2m_n}{M(\text{Fe}_2\text{O}_3)} \\ m(\text{Fe}) &= \frac{2m_n}{M(\text{Fe}_2\text{O}_3)} M(\text{Fe}) \\ m(\text{Fe}) &= \frac{2 * 0,1072 \text{ g}}{2 * 55,85 + 3 * 16,00 \text{ g/mol}} 55,85 \text{ g/mol} \\ &= 0,074975 \text{ g} \end{aligned}$$

Tällöin liuoksen rautapitoisuus on

$$\frac{m(\text{Fe})}{V} = \frac{0,074975 \text{ g}}{0,020 \text{ l}} = 3,74897 \text{ g/l} \approx 3,75 \text{ g/l}$$

5 Työn ja tulosten tarkastelu

Työn suorituksessa oli muutama pieni ongelma. Ennen hehkutusta näytettä oli tarkoitus kuumentaa, jotta suodatinpaperi palaisi pois. Tämän kuitenkin unoimme. Lisäksi upokkaan käsittelyssä ilmeni hienoisia vaikeuksia, joiden seurauksena tyhjä upokas pääsi kierimään pöydällä ennen punnitusta. Näiden asioiden vaikutusta tulokseen on vaikea arvioida.

Sinänsä työ ei ollut erityisen vaikea, sillä työvaiheet ovat yksinkertaisia ja niitä on vähän. Tuloksemme on oikeaa kokoluokkaa.