

モール塩中の鉄の定量

解説

硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)六水和物(モール塩) $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ は再結晶によって純粋なものが得られる。硫酸鉄(Ⅱ) $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ も入手しやすい塩類であるが、酸化されやすいので安定なモール塩が使われる。この溶液にアンモニア水を加えれば $\text{Fe}(\text{OH})_2$ が沈殿するが、定量的ではないので HNO_3 で Fe^{2+} を Fe^{3+} に酸化し、 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ として沈殿させる。 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ は溶解度が小さいので完全に沈殿させることができる。沈殿を強熱して Fe_2O_3 としてはかり Fe の含有量(%)を算出する。

試薬・器具

モール塩、6 M HCl、conc HNO_3 、6M NH_3 、0.1M AgNO_3 溶液、メートルグラス、はかり、はかり瓶、500mL のビーカー、洗瓶、駒込ピペット、かくはん棒、ろ紙、るつぼ、三角架、デシケーター

操作

(1日目)

はかり瓶に約 1.0 g の試料をはかり取り 500mL のビーカーに移す(このときには試料を完全に移すことが必要である。もし試料がわずかでも残るようならば洗瓶からの水を吹きかけてビーカー中に洗いこむ)。これに 6 M HCl 10mL と約 50mL の水を加えて溶解する。ほとんど煮沸するまで溶液を加熱し、溶液をかき混ぜながら約 1mL の conc HNO_3 を少しずつ加え静かに約 5 分間煮沸して Fe^{2+} を Fe^{3+} に酸化する。次に水を加えて約 200mL に薄め沸騰するまで加熱する。

この溶液をよくかき混ぜながら 6M NH_3 水を少しずつ加え $\text{Fe}(\text{OH})_3$ の赤褐色沈殿を生成させる。溶液に少しアンモニア臭が残るくらいに過剰に NH_3 水を加える。2~3分間煮沸したのち沈殿を沈降させ、上澄み液に少量の NH_3 水を加え、新たに沈殿が生じないことを確かめる。沈殿が新たに生じなかったら上澄み液をデカンテーションでろ紙を用いてろ過し、ビーカー中に残った沈殿には 30~50mL の熱水を用いて 3~4 回デカンテーションで洗浄する。ついで沈殿をろ紙上に移し、ビーカーについている沈殿は全部ろ紙上に移す。温湯で洗浄ろ液中に塩化物イオンを認めなくなるまで洗浄を行う(0.1M AgNO_3 溶液を滴下して白色沈殿を生じるかどうかをみる)。

洗浄を終えた沈殿はろ紙とともに取り出して次の実験日まで自然乾燥させる。

(2日目)

乾燥が終了した沈殿は、沈殿を中にしてろ紙を折りたたみ、あらかじめ恒量にしてある重量既知のるつぼに移し、るつぼを三角架の上へおく。はじめは小さな炎で沈殿とろ紙を乾燥させる。沈殿が乾燥したら赤熱以下の温度で加熱してろ紙を炭化および灰化する。そ

れが終わったらるつぼのふたをして約 20 分間強熱し、水酸化物を完全に Fe_2O_3 に変える。次にデシケーター中で約 30 分間放冷しはかる。強熱、冷却、重量測定を繰り返し恒量とする。得られた Fe_2O_3 の重量から Fe の含有量 (%) を算出する。また、実験値と理論値より相対誤差 (%) を求める。

$$\text{Fe の量 (g)} = (\text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ の重量}) \times 0.6994$$

$$\text{ただし、} \frac{2\text{Fe}}{\text{Fe}_2\text{O}_3} = 0.6994 \text{ (重量分析係数)}$$

$$\text{(実験値) Fe(\%)} = \frac{\text{換算によって求めた Fe の量(g)}}{\text{試料採取量(g)}} \times 100$$

$$\text{(理論値) Fe(\%)} = \frac{\text{Fe}}{\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \times 100$$

内海諭、奥谷忠雄、河寫拓治、磯崎昭徳：“基礎教育 分析化学実験”、第 2 版、p.74-75 (1992) (東京教学社) .