

ДЕСЯТЫЙ КЛАСС

Железные руды являются основным источником железа для нужд различных отраслей современной промышленности. С точки зрения рентабельности разработки рудных месторождений, а также для обеспечения входного контроля и контроля технологических процессов важно уметь оценивать содержание общего железа в различных рудах и продуктах их переработки. Определение массовой доли железа в руде может быть осуществлено методом дихроматометрического титрования, то есть титрованием раствором дихромата калия.

Ниже приведена методика дихроматометрического определения общего железа в руде. Пользуясь ею, найдите массовую долю железа в выданном Вам образце руды (будьте внимательны и аккуратны, поскольку в работе придется использовать горячие растворы с высокой концентрацией кислот!). Зафиксируйте на рабочем листе все данные, полученные в ходе эксперимента (масса навески руды, масса дихромата калия и пр.), последовательность Ваших действий и Ваши наблюдения. Объясните суть происходящих явлений, записав соответствующие уравнения химических реакций. Вычислите массовую долю железа в выданном Вам образце руды по формуле:

$$\omega(\text{Fe}) = \frac{M(\text{Fe}) \cdot c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \cdot V_m \cdot 6 \cdot V_{\text{колбы}}}{m(\text{руды}) \cdot V_{\text{аликвоты}} \cdot 1000} \cdot 100\%$$

где $M(\text{Fe})$ – молярная масса железа (г/моль), $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$ – концентрация титранта (моль/л), V_m – объем титранта, пошедшего на титрование (мл), $V_{\text{колбы}}$ – объем мерной колбы с раствором руды (мл), $m(\text{руды})$ – масса руды (г), $V_{\text{аликвоты}}$ – объем аликвоты раствора руды (мл).

В природе распространены руды, по химическому составу представляющие собой в основном оксиды железа. Ответьте на следующие вопросы:

1. Приведите название руды, основным компонентом которой является соединение Fe_3O_4 .
2. Приведите химическую формулу основного компонента руды, называемой гематит (или красный железняк).
3. Наряду с дихроматом калия, в качестве титранта при определении железа часто используют также перманганат калия (метод перманганатометрии). Однако концентрацию раствора перманганата нельзя находить по массе навески твердого вещества, кроме того, концентрация такого раствора меняется с течением времени, особенно под воздействием света. Что происходит с перманганатом калия в растворе со временем? Напишите соответствующее уравнение реакции.

Реактивы:

Дихромат калия (кристаллический), Соляная кислота (3 М) (под тягой!), Цинк металлический (гранулированный), Дифениламин или дифениламиносульфонат натрия (0,02 % раствор в смеси $\text{H}_3\text{PO}_4 : \text{H}_2\text{SO}_4 : \text{H}_2\text{O} = 1 : 1 : 3$).

Оборудование:

Бюкс с веществом (с дихроматом калия и образцом руды) – 2 шт.

Колба мерная на 100 мл с пробкой – 2 шт.

Ярлык бумажный на мерную колбу – 1 шт.

Воронка маленькая – 1 шт.

Жаростойкий стакан на 100 – 150 мл – 1 шт.

Часовое стекло – 1 шт.

Палочка стеклянная – 1 шт. / чел.

Напальчники из толстой резины – 2–3 шт., или любое другое приспособление для снятия горячей посуды с электроплитки или песчаной бани

Пипетка аликвотная на 10 мл – 1 шт.

Груша резиновая или пипетатор – 1 шт.

Коническая колба для титрования на 100–200 мл – 1 шт.

Бюретка на 25–50 мл для титрования – 1 шт.

МЕТОДИКА ДИХРОМАТОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ЖЕЛЕЗА В РУДАХ

Приготовление раствора титранта

На Вашем рабочем столе находится бюкс с дихроматом калия. На бюксе указана масса вещества, находящегося в нем. Через сухую воронку количественно (без потерь) перенесите реактив в мерную колбу на 100 мл. Смойте кристаллики дихромата со стенок бюкса и воронки в мерную колбу дистиллированной водой. Доведите объем раствора примерно до половины объема колбы, закройте ее пробкой и перемешивайте содержимое до полного растворения кристалликов. После этого дистиллированной водой доведите объем раствора в колбе до метки. Закройте колбу пробкой и тщательно перемешайте методом переворачивания. Зная точную массу дихромата калия в колбе, рассчитайте молярную концентрацию раствора с точностью до 0,00001. Подпишите колбу с раствором, указав свою фамилию, формулу растворенного соединения и точную концентрацию раствора.

Выполнение определения

Количественно перенесите навеску руды из бюкса в жаростойкий стакан на 100 – 150 мл (не забудьте смыть частицы со стенок бюкса в стакан дистиллированной водой). В стакан добавьте 40–50 мл 3 М HCl, закройте стакан часовым стеклом и кипятите на электроплитке или песчаной бани под тягой, периодически перемешивая содержимое стеклянной палочкой, до растворения руды. Время от времени следите за состоянием смеси, если на дне остается белый осадок, количество которого не уменьшается в процессе кипячения, то кипячение можно прекратить. Для этого с помощью резиновых напальчников снимите стакан (аккуратно!) с электроплитки или песчаной бани. Не вынося стакана из-под тяги, через воронку количественно перелейте содержимое в чистую мерную колбу на 100 мл. Смойте остатки со стенок стакана и с воронки в колбу дистиллированной водой. Охладите колбу до комнатной температуры под струей холодной водопроводной воды, после чего доведите ее до метки и тщательно перемешайте. С помощью пипетки аликвоту (точно отмеренный объем) 10 мл раствора перенесите в коническую колбу для титрования, добавьте 15–20 мл дистиллированной воды. Наклонив колбу, аккуратно по стенке внесите в раствор 2–3 гранулы металлического цинка. Закройте колбу воронкой и кипятите на электроплитке или песчаной бани под тягой до обесцвечивания раствора. Аккуратно с помощью напальчников снимите колбу с раствором и, не вынося из-под тяги, внесите в нее 20 мл 3 М HCl. Снова поставьте колбу на электроплитку или песчаную баню и нагревайте до полного растворения цинка. Снимите колбу и охладите ее под струей водопроводной воды. Внесите в колбу 10 мл раствора окислительно-восстановительного индикатора дифениламина (или дифениламиносульфоната натрия) и титруйте дихроматом калия до перехода окраски из желто-зеленой в интенсивную темно-фиолетовую (почти черную) от одной капли титранта. Зафиксируйте объем дихромата калия, пошедшего на титрование. Снова возьмите аликвоту анализируемого раствора и повторите титрование до получения двух результатов, отличающихся не более чем на 0,2 мл. Усредните эти результаты и используйте полученное значение для расчета массовой доли железа в руде. Вымойте использованную Вами посуду.

Решение

Ниже приведен один из возможных вариантов решения:

Масса выданного участнику дихромата калия – 0,1513 г, масса руды (Fe_2O_3) – 0,2405 г.

Расчет концентрации титранта:

$$c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = \frac{m(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \cdot 1000}{V_{\text{колбы}} M(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)} = \frac{0,1513 \text{ г} \cdot 1000}{100 \text{ мл} \cdot 294,181 \text{ г/моль}} = 0,00514 \text{ М}$$

Выполнение определения

Полученный образец руды представляет собой порошок темно-красного цвета.

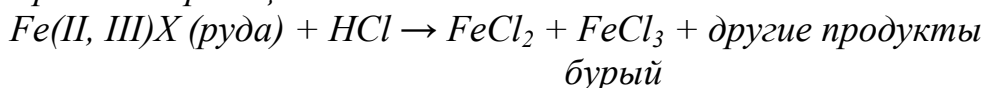
Навеску перенесли в стакан на 100 мл, добавили 50 мл 3М HCl.

Наблюдения: нет видимых изменений

Стакан закрыли часовым стеклом и поставили на песчаную баню. Через 10 мин смесь перемешали. Через 20 мин проверили состояние смеси.

Наблюдения: практически весь образец растворился, раствор имеет интенсивную бурю окраску, на дне небольшое количество белого осадка

Уравнение реакции:



(допускается также написание школьником формул комплексных кислот железа, например, $\text{H}[\text{FeCl}_4]$)

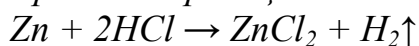
Перемешиваем смесь. Продолжаем кипячение. Еще через 10 мин проверили состояние смеси.

Наблюдения: на дне по-прежнему такое же количество белого осадка

Прекращаем кипячение, количественно переносим раствор в мерную колбу на 100 мл, охлаждаем ее, доводим до метки, перемешиваем. Отбираем пипеткой аликвоту 10 мл, переносим в колбу для титрования. Добавляем 20 мл дистиллированной воды, вносим 3 гранулы цинка.

Наблюдения: наблюдается выделение газа с поверхности цинка, цвет раствора не изменяется

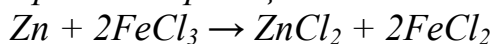
Уравнение реакции:



Ставим колбу на песчаную баню. Кипятим 20 мин.

Наблюдения: раствор обесцветился

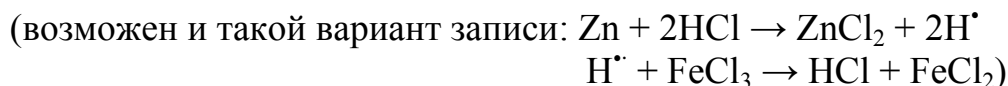
Уравнение реакции:



бурый

практически

бесцветный

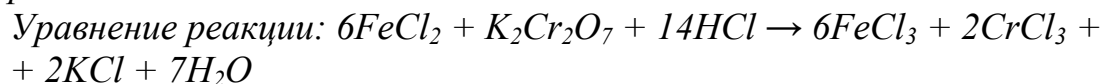


Вносим в колбу 20 мл HCl, снова ставим на песчаную баню.

Наблюдения: гранулы цинка растворяются полностью

Охлаждаем колбу под краном. Добавляем 10 мл раствора дифениламина и титруем дихроматом калия.

Наблюдения: по мере добавления дихромата калия наблюдается появление желто-зеленой окраски раствора и увеличение ее интенсивности. Затем резкое почернение раствора при добавлении одной капли титранта.



Объем титранта, пошедшего на титрование: $V_m = 9,7$ мл

Расчет массовой доли железа

$$\omega(Fe) = \frac{M(Fe) \cdot c(K_2Cr_2O_7) \cdot V_m \cdot 6 \cdot V_{колбы}}{m(руды) \cdot V_{аллиquotы} \cdot 1000} \cdot 100\% = \frac{55,85 \cdot 0,00514 \cdot 9,7 \cdot 6 \cdot 100}{0,2405 \cdot 10 \cdot 1000} \cdot 100\% = 69,5\%$$

Ответ: $\omega(Fe) = 69,5 \%$

Ответы на теоретические вопросы

1. Магнитный железняк (магнетит)
2. Fe_2O_3
3. Происходит взаимодействие перманганата с водой в соответствии с уравнением: $4KMnO_4 + 2H_2O \rightarrow 4KOH + 4MnO_2 \downarrow + 3O_2 \uparrow$

Система оценивания

Участник оценивается по следующим позициям:

б) Техника эксперимента и точность вычислений

Критерием является абсолютная величина разности (Δ , %) между истинным значением массовой доли железа в смеси (%) и величиной, полученной участником (%), в соответствии со следующей таблицей:

| Δ , % | Баллы |
|--------------|-------|
| ≤ 2 | 30 |
| 2 – 3 | 28 |
| 3 – 4 | 26 |
| 4 – 6 | 20 |
| 6 – 10 | 14 |
| > 10 | 10 |

(Например, если истинное значение массовой доли равно 69,9 %, в то время как участник получил результат 67,1 %, то разница составляет 2,8 %, таким образом, по данной позиции участника следует оценить в 28 баллов)

- 7) Уравнения реакций – 4 уравнения по 2 балла: 8 баллов
 - 8) Ответы на теоретические вопросы – 3 вопроса по 3 балла: 9 баллов
 - 9) Техника эксперимента – 3 балла
- Итого: 50 баллов