

Determinazione gravimetrica del ferro

• Obiettivo:

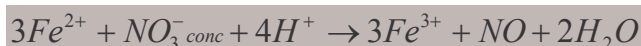
Determinare la quantità di ferro in una soluzione di un suo sale. Il metodo consiste nell'eseguire reazioni chimiche che trasformino il sale di ferro in Fe₂O₃ per poi determinare i grammi dovuti al ferro.

• Materiali e attrezzature:

<u>Strumenti di misura:</u>	<ul style="list-style-type: none"> ■ Bilancia analitica (s = 1·10⁻⁴g) ■ Pipetta graduata (p = 2 ml, s = 0,1 ml)
<u>Vetreteria:</u>	<ul style="list-style-type: none"> ■ Becker da 400 ml ■ Imbuto ■ Crogiolo in ceramica ■ Beuta ■ Provette
<u>Materiale di consumo:</u>	<ul style="list-style-type: none"> ■ Sale di ferro in soluzione (consigliato FeCl₃) ■ NH₄OH 20% m/m ■ HNO₃ 65% m/m ■ NH₄NO₃ solido ■ HCl 37% m/m ■ Soluzione di AgNO₃
<u>Varie:</u>	<ul style="list-style-type: none"> ■ Carta da filtro rapida o media senza formazione di cenere ■ Bacchette di vetro ■ Pipetta Pasteur ■ Guanti (per prelevare i reagenti concentrati)

• Procedimento:

1. Versare la soluzione da analizzare in un becker da 400 ml raccogliendo bene il residuo dal recipiente iniziale e diluire fino a volume di 150 ml;
2. Portare all'ebollizione e aggiungere lentamente 1 o 2 ml di HNO₃ concentrato, per ossidare il catione ferroso in catione ferrico secondo la reazione

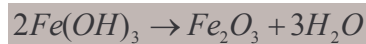


3. Far bollire per qualche minuto per eliminare gli ossidi di azoto quindi aggiungere una punta di spatola di NH₄NO₃ per favorire la coagulazione dell'idrossido ferrico colloidale;
4. Interrompere il riscaldamento ed iniziare la precipitazione dell'idrossido ferrico mediante lenta aggiunta della soluzione di NH₄OH e procedere fino al persistere del caratteristico odore di ammoniac;

✘ **ATTENZIONE!** Se il precipitato risulta essere di colore verdastro, non tutto il catione ferroso è stato ossidato a catione ferrico ed è quindi necessario ripetere i passaggi dal punto 2, riportando in soluzione il ferro come cloruro con HCl !!!

ISII Marconi	Classe 3 [^] chimici ITIS	Metodiche di chimica analitica: Determinazione gravimetrica del ferro	
			Pagina 2 di 7

5. Lasciare digerire il precipitato per circa 20 minuti a fiamma bassa sul becco bunsen: lo scopo è quello di ottenere un precipitato più fioccoso possibile per limitare le perdite durante la filtrazione;
6. Togliere la fiamma e lasciare decantare il precipitato, intanto preparare circa 150ml di soluzione di NH_4NO_3 2% (150ml di acqua + punta di spatola di NH_4NO_3);
7. Filtrare **il liquido** con carta da filtro rapida o media;
8. Terminata la filtrazione del liquido trasferire il precipitato nel filtro avendo cura di raccogliarlo tutto ed eseguire lavaggi successivi del precipitato con la soluzione bollente di NH_4NO_3 : è necessario ripetere l'operazione fino a che nelle acque di lavaggio persistono i cloruri (analizzare prelevando dall'imbuto, acidificando con HNO_3 ed aggiungendo $AgNO_3$);
9. Il filtro va ora posto in stufa a 100°C fino a completa essiccazione (circa 45 min);
10. Dopo l'essiccazione in stufa il precipitato ed il filtro vanno posti nel crogiolo e si procede quindi alla calcinazione del precipitato fino alla completa combustione del filtro; durante la calcinazione avviene la reazione che porta alla formazione dell'ossido ferrico, di colore marrone rossiccio:



11. A questo punto si pone il crogiolo in muffola a 800°C per completare la calcinazione;
12. Tolto dalla muffola il crogiolo va fatto raffreddare per poi essere pesato; queste due ultime operazioni vanno continuate fino a peso costante del crogiolo.

• **Elaborazione dati:**

Bisogna ricavare i grammi dovuti al ferro nel composto finale, Fe_2O_3

Partendo dai grammi di Fe_2O_3 ricavati e dai dati della tavola periodica, tramite una semplice proporzione si ricava la massa dovuta al ferro nel composto Fe_2O_3

$$MM_{Fe} = 55,847 \frac{g}{mol}$$

$$MM_O = 15,9994 \frac{g}{mol}$$

$$MM_{Fe_2O_3} = 55,847 \frac{g}{mol} \cdot 2 + 15,9994 \frac{g}{mol} \cdot 3 = 159,6922 g$$

$$159,6922 g : g_{Fe_2O_3} = (2 \cdot 55,847 g) : g_{Fe}$$

$$g_{Fe} = \frac{g_{Fe_2O_3} \cdot (2 \cdot 55,847 g)}{159,6922 g}$$

Valutazione del rischio chimico

Reattivo: Ammoniaca soluz. 20% (6N)

Classificazione di pericolosità: C Corrosivo N Pericoloso per l'ambiente

Valore di rischio = 15

Classificato come Rischio moderato

Frazi di rischio: 34 50

Indice di pericolosità (P): 4.85

Vie di assorbimento: Cutanea

Si tratta di una Sostanza inorganica
allo stato Liquido

con T°ebollizione = °C

T°operativa = °C

presenta quindi

Quantità utilizzata: Meno di 0,1 kg

La disponibilità è medio/alta poiché D = 3

Tipo di utilizzo: Uso controllato

Livello di tipologia d'uso: Alto poiché U = 3

Tipologia di controllo: Ventilazione generale

Livello di tipologia di controllo: Alto poiché C = 3

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

Intensità esposizione: Medio/alta poiché I = 7

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 7

Tipologia di contatto: Contatto accidentale

Esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio= 34

Rischio cute= 15

Rischio cumulativo = 37

Norme generali protettive e di igiene del lavoro

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

Evitare il contatto con gli occhi e la pelle.

Consigliati guanti in gomma.

Valutazione del rischio chimico

Reattivo: Acido nitrico 65% m/m

Classificazione di pericolosità: C Corrosivo

Valore di rischio = 18

Classificato come intervallo di incertezza del rischio moderato

Fraasi di rischio: 35

Indice di pericolosità intrinseca (P): 5,85

Vie di assorbimento: cutanea

Si tratta di una sostanza inorganica
allo stato liquido

con T°ebollizione = 121 °C

T°operativa = 20 °C

presenta quindi media volatilità

Quantità utilizzata: meno di 0,1 kg

La disponibilità è medio/alta poiché D = 3

Tipo di utilizzo: uso controllato

Il livello di tipologia d'uso è alto poiché U = 3

Tipologia di controllo: aspirazione localizzata

Il livello di tipologia di controllo è medio poiché C = 2

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

L'intensità esposizione è medio/bassa poiché I = 3

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 3

Tipologia di contatto: contatto accidentale

Indice di esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio = 18

Rischio cute = 18

Rischio cumulativo = 25

Norme generali protettive e di igiene del lavoro

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

Evitare il contatto con gli occhi e la pelle.

Non inalare i gas/vapori/aerosol.

Valutazione del rischio chimico

Reattivo: Ammonio nitrato

Classificazione di pericolosità: O Comburente

Valore di rischio = 0

Classificato come rischio moderato

Fraasi di rischio: 8 9

Indice di pericolosità intrinseca (P): 0

Vie di assorbimento:

Si tratta di una sostanza inorganica
allo stato solido

con T°ebollizione = °C

T°operativa = °C

presenta quindi

Quantità utilizzata: meno di 0,1 kg

La disponibilità è bassa poiché D = 1

Tipo di utilizzo: uso controllato

Il livello di tipologia d'uso è basso poiché U = 1

Tipologia di controllo: ventilazione generale

Il livello di tipologia di controllo è medio poiché C = 2

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

L'intensità esposizione è medio/bassa poiché I = 3

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 3

Tipologia di contatto: contatto accidentale

Indice di esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio = 0

Rischio cute = 0

Rischio cumulativo = 0

Norme generali protettive e di igiene del lavoro

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

Conservare al riparo da fonti di calore e separato da sostanze infiammabili.

Valutazione del rischio chimico

Reattivo: Acido cloridrico 37%

Classificazione di pericolosità: C Corrosivo

Valore di rischio = 21

Classificato come Intervallo di incertezza del rischio moderato

Frazi di rischio: 34 37

Indice di pericolosità (P): 4,85

Vie di assorbimento: Inalatoria e cutanea

Si tratta di una Sostanza inorganica
allo stato Liquido

con T°ebollizione = 108 °C

T°operativa = 20 °C

presenta quindi media volatilità

Quantità utilizzata: Meno di 0,1 kg

La disponibilità è medio/alta poiché D = 3

Tipo di utilizzo: Uso controllato

Livello di tipologia d'uso: Alto poiché U = 3

Tipologia di controllo: Aspirazione localizzata

Livello di tipologia di controllo: Medio poiché C = 2

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

Intensità esposizione: Medio/bassa poiché I = 3

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 3

Tipologia di contatto: Contatto accidentale

Esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio= 15

Rischio cute= 15

Rischio cumulativo = 21

Norme generali protettive e di igiene del lavoro

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

Evitare il contatto con gli occhi e la pelle.

Consigliati guanti in gomma, occhiali protettivi e maschera.

Valutazione del rischio chimico

Reattivo: Argento nitrato soluz. 1N

Classificazione di pericolosità: Xi Irritante

Valore di rischio = 8

Classificato come rischio moderato

Fraasi di rischio: 36/38

Indice di pericolosità intrinseca (P): 2.75

Vie di assorbimento: cutanea

Si tratta di una sostanza inorganica
allo stato liquido

con T°ebollizione = °C

T°operativa = °C

presenta quindi

Quantità utilizzata: meno di 0,1 kg

La disponibilità è medio/alta poiché D = 3

Tipo di utilizzo: uso controllato

Il livello di tipologia d'uso è alto poiché U = 3

Tipologia di controllo: manipolazione diretta

Il livello di tipologia di controllo è alto poiché C = 3

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

L'intensità esposizione è medio/alta poiché I = 7

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 7

Tipologia di contatto: contatto accidentale

Indice di esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio = 19

Rischio cute = 8

Rischio cumulativo = 21

Norme generali protettive e di igiene del lavoro

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

Evitare il contatto con gli occhi e la pelle.

Conservare al riparo dalla luce.

Consigliati guanti protettivi e occhiali.