

x1,3

545.81:54

KOLORIMETRICKÉ STANOVENIE STOPOVÝCH MNOŽSTIEV ŽELEZA
ZA PRÍTOMNOSTI IÓNU PO_4^{3-}

D. PRÍSTAVKA, P. SCHILLER, G. ŠTRBAVÝ

Katedra analytickej chémie Slovenskej vysokej školy technickej Bratislava

Z analytickej praxe sú dostatočne známe ťažkosti, ktoré analytik musí prekonávať pri stanovení železa za prítomnosti iónu PO_4^{3-} . Obzvlášť stanovenie stopových množstiev železa kladie na chemika mimoriadne požiadavky a v niektorých prípadoch, ako napríklad pri stanovení železa vo vodách obsahujúcich PO_4^{3-} , stavia analytika pred vážne problémy. Železo sa dá v posledne spomenutých prípadoch stanoviť len po veľmi zdĺhavých pracovných procesoch, pritom však dosiahnuté výsledky nie vždy s dostatočnou istotou zaručujú skutočný obsah železa.

Vzhľadom na to, že železo veľmi často treba stanoviť aj za prítomnosti fosforečnanového iónu, pokúsili sme sa vypracovať rýchlu, spoľahlivú a pritom presnú metódu, pri ktorej sa nepriaznivé účinky iónu PO_4^{3-} eliminujú. Metóda je principiálne založená na tom, že v reakčnom prostredí okyslenom kyselinou dusičnou ión PO_4^{3-} sa blokuje iónom Bi^{3+} a z väzby uvoľnené železo sa dá potom stanoviť obvyklým spôsobom kolorimetricky rodanidom amónnym alebo draselným.

Metóda poskytuje v hraniciach presnosti spoľahlivé výsledky, len sa musí presne dodržiavať pracovný postup, ktorý bol na Katedre analytickej chémie do najmenších podrobností vypracovaný.

Pracovný postup:

Do porcelánovej misky odmeriame 100 ml skúmanej vody a po uvedení do varu pridáme niekoľko kvapiek koncentrovanej HNO_3 na zoxydovanie železa. Ak sú prítomné aj organické látky, rozrušíme ich brómovou vodou alebo chlorečnanom draselným a kyselinou solnou. Roztok potom odparíme asi na 70 ml a po vychladnutí ho kvantitatívne prelejeme do 100 ml odmernej banky. Na viazanie iónu PO_4^{3-} pridáme 5 ml 2% $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ a na vyvolanie farebnej reakcie 5 ml 10% NH_4SCN . Nato upravíme kyslosť roztoku kyselinou dusičnou, aby jej bolo v roztoku 2%, a banku doplníme destilovanou vodou po značku. V takto pripravenom roztoku sa po premiešaní stanoví obsah železa kolorimetricky.

Na stanovenie železa sme použili Pulfrichov fotokolorimeter s filtrom S 53, pričom množstvo stanoviteľného železa sme volili v hraniciach, v akých sa vyskytuje v minerálnych vodách, a kalibračné krivky sme si pripravili pre oblasti blízke tomuto množstvu železa. Na stanovenie železa podľa tejto metódy možno použiť aj iný druh kolorimetra.

Presnosť metódy udáva tabuľka skúšobných meraní.

Tabuľka skúšobných meraní

skutoč. množ. Fe v mg	množstvo P_2O_5 v mg	zistené množ. Fe v mg	chyba merania v mg	chyba v %
0,26	4,5	0,296	+0,036	+14%
0,34	1,5	0,367	+0,027	+7,9%
0,45	3,7	0,467	+0,017	+3,8%
0,48	2,2	0,478	—0,002	—0,4%
0,52	3,0	0,493	—0,027	—5,3%
0,6	5,8	0,578	—0,022	—3,7%
0,1	0,1	0,11	+0,01	+10%
0,15	0,1	0,14	—0,01	—6,6%
0,2	0,1	0,197	—0,003	—1,5%
0,25	0,1	0,245	—0,005	—2%
0,35	0,1	0,345	—0,005	—1,4%
0,4	0,1	0,37	—0,03	—7,5%
0,5	0,1	0,48	—0,02	—4%
0,45	2,7	0,475	+0,025	+5,5%
0,45	4,3	0,473	+0,023	+5,2%
0,45	3,7	0,467	+0,017	+3,8%

Maximálna úchylka 14% v krajnom prípade sa pri kolorimetrickom stanovení stôp železa pohybuje v medziach prípustných chýb.

Kalibračnú krivku na vyhodnotenie výsledkov sme zostrojili za použitia Mohrovej soli ako základnej látky (preparát Merck), ktorú sme oxydovali kyselinou dusičnou.

Ión Bi^{+++} s iónom SCN^- dáva žlté sfarbenie, ale za uvedených pracovných podmienok toto sfarbenie výsledky merania neovplyvňuje, lebo za prítomnosti čo len stopy trojmocného železa zmizne.

Ako kompenzačnú kvapalinu pri meraniach používali sme destilovanú vodu.

Uvedená metóda poskytuje spoľahlivé výsledky pri množstvách Fe nepresahujúcich 0,6 mg na 100 ml vody. PO_4^{3-} môže byť v pomere k železu v niekoľko násobnom množstve.

Množstvo kyseliny dusičnej v skúmanom roztoku pri uvedenej metóde je veľmi dôležitým činiteľom. Pri nízkej koncentrácii HNO_3 sa roztok zakalí a pri vysokej koncentrácii sfarbenie roztoku zmizne. Kyslosť roztoku vzhľadom na HNO_3 má byť 2%. Časť kyseliny sa dostávala do roztoku s $Bi(NO_3)_3$, ktorý sme pripravovali v 5—8% prostredí HNO_3 , aby sa zamedzilo jeho hydrolýze. Ostávajúce množstvo HNO_3 do 2% pridávali sme pred oxydáciou dvojmocného železa.

Merania sa majú skončiť priebehom hodiny po príprave roztoku.

Uvedená metóda odstraňuje ťažkosti pri stanovení železa vo vodách a v tých prípadoch, kde sa železo vyskytuje v stopách súčasne s organickými látkami

a fosforečnanmi. Veľmi výhodne sa dá použiť najmä na stanovenie železa v polovinách a vo farmaceutických preparátoch. Stanovenie železa časove sa veľmi skráti, pričom sa ušetrí aj na spotrebnom materiáli a výsledky sú presné a spoľahlivé.

Súhrn

V metóde sú uvedené podrobnosti stanovenia stôp železa za prítomnosti iónu PO_4^{3-} . Metóda je principiálne založená na tom, že v reakčnom prostredí obsahujúcom 2% HNO_3 sa ión PO_4^{3-} blokuje iónom Bi^{3+} a železo sa dá potom stanoviť obvyklým spôsobom kolorimetricky rodanidom amónnym alebo rodanidom draselným.

Došlo do redakcie 21. V 1954

КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВ ЖЕЛЕЗА В ПРИСУТСТВИИ ИОНА PO_4^{3-}

Д. ПРИСТАВКА, П. ШИЛЛЕР, Г. ШТРБАВЫЙ

Выводы

В работе подробно описывается определение следов железа в присутствии иона PO_4^{3-} . Метод основан на том, что в среде содержащей 2 % HNO_3 ион PO_4^{3-} блокируется ионом Bi и железо можно определять обыкновенным kolorиметрическим путем с применением роданата аммония и роданата калия.

Получено в редакции 21-го мая 1954 г.

KOLORIMETRISCHE BESTIMMUNG VON SPURENMENGEN VON EISEN IN GEGENWART VON PO_4^{3-} -ION

D. PRÍSTAVKA, P. SCHILLER, G. ŠTRBAVÝ

Lehrstuhl für analytische Chemie an der Slowakischen Technischen Hochschule in Bratislava

Zusammenfassung

Die angeführte Methode beschreibt die Einzelheiten der Bestimmung von Eisen in Spuren in Gegenwart von PO_4^{3-} -Ion. Diese Methode ist grundsätzlich darauf gegründet, dass in einem 2%-ige HNO_3 enthaltendem Reaktionsmedium das PO_4^{3-} -Ion durch Bi -Ion blockiert wird, worauf das Eisen in üblicher Weise kolorimetrisch mittels Ammoniumrhodanid oder Kaliumrhodanid bestimmt werden kann.

In die Redaktion eingelangt den 21. V 1954