

T É M A: GRAVIMETRIE

Vypracoval/a:

Třída:

Spolupracoval/a:

Datum:

NÁPLŇ PRÁCE:

GRAVIMETRICKÉ STANOVENÍ HLINÍKU

ANOTACE:

V této práci stanoví žáci pomocí metody vážkové analýzy (gravimetrie) obsah hliníku v neznámém pevném vzorku, který je dobře rozpustný ve vodě. Veškerý hliník žáci převedou srážením na hydroxid hlinitý, který ze vzniklé suspenze odfiltrují, následně vysuší a žíháním převedou na vážitelný oxid hlinitý. **Laboratorní práce je časově náročná, a proto je rozdělena do dvou dvouhodinových laboratorních cvičení.**

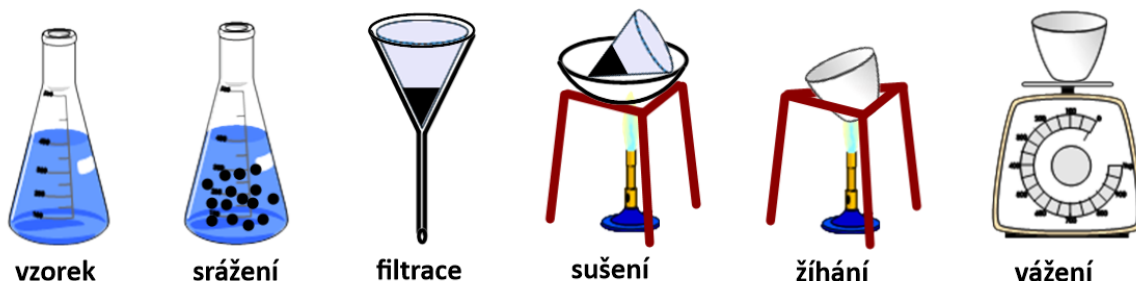
TEORIE:

Gravimetrie

Při vážkové analýze (gravimetrii) **srážecí metodou** se obsah složky stanovuje tak, že se z roztoku vzorku stanovovaná složka vhodným postupem (většinou srážedlem) oddělí od ostatních složek jako nerozpustná sloučenina (sraženina).

Srážedla jsou roztoky činidel, u nichž je zaručen kvantitativní průběh srážecí reakce se stanovovanou látkou.

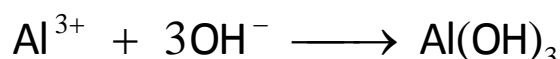
Vysrážený produkt se po odfiltrování a promytí suší, případně spaluje a žíhá na chemickou sloučeninu přesně definovaného složení, nazývanou vážitelný produkt. Z jeho hmotnosti se vypočítá obsah stanovované složky ve vzorku.



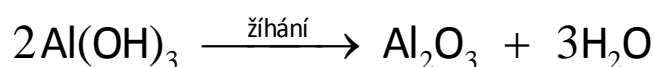
Obrázek 1: Sled operací při vážkové analýze

Princip stanovení

Kationty hlinité se z kyselých roztoků srážejí zředěným roztokem amoniaku za horka jako hydroxid hlinitý.



Vyloučený hydroxid hlinitý se filtruje a promývá roztokem dusičnanu amonného. Filtr se sraženinou se vysuší, papír zpopelní a sraženina se vyžíhá silným plamenem nebo v muflové peci při 1200 °C na bílý oxid hlinitý, který se váží.



PŘÍPRAVA:

1. Zopakujte si postupy laboratorních technik srážení, filtrace, promývání sraženin, sušení a žíhání
2. Zopakujte si výpočty z chemických vzorců

ÚKOL Č. 1:

1. Stanovte obsah hliníku v neznámé krystalické sloučenině hliníku, která je rozpustná ve vodě. Hliník je v této sloučenině ve formě hlinitých kationtů.

1. LABORATORNÍ CVIČENÍ

navážka vzorku, převedení vzorku do roztoku, vysrážení vzorku činidlem, izolace a promytí sraženiny

POMŮCKY:

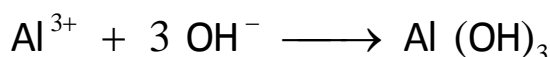
Analytické váhy, 2x kádinka 250 ml, lžička, laboratorní váhy, stříčka, odměrný válec 150 ml, odměrná zkumavka, kahan, trojnožka, síťka, skleněná tyčinka, kádinka 10 ml, stojan, filtrační nálevka, filtrační kruh, filtrační papír žlutá páska.

MATERIÁL A CHEMIKÁLIE:

Vzorek hlinité soli, 30% roztok chloridu amonného, indikátor methylová červeň, destilovaná voda, roztok amoniaku 1 : 3, 2% roztok dusičnanu amonného.

POSTUP:

1. Zvažte čistou, suchou kádinku 250 ml na analytických vahách s přesností na 0,1 mg.
2. Na laboratorních vahách do kádinky odvažte přibližně 2 g neznámého vzorku.
3. Kádinku se vzorkem znovu zvažte na analytických vahách s přesností na 0,1 mg.
4. Navážku vzorku rozpusťte ve 150 ml destilované vody.
5. K roztoku vzorku v kádince přidejte z odměrné zkumavky 2 ml 30% roztoku chloridu amonného, 1 ml 15% kyseliny chlorovodíkové a pár kapek indikátoru methylové červeně.
6. Kádinku přikryjte hodinovým sklíčkem a obsah pozvolna zahřívejte a mírně považte.
7. Vypněte kahan a po kapkách začněte do kádinky přidávat z pipety roztok amoniaku, až se roztok právě zbarví žlutě (při nadbytku amoniaku se sraženina hydroxidu hlinitého začne rozpouštět).
8. Hlinité kationty se srážejí za vzniku bílé sraženiny hydroxidu hlinitého.



9. Počkejte, až se sraženina usadí a poté čirý roztok nad sraženinou filtrujte přes filtrační papír se žlutou páskou.
10. Sraženinu na dně kádinky dekantujte horkým roztokem dusičnanu amonného a poté sraženinu kvantitativně spláchněte pomocí stříčky s destilovanou vodou na filtr.
11. Sraženinu na filtru promývejte teplou destilovanou vodou (celkový objem 20 ml).
12. Filtrační papír se sraženinou sbalte, vložte do označené porcelánové misky a předejte vyučujícímu, který materiál uschová do příštího laboratorního cvičení.

Hmotnost kádinky s neznámým vzorkem	
Hmotnost prázdné kádinky	
Hmotnost navážky vzorku	

2. LABORATORNÍ CVIČENÍ

vysušení, vyžihání a zvažení sraženiny, výpočet

POMŮCKY:

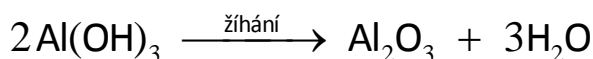
Analytické váhy, spalovací kelímek s víčkem, laboratorní kleště, exsikátor, laboratorní váhy, kahan, trojnožka, triángl.

MATERIÁL A CHEMIKÁLIE:

Filtrační papír se sraženinou vzorku (uschováno z minulého cvičení).

POSTUP:

1. Zvažte čistý, suchý a předem vyžiháný porcelánový kelímek na analytických vahách s přesností na 0,1 mg (vyžiháný kelímek je připravený v exsikátoru, a předá vám ho vyučující).
2. Papírový filtr se sraženinou $\text{Al}(\text{OH})_3$, který máte uschovaný z minulého cvičení, vložte do porcelánového kelímku.
3. Kelímek umístěte šikmo do triánglu na trojnožce a zahřívejte malým nesvítivým plamenem kahanu, až se filtrační papír vysuší a následně zpopelní.
4. Papír nesmí během sušení hořet (pokud papír vzplane, zakryjte kelímek víčkem – použijte laboratorní kleště).
5. Po zpopelnění filtračního papíru zesilte plamen kahanu na maximum a žiňte sraženinu v kelímku 30 minut – během žihání přechází hydroxid hlinitý na oxid hlinitý (pokud je laboratoř vybavena muflovou pecí, vyžihajte sraženinu při teplotě 1 200 °C).



6. Po 30 minutách nahřejte v kahanu laboratorní kleště a přeneste s jejich pomocí kelímek do exsikátoru.
7. Po vychladnutí kelímek zvažte na analytických vahách (kelímek přenášejte pomocí kleští, i když je studený).
8. Proveďte výpočty.

VYPRACOVÁNÍ:

1. Doplňte do tabulky odečtené a vypočítané hodnoty.

Hmotnost kádinky s neznámým vzorkem	
Hmotnost prázdné kádinky	
Hmotnost navážky vzorku	

Hmotnost spalovacího kelímku s Al_2O_3	
Hmotnost prázdného spalovacího kelímku	
Hmotnost Al_2O_3	

2. Výpočet hmotnosti hliníku ve vzorku z obsahu hliníku v Al_2O_3 .

$$w_{\text{Al}} = \frac{m_{\text{Al}}}{m_{\text{Al}_2\text{O}_3}} \Rightarrow m_{\text{Al}} = w_{\text{Al}} \cdot m_{\text{Al}_2\text{O}_3} \Rightarrow m_{\text{Al}} = \frac{2A_{\text{rAl}}}{M_{\text{rAl}_2\text{O}_3}} \cdot m_{\text{Al}_2\text{O}_3}$$

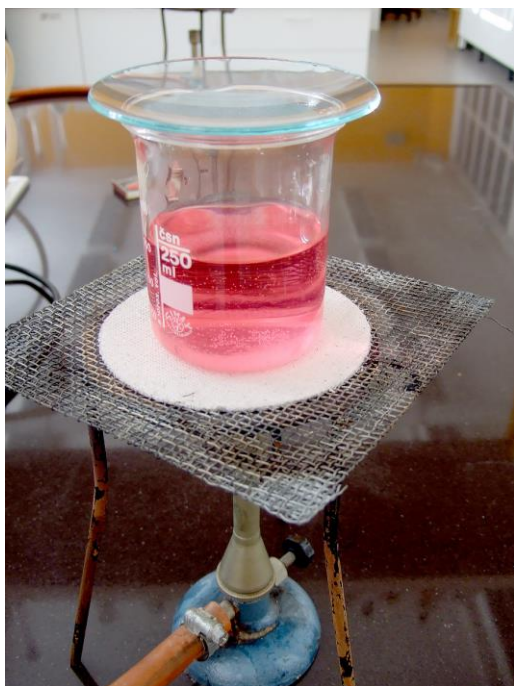
Hmotnost hliníku ve vzorku	
-----------------------------------	--

3. Výpočet hmotnostního procenta železa ve vzorku

$$w_{Al} = \frac{m_{Al}}{m_{VZORKU}}$$

$$\text{hmotnostní \% Al} = w_{Al} \cdot 100$$

FOTODOKUMENTACE:



Obrázek 2: Pozvolné zahřívání oksyleného roztoku s neznámým vzorkem, chloridem



Obrázek 3: Vznik bílé sraženiny hydroxidu hlinitého při opatrném přidávání roztoku amoniaku



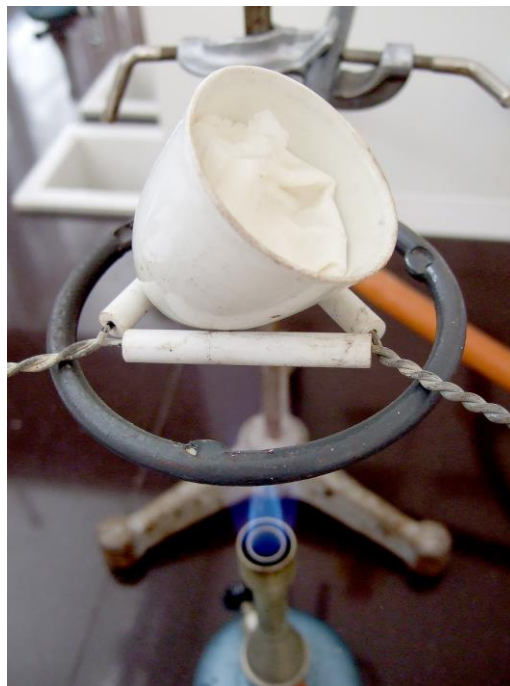
Obrázek 4: Postupná změna barvy roztoku z růžové na žlutou



Obrázek 5: Finální zbarvení roztoku



Obrázek 6: Papírový filtr se sraženinou $\text{Al}(\text{OH})_3$



Obrázek 7: Žihání kelímku se sraženinou



Obrázek 8: Zpopelnění filtračního papíru



Obrázek 9: Oxid hlinitý

ZÁVĚR:

SHRNUTÍ:

1. Rozhodněte na základě stanoveného hmotnostního procenta hliníku ve vzorku, která z následujících sloučenin byla vaším neznámým vzorkem.
 - a) $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$
 - b) $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$
 - c) $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12(\text{H}_2\text{O})$
2. Hmotnost navážky vzorku se v gravimetrii volí tak, aby hmotnost vážitelného produktu po vyžhání byla v rozmezí 0,2 až 0,5 g. Vypočítejte vhodnou navážku analytického vzorku **hexahydrátu chloridu hlinitého**, chceme-li, aby hmotnost vážitelného produktu byla okolo 0,5 g.
3. V tabulce je přehled filtračních papírů používaných v gravimetrii. Doplňte do posledního sloupce tabulky hustoty jednotlivých filtrů včetně typu sraženin, pro které jsou filtry vhodné.

SELEKTA		FILTRAK		POUŽITÍ
Číslo	Barva	Číslo	Barva	
589 ¹	Černá	388	Červená	
589 ²	Bílá	389	Žlutá	
589 ⁵	Červená	392	Fialová	
589 ⁶	Zelená	390	Modrá	
589 ³	Modrá	391	Zelená	

4. Vysvětlete pojem dekantace.

ZDROJE:

- [01] DVOŘÁK V., INDRA Z. *Analytická chemie pro SPŠ potravinářské*. Praha, 1992. 1. vydání.
[02] Obrázky 1–9: archiv autora.

METODICKÝ LIST

Název školy	Gymnázium a Jazyková škola s právem státní jazykové zkoušky Zlín
Autor	Mgr. Lubomír Sedláček, Ph.D.
Vzdělávací oblast	Člověk a příroda
Vzdělávací obor	Chemie
Tematický okruh	Gravimetrie – vážkové stanovení hliníku
Druh učebního materiálu	Laboratorní cvičení – žák
Cílová skupina	Žák, 17 – 18 let
Anotace	Pracovní list je určen do výuky laboratorních cvičení z chemie. Náplň: gravimetrie, srážení, filtrace, žíhání.