

ROZPOUŠTĚNÍ VZORKU

Pevné látky nejčastěji rozpouštíme v destilované vodě. Pokud je látka ve vodě nerozpustná, potom vzorek rozpouštíme v kyselinách nebo alkalických hydroxidech (např. kovy a jejich slitiny, uhličitany, sulfidy, oxidy kovů apod.). Pokud se látka nerozpouští ani v těchto činidlech, použijeme tzv. tavení: vzorek se v porcelánovém kelímku taví se směsí $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{K}_2\text{CO}_3$. Po rozpuštění vzorku se vychladlá tavenina vyluhuje do kádinky horkou destilovanou vodou.

SRÁŽENÍ

Účelem srážení je oddělit stanovovanou látku z roztoku nejen kvantitativně, ale také v čisté a dobře filtrovatelné formě. Srážení se provádí nejčastěji za vyšší teploty, srážedlo přidáváme po malých dávkách a za míchání. O úplnosti srážení se přesvědčíme tak, že sraženinu necháme sednout ke dnu a do čirého roztoku nad sraženinou přidáme pár kapek srážedla. Pokud se roztok ani nezakalí, je stanovovaná látka vysrážena kvantitativně.

FILTRACE, DEKANTACE, PROMÝVÁNÍ

Vzniklou sraženinu musíme oddělit od roztoku. Podle druhu sraženiny použijeme k filtraci papírový filtr nebo skleněný či porcelánový kelímeček s fritou.

Kvantitativní filtrační papíry se vyrábějí kruhové – s různým průměrem a různou velikostí pórů:

- Černá páska (nebo červený popis na krabici) – řídký filtr – pro amorfni sraženiny
- Bílá páska (nebo žlutá krabice) – středně husté filtry
- Modrá páska (modrá krabice) – husté filtry – pro jemné sraženiny (např. BaSO_4)

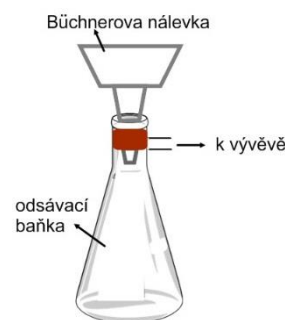
Skleněné a porcelánové filtrační kelímky, případně filtrační nuče (má stopku) jsou kelímky s pórovitým dnem (fritou) různé hustoty. Používáme je tehdy, když se sraženina pouze suší ($t = 100 - 130^\circ\text{C}$) nebo když filtrujeme agresivní látku. Filtrujeme za sníženého tlaku.



Obrázek 3: Filtrační kelímeček



Obrázek 4: Filtrační nuče



Obrázek 5: Filtrace za sníženého tlaku

Dekantace se provádí před odfiltrováním sraženiny. Provedení: do kádinky se sraženinou nalijeme malé množství promývacího roztoku, sraženinu v něm rozmícháme, necháme usadit a čirý roztok opatrně odlijeme přes filtr. Opakujeme většinou třikrát.

Promýváním na filtru odstraníme ionty, které by ovlivňovaly hmotnost vážené sraženiny.

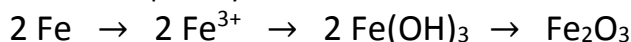
SUŠENÍ, SPALOVÁNÍ FILTRU, ŽIHÁNÍ

Sušením nebo žiháním převedeme sraženinu na látku o konstantním a přesně definovaném složení. Pro **sušení** používáme sušárnu, sraženinu sušíme do konstantní hmotnosti při $105 - 150^\circ\text{C}$. Pokud filtrační papír se sraženinou spalujeme, použijeme porcelánový kelímeček umístěný do trianglu nad kahanem. Kelímeček po spálení žiháme v elektrické peci při $500 - 1000^\circ\text{C}$.

VÝPOČET V GRAVIMETRII

Příklad 1:

Při stanovení železa ve vzorku převedeme všechno železo obsažené ve vzorku do roztoku, zoxidujeme je na Fe^{3+} a vysrážíme jako $\text{Fe}(\text{OH})_3 \cdot n \text{H}_2\text{O}$. Sraženinu zfiltrujeme, promyjeme a žiháním převedeme na Fe_2O_3 , který vážíme. Následující schéma vyjadřuje stechiometrické poměry:



Z uvedeného schématu vyplývá:

$$\frac{n(\text{Fe})}{n(\text{Fe}_2\text{O}_3)} = \frac{2}{1}$$

$$n(\text{Fe}) = 2 n(\text{Fe}_2\text{O}_3)$$

Hmotnost hledané složky se určí jako součin gravimetrického faktoru a hmotnosti nalezené (vážené) sloučeniny. Takže hmotnost železa ve vzorku vypočítáme tak, že dosadíme za n ($n = m/M$) a upravíme:

$$m(\text{Fe}) = 2 \frac{M(\text{Fe})}{M(\text{Fe}_2\text{O}_3)} \cdot m(\text{Fe}_2\text{O}_3)$$

Výraz $2 M(\text{Fe}) / M(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ označujeme jako **gravimetrický faktor**.

Příklad 2:

Máme roztok vzorku obsahující 0,4570 g bezvodého síranu železitého. Ionty Fe^{3+} byly vysráženy amoniakem ve formě $\text{Fe}(\text{OH})_3$, a po vyžhání bylo získáno 0,1825 g Fe_2O_3 . Jaký je hmotnostní obsah železa ve vzorku?

Z molárních poměrů vyplývá: 2 $M(\text{Fe})$ odpovídá 1 $M(\text{Fe}_2\text{O}_3)$

Pro hmotnost tedy vyplývá:

$$\begin{array}{rcl} 2 \times 55,85 \text{ g Fe} & \dots\dots\dots & 159,70 \text{ g Fe}_2\text{O}_3 \\ x \text{ g Fe} & \dots\dots\dots & 0,1825 \text{ g Fe}_2\text{O}_3 \\ \hline & & X = 0,1276 \text{ g Fe} \end{array}$$

PŘÍPRAVA:

1. Zopakujte si učivo: výpočet z chemických rovnic a výpočet gravimetrického faktoru.
2. Zopakujte si princip vážení na analytických vahách.
3. Seznam se s R a S větami pro používané chemikálie.
4. Za použití uvedené teorie, odborné literatury nebo internetových zdrojů vypracuj úkoly (úkol 1 - 4).
5. V laboratoři budete dále potřebovat: plášť, kalkulačku, periodickou tabulku prvků.

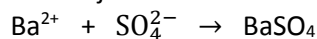
ÚKOLY:

1. Principem gravimetrické stanovení síranových aniontů je iontová reakce: $\text{Ba}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} \rightarrow \text{BaSO}_4$
Zapiš celkovou rovnici reakce, použijeme - li jako vzorek pro stanovení síran sodný.
2. Urči gravimetrický faktor pro stanovení síranových iontů.
3. Co (jaká veličina) udává míru rozpustnosti dané sraženiny?

4. Srovnej toxicitu dvou barnatých solí - chloridu barnatého a síranu barnatého – a zdůvodni rozdíl v jejich účinku na člověka. Kde a k čemu se v praxi (v souvislosti s lidským organismem a zdravotnictvím) používá síran barnatý?

Gravimetrické stanovení síranů jako BaSO₄

Principem gravimetrické stanovení síranových aniontů je reakce:



POMŮCKY:

váhy, odměrná baňka 100 ml nebo nedělená pipeta 100 ml, kádinka 250 ml, dělená pipeta 10ml, stojan, varný kruh, síťka, kahan, filtrační kruh, nálevka, skleněná tyčinka, odměrný válec 10 ml, stříčka, filtrační papír s modrou páskou.

CHEMIKÁLIE:

roztok vzorku obsahující sírany, roztok HCl ($c = 2 \text{ mol/dm}^3$), 10% roztok BaCl₂, roztok AgNO₃ ($c = 0,1 \text{ mol/dm}^3$)

POSTUP:

1. Odměrnou baňkou nebo nedělenou pipetou odměřte přesně 100 ml roztoku vzorku. (toto množství vzorku obsahuje 0,1 – 0,2 g síranových aniontů)
2. Kvantitativně převedte do kádinky a okyselte 5 cm³ roztoku HCl.
3. Zahřejte k varu a sražejte po kapkách asi 10 cm³ roztoku BaCl₂.
4. Po usazení sraženiny proveďte zkoušku na dokonalost vysrážení malým přídatkem BaCl₂.
5. Reakční směs zfiltrujte předem zvažným filtračním papírem s modrou páskou.
6. Sraženinu na filtru několikrát promyjte horou destilovanou vodou – až do negativní reakce na chloridy ve filtrátu (přítomnost Cl⁻ dokážeme roztokem AgNO₃).
7. Filtr se sraženinou vysušte v sušárně do konstantní hmotnosti a zvažte.

Stanovení síranových iontů proveďte dvakrát a pro výpočet vezměte průměrnou hodnotu z obou stanovení.

VYPRACOVÁNÍ:

R a S věty použitých látek:

BaCl₂: R – věty: R 20, R 25. S – věty: S ½, S 45.

HCl: R – věty: R 34, R 37. S – věty: S ½, S 26, S 45.

TABULKA:

Tabulka 1: Výpočet praktického výtěžku BaSO₄

Stanovení	Hmotnost filtračního papíru (g)	Hmotnost filtračního papíru se sraženinou po vysušení (g)	Hmotnost sraženiny BaSO ₄ (g)
1			
2			
průměr	---	---	

Poznámka:

V analytické praxi je minimální počet stanovení 3. Pro výpočet se potom bere jejich průměr, přičemž výsledky všech tří stanovení by se neměly nijak zásadně od sebe odlišovat.

VÝPOČET:

Vypočítej obsah síranových iontů ve vzorku

ZÁVĚR:

OBSAH SÍRANOVÝCH IONTŮ VE VZORKU:

SHRNUTÍ:

1. Na jakém principu je založena gravimetrie?
2. Zapiš chemickou rovnicí princip důkazu přítomnosti chloridů v matečném roztoku.
3. Zapiš součin rozpustnosti pro síran barnatý.
4. Síran barnatý je hlavní složkou jednoho minerálu. Uveď jeho název:
5. Vypočítejte, kolik gramů 10% roztoku BaCl_2 je třeba k úplnému vysrážení 0,1 g síranových iontů ze vzorku.

SEZNAM ZDROJŮ:

- [01] MORAVCOVÁ, Hana. *Analytická chemie – klasické metody I.* 1. vydání. Ostrava: Nakladatelství Pavel Klouda, 1999. 44 s. ISBN 80-902155-8-0
- [02] HOLZBECHER; Záviš, CHURÁČEK; Jaroslav. *Analytická chemie.* 1. vydání. Praha: SNTL, 1987. 664 s. 04–612–57
- [03] *Wikipedie: Otevřená encyklopedie: Kyselina chlorovodíková* [online]. c2012 [citováno 30. 05. 2013]. Dostupný z WWW: <http://cs.wikipedia.org/wiki/Kyselina_chlorovod%C3%ADkov%C3%A1>
- [04] *Wikipedie: Otevřená encyklopedie: Chlorid barnatý* [online]. c2013 [citováno 30. 05. 2013]. Dostupný z WWW: <http://cs.wikipedia.org/wiki/Chlorid_barnat%C3%BD>
- [05] *Wikipedie: Otevřená encyklopedie: Síran barnatý* [online]. c2013 [citováno 30. 05. 2013]. Dostupný z WWW: <http://cs.wikipedia.org/wiki/S%C3%ADran_barnat%C3%BD>

METODICKÝ LIST

Název školy	Gymnázium a Jazyková škola Zlín
Autor	Mgr. Svatava Benešová
Vzdělávací oblast	Srážecí reakce. Gravimetrie
Vzdělávací obor	Chemie
Tematický okruh	Analytická chemie kvantitativní
Druh učebního materiálu	Laboratorní cvičení – žák
Cílová skupina	Žák, 18 – 19 let
Anotace	Pracovní list určen do výuky studentům - podklad pro laboratorní cvičení z chemie. Informace student čerpá z vlastních poznámek, odborné literatury a internetu. Náplň: využití srážecích reakcí v kvantitativní analýze, výpočet gravimetrického faktoru a stanovení obsahu určité látky ve vzorku.