

# T É M A: GRAVIMETRIE

Vypracoval/a:

Třída:

Spolupracoval/a:

Datum:

## NÁPLŇ PRÁCE:

### GRAVIMETRICKÉ STANOVENÍ ŽELEZA

#### ANOTACE:

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

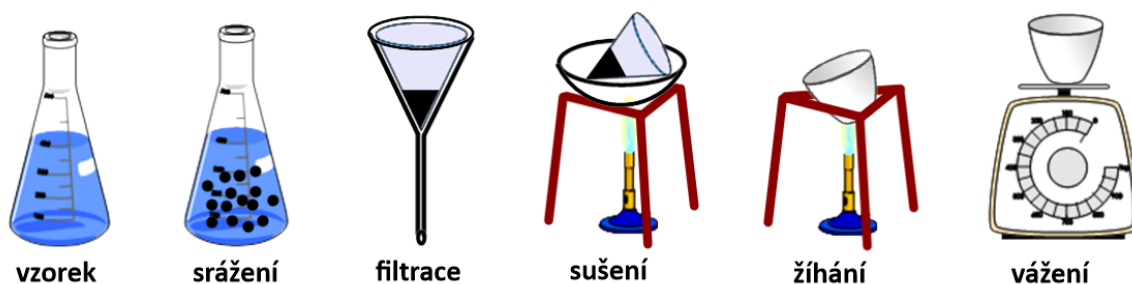
#### TEORIE:

##### 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.

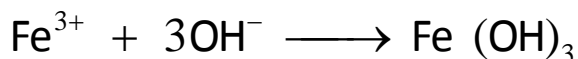
Vysrážený produkt se po odfiltrování a promytí suší, případně spaluje a žíhá na chemickou sloučeninu přesně definovaného složení, nazývanou vážitelný produkt. Z jeho hmotnosti se vypočítá obsah stanovované složky ve vzorku.



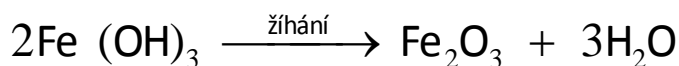
Obrázek 1: Sled operací při vážkové analýze

##### Princip stanovení

Kationty železité se z kyselých roztoků srážejí zředěným roztokem amoniaku za horka jako hydroxid železitý



Vyloučený hydroxid železitý se filtruje a promývá roztokem dusičnanu amonného. Filtr se sraženinou se vysuší, papír zpopelní a sraženina se vyžíhá při 900 °C na červenohnědý oxid železitý, 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 železa v neznámé krystalické sloučenině železa, která je rozpustná ve vodě. Železo je v této sloučenině ve formě železitých kationtů.

## 1. LABORATORNÍ CVIČENÍ

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

### POMŮCKY:

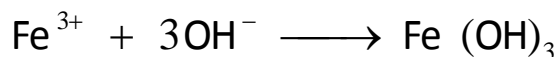
Analytické váhy, 2x kádinka 250 ml, lžička, laboratorní váhy, stříčka, odměrný válec 150 ml, odměrná zkumavka, kahan, trojnožka, síťka, skleněná tyčinka, kádinka 10 ml, stojan, filtrační nálevka, filtrační kruh, filtrační papír žlutá páska.

### MATERIÁL A CHEMIKÁLIE:

Vzorek železité soli, destilovaná voda, roztok amoniaku 1 : 3, pevný chlorid amonný, 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 1 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 a přidejte 1 g chloridu amonného.
5. Kádinku přikryjte hodinovým sklíčkem a obsah pozvolna zahřívejte a mírně považte.
6. Vypněte kahan, pH papírkem ověřte kyselost roztoku a začněte do kádinky velmi pomalu přidávat za stálého míchání roztok amoniaku (srážedla).
7. Během přidávání srážedla sledujte indikátorovým papírkem hodnotu pH.
8. Přidávání srážedla ukončete v okamžiku, kdy pH roztoku dosáhne hodnoty 7–9.
9. Železité kationty se srážejí za vzniku rezavě hnědé sraženiny hydroxidu železitého.



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

## 2. LABORATORNÍ CVIČENÍ

### vysušení, vyžihání a zvažení sraženiny, výpočet

#### POMŮCKY:

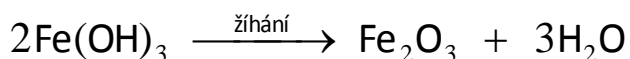
Analytické váhy, spalovací kelímek s víčkem, laboratorní kleště, exsikátor, laboratorní váhy, kahan, trojnožka, trojúhelník.

#### 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  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ , který máte uschovaný z minulého cvičení, vložte do porcelánového kelímku.
3. Kelímek umístěte šikmo do trojúhelníku 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 železitý na oxid železitý.



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 přenášíte 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	
<b>Hmotnost navážky vzorku</b>	

Hmotnost spalovacího kelímku s $\text{Fe}_2\text{O}_3$	
Hmotnost prázdného spalovacího kelímku	
<b>Hmotnost <math>\text{Fe}_2\text{O}_3</math></b>	

2. Výpočet hmotnosti železa ve vzorku z obsahu železa v  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

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

<b>Hmotnost železa</b>	
------------------------	--

3. Výpočet hmotnostního procenta železa ve vzorku.

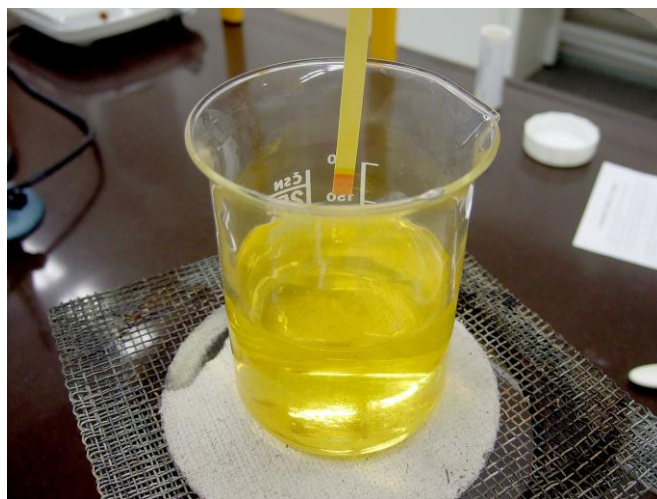
$$w_{Fe} = \frac{m_{Fe}}{m_{VZORKU}}$$

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

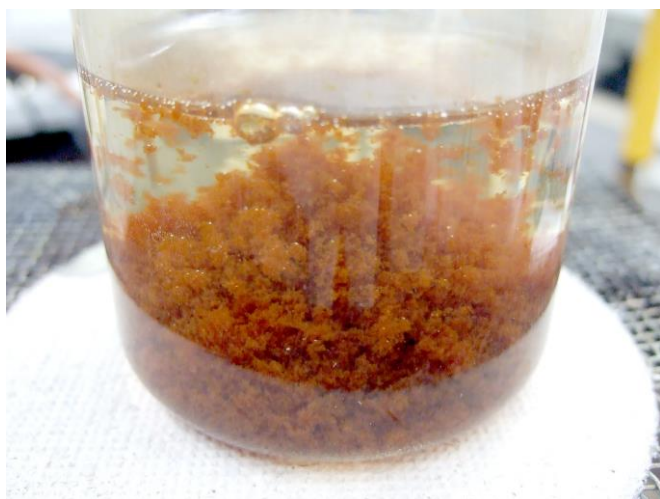
#### FOTODOKUMENTACE:



Obrázek 2: Pomalé zahřívání roztoku



Obrázek 3: Ověření kyselosti pH papírkem



Obrázek 4: Vzniklá sraženina



Obrázek 5: Ukončení přidávání srážedla

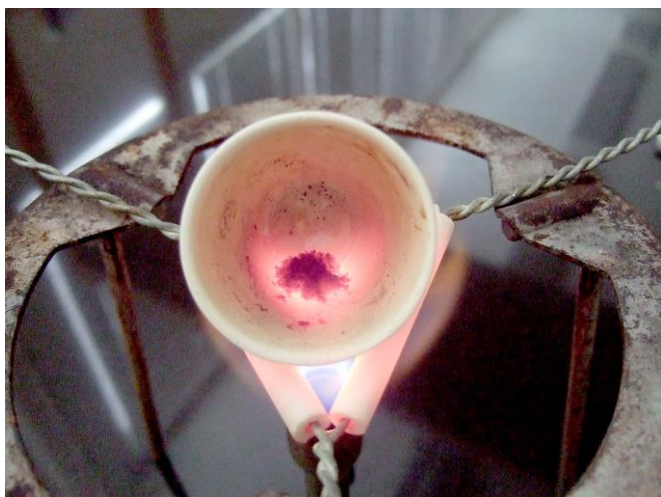




Obrázek 6: Filtrace vzniklé sraženiny  $\text{Fe}(\text{OH})_3$



Obrázek 7: Žihání sraženiny  $\text{Fe}(\text{OH})_3$



Obrázek 8: Ukončení žihání



Obrázek 9: Vzniklý oxid železitý

## ZÁVĚR:

## SHRNUTÍ:

1. Rozhodněte na základě stanoveného hmotnostního procenta železa ve vzorku, která z následujících sloučenin byla vaším neznámým vzorkem.
  - a)  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
  - b)  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$
  - c)  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
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 železitého**, 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 <sup>1</sup>	Černá	388	Červená	
589 <sup>2</sup>	Bílá	389	Žlutá	
589 <sup>5</sup>	Červená	392	Fialová	
589 <sup>6</sup>	Zelená	390	Modrá	
589 <sup>3</sup>	Modrá	391	Zelená	

4. Jaké náplně se používají jako vysoušedla do exsikátorů?

## 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 železa
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.