



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

## Vzdělávací materiál vytvořený v projektu OP VK

<b>Název školy:</b>	Gymnázium, Zábřeh, náměstí Osvobození 20
<b>Číslo projektu:</b>	CZ.1.07/1.5.00/34.0211
<b>Název projektu:</b>	Zlepšení podmínek pro výuku na gymnáziu
<b>Číslo a název klíčové aktivity:</b>	III/2 - Inovace a zkvalitnění výuky prostřednictvím ICT

### Anotace

<b>Název tematické oblasti:</b>	Soubor návodů do laboratorních cvičení (PCh)
<b>Název učebního materiálu:</b>	Gravimetrie – stanovení Fe v $\text{FeSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
<b>Číslo učebního materiálu:</b>	VY_32_INOVACE_Ch0112
<b>Vyučovací předmět:</b>	Praktikum z chemie
<b>Ročník:</b>	3. ročník čtyřletého gymnázia septima osmiletého gymnázia
<b>Autor:</b>	Zbyněk Vlček
<b>Datum vytvoření:</b>	31.1.2013
<b>Datum ověření ve výuce:</b>	27.2.2013
<b>Druh učebního materiálu:</b>	Pracovní list
<b>Očekávaný výstup:</b>	Pracovní list slouží v první řadě jako návod pro činnost žáků v laboratorním cvičení. Dále žáci využijí pracovní list pro vypracování protokolu z laboratorního cvičení. V závěru protokolu žáci odpovědí na otázky, které jsou uvedené v pracovním listu. Protokol odevzdají učitelé v elektronické podobě (ve formátu pdf).
<b>Metodické poznámky:</b>	Je dobré počítat s časovou náročností cvičení. Příprava vzorků pro studenty proběhla v den cvičení.

## Laboratorní cvičení 12

### Téma: Gravimetrie - stanovení Fe v FeSO<sub>4</sub> · 7H<sub>2</sub>O

#### Princip úlohy:

Vysvětlíte princip gravimetrického stanovení Fe použitého v úkole (nikoliv obecný princip gravimetrie).

#### Postup:

Vzorek FeSO<sub>4</sub> · 7H<sub>2</sub>O zředíte destilovanou vodou na objem 150 cm<sup>3</sup>, přidejte 1 g NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> a 10 cm<sup>3</sup> roztoku H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (w = 10 %), směs dobře promíchejte. Takto upravený vzorek zahřívejte za občasného promíchání v kádince (250 cm<sup>3</sup> vysoká) přikryté hodinovým sklem na teplotu 80°C až 90°C. Při zahřívání dochází k oxidaci Fe<sup>2+</sup> na Fe<sup>3+</sup>, což se projeví zežloutnutím roztoku, a rozloží se nadbytečný H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Případná hydrolyza železité soli, která se projevuje oranžovým nebo červenohnědým zbarvením roztoku nebo vznikem sraženiny stejné barvy, se potlačí přidáním malého množství 2M HCl (HCl si odeberte ze zásobní láhve do zkumavky). Před vlastním srážením musí být vzorek žlutý a čirý.

Během zahřívání vzorku si připravte 250 g 2%-ního roztoku NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>, který bude použit jako promývací roztok při dekantaci a promývání na filtru. Pevný NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> važte na předvážkách, připravený roztok zahřejte.

Po ukončení zahřívání vzorku spláchněte kapalinu z hodinového skla do vzorku. Vzorek srážejte za horka 8%-ním vodným roztokem amoniaku (amoniak si odebírejte ze zásobní láhve do zkumavky), dokud se tvoří sraženina Fe(OH)<sub>3</sub> a až roztok (vzorek) slabě zapáchá po amoniaku (roztok nad sraženinou se přidáním amoniakem nesráží). Při správném postupu srážení se sraženina rychle sbalí, tj. usadí se ke dnu ve formě jemných vloček hnědé barvy a zanechá nad sebou bezbarvý čirý roztok. Sbalení může trvat několik minut.

Po usazení sraženiny čirý roztok nad sraženinou filtrujte kvantitativním filtrem (Filtrak 389, žlutý) a sraženinu třikrát dekantujte horkým roztokem NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>. Po každé dekantaci roztok nad sraženinou zfiltrujte. Po poslední dekantaci kvantitativně spláchněte sraženinu na filtr a promývejte horkým roztokem NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> až filtrát nereaguje na anionty síranové.

Během dekantace a promývání vyžehajte porcelánový kelímeček, nechte ho vychladnout na teplotu místnosti a zvažte ho nejdříve na předvážkách a pak analytických váhách (přesná hmotnost).

Filtr se sraženinou sbalte a vložte do předem vyžíhaného a zváženého porcelánového kelímku (případně nechejte vyschnout do příštího cvičení), vysušte ho opatrným zahříváním, spalte filtrační papír a zbytek vyžehajte při teplotě 900°C do konstantní hmotnosti (30 až 60 minut). Při žhání nesmí být teplota vyšší než 1200°C, protože by mohl nastat částečný rozklad Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> na Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

Po vychladnutí kelímku v exsikátoru se váží Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Kelímeček s Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> zvažte na předvážkách a pak na analytických váhách.

#### Úkoly do závěru:

- 1) Zapište chemickou rovnicí reakci vzniku Fe(OH)<sub>3</sub> při srážení vodným roztokem NH<sub>3</sub>.
- 2) Zapište chemickou rovnicí reakci probíhající při žhání Fe(OH)<sub>3</sub>.
- 3) Vypočtete gravimetrický faktor (na 4 desetinná místa) pro stanovení Fe jako Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.
- 4) Vypočtete hmotnost Fe ve vzorku FeSO<sub>4</sub> · 7H<sub>2</sub>O (v celých mg), uveďte číslo použitého vzorku.
- 5) Vypočtete hmotnost FeSO<sub>4</sub> · 7H<sub>2</sub>O (v celých mg) v použitém vzorku.
- 6) Uveďte dvě látky (kromě silikagelu), které lze použít jako sušící látky v exsikátoru.

## Gravimetrie

Gravimetrie – vážková analýza – patří mezi metody kvantitativní analytické chemie.

Při gravimetrii se zkoumaný vzorek působením srážecího činidla převede na prakticky nerozpustnou sraženinu, která se po promytí a vysušení, popř. vyžihání, váží. Původně vzniklá sraženina se často převádí na jinou látku, která se pak váží.

Při vážení se v gravimetrii používají analytické váhy, hmotnost látky se před vážením určí orientačně na předvážkách.

Základním požadavkem při gravimetrii je, aby vznikající sraženina byla dobře filtrovatelná. Proto je snahou získat sraženiny tvořené hrubšími částicemi. Toho se dosáhne srážením za horka a necháním sraženiny určitou dobu stát.

Před filtrací se sraženina dekantuje (nejčastěji 3x a za horka). Po filtraci se sraženina promývá na filtru, odstraňují se ionty, které by ovlivnily hmotnost vážené sraženiny (obecně ionty soli z původního vzorku, které se nestanovují).

Pokud se při gravimetrii vážená látka žihá, tak se na filtraci používají kvantitativní (bezpopelové) filtrační papíry.

Žihání se provádí v porcelánovém kelímku. Aby při chladnutí vážená látka nepřijímala vzdušnou vlhkost, tak se kelímek s váženou látkou nechá vychladnout v exsikátoru. Exsikátor obsahuje sušící látku, např. silikagel nasycený  $\text{CoCl}_2$ , který je v bezvodém stavu modrý, v hydratovaném růžový.

Při výpočtech se u stanovované látky určuje její gravimetrický faktor ve vážené látce. Pro jeho výpočet lze použít vztah:

$$f = \frac{n(\text{B}) \cdot M(\text{B})}{n(\text{A}) \cdot M(\text{A})}, \text{ kde je}$$

$n(\text{B})$  ... látkové množství stanovované látky B v jednotkovém látkovém množství vážené látky A

$M(\text{B})$  ... molární hmotnost stanovované látky B

$n(\text{A})$  ... jednotkové látkové množství vážené látky A

$M(\text{A})$  ... molární hmotnost vážené látky A

$$\text{Například } f \text{ pro stanovení Al jako } \text{Al}_2\text{O}_3 \text{ je } f = \frac{2 \cdot M(\text{Al})}{M(\text{Al}_2\text{O}_3)} = \frac{2 \cdot 26,9815}{101,9613} = 0,5292 .$$

Hmotnost stanovované látky se vypočte tak, že se hmotnost odpovídající vážené látky vynásobí gravimetrickým faktorem stanovované látky.

## Citace:

ŠRÁMEK, V.; KOSINA, L. *Analytická chemie*. 1. vyd. Olomouc : FIN, 1996. ISBN 80-7182-005-9. s. 57

ADAMKOVIČ, J.; ŠRAMKO, T.; LIŠKA, O.; MAŠÍN, J. *Analytická chemie pro 3. ročník gymnázií*. 1. vyd. Praha : SNTL, 1988. s. 144 - 146