

Gravimetrie

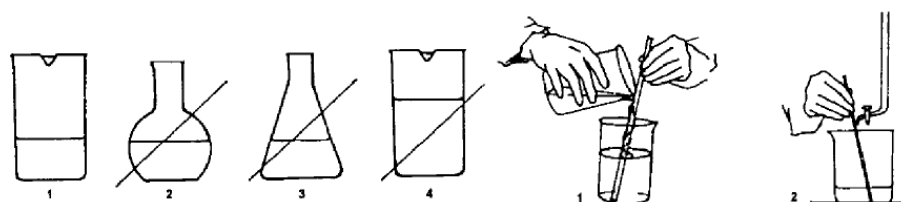
Úvod

Základem vážkové analýzy je vyloučení určované látky ve formě málo rozpustné sloučeniny a její převedení na sloučeninu přesně definovanou, která se váží. Navážka vzorku se po převedení do roztoku a úpravě reakčních podmínek (objem, teplota, pH...) sráží vhodným srážedlem. Vyloučená sraženina se zbaví stržených nečistot a matečného louhu sérií operací, z nichž nejběžnější je zrání, dekantace, filtrace a promývání na filtru. Izolovaná sraženina (**srážená forma**, požadavkem je nepatrná rozpustnost ve vodě a tvorba dobře filtrovatelné sraženiny) se převede na sloučeninu přesně definovanou (**važitelná forma**, jednotné složení, odolnost pro vlhkosti, pokud možno vysoká molekulová hmotnost) sušením nebo žíháním.

Pokud má gravimetrie přinášet přesné a správné výsledky, je důležitá velká pečlivost a správná technika provedení celého postupu stanovení.

Schematické znázornění jednotlivých kroků při gravimetrii

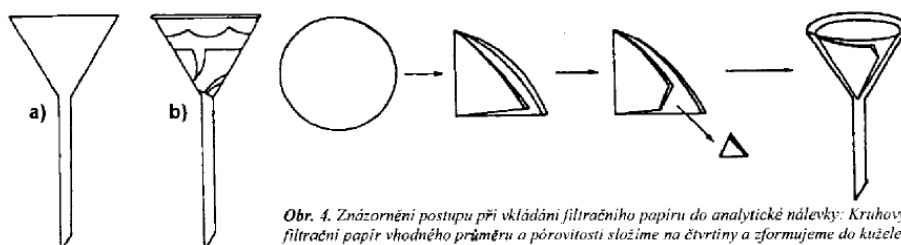
1. Správný postup srážení



Obr. 1. Objem roztoku a tvar nádoby při srážení.
1 - správně, 2,3 - nevhodné nádoby, 4 - nesprávný objem

Obr. 2. Srážení. 1 - přidávání činidla z kádinky,
2 - přidávání činidla z byřety

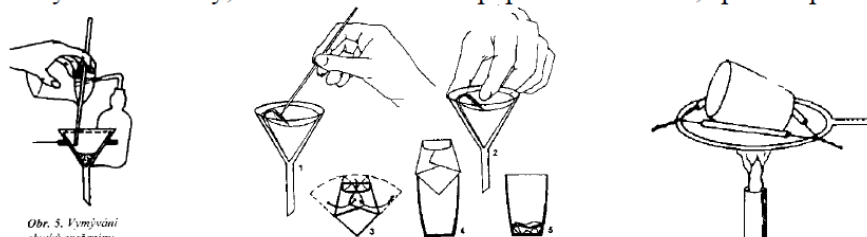
2. Skládání filtračního papíru pro filtraci



Obr. 3. Nálevky:
a - obvyčejná
b - rychlofiltrační

Obr. 4. Znázornění postupu při vkládání filtračního papíru do analytické nálevky: Kruhový filtrační papír vhodného průměru a pórovitosti složíme na čtvrtiny a zformujeme do kužele, který vložíme do nálevky tak, aby dobře přiléhal na její stěny. Podle kužele nálevky někdy musíme více nebo méně přeložit poslední překlad papíru a použít buďto menší nebo větší kužel tvořený filtrem. Aby se filtrace nezpomalovala přísáváním vzduchu mezi filtrem a stěnami nálevky, **utrháme** v místě trojnásobného přeložení papíru malý trojúhelník na okraji. Založený filtr naplníme vodou a přitlačením papíru na stěny nálevky odstraníme vzduchové bubliny. **Filtrační papír má v nálevce sahat asi 0,5 cm pod její horní okraj.**

3. Výmývání zbytků sraženiny, skládání filtračního papíru do kelímku, správná poloha kelímku



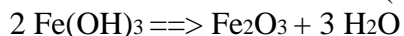
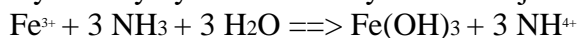
Obr. 5. Výmývání zbytků sraženiny.

Stanovení železité soli jako Fe₂O₃

Princip:

Roztok železité soli se za horka a za přítomnosti NH₄Cl sráží zředěným amoniakem.

Vyloučený hydroxid železitý se odfiltruje a žiháním převede na Fe₂O₃, který se váží:



Poznámky:

Železo se nesráží jako Fe(OH)₃, ale jako nestechiometrická sloučenina, jejíž složení závisí na podmínkách srážení (zvláště pH, ale i na počáteční koncentraci Fe₃₊ atd.). Proto nestačí pouhé vysušení sraženiny, ale je nutné ji žiháním převést na Fe₂O₃. V průběhu spalování na filtru se Fe^{III} částečně redukuje na Fe^{II}, který je nutné převést zpátky na Fe^{III} (jinak dochází k negativní chybě). Toho lze dosáhnout delším žiháním za přístupu vzduchu (kyslíku). Kelímky jsou před začátkem cvičení žihány v muflové peci při 850 °C a před vážením je třeba je nechat zchladnout asi půl hodiny v exikátoru.

Pracovní postup:

Ke vzorku Fe³⁺ soli v 50 ml odměrné baňce přidáme asi 5 kapek koncentrované HNO₃, doplníme po značku a řádně promícháme. Ke stanovení odpipetujeme 20 ml vzorku (aliquotní díl, který se bude gravimetrovat) do kádinky přiměřeného objemu (250 ml). Přikápneme 1 ml konc. HNO₃ a zahřejeme k varu (tím se veškeré železo zoxiduje na Fe³⁺). Roztok dále zředíme destilovanou vodou na 1/3 jmenovitého objemu kádinky, přidáme 10 ml připraveného roztoku NH₄Cl (koncentrace 8 g na 15–20 ml vody), zahřejeme a za stálého míchání srážíme zředěným amoniakem (zř. 1:5), až je ze směsi slabě cítit (obvykle postačuje 9–10 ml). Po kvantitativním vyloučení hydroxidu železitého roztok se sraženinou zahříváme (téměř k varu nebo na vodní lázni) až dojde ke sbalení sraženiny. Poté za horka opakovaně dekantujeme (cca 3x) horkým 1 % amoniakálním roztokem NH₄NO₃ (vyšší teplota a přítomnost dusičnanu amonného zabraňují přechodu sraženiny na koloidní formu) a pak převedeme sraženinu na filtrační papír, tzv. červená páska – největší pórovitost filtračního papíru, což je pro filtraci Fe(OH)₃ postačující. Sedlinu na filtru promýváme horkým roztokem NH₄NO₃. Sedlina je promyta tehdy, jestliže 5 ml filtrátu slabě okyseleného kyselinou dusičnou se ve zkumavce nezakalí po přidávku AgNO₃ (tj. neobsahuje ionty Cl⁻, které by způsobovaly negativní chybu tvorbou těkavého FeCl₃). Filtr se sedlinou vyjmeme z nálevky a položíme na 3x přeložený filtrační papír a překryjeme dalším kusem 3x přeloženého filtračního papíru. Tímto způsobem vymačkáme z filtrovaného vzorku vodu. Dále filtrační papír se vzorkem předepsaným způsobem sbalíme a vložíme do porcelánového kelímku (který byl předtím vyžihán do konstantní hmotnosti). Vzorek v kelímku předepsaným způsobem spálíme a vyžiháme (nejsprávnější postup je žihání do konstantní hmotnosti, zde z časových důvodů žiháme půl hodiny) a dáme žihat na další půl hodiny do muflové pece zahřáté na 850°C. Po ukončení žihání dáme kelímek vychladnout (asi půl hodiny) do exikátoru (pozor, kleště je třeba před manipulací s kelímek nahřát, aby kelímek nepraskl). Po vychladnutí kelímek zvážíme na stejných vahách, na kterých jsme vážili kelímek prázdný a vypočteme obsah Fe.

Výsledek přepočteme na obsah v odměrné baňce.

M (Fe) = 55,85 g/mol; M (Fe₂O₃) = 159,70