

7. VÁŽKOVÁ ANALÝZA (GRAVIMETRIE)

Vážková analýza neboli gravimetrie (z latiny *gravis* = těžký, z řečtiny *metrein* = měřit) patří k nejstarším kvantitativním analytickým technikám. Vážková analýza zahrnuje všechny analytické techniky, při nichž se z měření hmotnosti nebo jejich změn stanovuje kvantitativní složení vzorku. Metoda je technicky velice jednoduchá a mnohdy slouží jako referenční (je správná a přesná).

Nejdůležitějším krokem gravimetrické analýzy je převedení stanovovaného analytu na formu vhodnou pro vážení. Po takovém převodu pomocí chemické reakce následně vzniklý velmi málo rozpustný produkt (sraženinu) zvážíme. V řadě případů je však nezbytné vyloučenou sraženinu na stechiometricky přesně definovanou formu adjustovat; k tomu se nejčastěji využívá žihání.

Po převedení analytu do roztoku a úpravě reakčních podmínek (objem, teplota, pH...) je stanovovaná látka srážena pomocí nejrůznějších činidel, přičemž je třeba dbát na vhodné podmínky, aby nedošlo ke ztrátám nebo znečištění sraženiny (srážení musí být kvantitativní). Sraženinu je nutné promýt, vysušit, případně vyžít - převést na definovaný produkt. Je nutné dbát na optimální vlastnosti sraženiny, nesmí vznikat koloid. Vyloučenou sraženinu zbavíme nečistot a matečného louhu sérií operací, z nichž nejběžnější je zrání, dekantace, filtrace, promývání na filtru. K filtraci lze použít papírový filtr nebo filtrační kelímek (porcelánový, skleněný).

Izolovanou sraženinu převedeme na sloučeninu přesně definovanou, jednotného složení, odolnou proti vlhkosti, pokud možno s vysokou molekulovou hmotností, a to sušením nebo žiháním.

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

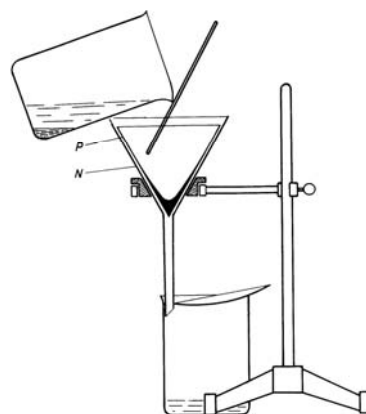
Gravimetricky lze v podstatě stanovit každý prvek nebo část sloučeniny (a to i sloučeniny organické), které lze převést na chemicky definovatelnou sraženinu. Stanovení může být buď přímé, při němž se sráží a váží stanovovaný analyt, nebo nepřímé, při němž se analyt z roztoku nevyklučuje, ale oddělí se od něj všechny nečistoty a zůstane pouze stanovovaná látka – popel.

Schematické znázornění jednotlivých kroků při gravimetrii

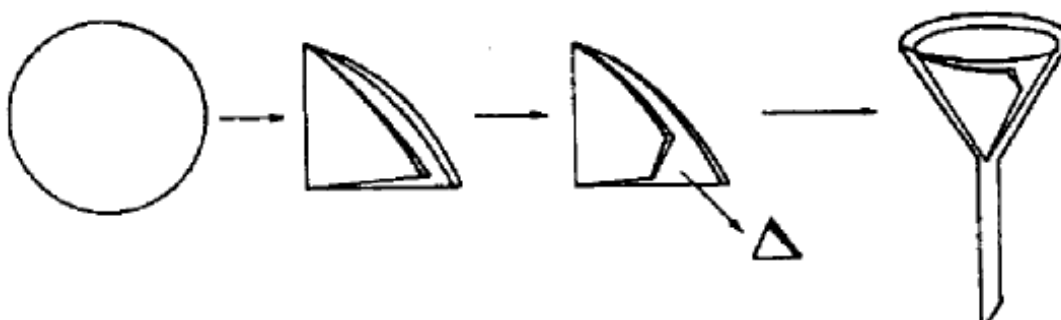
- Správný postup srážení
- Skládání filtračního papíru pro filtraci
- Vymývání zbytků sraženiny
- Skládání filtračního papíru do kelímku
- Správná poloha kelímku při žihání



Obr. 7.1. Srážení (přidávání činidla do kádinky)



Obr. 7.2. Filtrace



Obr.7.3. Správný postup skládání filtračního papíru



Obr. 7.4. Vymývání zbytků sraženiny



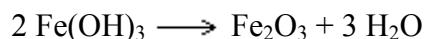
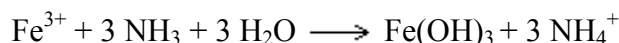
Obr. 7.5. Skládání filtru se sraženinou a žihání

ÚLOHA 7.1.

STANOVENÍ ŽELEZITÉ SOLI JAKO Fe_2O_3

Roztok železité soli se za horka a za přítomnosti NH_4Cl sráží zředěným amoniakem.

Vyloučený hydroxid železitý se odfiltruje a **žiháním** převede na Fe_2O_3 , který se **váží**.



Železitá sůl se nesráží jako $\text{Fe}(\text{OH})_3$, ale jako nestechiometrická sloučenina, jejíž složení závisí na podmínkách srážení (zvláště pH, ale i na počáteční koncentraci Fe^{3+} atd.). Proto nestačí pouhé vysušení sraženiny, ale je nutné ji žiháním převést na Fe_2O_3 . V průběhu spalování na filtru se Fe^{3+} částečně redukuje na Fe^{2+} , který je nutné převést zpátky na Fe^{3+} (jinak dochází k negativní chybě). Toho lze dosáhnout delším žiháním za přístupu vzduchu (kyslíku).

Pomůcky: exsikátor, kleště, stojan, kruh, kelímek porcelánový, kahan
kádinka 400 ml, filtrační papír
nálevka; lžička

Chemikálie: 5% NH_4OH 1% NH_4NO_3 NH_4Cl

Pracovní postup:

Vzorek Fe^{3+} soli kvantitativně přeneste do kádinky přiměřeného objemu (400 ml). Zřed'te čišťenou vodou na objem cca 150 ml. Přidejte 1 g pevného NH_4Cl a zahřejte k varu. Za stálého míchání přidávejte po kapkách 5 % roztok amoniaku ve vodě tak dlouho, až ucítíte zřetelný zápach unikajícího amoniaku. Po vyloučení hydroxidu železitého roztok se sraženinou zahřívejte (téměř k varu nebo na vodní lázni) až dojde ke sbalení sraženiny. Poté opakovaně dekantujte (cca 3x) 1% roztokem NH_4NO_3 (vyšší teplota a přítomnost dusičnanu amonného zabraňují přechodu sraženiny na koloidní formu).

Sraženinu začněte filtrovat přes filtrační papír. Sraženinu na filtru promývejte roztokem 1% NH_4NO_3 . Sraženina je promyta tehdy, jestliže v kapce filtrátu slabě okyseleného kyselinou dusičnou po přidavku AgNO_3 nevzniká bílá sraženina (tj. neobsahuje ionty Cl^-).

Filtrační papír se sraženinou vyjměte z nálevky, sbalte a vložte do porcelánového kelímku (který byl předtím vyžhán do konstantní hmotnosti a zvážen. Porcelánové kelímky nechte před vážením chladnout v exsikátoru).

Stanovovaný analyt i s filtračním papírem v kelímku opatrně spalte a vyžíhejte do konstantní hmotnosti. Po ukončení žhání dejte vždy kelímek vychladnout (asi půl hodiny) do exsikátoru (pozor, špičky kleští je třeba před manipulací s kelímkem nahřát, aby kelímek nepraskl).

Po vychladnutí kelímek zvažte na stejných vahách, na kterých jste vážili kelímek prázdný

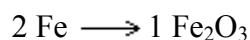
a vypočtete obsah železité soli v g.

Pozn.

Přepočítávací gravimetrický faktor

- Udává poměrné zastoupení hledaného prvku (sloučeniny) ve vážené sloučenině
- Používá se pro výpočet obsahu stanovovaného prvku
- Malé hodnoty gravimetrického přepočítávacího faktoru jsou vhodné pro vzorky s malým obsahem stanovovaného iontu
- Velké hodnoty gravimetrického faktoru jsou vhodné pro vzorky s velkým obsahem stanovovaného iontu

Přepočítávací gravimetrický faktor pro Fe



$$M(\text{Fe}) = 55,85 \text{ g. mol}^{-1} \quad M(\text{Fe}_2\text{O}_3) = 159,70 \text{ g. mol}^{-1}$$

$$\frac{2 M(\text{Fe})}{M(\text{Fe}_2\text{O}_3)} = \frac{2 \cdot 55,85}{159,70} = 0,6994$$