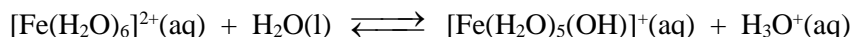


## Príprava a vlastnosti heptahydrátu síranu železnatého – Postup práce

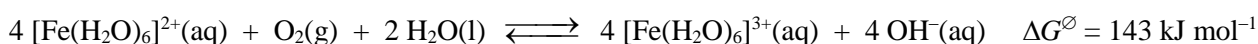
Heptahydrát síranu železnatého, zelená skalica,  $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$  je tyrkysovo zelená kryštalická látka, dobre rozpustná vo vode a nerozpustná v organických rozpúšťadlách. Tvorí niekoľko kryštalohydrátov. Z roztoku síranu železnatého pri teplote pod  $56,6^\circ\text{C}$  kryštalizuje  $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ , v rozsahu teplôt  $56,6 - 64,4^\circ\text{C}$  kryštalizuje  $\text{FeSO}_4 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$  a nad teplotou  $64,4^\circ\text{C}$  získame kryštály  $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . Pri príprave zelenej skalice je dôležité, aby kryštalizácia z roztoku síranu železnatého prebiehala pri teplote nižšej ako  $56,6^\circ\text{C}$ . Zohrievaním  $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$  na suchom vzduchu sa postupne uvoľňuje voda a pri teplote  $115^\circ\text{C}$  sa mení na  $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ .

❶ Vodné roztoky síranu železnatého podliehajú hydrolyze, a preto reagujú kyslo.

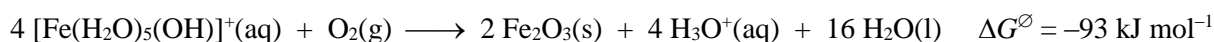


Hydrolyza môže byť potlačená oxyslením roztoku síranu železnatého kyselinou sírovou.

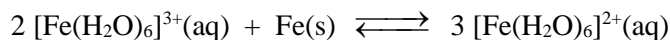
❷ Hydráty síranu železnatého sa na vlhkom vzduchu oxidujú vzdušným kyslíkom na žltohnedo sfarbené hydroxid-sírany železité. Síran železnatý sa oxiduje kyslíkom aj vo vodnom roztoku.



Oveľa ochotnejšie prebieha oxidácia produktu hydrolyzy železnatého katiónu.



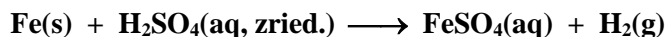
Oxidácia  $\text{Fe}^{\text{II}}$  na  $\text{Fe}^{\text{III}}$  prebieha rýchlejšie v zásaditom prostredí a pri vyššej teplote. Oxidáciou sa tyrkysovo zelený roztok sfarbí na žltohnedo. Nežiaduci vzniknutý hnedý produkt jednoducho odstránime pridaním kovového železa a oxyslením zriedenou kyselinou sírovou.



❸ Železo, ako neušľachtilý kov, reaguje s neoxidujúcimi kyselinami za vzniku vodíka a príslušnej železnej soli.



S koncentrovanou kyselinou sírovou sa železo pasivuje, tj. železo sa na povrchu pokrýva vrstvou oxidov, ktorá bráni jeho ďalšej reakcii s kyselinou. Roztok síranu železnatého preto pripravíme reakciou železa so zriedeným roztokom kyseliny sírovej. Kyseliny použijeme nadbytok, aby sme zabránili nežiaducej hydrolyze a oxidácii.



### Úloha

Prípravte heptahydrát síranu železnatého s rozsahom 0,0500 mol.

### Chemikálie

- železo, Fe, práškové
- kyselina sírová,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , koncentrovaná,  $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,96$

### Postup

Vypočítané množstvo železa nasyieme cez lievik do Erlenmayerovej banky so zábrusom a pridáme také množstvo zriedenej kyseliny sírovej, aby po skončení reakcie bol jej obsah v roztoku 3 % na potlačenie hydrolyzy akvatovaných železnatých katiónov. Koncentrovanú kyselinu sírovú zriedime v takom množstve destilovanej vody, aby získaný roztok síranu železnatého bol nasýtený pri teplote  $45^\circ\text{C}$ .

**Upozornenie:** Koncentrovanú kyselinu opatrne lejeme do vody a nie opačne!

Reakčnú zmes v Erlenmayerovej banke zohrievame pod spätným chladičom na vodnom kúpeli dovedy, kým sa takmer všetko železo nerozpustí. Počas reakcie kontrolujeme teplotu vodného kúpeľa. Optimálna reakčná teplota je  $65^\circ\text{C}$ . Pri vyšších teplotách by sa z reakčnej zmesi mohol vylučovať biely monohydrát síranu železnatého, ktorý nemožno vratne premeniť na požadovaný heptahydrát. Roztok síranu železnatého musí mať jasnú tyrkysovozelenú farbu, ktorá sa nesmie zmeniť na žltohnedú. V prípade, že roztok obsahuje železité katióny, pridáme do reakčnej zmesi malé množstvo železa, pár kvapiek zriedenej kyseliny sírovej a zmes zohrejeme. Železité katióny sa zredukujú na železnaté a roztok získa späť tyrkysovozelené sfarbenie.

Po skončení reakcie kyslý roztok síranu železnatého prefiltrujeme za tepla cez skladaný filter a necháme pomaly ochladiť v kryštalizačnej miske v ľadovom kúpeli na teplotu 0 °C. Vylúčené kryštály odsajeme na Büchnerovom lieviku, vysušíme presávaním vzduchu cez Büchnerov lievik a prebytočnú vlhkosť odstránime filtračným papierom. Získané kryštály zelenej skalice uchováame v uzatvorenej prachovnici.

### **Pokus 1 – Príprava monohydrátu síranu železnatého**

Malé množstvo získaného heptahydrátu síranu železnatého rozpustíme vo vode okyslenej kvapkou koncentrovanej kyseliny sírovej a roztok necháme chvíľu variť. Pozorujeme vylučovanie bieleho monohydrátu síranu železnatého. Po odstavení kahanu vylúčené kryštály necháme usadiť a ešte horúci roztok síranu železnatého opatrne odlejeme. Získané biele kryštáliky necháme na dne kadičky do najbližšieho cvičenia. Zistíme, že biely monohydrát sa ani vplyvom vzdušnej vlhkosti nepremení na tyrkysovozelený heptahydrát.

Vysušený biely monohydrát síranu železnatého rozpustíme pri laboratórnej teplote v malom množstve vody a vzniknutý roztok necháme dlhšiu dobu izotermicky kryštalizovať. Získame tyrkysovozelený heptahydrát síranu železnatého.

### **Pokus 2 – Príprava veľkých kryštálov izotermickou kryštalizáciou**

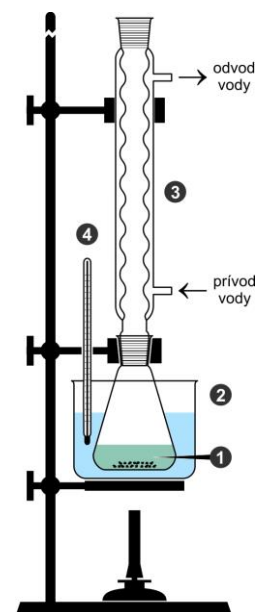
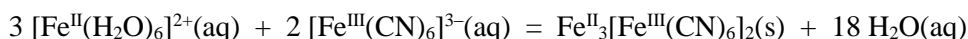
Roztok síranu železnatého, nasýtený pri teplote okolo 60 °C, prefiltrujeme do väčšej kadičky. Na kadičku položíme kúsok drevenej špajle, na ktorej je pripevnená tenká niť, siahajúca asi do polovice roztoku. Po niekoľkých dňoch nerušeného státia začne na niti vyrastať kryštál heptahydrátu síranu železnatého, ktorý môže nadobudnúť až centimetrové rozmery. Kryštál môžeme potom z nite odstrihnúť, nalakovať priehľadným lakom, aby sa na vzduchu neoxidoval, a niekomu darovať. Podobný pokus môžeme urobiť aj s niektorými inými kryštalickými látkami, ktoré pripravíme počas semestra.

### **Pokus 3 – Komplexácia železnatého katiónu**

Do vodného roztoku síranu železnatého, obsahujúceho hexaakvaželeznaté katióny, kvapneme kvapku kyseliny sírovej na potlačenie hydrolyzy.

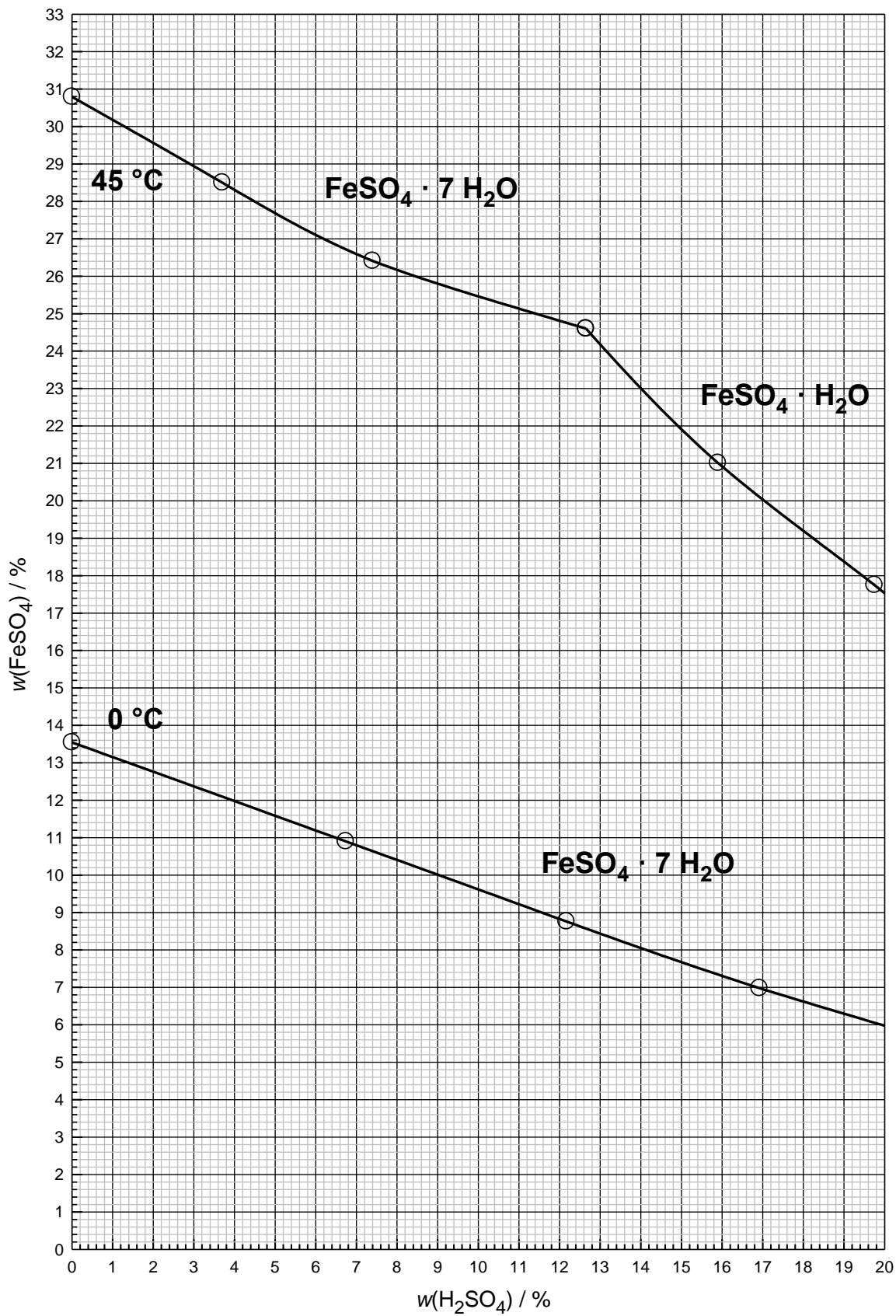


Po premiešaní pridáme zriedený vodný roztok červenej krvnej soli  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ . Vznikne zrazenina, hexakyanidoželezitan železnatý (Turnbullova modrá).



**Obr. 1** Aparatúra

- 1 – reaktor,
- 2 – vodný kúpeľ
- 3 – spätný chladič,
- 4 – teplomer



**Obr. 2** Rozpustnosť FeSO<sub>4</sub> v trojzložkovej zmesi FeSO<sub>4</sub>-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-H<sub>2</sub>O.  
 Zdroj: *Spravočník po roztvorimosti* (3. diel), Akademia nauk SSSR, Izdatel'stvo Nauka, Leningrad, 1969.