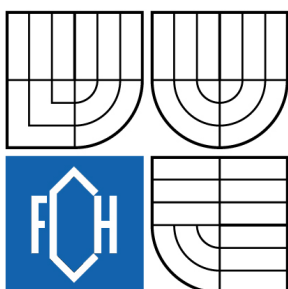




VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA CHEMICKÁ
ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ
FACULTY OF CHEMISTRY
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

ŽELEZO A JEHO SLOUČENINY

IRON AND ITS COMPOUNDS

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE
BACHELOR'S THESIS

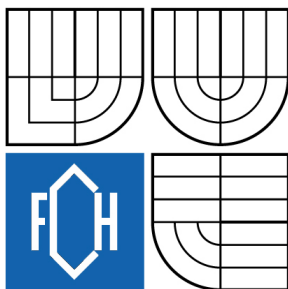
AUTOR PRÁCE
AUTHOR

KAREL KRPOUN

VEDOUcí PRÁCE
SUPERVISOR

RNDr. IVANA PILÁTOVÁ, CSc.

BRNO 2008



Vysoké učení technické v Brně
Fakulta chemická
Purkyňova 464/118, 61200 Brno 12

Zadání bakalářské práce

Číslo bakalářské práce
Ústav
Student(ka)
Studijní program
Studijní obor
Vedoucí bakalářské práce
Konzultanti bakalářské práce

FCH-BAK0162/2007
Ústav chemie materiálů
Krpoun Karel
Chemie a chemické technologie (B2801)
Chemie, technologie a vlastnosti materiálů (2808R016)
RNDr. Ivana Pilátová, CSc.

Akademický rok: **2007/2008**

Název bakalářské práce:

Železo a jeho sloučeniny

Zadání bakalářské práce:

Teoretická část - literární rešerše:

- a) vlastnosti železa a jeho sloučenin,
- b) příprava sloučenin železa.

Využití dostupných databází a knihovních fondů VUT v Brně a Moravské zemské knihovny.

Experimentální část:

- a) příprava navazující řady tří sloučenin železa,
- b) využití základní preparační techniky,
- c) optimalizace pracovních postupů s cílem vypracování pracovních návodů pro přípravu vybraných sloučenin,
- d) kontrola čistoty produktů.

Termín odevzdání bakalářské práce: 30.5.2008

Bakalářská práce se odevzdává ve třech exemplářích na sekretariát ústavu a v elektronické formě vedoucímu bakalářské práce. Toto zadání je přílohou bakalářské práce.

Karel Krpoun
student(ka)

RNDr. Ivana Pilátová, CSc.
Vedoucí práce

Ředitel ústavu

V Brně, dne 1.12.2007

doc. Ing. Jaromír Havlica, CSc.
Děkan fakulty

ABSTRAKT

Bakalářská práce je zaměřena na možnosti přípravy vybraných sloučenin železa. V teoretické části jsou podrobně popsány chemické a fyzikální vlastnosti síranu železitého, dodekahydrátu síranu amonno-železitého, oxidu železitého, hydroxidu železitého a tris(oxaláto)železitanu draselného. Z výsledků experimentální části je navržen optimální postup přípravy navazující řady tří sloučenin železa.

ABSTRACT

The focus of the bachelor's thesis are possibilities of synthesis of selected compounds of the iron. In theoretic part there are closely described chemical and physical properties of ferric sulfate, ammonium ferric sulfate dodecahydrate, ferric oxide, ferric hydroxide and potassium ferric oxalate. The optimal procedure of preparation of three follow-up compounds of the iron is devised from the result of experimental section.

KLÍČOVÁ SLOVA

Anorganická chemie, železo, sloučeniny železa

KEYWORDS

Inorganic chemistry, ferrum, compounds of ferrum

KRPOUN, K. Železo a jeho sloučeniny. Brno 2008. 37 s. Bakalářská práce na Fakultě chemické Vysokého učení technického v Brně, ústav chemie materiálů. Vedoucí bakalářské práce RNDr. Ivana Pilátová, CSc.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem Bakalářskou práci vypracoval samostatně a že všechny použité literární zdroje jsem správně a úplně citoval. Diplomová práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty chemické VUT v Brně a může být použita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího diplomové práce a děkana FCH VUT.

V Brně dne 15.5.2008

.....

Karel Krpoun

Poděkování

Rád bych na tomto místě poděkoval paní RNDr. Ivaně Pilátové, CSc., za cenné připomínky a odborné rady, kterými přispěla k vypracování této diplomové práce.

OBSAH

OBSAH.....	5
1 TEORETICKÁ ČÁST.....	8
1.1 Železo.....	8
1.1.1 Triáda železa	8
1.1.2 Výskyt	8
1.1.3 Výroba.....	8
1.1.4 Vlastnosti železa.....	8
1.1.5 Sloučeniny železa.....	9
1.1.6 Vybrané sloučeniny železa v oxidačním stavu II.....	9
1.1.6.1 Oxid železnatý FeO	10
1.1.6.2 Síran železnatý FeSO_4	10
1.1.6.3 Síran amonno-železnatý $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$	10
1.1.6.4 Dihydrát šťavelanu železnatého $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	10
1.1.7 Sloučeniny železa v oxidačním stavu III.....	10
1.1.7.1 Oxid železitý Fe_2O_3	11
1.1.7.2 Hydroxid železitý $\text{FeO}(\text{OH})$	12
1.1.7.3 Síran železitý $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$	13
1.1.7.4 Dodekahydrát síranu amonno-železitého $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	14
1.1.7.5 Tris(oxaláto)železitan draselný $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	14
2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	16
2.1 Příprava dodekahydrátu síranu amonno-železitého $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$.....	16
2.1.1 Příprava $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ z $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	17
2.1.2 Příprava $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ z $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ a $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	17
2.2 Příprava síranu železitého	17
2.2.1 Příprava $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ z $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	18
2.2.2 Příprava $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ z Fe_2O_3	18
2.3 Příprava tris(oxaláto)železitanu draselného $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	18
2.3.1 Příprava $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ze soli obsahující $\text{Fe}(\text{III})$	19
2.3.2 Příprava $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ z $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	19
2.4 Příprava oxidu železitého Fe_2O_3	20
3 VÝSLEDKY A DISKUZE	21
3.1 Síran železitý $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$.....	21
3.1.1 Příprava $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ oxidací $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	21
3.1.1.1 Praktický výtěžek	21
3.1.2 Příprava $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ rozpouštěním Fe_2O_3 ve zředěné H_2SO_4	22
3.1.2.1 Praktický výtěžek	22

3.1.3 Kontrola čistoty	23
3.2 Dodekahydrát síranu amonno-železitého $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$	23
3.2.1 Příprava $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ z FeSO_4	24
3.2.1.1 Praktický výtěžek	24
3.2.2 Příprava $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ z $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ a $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	25
3.2.3 Kontrola čistoty	25
3.3 Tris(oxaláto)železitan draselný	26
3.3.1 Příprava $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ze soli obsahující Fe(III)	26
3.3.1.1 Praktický výtěžek	26
3.3.2 Příprava $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ z $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	27
3.3.2.1 Praktický výtěžek	28
3.3.3 Kontrola čistoty	29
3.4 Příprava oxidu železitého Fe_2O_3	30
3.4.1 Praktický výtěžek	30
3.4.1.1 Kontrola čistoty	31
3.5 Zhodnocení dosažených výsledků	31
3.5.1 Síran železitý	32
3.5.2 Dodekahydrát síranu amonno-železitého	32
3.5.3 Tris(oxaláto)železitan draselný	32
3.6 Konečný postup přípravy řady tří po sobě jdoucích sloučenin	32
3.6.1 Síran železitý $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$	33
3.6.2 Dodekahydrát síranu amonno-železitého $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	33
3.6.3 Tris(oxaláto)železitan draselný $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	34
4 ZÁVĚR	35
SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A ZNAČEK	36
LITERATURA.....	37

ÚVOD

Železo je technicky nejvýznamnější kov. Má velkou škálu využití při výrobě slitin a pro výrobu většiny technických prostředků používaných člověkem. Velmi významné jsou také organické a anorganické sloučeniny. Anorganické sloučeniny železa se vyskytují nejvíce v oxidačním stavu II a III, méně stálé jsou sloučeniny s oxidačním stavem -I, I, IV, V a VI. V mé bakalářské práci jsem se zaměřil na sloučeniny železa v oxidační stavu III.

Cílem této práce je příprava navazující řady tří sloučenin železa s cílem vypracování pracovních návodů pro využití v praktiku anorganické chemie. Zvolené sloučeniny byly vybrány tak, aby vyhovovaly náročnosti praktika z anorganické chemie, a to po stránce používaných technik, bezpečnosti a časového rozsahu praktika.

Teoretická část mé práce obsahuje chemické a fyzikální vlastnosti, přípravu, použití železa a jeho vybraných sloučenin. Pozornost byla věnována jenom sloučeninám, které byly vybrány nebo použity na přípravu navazující řady sloučenin železa.

V praktické části byl hledán optimální postup přípravy tří sloučenin železa. Vybrané sloučeniny byly připravovány dvěma postupy a byla využita základní preparační technika. Při přípravách byl sestavován časový harmonogram a u produktů byla ověřena čistota dostupnými metodami. Praktická část byla prováděna v laboratořích č. 2002 a 2005 na Fakultě chemické VUT v Brně.

1 TEORETICKÁ ČÁST

1.1 Železo

1.1.1 Triáda železa

Železo je díky svým horizontálním podobnostem součástí skupiny tzv. triády železa. Triádu železa tvoří tyto prvky: železo (Fe), kobalt (Co) a nikl (Ni). Prvky triády jeví v kovové podobě i ve svých sloučeninách řadu shodných vlastností, jako např. obvyklý oxidační stav II v jednoduchých sloučeninách. Železo vystupuje také v oxidačním stavu III a často tomuto stavu dává přednost. Kobalt rovněž snadno přechází do oxidačního stavu III. V tomto stavu je v komplexních sloučeninách velmi stabilní [1].

1.1.2 Výskyt

Železo je díky stálosti atomových jader značně rozšířené ve vesmíru [2]. Na Zemi je železo nejrozšířenějším těžkým kovem. V zemské kůře je však obsaženo jenom ve formě sloučenin: hematit (krevel) Fe_2O_3 , limonit (hnědel) $2\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, magnetit (magnetovec) Fe_3O_4 , siderit (ocelek) FeCO_3 a pyrit (kyz železný) FeS_2 . Malá množství doprovázejí rudy jiných kovů, nachází se též v půdě, minerálních vodách jako $(\text{Fe}(\text{HCO}_3)_3)$ atd. [1].

1.1.3 Výroba

Železo se vyrábí redukcí oxidů železa ve vysoké peci koksem za přídavku CaCO_3 za vysoké teploty:



Tímto způsobem vzniká surové železo s velkým množstvím nečistot (2-10 % C, S, P, Si, Mn). Podle rychlosti chlazení vzniká šedé železo obsahující grafit (při pomalém chlazení) a bílé železo obsahující karbid triželeza (při rychlém chlazení) [1].

Přeměna surového železa na ocel se nazývá zkujňování. Spočívá v odstranění přebytečného uhlíku, síry, fosforu a křemíku [3]. Nejčastější způsoby jsou Bessemerův proces, Siemensův-Martinův proces, zásaditý kyslíkový konvertorový proces, zkujňování v elektrické peci aj. [2].

1.1.4 Vlastnosti železa

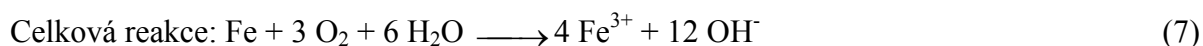
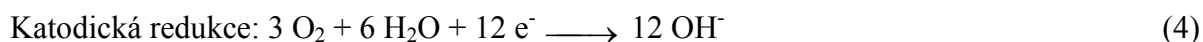
Chemicky čisté železo je bílý lesklý kov, poměrně měkký, tažný a kujný. Již stopy uhlíku však značně mění jeho vlastnosti. Železo má hustotu $7,86 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ a taje při teplotě 1528°C . V tuhém stavu vystupuje ve třech allotropických modifikacích. Do 906°C tvoří prostorově centrovanou kubickou mřížku ($a_k = 2,8664 \cdot 10^{-10} \text{ m}$ při 20°C), v rozmezí 906°C až 1401°C plošně centrovanou kubickou mřížku ($a_k = 3,6468 \cdot 10^{-10} \text{ m}$ při 916°C). Nad teplotu 1401°C přechází železo zpět na prostorově centrovanou kubickou mřížku. Při teplotách pod 768°C se

železo stává silně magnetickým. Teplota, při níž tuto vlastnost ztrácí (768 °C, tj. Curierův bod), je na křivce zahřívání a chladnutí vyznačena prodlevou stejně jako body, při nichž dochází ke strukturním změnám železa (906 °C a 1 041 °C). Odlišujeme proto obvykle železo ve stavu schopné magnetizace jako železo α od formy železa neschopné magnetizace avšak stejné struktury jako železo α , kterou označujeme jako železo β . Plošně centrovaná modifikace železa se označuje jako železo γ [1, 4].

Železo je neušlechtilý kov, který se ve zředěných kyselinách rozpouští za vzniku železnatých solí a vodíku. Koncentrovaná kyselina sírová a dusičná jej pasivuje. Hydroxidy na něj nepůsobí. Při zvýšených teplotách se železo přímo slučuje s halogeny, sírou, uhlíkem, fosforem, křemíkem. S mnohými dalšími kovy tvoří slitiny, charakteristické svými vlastnostmi. Při červeném žáru reaguje železo s vodní párou za vzniku vodíku:



Železo se vyznačuje velkou afinitou ke kyslíku. Na vlhkém vzduchu podléhá korozi, tj. mění se na svém povrchu pozvolna na hydratované oxidy $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$. Se suchým vzduchem reaguje železo znatelně až teprve nad teplotu 50 °C. Koroze je elektrochemický děj vyžadující nezbytnou součinnost dvou ze tří reagujících složek: kyslíku, vody a elektrolytu (SO_2 obsažený ve vzduchu). Mechanismus koroze je složitý a závisí na převládajících podmínkách. Podstatu vystihují následující reakce [1, 2, 4]:



1.1.5 Sloučeniny železa

Železo vystupuje ve svých sloučeninách převážně jako dvojmocné a trojmocné. Od dvojmocného železa se odvozuje oxid železnatý a hydroxid železnatý, stejně jako soli četných anorganických kyselin. Nejdůležitější z nich je síran krystalizující se sedmi molekulami vody, heptahydrát síranu železnatého (zelená skalice). Od trojmocného železa je odvozen oxid železitý a hydroxid železitý. Tvoří rovněž soli s četnými anorganickými kyselinami, například dusičnan železitý a kamenec $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. Známé jsou i sloučeniny v oxidačních stupních –II, –I, 0, IV, a VI. Sloučeniny železa v těchto oxidačních stupních jsou méně časté a mnohé jsou velmi reaktivní. Vazby atomu železa ve sloučeninách, resp. v komplexních sloučeninách, mají vesměs nízký kovalentní stupeň – jsou tedy většinou kovalentního charakteru [1, 4].

1.1.6 Vybrané sloučeniny železa v oxidačním stavu II

Sloučeniny železnaté jsou málo stálé. Působením kyslíku se snadno oxidují, zejména v alkalickém prostředí. Vodné roztoky Fe(II) (nejsou-li přítomny žádné koordinace schopné

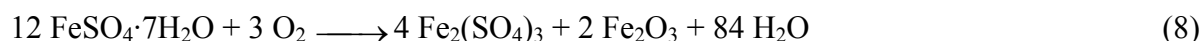
ligandy) obsahují ion $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ [3]. Ten byl prokázán i u některých krystalických solí (např. $\text{Fe}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ aj.). Roztoky železnatých solí reagují kyselé vlivem hydrolytického štěpení. Většina železnatých solí má sklon tvořit podvojně, resp. komplexní soli se solemi silně elektropozitivních prvků, zejména se solemi alkalických kovů a amoniak. Komplexní ion je vysokospinový s elektronovou konfigurací d-orbitalů $(t_{2g})^4(e_g)^2$. Zelená barva vznikající v železnatých sloučeninách je dána díky komplexu $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ [1, 4].

1.1.6.1 Oxid železnatý FeO

Oxid železnatý je černý pyroforický prášek krystalizující podle typu NaCl. Oxid železnatý podléhá snadno oxidaci. Lze jej získat zahříváním železa v atmosféře O_2 o nízkém parciálním tlaku nebo zahříváním šťavelanu železitého. Oxid železitý je stálý pouze za vysoké teploty. Pod teplotou 576°C disproportionuje na Fe a Fe_3O_4 [1].

1.1.6.2 Sírán železnatý FeSO_4

Sírán železnatý krystalizuje z vodných roztoků obvykle se sedmi molekulami vody jako zelená skalice $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Tvoří světle zelené jednoklonné krystaly, které na vzduchu pomalu zvětrávají a současně podléhají oxidaci na žlutobílý sírán železitý:



Při zahřívání ztrácí molekula snadno šest molekul vody. Bezvodá sůl tvoří bílý prášek. Při vyšší teplotě dochází k oxidaci železa a rozkladu na SO_3 a Fe_2O_3 [4].

1.1.6.3 Sírán amonno-železnatý $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$

Sírán amonno-železnatý se nejčastěji vyskytuje jako hexahydrát (tzv. Mohrova sůl). Mohrova sůl tvoří světle zelenomodré krystaly nebo krystalický prášek. Na vzduchu pomalu oxiduje a zvětrává [3].

1.1.6.4 Dihydrát šťavelanu železnatého $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Dihydrát šťavelanu železnatého tvoří žlutý krystalický prášek. Při $140\text{--}160^\circ\text{C}$ se rozkládá dle rovnice [1,5]:



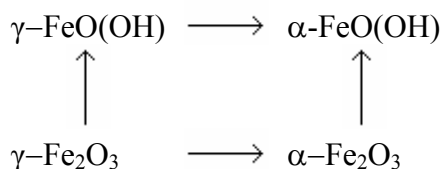
1.1.7 Sloučeniny železa v oxidačním stavu III

Sloučeniny v oxidačním stavu III získáváme oxidací příslušných železnatých solí (např. kyselinou dusičnou, peroxidem vodíku), nebo rozpouštěním čerstvě vysráženého hydroxidu železitého a oxidu železitého v příslušných kyselinách. Takto připravené roztoky železitých solí jsou v silně kyselém prostředí žlutozelené a obsahují ionty $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$. Zvyšováním pH (hlavně pak v neutrálních roztocích) dochází k hydrolyze za vzniku iontů $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_5(\text{OH})]^{2+}$, $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_5(\text{OH})_2]^+$ a $[(\text{H}_2\text{O})_4\text{Fe}(\text{OH})_2\text{--Fe}(\text{H}_2\text{O})_4]^{4+}$ a barva roztoků se mění

na žlutohnědou. V silně zásaditých roztocích pak byly prokázány ionty $[\text{Fe}(\text{OH})_6]^{3-}$. Konečným produktem zvyšování pH je vznik červenohnědé sraženiny $\text{FeO}(\text{OH})$.

$\text{Fe}(\text{III})$ tvoří soli s většinou aniontů. V pevné fázi je lze získat krystalizací kyselých vodných roztoků. Obsahují většinou šest a více molekul krystalové vody. $\text{Fe}(\text{III})$ tvoří kamence $\text{M}^{\text{I}}\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, přesněji se uvádí $[\text{M}^{\text{I}}(\text{H}_2\text{O})_6][\text{Fe}^{\text{III}}(\text{H}_2\text{O})_6](\text{SO}_4)_2$ [1,4].

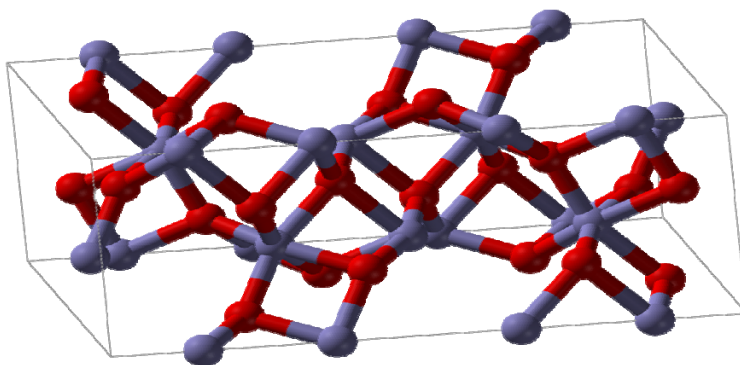
Železo s oxidačním číslem III tvoří oxid železitý, hydroxid železitý a oxid železnato-železitý. Všechny tři oxidy mají sklon k nestechiometrickému složení. U oxidů, zvláště pak u hydroxidů železitých, nelze přesně definovat hydratovaný stav. Hydroxid železitý je často definován spíše jako hydratovaný oxid železitý s proměnlivým obsahem vody ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$). Dle [1] existuje jenom $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ [3]. Naopak je uváděno, že hydroxid železitý má strukturu $\text{FeO}(\text{OH})$. V další části práce je uváděn hydroxid železitý jako $\text{FeO}(\text{OH})$ [2, 5] :



Obrázek č.1: Vzájemné poměry stálostí různých modifikací oxidů a hydroxidů

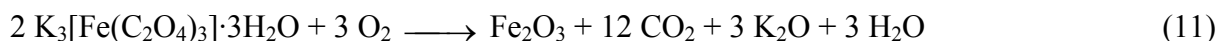
1.1.7.1 Oxid železitý Fe_2O_3

Oxid železitý existuje ve dvou formách: α -oxid železitý a γ -oxid železitý. Po prudkém žhání je nerozpustný v kyselinách. V přírodě se oxid železitý vyskytuje jako krevel. Tavením s jinými oxidy tvoří podvojně oxidy, např. $\text{Li}_2\text{Fe}_3\text{O}_4$ nebo $\text{K}_2\text{Fe}_2\text{O}_4$ [1].



Obrázek č.2: Atomární struktura oxidu železitého (červená = železo , modrá = kyslík)

Laboratorně lze připravit Fe_2O_3 žháním např. uhličitanu železnatého nebo tris(oxaláto)železitanu draselného [6,7]:



V přírodě se vyskytující krevel je hlavní surovinou pro výrobu železa [3]. Oxid železitý se dále používá jako pigment v gumárenském průmyslu, při výrobě nátěrových hmot, papíru, linolea, keramiky a skla. Své uplatnění nachází i jako leštadlo skla, diamantů a kovů. V elektronice se používá k výrobě rezistorů, polovodičů aj. [5].

Tabulka č.1: Fyzikální vlastnosti Fe_2O_3

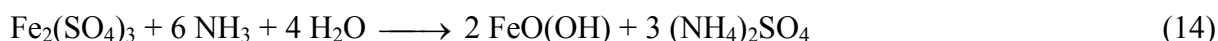
Molekulová hmotnost	159,69
Hustota	5,24 g.cm ⁻³
Bod tání	1 565 °C
Barva	červenohnědá
Rozpustnost	ne voda, ano anorganické kyseliny
Složení	Fe 69,94 %; O 30,06 %

1.1.7.2 Hydroxid železitý $\text{FeO}(\text{OH})$

Hydroxid železitý je červenohnědá práškovitá nebo krystalická látka, která obsahuje proměnlivé množství vody. V přírodě se vyskytuje v podobě hnědelu. Vysrážením z roztoku solí amoniakem jej získáme v podobě rosolovité sraženiny. Hydroxid železitý je nerozpustný ve vodě, v kyselinách je rozpustný za vzniku železitých solí. Sraženina je velmi aktivní a strhává s sebou při vyloučení z roztoku i jiné látky. Při zahřívání ztrácí vodu za vzniku oxidu železitého [1, 2, 8]:



Laboratorně lze připravit $\text{FeO}(\text{OH})$ reakcí amoniaku se solemi želežitými [1]:



Hydroxid železitý se používá především na sorpci nečistot při úpravě pitné vody, jako pigment, k přípravě dalších železitých sloučenin aj. [9, 10].

Tabulka č.2: Fyzikální vlastnosti FeO(OH)

Molekulová hmotnost	88,85
Hustota	3,4 – 3,9 g.cm ⁻³
Bod tání	>1000 °C
Barva	červenohnědá
Rozpusťnost	ne voda, ano anorganické kyseliny a louhy
Složení	Fe 62,85 %; O 36,01 %; H 1,13 %

1.1.7.3 Sírán železitý Fe₂(SO₄)₃

Sírán železitý tvoří větší počet hydrátů, které lze však těžko získat v čisté krystalické formě. V přírodě se vyskytuje ve dvou krystalických formách: coquimbite Fe(SO₄)₃·9H₂O (šesterečný) a quenstendite Fe(SO₄)₃·10H₂O (jednoklonný) [3]. Sírán železitý je velmi hygroskopický a ve vodném roztoku pomalu hydrolyzuje [5]. Při opatrném zahřívání hydrátů vzniká bezvodý sírán železitý v podobě bílého prášku, který se jen zvolna rozpouští ve vodě a alkoholu. Rozpouštění lze urychlit přidáním malého množství síranu železnatého. Zahřívá-li se sírán železitý silněji, štěpí se na oxid železitý a oxid siřový [1]:



Laboratorně lze připravit sírán železitý oxidací zelené skalice (kyselinou dusičnou nebo peroxidem vodíku), rozpouštěním oxidu železitého v kyselině sírové nebo přímo rozpouštěním železa v kyselině sírové [1, 7]:



Sírán železitý se používá na úpravu a čištění pitných, technologických a odpadních průmyslových vod, jako činidlo k redukci zápachu v kanalizaci a potlačení zápachu H₂S ve vyhnívacích nádržích, při leptání hliníku, moření ocelí a mědi, jako polymerační činidlo aj. [5].

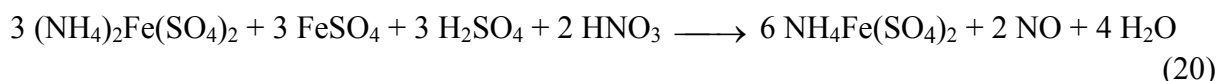
Tabulka č.3: Fyzikální vlastnosti Fe₂(SO₄)₃

Molekulová hmotnost	399.87
Hustota	3,097 g.cm ⁻³
Bod tání	480 °C
Barva	šedobílá
Rozpusťnost	ano voda, středně ethanol, ne aceton a ethylacetát
Složení	Fe 27,93 %; O 48,01 %; S 24,06 %

1.1.7.4 Dodekahydrát síranu amonno-železitého $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

Dodekahydrát síranu amonno-železitého nazývaného též kamenec je světle fialová, transparentní, oktaedrická krystalická látka. Z roztoku krystalizuje ve velkých krystalech. Kamenec je velmi dobře rozpustný ve vodě a na krystalu vytváří solný povrch [4].

Laboratorně lze připravit síran amonno-železitý reakcí síranu železitého se síranem amonným nebo reakcí roztoku s obsahem stechiometrického množství Mohrovy soli, síranu železnatého, kyseliny sírové a oxidačního činidla kyseliny dusičné:



Použití nachází síran amonno-železitý jako indikátor při titraci dle Volharda. Kromě toho se používá jako mořidlo v textilním průmyslu a v lékařství jako adstringens [11].

Tabulka č.4: Fyzikální vlastnosti $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$

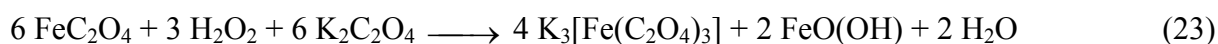
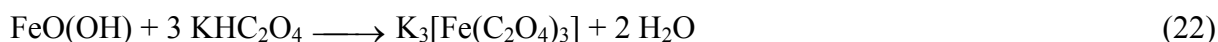
Molekulová hmotnost	266,1
Hustota	1,71 g.cm ⁻³
Bod tání	41 °C
Barva	světle fialová
Rozpustnost	ano voda, ne ethanol
Složení	Fe 20,99 %; H 1,52 %; N 5,27 %; O 48,12 %; S 24,11 %

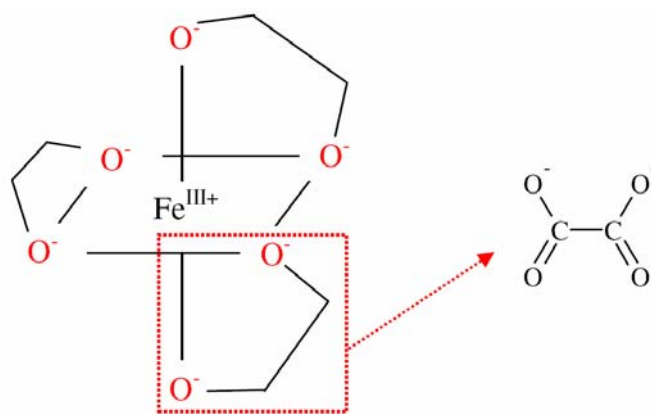
1.1.7.5 Tris(oxaláto)železitan draselný $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

Tris(oxaláto)železitan draselný tvoří světle zelené monoklinické hranolové krystaly. Při teplotě 100 °C ztrácí vodu a při 230 °C se rozkládá [4]. Tris(oxaláto)železitan draselný je silně fotosenzitivní. V důsledku velké adsorpce UV/VIS záření se při vystavení roztoku tris(oxaláto)železitanu draselného slunečním paprskům komplex rozkládá na šťavelan draselný a trojmocné železo přechází na dvojmocné [5]:



Laboratorně lze připravit tris(oxaláto)železitan draselný reakcí hydroxidu železitého s hydrogenšťavelanem draselným nebo reakcí stechiometrického množství šťavelanu železnatého s peroxidem vodíku a šťavelanem draselným [10,12]:





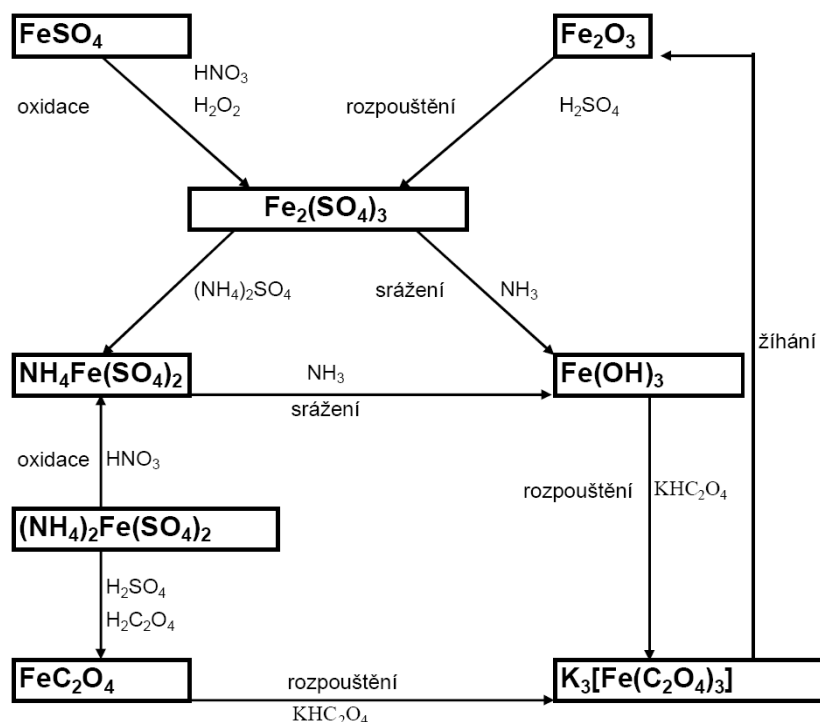
Obr. č.3: Prostorová struktura tris(oxaláto)železitanového iontu

Tabulka č.5: Fyzikální vlastnosti $K_3[Fe(C_2O_4)_3]$

Molekulová hmotnost	374,02
Hustota	2,13 g.cm ³ ,
Bod tání	230 °C
Barva	světle zelená
Rozpustnost	ano voda, ne alkoholy

2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

V praktické části byl hledán optimální postup přípravy tří sloučenin železa. Zvolené sloučeniny byly vybrány tak, aby vyhovovaly náročnosti praktika z anorganické chemie II, a to po stránce náročnosti na techniku přípravy, bezpečnost a časový rozsah praktika. Vybrané sloučeniny byly připravovány dvěma postupy a byla využita základní preparační technika. Při přípravách byl sestavován časový harmonogram a u produktů byla ověřena čistota dostupnými metodami, kterými jsou vybaveny anorganické laboratoře.



Obr.č.4: Schéma prováděných reakcí

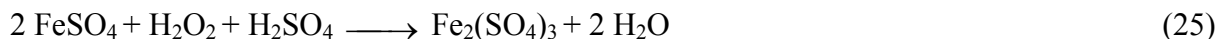
2.1 Příprava dodekahydrátu síranu amonno-železitého NH₄Fe(SO₄)₂·12H₂O

Dodekahydrát síranu amonno-železitého je ve vodě velmi rozpustná (124,8 g ve 100 g H₂O při 28 °C), slabě nařalovělá krystalická látka. Bod tání je 41 °C.

Kamenec byl připravován dvěma postupy, které se liší výchozími sloučeninami železa i oxidovadlem. V prvním postupu jako výchozí sloučenina byl použit heptahydrát síranu železnatého oxidovaný peroxidem vodíku. Ve druhém postupu byly zvoleny jako výchozí sloučeniny heptahydrát síranu železnatého a hexahydrát síranu amonno-železnatého, které byly oxidovány kyselinou dusičnou.

2.1.1 Příprava $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ z $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Kamenec byl získáván oxidací $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ pomocí H_2O_2 za vzniku meziprojektu $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$, který po přidání $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ přešel na podvojný dodekahydrát síranu amonno-železitého:

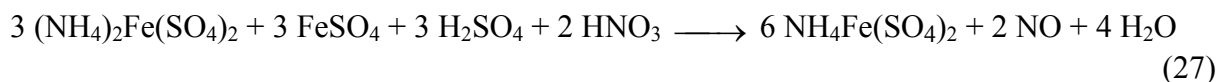


Pracovní postup:

Zelená skalice byla rozpuštěna v takovém množství vody, aby vznikl nasycený roztok. Poté bylo přidáno vypočítané množství konc. H_2SO_4 v 10 % nadbytku a následně dvojnásobek množství 30% roztoku H_2O_2 . Úplnost oxidace byla ověřena pomocí 0,5% roztoku 1,10-fenantrolinu kapkovou reakcí. Reakční směs byla krátce povařena a zahuštěna na topné desce přibližně na poloviční objem. Potom byl přidán horký roztok vypočítaného množství $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ nasycený při 60 °C. Matečný roztok byl zahuštěn na poloviční objem, pak ponechán pomalu vychladnout a volně krystalizovat. Za sedm dní byly vyloučené krystaly vyjmuty z baňky a zváženy.

2.1.2 Příprava $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ z $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ a $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Kamenec byl získán oxidací roztoku $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ a $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ pomocí HNO_3 :



Pracovní postup:

V roztoku 10% kyseliny sírové bylo za horka rozpuštěno stechiometrické množství Mohrovy soli a síranu železitého. Poté bylo po malých dávkách k roztoku přidáváno stechiometrické množství koncentrované kyseliny dusičné. Úplnost oxidace byla ověřena pomocí roztoku 1,10-fenantrolinu kapkovou reakcí. Roztok byl zahříván tak dlouho, dokud unikaly dýmy oxidů dusíku. Po skončení reakce byla vzniklá směs ochlazená a nechána volně ke krystalizaci.

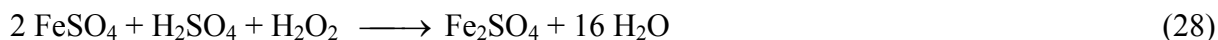
2.2 Příprava síranu železitého

Síran železitý je bílá krystalická látka, pozvolna rozpustná ve vodě (tvoří žlutohnědé roztoky) a ethanolu.

Síran železitý byl připravován dvěma postupy. V prvním postupu se železitan připravuje oxidací síranu železnatého. Druhý postup je založený na rozpouštění oxidu železitého kyselinou sírovou.

2.2.1 Příprava $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ z $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Vznik $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ oxidací $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$:



Pracovní postup:

Zelená skalice byla rozpuštěna v takovém množství vody, aby vznikl nasycený roztok. Poté bylo přidáno vypočítané stechiometrické množství konc. H_2SO_4 v 10 % nadbytku a následně dvojnásobek množství 30% H_2O_2 . Úplnost oxidace byla ověřena pomocí roztoku 1,10-fenantrolinu kapkovou reakcí. Poté byl roztok zahuštěn ke krystalizaci na topné desce, ochlazen na teplotu 2 °C, krystaly přefiltrované přes fritu, promyty dest. vodou a sušeny v sušárně při 100 °C.

2.2.2 Příprava $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ z Fe_2O_3

Rozpuštění Fe_2O_3 pomocí zředěné H_2SO_4 , za vzniku $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$:



Pracovní postup:

Byla sestavena aparatura skládající se z varné baňky a zpětného chladiče. Do varné baňky bylo nasypáno příslušné množství oxidu železitého a přilita zředěná kyselina sírová v trojnásobném nadbytku k vypočítaného množství. Poměr zředění byl 1:1 (konc. H_2SO_4 , voda). Směs byla přivedena k varu a pod zpětným chladičem zahřívána (dle použitého oxidu) po dobu 20 – 30 minut. Po zreagování veškerého oxidu byla směs ochlazená a přefiltrována přes Büchnerovu nálevku. Vzniklé krystaly byly volně sušeny na vzduchu.

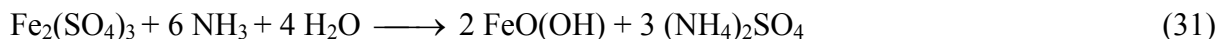
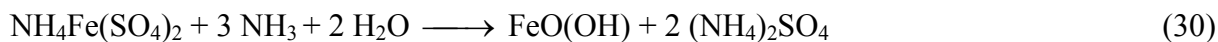
2.3 Příprava tris(oxaláto)železitanu draselného $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

Tris(oxaláto)železitan draselný je světle zelená krystalická látka. Dobře se rozpouští ve vodě a je nerozpustný v alkoholech. Jeho kyselý roztok se na světle rozkládá.

Tris(oxaláto)železitan draselný byl připravován dvěma způsoby. První způsob je založený na vzniku hydroxidu železitého, který je následně rozpouštěn hydrogenšťavelanem draselným za vzniku tris(oxaláto)železitanu draselného. Hydroxid železitý byl připravován reakcí železitých solí, jejichž příprava je popsána v kapitolách 2.1 a 2.2, s 25% roztokem amoniaku. Ve druhém postupu vzniká šťavelan železnatý, který dále reaguje se šťavelanem draselným a peroxidem vodíku za vzniku tris(oxaláto)železitanu draselného a hydroxidu železitého. Hydroxid železitý je poté rozpouštěn hydrogenšťavelanem draselným za vzniku tris(oxaláto)železitanu draselného.

2.3.1 Příprava $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ ze soli obsahující Fe(III).

Nejdříve byl připraven hydroxid železitý ze solí připravených v kapitole 2.1 a 2.2:



Pracovní postup:

Železitá sůl (síran železitý nebo síran amonno-železitý) byla rozpuštěna v kádince a po malých částech k ní byl přikapáván koncentrovaný roztok amoniaku ve stechiometrickém množství za vyloučení hydroxidu železitého. Získaný hydroxid byl následně třikrát dekantován, odfiltrován na Büchnerově nálevce a promyt horkou vodou.

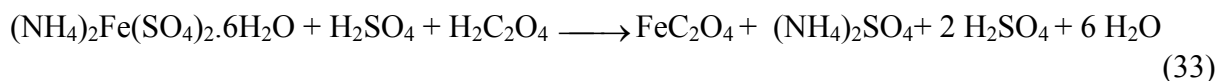
Výsledný tris(oxaláto)železitan draselný byl získán rozpouštěním hydroxidu železitého v hydrogenšřavelanu draselném:



Hydroxid železitý byl pozvolna rozpouštěn v kádince v horkém roztoku KHC_2O_4 (připraveném smícháním nasyceného roztoku šřavelanu draselného a nasyceného roztoku kyseliny šřavelové). Po dosažení úplného rozpuštění byl roztok zahuštěn na varné desce ke krystalizaci, krystaly byly odfiltrovány na fritě a promyty studenou vodou a ethanolem.

2.3.2 Příprava $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ z $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$

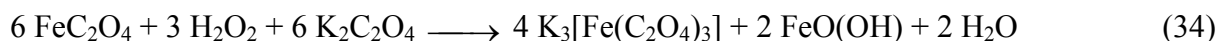
Vznik šřavelanu železnatého z hexahydrátu síranu amonno-železnatého:



Pracovní postup:

V kádince byla v teplé vodě byla rozpuštěna Mohrova sůl. Za stálého míchání bylo přidáno stechiometrické množství zředěné kyseliny sírové v poměru 1:1 s vodou a po částech byl přidáván nasycený roztok kyseliny šřavelové připravený z dvojnásobku vypočítaného množství. Matečný roztok byl zahříván až do vysrážení žlutých krystalů šřavelanu železnatého. Roztok byl několikrát opatrně dekantován teplou vodou. Krystaly byly poté přefiltrovány přes fritu a propláchnuty nejdříve teplou vodou a poté ethanolem.

Tris(oxaláto)železitan draselný byl připraven reakcí šřavelanu železnatého se šřavelanem draselným a peroxidem vodíku, za vzniku tris(oxaláto)železitanu draselného a hydroxidu železitého. Hydroxid následně reaguje s hydrogenšřavelanem draselným a vzniká tris(oxaláto)železitan draselný:



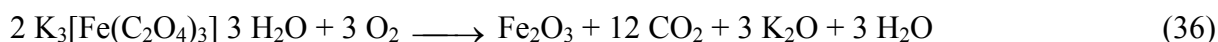
Pracovní postup:

Nejdříve byla připravena suspenze šťavelanu železnatého v nasyceném roztoku šťavelanu draselného. Při teplotě 40 °C bylo za stálého míchání pomalu přidáváno k matečnému roztoku takové množství koncentrovaného roztoku peroxidu vodíku, aby se dosáhlo úplného rozpuštění šťavelanu železnatého. Směs s vysráženým FeO(OH) byla zahřátá k varu a vysrážené krystaly byly rozpuštěny přidavkem roztoku kyseliny šťavelové. Roztok byl zahuštěn ke krystalizaci na topné desce, krystaly byly odfiltrovány na fritě a promyty studenou vodou a ethanolem.

2.4 Příprava oxidu železitého Fe₂O₃

Oxid železitý je červenohnědá krystalická látka nerozpustná ve vodě a rozpustná v anorganických kyselinách.

Reakce probíhala podle rovnice:



Pracovní postup:

Navážený tris(oxaláto)železitan draselný byl kvantitativně převeden do železného kelímku a žíhán. Tepelný rozklad byl prováděn ve dvou stupních. V prvním stupni byl tris(oxaláto)železitan žíhán mírně ve větší vzdálenosti od kahanu po dobu 10 minut. Druhý stupeň probíhal na tzv. „červený“ žár po dobu 35 minut.

3 VÝSLEDKY A DISKUZE

3.1 Síran železitý $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$

Síran železitý byl připravován dvěma postupy: oxidací $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ peroxidem vodíku (30%) za přítomnosti konc. H_2SO_4 a rozpouštěním Fe_2O_3 ve zředěné kyselině sírové.

3.1.1 Příprava $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ oxidací $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Při přípravě síranu železitého oxidací síranu železnatého bylo použito dvojnásobného stechiometrického množství 30% peroxidu vodíku. Dostatečná oxidace Fe(II) na Fe(III) byla ověřena kapkovou reakcí pomocí 1,10-fenatrolinu (směs se za přítomnosti Fe(II) barví do oranžova). Po přidání stechiometrického množství peroxidu byl test na přítomnost Fe(II) pozitivní. Neúplná oxidace s největší pravděpodobností byla způsobena stářím peroxidu (rozkládá se na kyslík a vodu), proto bylo zvoleno do postupu dvojnásobné množství. Síran železitý byl beze ztrát převeden z roztoku krystalizací na topné desce. Pro špatnou a pozvolnou rozpustnost krystalů síranu železitého bylo v následných postupech pracováno s matečným roztokem síranu železitého. Celá tato příprava trvala 50 minut. Nejdéle přitom trvalo odpařování na topné desce.

3.1.1.1 Praktický výtěžek

Při přípravě bylo použito 11,53 g FeSO_4 (tato navážka byla zvolena tak, aby při dalším využití produktu vzniklo 10 g tris(oxaláto)železitanu draselného).

$$m_{\text{teoret}}(\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3) = M(\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3) \cdot \frac{m(\text{FeSO}_4)}{2 \cdot M(\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})} = 399,87 \cdot \frac{11,53}{2 \cdot 278,11}$$

$$m_{\text{teoret}}(\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3) = 8,29 \text{ g}$$

Tabulka č.6: Výtěžky a výtěžnost $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$

Pokus číslo	Výtěžek (g)	Výtěžnost (%)
1	7,2	86,9
2	7,3	88,1
Průměr	7,25	87,5

Z tabulkových hodnot vyplývá celkem vysoká výtěžnost. Ztráty jsou způsobeny manipulací s roztokem a i přes pečlivost při kvantitativním převádění se jim nedalo zabránit.

3.1.2 Příprava $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ rozpouštěním Fe_2O_3 ve zředěné H_2SO_4

Pro rozpouštění byly použity dva oxidy železité lišící se svojí přípravou.

První oxid železitý byl připraven žiháním tris(oxaláto)železitanu draselného. Po pěti minutách varu suspenze kyseliny sírové a oxidu železitého bylo pozorováno zesvětlení hnědého roztoku v důsledku vylučování bílých krystalů síranu železitého. Přeměnu oxidu železitého na síran železitý bylo možno dobře pozorovat a určit tak konec reakce. Celková doba rozpouštění 3 g Fe_2O_3 trvala 20 minut. Vzniklý síran byl téměř beze ztrát kvantitativně filtrován přes Büchnerovu nálevku. Vzhledem vysoké kyselosti roztoku je doporučeno použít k filtraci skleněný filtrační papír a krystaly sušit volně na Petriho misce. Příprava trvala 35 minut.

Druhý oxid železitý byl připraven prudkým žiháním uhličitanu železnatého. Takto připravený oxid železitý podléhal hůře rozpouštění než oxid železitý připravený z tris(oxaláto)železitanu draselného. Roztok během zahřívání neměnil barvu a krystaly síranu železitého vykristalizovaly až po ochlazení roztoku. Doba rozpouštění 3 g Fe_2O_3 trvala 45 minut. Filtrace se řídila stejnými podmínkami jako v předešlém případě. Příprava trvala 55 minut.



Obrázek č.4: Síran železitý připravený v kapitole 2.2.2

3.1.2.1 Praktický výtěžek

Při přípravě bylo použito 3 g Fe_2O_3 .

$$m_{\text{teoret}}(\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3) = M(\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3) \cdot \frac{m(\text{Fe}_2\text{O}_3)}{M(\text{Fe}_2\text{O}_3)} = 399,87 \cdot \frac{3}{159,69}$$

$$m_{\text{teoret}}(\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3) = 7,51 \text{ g}$$

Tabulka č.7: Výtěžky a výtěžnost $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$

Oxid	Pokus číslo	Výtěžek (g)	Výtěžnost (%)
$\text{Fe}_2\text{O}_3(\text{z FeCO}_3)$	1	7,2	94,55
	2	7,3	95,89
Průměr		7,25	95,22

Oxid	Pokus číslo	Výtěžek (g)	Výtěžnost (%)
$\text{Fe}_2\text{O}_3(\text{z K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3])$	1	3,8	50,6
	2	3,6	47,93
Průměr		3,7	49,27

Výtěžnost síranu železitého připravovaného z oxidu železitého, který byl připraven žháním uhličitanu železnatého, je velmi vysoká díky snadné manipulaci s vyloučenými krystaly. Oproti tomu je výtěžnost síranu železitého připravovaného z oxidu železitého, který byl připraven z tris(oxaláto)železitanu draselného, velmi nízká. Je způsobena znečištěním oxidu železitého vzniklém při jeho přípravě a jeho nejistou stechiometrií.

3.1.3 Kontrola čistoty

Kontrola čistoty byla provedena pomocí „kapkových“ reakcí s vybranými činidly. Byly proměřeny tři vzorky z předešlých příprav. Pomocí činidla 1,10-fenantrolin (0,5%) bylo zjištěno, že ve sloučenině není přítomno železo v oxidačním stavu III. Zkoumaný vzorek se nezabarvil do sytě oranžova. Činidlem hexakyanoželeznatanem draselným bylo potvrzeno, že vzorek obsahuje železo v oxidačním stavu III. Ze zkoumaného vzorku se ihned vyloučily modré krystaly berlínské modři.

Tabulka č.8: Kontrola čistoty $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ pomocí činidel

Vzorek číslo	1,10-fenantrolin	Hexakyanoželeznatan draselný
1	ne	ano
2	ne	ano
3	ne	ano

Z tabulky vyplývá, že všechny vzorky neobsahují Fe(II), avšak obsahují Fe(III). Produkt je v tomto smyslu čistý.

3.2 Dodekahydrát síranu amonno-železitého $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$

Dodekahydrát síranu amonno-železitého byl připravován dvěma postupy. V prvním postupu jako výchozí sloučenina byl použit $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ oxidovaný H_2O_2 (30%). Ve druhém postupu byly zvoleny jako výchozí sloučeniny $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ a $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ oxidovány koncentrovanou HNO_3 .

3.2.1 Příprava $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ z FeSO_4

Příprava dodekahydrátu síranu amonno-železitého probíhala přes meziprodukt síranu železitého. Se síranem železitým bylo pracováno z matečného roztoku. Poté byl k roztoku přidán síran amonný. V prvních pokusech byl roztok necháván odpařován na topné desce. Docházelo ale pouze k navyšování viskozity a směs nekystalizovala ani po ochlazení. Bylo zkoušeno také přidání 20 cm^3 ethanolu k vysrážení kamence. Přidání ethanolu však mělo za následek vznik velmi soudržného lepkavého gelu. Neochota ke krystalizaci je s největší pravděpodobností dána tím, že kamenec krystalizuje jako dodekahydrát a uspořádání krystalů musí probíhat volně. Bylo tedy přistoupeno k tomu, že po přidání síranu amonného byla směs chvíli (cca 5 minut) povařena a roztok rozdělen na dvě poloviny. Jedna byla nechána volně krystalizovat po dobu sedmi dní a s druhou polovinou roztoku kamence se pracovalo dále k přípravě dalších sloučenin. Z roztoku nechaného krystalizovat volně se za sedm dní vytvořily velké nafialovělé krystaly. Příprava roztoku dodekahydrátu síranu amonno-železitého trvala 40 minut, poté byl ponechán sedm dní k volné krystalizaci.



Obrázek č.5: Dodekahydrát síranu amonno-železitého připravený v kapitole 2.1.1

3.2.1.1 Praktický výtěžek

Při přípravě bylo použito 11,53g FeSO_4 (tato navážka byla zvolena tak, aby při dalším využití produktu vzniklo 10g tris(oxaláto)železitanu draselného).

$$m_{\text{teoret}}(\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2) = M(\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2) \cdot \frac{m(\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})}{M(\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})} = 482,18 \cdot \frac{11,53}{278,01}$$
$$m_{\text{teoret}}(\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2) = 19,83 \text{ g}$$

Tabulka č.9: Výtěžky a výtěžnost $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$

Pokus číslo	Výtěžek (g)	Výtěžnost (%)
1	0	0
2	9,1	91
3	9,8	97,8
Průměr	9,45	94,4

Z tabulky vyplývá zvětšování výtěžnosti vlivem zdokonalování postupu.

3.2.2 Příprava $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ z $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ a $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$

Na přípravu dodekahydrátu síranu amonno-železitého byly navážky připraveny v přesném stechiometrickém poměru. Na oxidaci $\text{Fe}(\text{II})$ obsaženém v síranu železnatém a Mohrově soli byla použita koncentrovaná kyselina dusičná. Při přidávání kyseliny dusičné docházelo k bouřlivé reakci a uvolňování rezavě hnědých dýmu oxidů dusíku. Poté byla směs ponechána volně krystalizovat šest dní. K vyloučení krystalů kamence ovšem nedošlo. V kádince vznikl velmi viskózní světle hnědý gel. Při opakování postupu bylo zjištěno, že mateční roztok s kamencem má $\text{pH} = 0$ a ke krystalizaci opět nedošlo. Vysoká kyselost roztoku má s největší pravděpodobností za následek nevykrystalizování kamence. Příprava roztoku dodekahydrátu síranu amonno-železitého trvala 75 minut, k volné krystalizaci byl ponechán sedm dní.

3.2.3 Kontrola čistoty

Kontrola čistoty byla založena na měření teploty tání síranu amonno-železitého a na reakci s činidly na ověření přítomnosti $\text{Fe}(\text{III})$.

Měření teploty tání bylo prováděno pomocí aparatury složené z teploměru, k němuž byla v úrovni nádoby se rtutí připevněna zatavená kapilára obsahující síran amonno-železitý. Teploměr s kapilárou byl umístěn na vodní lázeň, která byla pomocí kahanu pomalu zahřívána. Při změně skupenství byla zaznamenána teplota. Měření bylo prováděno pro tři vzorky.

Tabulka č.10: Teploty tání $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$

Měření č. :	Teplota tání ($^{\circ}\text{C}$)	Korekce metody (-3°C)
1	45	42
2	44,5	41,5
3	44	41
Průměrná hodnota	44,5	41,5

Tabelovaná hodnota tání dodekahydrátu síranu amonno-železitého je $39-41^{\circ}\text{C}$. Z naměřených hodnot lze usoudit, že připravovaný produkt byl dodekahydrát síranu amonno-železitého s teplotou tání maximálně o 1°C odlišnou od tabelované.

Kontrola čistoty reakcí s vhodnými činidly byla prováděna pro tři vzorky.

Tabulka č.11: Kontrola čistoty $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ pomocí činidel

Vzorek č:	1,10-fenantrolin	Hexakynoželeznatan draselný
1	ne	ano
2	ne	ano
3	ne	ano

Z tabulky vyplývá, že všechny vzorky neobsahují Fe(II), avšak obsahují Fe(III). Produkt je v tomto smyslu čistý.

3.3 Tris(oxaláto)železitan draselný

Tris(oxaláto)železitan draselný byl připravován dvěma postupy. Pro první postup byla jako výchozí sloučenina zvolena sůl obsahující Fe(III) (síran železitý nebo síran amonno-železitý). Ve druhém postupu byla jako výchozí sloučenina zvolena Mohrova sůl.

3.3.1 Příprava $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ze soli obsahující Fe(III)

Tris(oxaláto)železitan draselný byl připravován přes meziprodukt hydroxid železitý. Hydroxid železitý (první část postupu) byl připravován z matečných roztoků síranu železitého nebo dodekahydrátu síranu amonno-železitého. Po pomalém přidávání roztoku amoniaku k matečnému roztoku se začal tvořit hnědý hydroxid železitý ve formě gelu. Konec vysrážení se dal pozorovat náhlou absorpcí většiny kapaliny roztoku do gelu. Pomalá sedimentace hydroxidu železitého byla upravena povařením roztoku. Hydroxid železitý byl poté dekantován přidáním 50 cm^3 destilované vody (4-5krát). Po filtraci na Büchnerově nálevce byl hydroxid dán na 10 minut do sušárny (snažší oddělení od filtračního papíru). Rozpouštění hydroxidu železitého v roztoku hydrogenšťavelanu draselného (oproti teoretickému postupu) bylo prováděno k dosažení co nejmenšího objemu roztoku tak, že k hydroxidu železitému v kádince byla postupně přilévána směs hydrogenšťavelanu draselného do úplného rozpouštění. Roztok se začal barvit vznikajícím tris(oxaláto)železitanem draselným světle zeleně. Po krystalizaci na topné desce a následné filtraci byly získány malé světlezelené krystalky tris(oxaláto)železitanu draselného. Celá příprava trvala 100 minut. Nejdelší dobu si vyžádalo odpařování na topné desce (30 minut).

3.3.1.1 Praktický výtěžek

Na přípravu bylo použito 9,8 g $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ teoretického množství nebo 8,14 g Fe_2SO_4 (tato navážka byla zvolena tak, aby při dalším využití produktu vzniklo 10 g tris(oxaláto)železitanu draselného).

$$m_{\text{teoret}}(\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]) = M(\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]) \cdot \frac{m(\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2)}{M(\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2)} = 491,25 \cdot \frac{9,9}{482,1829}$$

$$m_{\text{teoret}}(\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]) = 10 \text{ g}$$

$$m_{teoret}(K_3[Fe(C_2O_4)_3]) = M(K_3[Fe(C_2O_4)_3]) \cdot \frac{m(Fe_2(SO_4)_3)}{M(Fe_2(SO_4)_3)} = 491.25 \cdot \frac{8,14}{399,87}$$

$$m_{teoret}(K_3[Fe(C_2O_4)_3]) = 10 \text{ g}$$

Tabulka č.12: Výtěžky a výtěžnost $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$

Pokus číslo	Výtěžek (g)	Výtěžnost (%)
1	8,9	89
2	8,8	88
3	9,6	96
Průměr	9,1	91

Vysoká výtěžnost produktu je dána odpařováním matečného roztoku na topné desce.

3.3.2 Příprava $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ z $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$

Příprava tris(oxaláto)železitanu draselného probíhala přes meziprodukt šťavelan železnatý. Ten vznikl jako sytě žlutá krystalická látka ihned po přidání kyseliny šťavelové k roztoku Mohrovy soli a kyseliny sírové. Při přidávání peroxidu vodíku ke šťavelanu železnatému ve formě suspenze v nasyceném roztoku šťavelanu draselného vznikl tmavě zelenohnědý roztok. Poté byla k tomuto roztoku přidávána kyselina šťavelová. Po přidání určitého množství přešel roztok náhle na světle zelenou barvu. Po krystalizaci na topné desce a filtraci byly získány malé světlezelené krystalky tris(oxaláto)železitanu draselného. Doba přípravy trvala 140 minut.



Obrázek č.6: Tris(oxaláto)železitan draselný připravený v kapitole 2.3.1



Obrázek č.7: Šťavelan železnatý připravený v kapitole 2.3.3

3.3.2.1 Praktický výtěžek

Na přípravu šťavelanu železnatého bylo použito 10 g Mohrovy soli.

$$m_{teoret}(Fe(C_2O_4 \cdot 2H_2O)) = M(Fe(C_2O_4)) \cdot \frac{m((NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O)}{M((NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O)} = 179,9 \cdot \frac{10}{482,18}$$

$$m_{teoret}(Fe(C_2O_4 \cdot 2H_2O)) = 3,7 \text{ g}$$

Tabulka č.13: Výtěžky a výtěžnost FeC_2O_4

Pokus číslo	Výtěžek (g)	Výtěžnost (%)
1	3,5	94,6
2	3,6	97,3
Průměr	3,55	95,95

Vysoká výtěžnost produktu je dána snadnou manipulací s krystaly šťavelanu železnatého v důsledku jeho malé rozpustnosti ve vodě.

Na přípravu šťavelanu železnatého bylo použito 10 g Mohrovy soli.

$$m_{teoret}(K_3[Fe(C_2O_4)_3]) = M(K_3[Fe(C_2O_4)_3]) \cdot \frac{m((NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O)}{M((NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O)} = 491,25 \cdot \frac{10}{482,18}$$

$$m_{teoret}(K_3[Fe(C_2O_4)_3]) = 10,2 \text{ g}$$

Tabulka č.14: Výtěžky a výtěžnost $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$

Pokus číslo	Výtěžek (g)	Výtěžnost (%)
1	9,1	91
2	9,4	94
Průměr	9,25	92,5

Vysoká výtěžnost produktu je dána odpařováním matečného roztoku na topné desce.

3.3.3 Kontrola čistoty

Kontrola čistoty byla založena na měření konverze tris(oxaláto)železitanu draselného na šťavelan železnatý. Měření bylo prováděno pomocí bodotávku Electrotermal 9100.

Tabulka č.15: Teploty konverze $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$

Vzorek číslo	Teplota konverze (°C)			Průměrná hodnota (°C)
1	230,4	231,2	230,6	230,73
2	230,6	231,1	230,8	230,83
3	230	229,9	230	229,97

Tabelovaná hodnota konverze tris(oxaláto)železitanu draselného je 230 °C. Z naměřených dat je zřejmé, že připravená sloučenina je tris(oxaláto)železitan draselný.

Kontrola čistoty byla prováděna i pro meziprodukt z kapitoly 2.3.2 šťavelan železnatý. Byla měřena teplota konverze na oxid železitý.

Tabulka č.16: Teploty konverze FeC_2O_4

Vzorek číslo	Teplota konverze (°C)			Průměrná hodnota (°C)
1	189,6	190,2	189,7	189,833
2	190,6	190,9	190,6	190,7

Tabelovaná hodnota konverze šťavelanu železnatého je 190 °C. Z naměřených dat je zřejmé, že připravená sloučenina je šťavelan železnatý.

Kontrola čistoty reakcí s vhodnými činidly byla prováděna pro 2 vzorky.

Tabulka č.17: Kontrola čistoty $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ pomocí činidel

Vzorek číslo	1,10-fenantrolin	Hexakynoželezitan draselný
1	ne	ano
2	ne	ano

Z tabulky vyplývá, že všechny vzorky neobsahují Fe(II), avšak obsahují Fe(III). Produkt je v tomto smyslu čistý.

Tabulka č.18 Kontrola čistoty FeC_2O_4 pomocí činidel

Vzorek číslo	1,10-fenantrolin	Hexakynoželeznatan draselný
1	ano	ne
2	ano	ne

Z tabulky vyplývá, že všechny vzorky neobsahují Fe(III) , avšak obsahují Fe(II) . Produkt je v tomto smyslu čistý.

3.4 Příprava oxidu železitého Fe_2O_3

Oxid železitý byl připravován žiháním tris(oxaláto)železitanu draselného. Žihání bylo prováděno ve dvou stupních. Na začátku žihání se konvertoval světle zelený tris(oxaláto)železitan draselný na žlutý šřavelan železnatý, který se potom rozložil na červenohnědý oxid železitý. Příprava oxidu železitého trvala 50 minut.



Obrázek č. 8: Oxid železitý připravený v kapitole 2.4

3.4.1 Praktický výtěžek

Na přípravu oxidu železitého bylo použito 10g Mohrovy soli.

$$m_{\text{teoret}}(\text{Fe}_2\text{O}_3) = M(\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)) \cdot \frac{m(\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O})}{2 \cdot M(\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O})} = 159,69 \cdot \frac{5}{2 \cdot 491,25}$$

$$m_{\text{teoret}}(\text{Fe}_2\text{O}_3) = 0,8 \text{ g}$$

Tabulka č.14. Výtěžky a výtěžnost Fe_2O_3

Pokus číslo	Výtěžek (g)	Výtěžnost (%)
1	2,60	325,00
2	2,50	312,50
3	2,30	287,50
Průměr	2,47	308,33

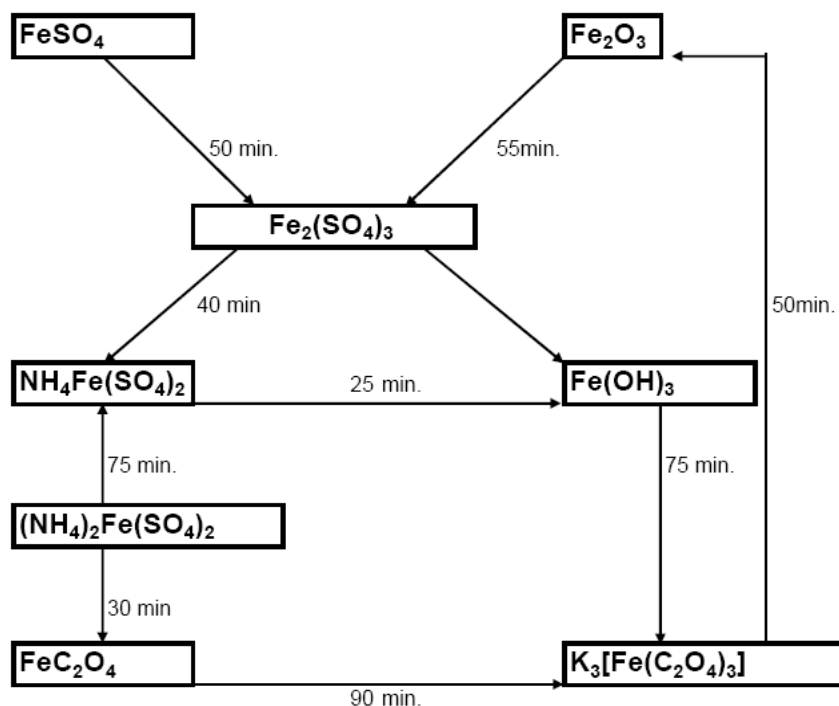
Až 225% nadbytek je dán znečištěním Fe_2O_3 oxidem draselným nebo vznikem oxidu $\text{K}_2\text{Fe}_2\text{O}_4$.

3.4.1.1 Kontrola čistoty

Kontrola čistoty vzhledem k nerozpustnosti a vysoké teplotě tání nemohla být provedena ani jedním způsobem. Vzhledem k výtěžnosti a výsledkům navazujících příprav je čistota produktu velmi malá. Oxid železitý je znečištěn příměsmi draslíku, kdy při žhání může vznikat podvojný oxid draselný-železitý. Barva a chování vzniklé sloučeniny je velmi podobná oxidu železitému.

3.5 Zhodnocení dosažených výsledků

Na přípravu řady tří po sobě jdoucích sloučenin byly vybrány síran železitý, dodekahydrát síranu amonno-železitého a tris(oxaláto)železitan draselný. Druhá možná řada šťavelan železitý, tris(oxaláto)železitan draselný a oxid železitý byla vyloučena z důvodu „nečistého“ složení oxidu železitého připraveného žháním tris(oxaláto)železitanu draselného.



Obrázek č.9 : Časový harmonogram reakcí

3.5.1 Sírán železitý

Sírán železitý ve vybrané řadě byl připravován podle postupu z kapitoly 2.2.1. Příprava popsaná v kapitole 2.2.1 má jasný průběh. Oxidace síranu železnatého se dá jednoduše ověřit pomocí reakce s 1,10-fenantrolinem. Nepoužitá příprava popsaná v kapitole 2.2.2. nebyla vybrána pro vysokou kyselost matečného roztoku, kdy na přípravu muselo být použito trojnásobného množství koncentrované kyseliny sírové. Kyselost matečného roztoku komplikuje filtraci produktu a manipulování s produktem.

3.5.2 Dodekahydrát síranu amonno-železitého

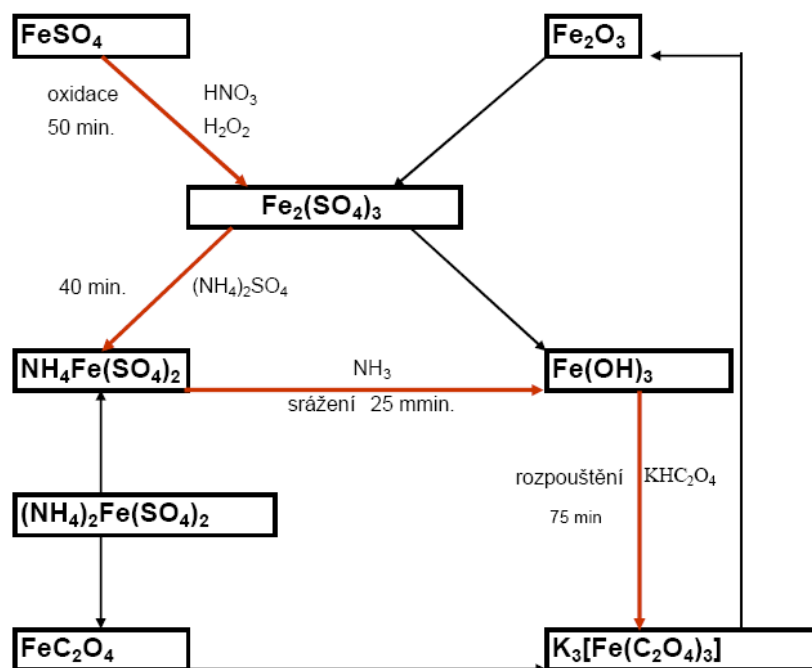
Na přípravu dodekahydrátu síranu amonno-železitého pro vybranou řadu byla použita příprava popsaná v kapitole 2.1.1. Tato příprava má oproti přípravě popsané v kapitole 2.1.2 výhodu v tom, že při volné krystalizaci bylo dosaženo vyloučení krystalů kamence, což v přípravě 2.2.2 nedošlo. K přípravě 2.2.1 byl použit jako výchozí produkt sírán železitý, a tím byly dosaženy podmínky navržené řady po sobě jdoucích sloučenin.

3.5.3 Tris(oxaláto)železitan draselný

Tris(oxaláto)železitan draselný ve vybrané řadě byl připravován podle postupu popsaném v kapitole 2.3.1. Jeho příprava byla vybrána proto, že navazuje na produkt přípravy 2.1.1 dodekahydrát síranu amonno-železitého, a tím jsou splněny podmínky navržené řady po sobě jdoucích sloučenin. Je tedy výhodnější oproti přípravě popsané v kapitole 2.3.2.

3.6 Konečný postup přípravy řady tří po sobě jdoucích sloučenin

Jako konečný postup přípravy navazující řady tří sloučenin železa byly vybrány tyto sloučeniny: sírán železitý, dodekahydrát síranu amonno-železitého a tris(oxaláto)železitan draselný. Jako první je připravován sírán železitý oxidací heptahydrátu síranu železnatého. Se vzniklým síranem železitým je dále pracováno v matečném roztoku a je použit jako výchozí sloučenina k přípravě dodekahydrátu síranu amonno-železitého. Dodekahydrát síranu amonno-železitého vzniká reakcí síranu železitého se síranem amonným. Polovina vzniklého roztoku kamence je nechána k volné krystalizaci a druhá slouží jako výchozí sloučenina pro tris(oxaláto)železitan draselný. Ten vzniká přes meziprodukt hydroxid železitý, připravený reakcí roztoku amoniaku s dodekahydrátem síranu amonno-železitého. Dále je hydroxid rozpouštěn hydrogenšřávelanem draselným za vzniku tris(oxaláto)železitanu draselného. Navážky jsou zvoleny tak, aby vzniklo 10 g tris(oxaláto)železitanu draselného. Celá příprava trvá 190 minut.



Obrázek č.10: Konečné schéma přípravy řady tří po sobě jdoucích sloučenin

3.6.1 Síran železitý $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$

Pracovní postup:

11,5g heptahydrátu síranu železnatého (zelená skalice) rozpustíme v takovém množství vody ($28,8 \text{ cm}^3$), aby vznikl nasycený roztok. Opatrně přidáme koncentrovanou kyselinu sírovou v 10% nadbytku oproti vypočítanému množství ($1,3 \text{ cm}^3$ 96% H_2SO_4) a poté dvojnásobné množství vypočítaného množství 30% peroxidu vodíku ($4,4 \text{ cm}^3$). Reakční směs krátce povaříme a přesvědčíme se o úplnosti oxidace pomocí roztoku 0,5% 1,10 fenantrolinu. Do zkumavky dáme jednu kapku oxidovaného roztoku a jednu kapku roztoku 1,10-fenantrolinu. V přítomnosti Fe(II) vznikne oranžové zbarvení. Jestliže byla oxidace neúplná, přidáme do reakční směsi opět peroxid, povaříme a postup kontroly úplnosti oxidace opakujeme. Dále budeme pracovat se síranem železitým jako vzniklým tmavě hnědým roztokem.

3.6.2 Dodekahydrát síranu amonno-železitého $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

Pracovní postup:

Vzniklý roztok síranu železitého z předešlé přípravy (kapitola 3.6.1) zahustíme na topné desce na poloviční objem a přidáme horký roztok vypočítaného množství síranu amonného nasyceného při 60°C ($2,7 \text{ g}$ v $3,3 \text{ cm}^3$ dest. H_2O). Poté směs rozdělíme pomocí odměrného válce dvě poloviny. Jednu polovinu necháme 7 dní volně krystalizovat a druhou polovinu použijeme k přípravě tris(oxaláto)železitanu draselného.

3.6.3 Tris(oxaláto)železitan draselný $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$

Pracovní postup:

K roztoku dodekahydrátu síranu amonno-železitého z předešlé přípravy (kapitola 3.6.2) přidáváme v digestoři roztok koncentrovaného amoniaku, dokud se tvoří hnědá sraženina hydroxidu železitého. Ke sraženině poté přidáme 100 cm³ destilované vody a krátce ji povaříme, aby se vzniklý hydroxid železitý lépe usazoval. Sraženinu poté třikrát dekantujeme, odfiltrujeme na Büchnerově nálevce a dáme ji i s filtračním papírem na 10 minut sušit do sušárny při 100 °C. Mezitím si připravíme horký roztok šťavelanu draselného (10,8 g rozpustíme ve 20 cm³ destilované vody) a horký roztok kyseliny šťavelové (7,4 g rozpustíme v 12 cm³ destilované vody). Připravené roztoky slijeme dohromady. Vyjmeme hydroxid železitý ze sušárny a kvantitativně ho převedeme z filtračního papíru do 250 cm³ kádinky. K hydroxidu poté přiléváme za stálého míchání připravený roztok hydrogenšťavelanu draselného do jeho úplného rozpuštění. Získaný světle zelený roztok přefiltrujeme a filtrát odpaříme na topné desce ke krystalizaci. Krystaly odfiltrujeme, promyjeme malým množstvím destilované vody a ethanolem.

4 ZÁVĚR

Cílem této práce byla příprava navazující řady tří sloučenin železa s cílem vypracování pracovních návodů pro využití v praktiku anorganické chemie. V teoretické části mé práce byly popsány chemické a fyzikální vlastnosti, přípravy a použití železa a jeho vybraných sloučenin. V praktické části byl optimalizován postup přípravy navazující řady tří sloučenin železa. Při přípravách byl sestaven časový harmonogram a u produktů byla ověřena čistota dostupnými metodami, kterými jsou vybaveny laboratoře č. 2002 a 2005 na Fakultě chemické VUT v Brně, kde byla praktická část prováděna.

Cíle bakalářské práce byly splněny.

SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A ZNAČEK

a_k	vzdálenost atomů v krystalové mřížce
c	molární koncentrace
dest.	destilovaná
konc.	koncentrovaná
m	hmotnost
$m_{\text{teoret.}}$	vypočítaná teoretická hmotnost
M	molární hmotnost

LITERATURA

- [1] KAŠPÁREK, F., PASTOREK, R., ŠINDĚLÁŘ, Z. BŘEZINA, F.: *Anorganická chemie*. 2. vyd. Olomouc : VUP, 2001. 394 s. ISBN 80-244-0311-0.
- [2] GRENEOOD, N.N., EARNSHAW, A.: *Chemie prvků : Svazek II*. Prof. Ing, Jursíka F,CSc a kolektiv. 1. vyd. Praha : Informatorium, 1993. 1635 s. ISBN 80-85427-38-9.
- [3] HEINRICH, Remy: *Anorganická chemie : II. díl*. Drátovský Milan a kolektiv. 1. vyd. Praha : SNTL, 1971. 832 s.
- [4] KŮTEK, František: *Anorganická chemie – kovy vedlejších podskupin*. Praha: SNTL,1996. 140 s. ISBN 80-7078-692-2.
- [5] BUDVARI, S., HECKELMA, P., KINNEARY, J.: *The Merck Index An Encyclopedia of Chemicals, Drugs, and Biological* . 12. vyd. Rahway : Merck and Company, 1996. 1741 s.
- [6] PILÁTOVÁ, I., KÁBELOVÁ, B., RICHTERA , L.: *Praktikum z anorganické chemie II.*. 1. vyd. Brno : VUT FCH, 2006. 121 s. ISBN 80-214-3140-7.
- [7] FRIEHEIM, C.: *Gmelins Handbuch der anorganische chemie : Teil B Verbindungen des Eisens* . P.J Meyer. 8. Auflage. Berlin : Verlage CHEMIE G.M.B.H., 1932. 2316 s.
- [8] *Železo* [online]. 2003 , 3.5.2008 [cit. 2008-05-06].
Dostupné z WWW: <<http://cs.wikipedia.org/wiki/%C5%BDelezo>>.
- [9] KAMEWATER PROCHEMIE. *Hydroxid železitý* [online]. 2000 , 8.5.2008 [cit. 2008-05-10]. Dostupné z WWW:
<http://www.prochemie.cz/pdf_files/hydroxid_zelezity_granulovany.pdf>.
- [10] SÝKOROVÁ, D., MASTNÝ, L.: *Návody pro laboratoře z anorganické chemie*. Praha: VŠCHT. 2001. 249 s. ISBN
- [11] *Ammonium Eisen(III)-sulfat* [online]. 2001 , 3.5.2008 [cit. 2008-05-06]. Dostupné z WWW: <[http://de.wikipedia.org/wiki/Ammonium Eisen\(III\)-sulfat](http://de.wikipedia.org/wiki/Ammonium Eisen(III)-sulfat)>.
- [12] *Kaliumtrioxalatoferrat(III)* [online]. 1996 [cit. 2008-03-10]. Dostupné z WWW: <<http://www.chemie.unibas.ch/~team2004/StephanSteinmann/trash/K3oxalato.pdf>>.