

Úloha 10: Stanovení rozpustnosti a obsahu krystalové vody

Zadané úlohy

1. Stanovte rozpustnost předloženého vzorku anorganické soli ve vodě při laboratorní teplotě.
2. Na základě naměřených údajů identifikujte neznámý vzorek.
3. Termogravimetricky stanovte množství krystalové vody v předloženém vzorku.

Teoretický úvod

Rozpustnost látek

Gibbsův zákon fází popisuje rovnováhu v uzavřeném systému rovnicí: $f + v = s + 2$, ve které je f počet fází, v počet stupňů volnosti a s počet složek v systému. Fáze jsou homogenní složky (plyn, kapalina, pevná fáze) systému a složky jsou jednotlivé chemické sloučeniny. Stupeň volnosti je jakákoliv intenzivní fyzikální veličina. Intenzivní veličina je taková, která nezávisí na celkové hmotě systému.

Krystalová voda

Když látky krystalizují z vodním prostředím do sebe často zabudovávají molekuly vody do struktury krystalu. Krystalové vody se může snadno zbavit stáním krystalických vzorků na vzduchu.

Práce s automatickou pipetou

Automatická pipeta se používá o odměření velmi malých objemů. Daný objem se nastavuje šroubem v horní části pipety. Pipetu nesmíme nikdy obracet napo pokládat na stranu, pokud je na ní nasazena znečištěná špička.

Zahřívání nad kahanem a žíhání do konstantní hmotnosti

Žíhání je specifickým laboratorním postupem provádějícím se nad kahanem, obvykle v porcelánových miskách. Kelímek je zahříván pomalu, aby nepraskl, poté je přesunut do nejteplejší části plamene. K žíhání můžeme také používat žíhací pec. Žíhání do konstantní hmotnosti můžeme využít například při gravimetrii.

Postup

Stanovení rozpustnosti a identifikace vzorku

Nad kahanem byly vyžíhány tři kelímky do konstantní hmotnosti. Žíhání probíhalo cca 10 minut a kelímky byly pomocí kleští přesunuty do exsikátoru k vychladnutí. Vychladlé kelímky byly zváženy na analytických vahách. Žíhání kelímků bylo zopakováno. Kelímky byly znovu zváženy a hmotnosti byly porovnány. Kdyby se hmotnosti měnili, proces by byl zopakován. Byla změřena teplota suspenze neznámého vzorku (č.105), poté co byl vzorek rozmíchán a bylo počkáno 5 minut. Do vyžíhaných kelímků bylo pomocí automatické pipety odpipetováno 5 ml nasyceného roztoku a byla zapsána hmotnost roztoku. Voda z

odpipetovaných roztoků byla opatrně odpařena. Po odpaření vody, byl zbytek v kelímcích žihán ještě dalších 10 minut. Po vychladnutí v exsikátoru byly kelímky zváženy a kelímky byly žihány do konstantní hmotnosti.

Plamenová zkouška

Předem vyžíhaný drátek byl ponořen do neznámého vzorku a poté byl vložen do plamene. Podle jeho barvy byl určen kationt v roztoku.

Stanovení obsahu krystalové vody

V peci vyhřáté na 400°C byly vyžíhány dva malé kelímky do konstantní hmotnosti. Bylo postupováno stejně jako v předchozí úloze. Na analytických vahách do nich bylo odváženo přibližně 250 mg (viz naměřené hodnoty) neznámého vzorku. Odvážené vzorky, byly žihány v peci při teplotě 400°C po dobu 10 minut.

Naměřené hodnoty

	Číslo kalíšku	Hmotnost (g)
1. měření		
	1	38,9027
	2	47,0566
	3	48,4781
2. měření		
	1	38,9032
	2	47,0576
	3	48,4788
3. měření (přidaná suspenze)		
	1	45,3725
	2	53,5302
	3	54,9578
4. měření		
	1	41,5500

	2	50,0238
	3	51,1284
5. měření		
	1	41,4791
	2	49,9191
	3	51,0435
6. měření		
	1	40,6798
	2	48,9884
	3	50,4258

Tab. 1: žíhání do konstantní hmotnosti při stanovení rozpustnosti a identifikace roztoku

	Číslo kalíšku	Hmotnost kalíšků	Hmotnost látky	Celková hmot.
1. měření				
	1	23,5433	0,2541	23,7974
	2	23,009	0,2507	23,2597
2. měření				
	1			23,6693
	2			23,1318
3. měření				
	1			23,6690
	2			23,1317

Tab. 2: žíhání do konstantní hmotnosti při stanovení obsahu krystalové vody

Výpočty

Stanovení rozpustnosti a identifikace vzorku

$$m_{1(vzorek)} = 6,4693\text{ g}$$
$$m_{2(vzorek)} = 6,479\text{ g}$$
$$m_{3(vzorek)} = 6,479\text{ g}$$

$$m_{1(výtěžek)}$$