

ĆWICZENIE I-A

Teoria Wernera na przykładzie izomerów kompleksów Co(III);

analiza strukturalna (wykrywanie jonów chlorkowych)

Odczynniki chemiczne

Wybrane kompleksy kobaltu(III): $[\text{Co}^{\text{III}}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$; $[\text{Co}^{\text{III}}\text{Cl}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$; $[\text{Co}^{\text{III}}\text{Cl}_2(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}$; $[\text{Co}^{\text{III}}(\text{OH}_2)(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_3$; 0.1M AgNO_3 , 1 M NaOH (świeżo przygotowany mianowany roztwór)

Szkło i sprzęt laboratoryjny

- kolby miarowe 10 ml; wysokie, wąskie zlewki 100 mL, biureta 25 ml,
- waga analityczna, mieszadło magnetyczne, dipol magnetyczny, pehametr, elektroda chlorosrebrowa, podnośnik,
- płuczka z lodowatą, wodą demineralizowaną;

Procedura laboratoryjna

1. Przygotować ilościowo w 10 ml kolbie miarowej 0,1 g naważki **kompleksu kobaltu(III) o nieznannej stechiometrii** (zgodnie z procedurą podaną poniżej), którą kolejno należy rozpuścić w zdejonizowanej wodzie i dokładnie wymieszać.

Przykładowa procedura przygotowania naważki (wagowo):

masa kolbki: $m_k = 12.4555 \text{ g}$
masa kolbki ze związkiem: $m_k + m_z = 12.4593 \text{ g}$
masa kolbki z rozpuszczalnikiem: $m_k + m_z + m_{\text{rozpuszczalnik}} = 22.4633 \text{ g}$
masa molowa substancji: $425,56 \text{ g/mol}$

$$c_{\text{soli}} = \frac{[(m_z + m_k) - m_k] d_{\text{rozpuszczalnika}} 1000}{M \{(m_z + m_k + m_{\text{rozpuszczalnika}}) - (m_z + m_k)\}}$$

2. Napełnić biuretę 0,1 M wodnym roztworem AgNO_3 , ustawić zero na biurecie (sprawdzając, czy na końcu biurety nie znajduje się pęcherzyk powietrza).
3. Skalibrować pH-metr.
4. Przygotowany roztwór przenieść ilościowo do wysokiej, 100 mL zlewki, ustawić na mieszadle magnetycznym, włożyć dipol magnetyczny oraz elektrodę (chlorosrebrową) połączoną z pH-metrem ustawionym na odczyt potencjału (sprawdzić odpowiednie zanurzenie elektrody, a w razie konieczności zawartość zlewki uzupełnić odpowiednią ilością wody dejonizowanej).
5. Włączyć ostrożnie mieszadło, ustawić odpowiednią częstotliwość mieszania (uwzględniając na elektrodę) i przeprowadzić miareczkowanie dokonując odczytu po każdorazowym dodaniu 0,5-ml porcji AgNO_3 .
6. Wyniki zanotować w dzienniku laboratoryjnym.
7. Powtórzyć procedurę opisaną w punktach 1–6 dla tego samego związku kompleksowego Co(III) rozpuszczając tym razem naważkę w 1 M NaOH.

Pomiary należy powtórzyć dla kolejnego kompleksu (zapytać prowadzącego).

Opracowanie wyników

1. Na podstawie masy naważki obliczyć dokładne stężenie kompleksu Co(III) w przygotowanym roztworze.
2. Uzyskane wyniki miareczkowania zamieścić w tabeli, a następnie przedstawić je w postaci graficznej jako zależność $E = f(V_{\text{AgNO}_3})$.
3. Wyznaczyć metodą pochodnej punkt końcowy miareczkowania.
4. Podać równania reakcji zachodzących podczas miareczkowania. Wyjaśnić różnicę wyników miareczkowania obu roztworów. Podać, jaką rolę pełnił roztwór NaOH.
5. Na podstawie uzyskanych wyników określić stechiometrię analizowanego związku kompleksowego, narysować jego strukturę, podać barwę oraz poprawną nazwę.
6. Przedyskutować otrzymane wyniki.

Literatura

1. Wilkinson G.; Gillard R.D.; McClevery J.A., *Comprehensive Coordination Chemistry*; Pergamon Press, Oxford, **1**:1-31; **2**:23; **4**:817 (1987).
2. Butler I.S.; Harrod J.F., *Inorganic Chemistry*; Benjamin/Cummings, Redwood City, Ca, 189ff (1989).
3. Nakamoto K., *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds*; Wiley, New York (1997).
4. Huheey J.E., *Inorganic Chemistry*, 3rd Ed.; Harper & Row: New York, 524 (1983).
5. Grinberg A.A., *Wstęp do chemii związków kompleksowych*, PWN, Warszawa (1955).
6. Graddon D. P., *Wstęp do chemii związków kompleksowych*, WN-T., Warszawa (1963).
7. Basolo F., Johnson, R.C., *Chemia koordynacyjna*, PWN, Warszawa (1968).
8. Bartecki A., *Chemia pierwiastków przejściowych*, Seria Współczesna Chemia Nieorganiczna, WN-T, Warszawa (1987).
9. Cieślak - Golonka, M., Starosta, J., Wasielewski, M., *Wstęp do chemii koordynacyjnej*, PWN, Warszawa (2010).
10. Szczepaniak W., *Metody instrumentalne w analizie chemicznej*, PWN, Warszawa (1998).
11. Cygański A., *Metody elektroanalizy*, WNT, Warszawa (1991).
12. Gran G., *Determination of the Equivalence Point In Potentiometric Titrations. Part II* in *Analyst*, **77**:661 (1952).