

ĆWICZENIE I-B

Teoria Wernera na przykładzie izomerów kompleksów Co(III);

analiza strukturalna (wykrywanie ligandów aminowych)

Wprowadzenie

Odczynniki chemiczne

Wybrane kompleksy kobaltu(III): $[\text{Co}^{\text{III}}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$; $[\text{Co}^{\text{III}}\text{Cl}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$; $[\text{Co}^{\text{III}}\text{Cl}_2(\text{NH}_3)_4]\text{Cl}$; $[\text{Co}^{\text{III}}(\text{OH}_2)(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_3$; 3M NaOH, 1M HCl, 0.3M NaOH, zieleń bromokrezolowa ($\text{pK}_{\text{HInd}} = 4,5$), woda zdejonizowana, lód.

Szkło i sprzęt laboratoryjny

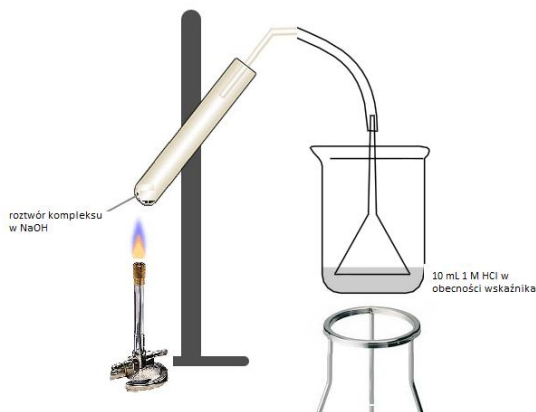
- zestaw probówki z korkiem teflonowym wyposażonym w rurkę do otrzymywania gazów i dren, statyw, lejek zwykły o średnicy zlewki 100 ml, zlewka 100 ml (4 sztuki), probówka z korkiem (4 sztuki), biureta,
- palnik, trójnóg, waga analityczna,

Procedura laboratoryjna

a. Rozkład

1. Odpowiednio podpisać i zważyć czystą i suchą 100 ml zlewkę.
2. Wlać dokładnie odmierzoną objętość (10 ml) 1M HCl do wcześniej zważonej zlewki i dodać około pięć kropel zieleni bromokrezolowej (zanotować barwę).
3. Zważyć ponownie zlewkę z przygotowanym roztworem kwasu.
4. Przygotować trzy 0.25-g naważki związku kompleksowego o nieznannej stechiometrii.
5. Jedną porcję związku kompleksowego umieścić w probówce z gwintem, a następnie dodać do probówki 3 ml 3M roztworu NaOH. Całość zamknąć szczelnym korkiem z zamocowaną rurką szklaną połączoną drenem z małym lejkiem.

6. Włożyć wylot lejka do roztworu HCl w taki sposób, aby lejek był całkowicie zanurzony w roztworze, a cały układ pozostał szczelny.



7. Całość umieścić w statywie, a następnie ostrożnie i powoli ogrzewać próbkę w taki sposób, aby doprowadzić ją do łagodnego wrzenia (obserwować i zapisywać zmiany zabarwienia wskaźnika).
8. Kontynuować rozkład **kompleksu** do momentu zaniku zauważalnych zmian zabarwienia wskaźnika (rozłożona próbka przybiera kolor czarny)
9. Na końcu ostrożnie wyjąć lejek i ponownie zważyć zlewkę z otrzymanym roztworem.
10. Procedurę opisaną w punktach 1-9 powtórzyć dla pozostałych dwóch porcji przygotowanych wcześniej naważek.

b. Miareczkowanie

1. Umocować w statywie biuretę (25 ml), umieścić w niej 0.3M roztwór NaOH.
2. Pierwszą opisaną zlewkę z otrzymaną wcześniej zawartością (HCl nasycony amoniakiem) ustawić na mieszadle magnetycznym, włożyć dipol i miareczkować 0.3M NaOH przyjmując za PK miareczkowania istotną zmianę zabarwienia wskaźnika z koloru żółtego na niebieski.
3. Wynik zapisać.
4. Procedurę opisaną w punktach 1-3 powtórzyć dla pozostałych dwóch otrzymanych w wyniku rozkładu porcji.

Opracowanie wyników

Rozkład związku kompleksowego

	<i>kompleks</i>		
	Próbka 1	Próbka 2	Próbka 3
Barwa związku:			
Masa naważki [g]			
Masa roztworu HCl przed nasyceniem amoniakiem [g]			
Barwa wskaźnika w roztworze HCl przed nasyceniem amoniakiem [g]			
Masa roztworu HCl po nasyceniu amoniakiem [g]			
Barwa wskaźnika w roztworze HCl po nasyceniu amoniakiem [g]			
Masa amoniaku [g]			

1. Uzupełnić tabelę. Zamieścić w sprawozdaniu masy wszystkich naważek i sposób ich przygotowania.
2. Wyjaśnić, w jakim celu zastosowano 3 M NaOH. Podać jonowy zapis reakcji.
3. Jakie reakcje zachodzą podczas ogrzewania roztworu w probówce. O czym świadczy zabarwienie wskaźnika przed i po reakcji. Uzasadnić rodzaj wybranego wskaźnika.

Miareczkowanie

	<i>Produkt rozpadu kompleksu</i>		
	Próbka 1	Próbka 2	Próbka 3
Objętość dodanego NaOH; [ml]			
Liczba moli dodanego NaOH; [mol]			

Liczba moli NH_4^+ w roztworze; [mol]			
masa NH_4^+ w roztworze; [g]			
masa uwolnionego NH_3 ; [g]			
Średnia wartość masy uwolnionego NH_3 ; [g]			
Procentowa zawartość NH_3 w próbce [%]			

1. Uzupełnić tabelę.
2. Zamieścić w sprawozdaniu wszystkie obliczenia i reakcje.
3. Podać zapis reakcji zachodzących podczas miareczkowania. Wyjaśnić zmiany zabarwienia wskaźnika. Czy w miejsce zieleni bromokrezolowej można zastosować błękit bromotymolowy? Dlaczego?
4. Na podstawie uzyskanych wyników wyznaczyć prawdopodobną stechiometrię badanego związku kompleksowego, podać jego nazwę i strukturę przestrzenną.

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 elektroanalityczne*, WNT, Warszawa (1991).
12. Gran G., *Determination of the Equivalence Point In Potentiometric Titrations. Part II* in *Analyst*, **77**:661 (1952).

Pracownia specjalizacyjna 2017