

# ĆWICZENIE 7.

## SYNTEZA KOMPLEKSÓW KOBALTU(III) I WYZNACZENIE ICH PRZEWODNICTWA MOLOWEGO.

### I. Wykonanie ćwiczenia.

#### Część I.

Po konsultacji z prowadzącym ćwiczenia, wykonać jedną z podanych niżej syntez.

#### Synteza azotanu(V) tetraaminawęglanokobaltu(III) $[\text{CoCO}_3(\text{NH}_3)_4]\text{NO}_3$

Rozpuścić 5 g  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  w 15 cm<sup>3</sup> wody i dodać 15 cm<sup>3</sup> stężonego roztworu amoniaku. Otrzymany roztwór dodać do roztworu 3.75 g  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  w 8 cm<sup>3</sup> wody, mieszając za pomocą bagietki. Następnie powoli dodać 2 cm<sup>3</sup> 30% roztworu  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Przebrać do zlewki i zagęścić do ok. 20 cm<sup>3</sup> na płaszczu grzejnym. W trakcie zagęszczania dodawać małymi porcjami 1.25 g stałego  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ . Zagęszony, gorący roztwór przesączyć i oziębnić w łaźni wodno-lodowej. Po wykrystalizowaniu purpurowo-czerwonego produktu, odsączyć go. Kryształy przemyć na sączku kilkoma ml wody oziębionej lodem. Suszyć na powietrzu.

#### Synteza chlorku pentaaminachlorokobaltu(III) $[\text{CoCl}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$

Rozpuścić 4 g  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  w 5 cm<sup>3</sup> wody. Sporządzić zawiesinę 12.5 g  $\text{NH}_4\text{Cl}$  w 25 cm<sup>3</sup> stężonego roztworu amoniaku i zmieszać oba roztwory. Do otrzymanego roztworu, mieszając go, powoli wkropić 2.5 cm<sup>3</sup> 30% roztwór  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Otrzymaną mieszaninę ogrzewać na płaszczu grzejnym ok. 30 min. Po oziębieniu w łaźni wodno-lodowej dodać 50 cm<sup>3</sup> 3 mol/dm<sup>3</sup> roztworu  $\text{HCl}$  i ponownie ogrzewać mieszaninę przez 10 min. Następnie oziębnić i wydzielone kryształy odsączyć. Produkt przemyć oziębioną wodą i wysuszyć. Produkt przenieść do zlewki zawierającej 150 cm<sup>3</sup> 2 mol/dm<sup>3</sup> roztwór  $\text{NH}_3$  i ogrzewać na płaszczu grzejnym aż do całkowitego rozpuszczenia. Roztwór przesączyć na gorąco przesącz ponownie ogrzewać na płaszczu i dodać, w 5-cio minutowych odstępach, trzy porcje po 35 cm<sup>3</sup> stężonego roztworu  $\text{HCl}$ . Roztwór oziębnić. Wydzielone czerwono-fioletowe kryształy odsączyć, przemyć wodą z lodem i suszyć na powietrzu.

#### Synteza chlorku heksaaminakobaltu(III) $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$

Rozpuścić 5 g  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  i 3.3 g  $\text{NH}_4\text{Cl}$  w 30 cm<sup>3</sup> wody. Do roztworu dodać ok. 1 g węgla aktywnego i 45 cm<sup>3</sup> stężonego roztworu amoniaku. Po oziębieniu w łaźni lodowej, do ok. 0°C dodać ostrożnie kroplami 4 cm<sup>3</sup> 30% roztworu  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Temperatura nie może przekroczyć 10°C (kontrolować). Powstałą czerwono-brązową mieszaninę ogrzać do ok. 60°C na płaszczu grzejnym i temperaturę utrzymywać przez 30 min. Oziębnić mieszaninę w łaźni lodowej. Wydzielony produkt wraz z węglem odsączyć. Następnie mieszaninę osadów umieścić w zlewce, dodać 40 cm<sup>3</sup> gorącej wody i 1 cm<sup>3</sup> stężonego roztworu  $\text{HCl}$ . Ogrzać mieszaninę do 70°C i przesączyć na gorąco. Przesącz schłodzić w łaźni lodowej. Odsączyć wydzielone żółtopomarańczowe kryształy, przemyć je wodą z lodem i osuszyć na powietrzu.

## Część II.

Wyznaczanie przewodnictwa roztworów zsyntezowanych kompleksów.

1. Podane przez prowadzącego zajęcia, wartości stałej naczynka konduktometrycznego i współczynnika temperaturowego zmian konduktywności wprowadzić do pamięci konduktometru zgodnie z instrukcją.
2. Sporządzić w kolbach miarowych po 100 cm<sup>3</sup> roztworów soli chlorkowych oraz kompleksów o stężeniu 0.001 mol/dm<sup>3</sup> każdy.
3. Zmierzyć przewodnictwo świeżo sporządzonych roztworów soli chlorkowych oraz badanych kompleksów kobaltu(III). Wyniki pomiarów zestawić w tabeli.