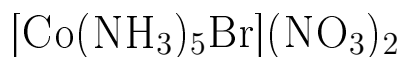
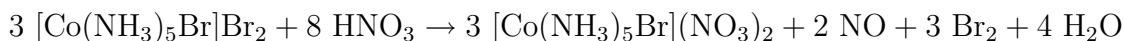
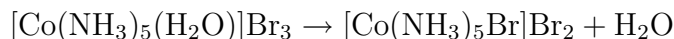
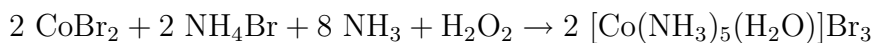


Dátum:
19.12.2008



Anton Repko

Teória



Trojmocný kobalt tvorí veľké množstvo jednoduchých koordinačných zlúčenín, ktoré sú pomerne inertné, a preto ich možno bez rozkladu izolovať. Pri príprave však treba presne dodržať postup, aby nevznikol iný typ komplexu.

Teoretický obsah Co v produkte:

$$w_{\text{Co, teor}} = \frac{M_{\text{Co}}}{M_{\text{produkt}}} = \frac{58,933}{348,00} = 0,1693$$

Výpočet obsahu Co po volumetrickej titrácii (Co a EDTA reagujú 1:1):

$$w_{\text{Co}} = \frac{c_{\text{EDTA}} V_{\text{EDTA}} M_{\text{Co}}}{m_{\text{navážka}}}$$

Chemikálie

$\text{CoBr}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ č. ($M = 326,83 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$), NH_4Br ($M = 97,94 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$),
 $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$, $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$
25% roztok NH_3 , 30% roztok H_2O_2 , 45% HBr , 65% HNO_3 , konc. H_2SO_4 , dietyléter
0,0520 M odmerný roztok EDTA

Aparatúra

magnetická miešačka s miešadlom, membránová výveva, teplovzdušná pištoľ, 100 ml banka s okrúhlym dnom + prebublávací nástavec, 250 ml a 500 ml Erlenmayerova banka, 500 ml kadička (vodný kúpeľ), 25 ml a 250 ml odmerný valec, lievik, malá fritá S3, fritá S1, porcelánová miska, hodinové sklo, 250 ml titračná banka, 10 ml byreta, platinový kelímok, plynový kahan

Pracovný postup

Príprava $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Br}]\text{Br}_2$ ($M = 383,80 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$)

Do 100 ml banky s okrúhlym dnom som odvážil 4,58 g $\text{CoBr}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (14 mmol) a 3,8 g NH_4Br (39 mmol). Pridal som 5 ml vody a za miešal nad teplovzdušnou pištoľou do rozpustenia. Pridal som 17 ml 25% NH_3 (0,23 mol) a po kvapkách 2,7 ml 30% H_2O_2 (26 mmol). Na banku som nasadil prebublávací nástavec a pomocou pripojeného vákuu prebublával vzduchom 3 hodiny pre dokončenie oxidácie kobaltu. Potom som za miešania pridal 25 ml 45% HBr , pričom sa vylúčila ružová zrazenina $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5(\text{H}_2\text{O})]\text{Br}_3$. Výslednú zmes som vylial na hodinové sklo a 2 hodiny zohrieval nad vodným kúpeľom, pričom

vznikla fialová kryštalická zrazenina $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Br}]\text{Br}_2$. Zrazeninu som odsal na frite S3, premyl 17 ml vody, 7 ml etanolu, 5 ml dietyléteru a nechal vysušiť prúdom vzduchu. Získal som 4,05 g surového medziproduktu.

Rekryštalizácia $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Br}]\text{Br}_2$

Surový medziprodukt som dal spolu s 100 ml vody a 5 ml 25% NH_3 do 250 ml Erlenmayerovej banky a rozpustil zahriatím na 82 °C za vzniku červenofialového roztoku. Roztok som prefiltraval cez skladaný filter do porcelánovej misky, pridal 7 ml 45% HBr (roztok zmenil farbu na červenú) a zohrieval 1,5 hodiny nad vodným kúpeľom. Potom som vypol ohrev a nechal kryštalizovať cez noc. Vylúčené fialové kryštáliky som odsal na frite S3, premyl 5 ml vody, 5 ml etanolu a 5 ml dietyléteru. Kryštáliky som preniesol na hodinové sklo a sušil 2 hodiny pri laboratórnej teplote. Získal som 1,75 g $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Br}]\text{Br}_2$ (4,56 mmol, t.j. 33 % teórie).

Príprava $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Br}](\text{NO}_3)_2$ ($M = 348,00 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$)

1,50 g (3,91 mmol) medziproduktu z predchádzajúceho kroku som preniesol do Erlenmayerovej banky s 300 ml 0,1 M H_2SO_4 (pripravené z 3,03 g konc. H_2SO_4) zohriatej na 50 °C a miešal 3 minúty. Potom som tento roztok nechal voľne prikvapkať cez fritu S1 do 16 ml 65% HNO_3 (0,23 mol) miešanej v Erlenmayerovej banke. Roztok som miešal 5 minút a potom nechal voľne kryštalizovať. Vylúčené fialové kryštáliky som odsal na frite S3, premyl 3×2 ml 50% roztoku etanolu, 5 ml etanolu, 5 ml dietyléteru a vysušil na vzduchu cez noc. Získal som 1,06 g $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Br}](\text{NO}_3)_2$ (3,05 mmol, t.j. 78 % teórie).

Volumetrické stanovenie Co v produkte

Do platimového kelímka som navážil presne asi 110 mg produktu, pridal asi 0,5 g $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$, prikryl hodinovým sklom a opatrne žihal vysoko nad plameňom kahana. Po rozložení vzorky som bez hodinového skla žihal 5 minút do červeného žiaru. Kelímok s produktom som vhodil do 250 ml titračnej banky s 100 ml vody s pár kvapkami HCl zohriatej takmer k varu a opláchol aj hodinové sklo. Banku som zohrieval do rozpustenia taveniny, pridal malé množstvo (okolo 50 ml) $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$, xylenolovú oranž a urotropín do zmeny farby zo žltej na fialovú. Titroval som 0,0520 M odmerným roztokom EDTA do oranžového sfarbenia.

Charakterizácia

Volumetrická titrácia

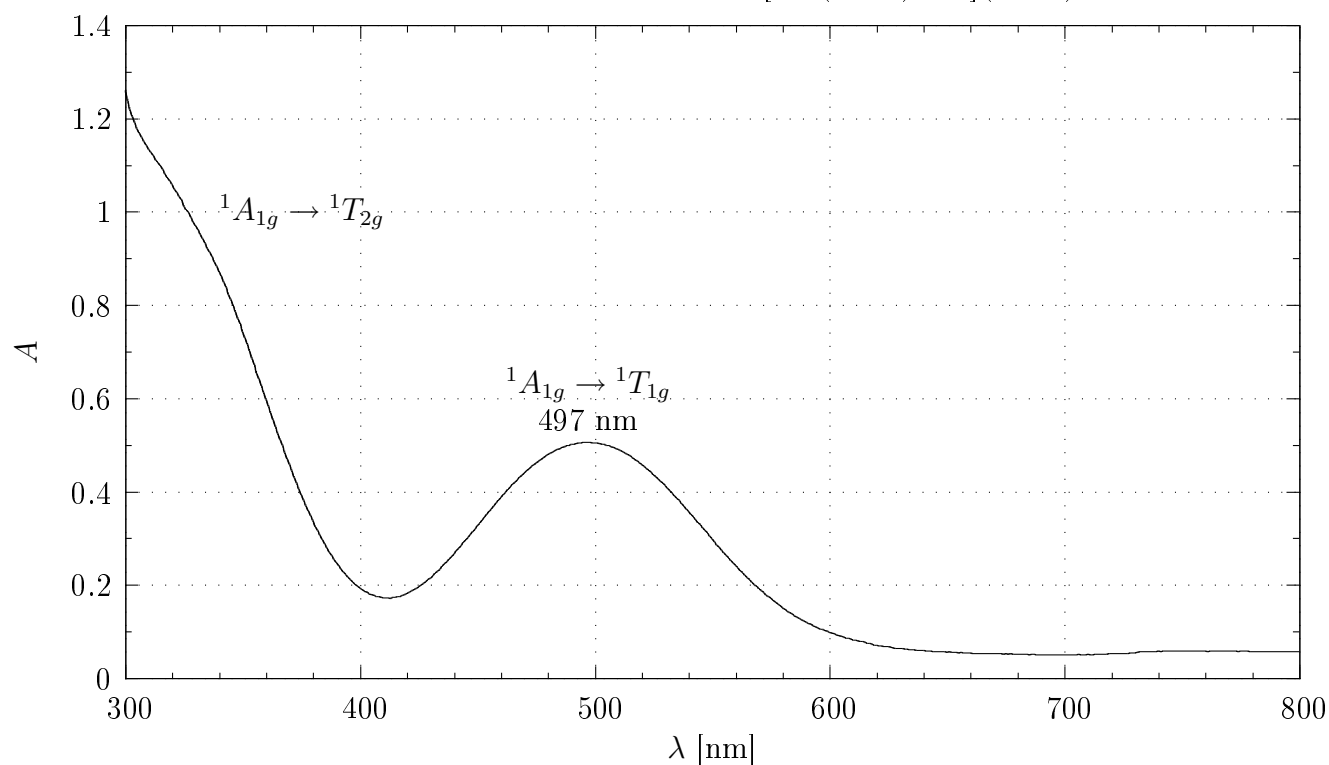
č.titr.	$m_{\text{navážka}} [\text{g}]$	$V_{\text{EDTA}} [\text{ml}]$	w_{Co}
1	0,1097	6,30	0,1760
2	0,1036	6,14	0,1816
3	0,1130	6,35	0,1722

Priemer: $w_{\text{Co}} = 0,177 = 17,7\%$

IR spektrum (DRIFTS):

490.5 m ($\nu(\text{Co} - \text{N})$), 717.0 w ($\nu(\text{Co} - \text{N})$), 823.6 s ($\rho(\text{NH}_3)$), 862.8 s ($\rho(\text{NH}_3)$), 1054.3 w, 1335.0 s ($\nu_s(\text{NO}_3)$), 1374.2 s ($\nu_{\text{as}}(\text{NO}_3)$), 1490.5 w, 1597.6 s ($\delta_s(\text{NH}_3)$), 1767.6 w, 2402.5 m, 3203.0 s ($\nu_s(\text{NH}_3)$), 3283.9 s ($\nu_{\text{as}}(\text{NH}_3)$)

Graf 1: UV-VIS spektrum $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Br}](\text{NO}_3)_2$



Meranie 0,0100 M vodného roztoku produktu prebiehalo na dvojlúčovom spektrometri UNICAM UV-300 v kyvete s optickou dráhou 1 cm.

Záver

Pri príprave medziproduktu bol dosiahnutý pomerne malý výťažok, pravdepodobne časť zostala v matečnom roztoku. V ďalšom kroku už bol dosiahnutý dobrý výťažok (išlo len o zrážanie). Stanovený obsah kobaltu je vyšší o 0,8 % od teoretického.

Literatúra

[1] Podlahová, Kratochvíl: Pokročilé cvičení z anorganické chemie