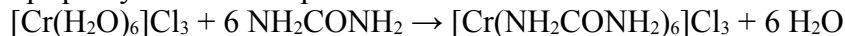


## Úloha 4 – Příprava komplexů I

### Úkol 1: Příprava chloridu hexaureachromitého

Úvod:

Reakcia prípravy daného komplexu:



Kvôli tomu, že chróm vytvára kineticky stabilné komplexy, pripravený roztok som najprv odparil do sucha, aby sa dokonalejšie vytesnila voda z komplexu.

Výpočet teoretického množstva močoviny:

$$m_{\text{NH}_2\text{CONH}_2} = 6 \cdot m_{[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]\text{Cl}_3} \cdot \frac{M_{\text{NH}_2\text{CONH}_2}}{M_{[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]\text{Cl}_3}}$$

Aparatúra:

odparovacia miska, kadička 100 ml, malý lievik, malá fľaštička, horúcovzdušná pištoľ, hodinové sklo, aparatura na filtráciu za zníženého tlaku (obr. 3 v skriptách)

Postup práce:

Odvážil som 0,99 g hexahydrátu chloridu chromitého a 1,34 g močoviny. Rozpustil som to na odparovacej miske v 2 ml vody a odparil na vodnom kúpeli do sucha. K odparku som pridal 5 ml vody a zahrial horúcovzdušnou pištoľou do varu. Vzniknutý roztok som prefiltroval cez lievik s kúskom vaty do malej fľaštičky. Po ochladnutí a vykryštalizovaní produktu som ho odsal na frite. Produkt som premyl etanolom, vysušil presátím vzduchu a zväžil na hodinovom skle.

Výsledky:

Teoretický výtťažok komplexu:

$$m_{[\text{Cr}(\text{NH}_2\text{CONH}_2)_6]\text{Cl}_3} = m_{[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]\text{Cl}_3} \cdot \frac{M_{[\text{Cr}(\text{NH}_2\text{CONH}_2)_6]\text{Cl}_3}}{M_{[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]\text{Cl}_3}} = 0,99 \cdot \frac{518,715}{266,45} = 1,93 \text{ g}$$

Praktický výtťažok: 0,43 g

Percentuálne:

$$\frac{m_{\text{prak.}}}{m_{\text{teor.}}} = \frac{0,43}{1,93} = 22 \%$$

Záver:

Výtťažok nie je vysoký, čoho príčinou môže byť kinetická inertnosť chrómu pri tvorbe komplexov, ale aj to, že časť produktu zostala nevykryštalizovaná v roztoku.

## Úloha 4 – Příprava komplexů I

### Úkol 2: Příprava peroxodisíranu tetrapyridínstříbrnatého

Úvod:

Rovnice reakcie:



Peroxodisíranový anión je veľmi silné oxidačné číslo a oxiduje strieborné ióny na striebornaté. Bez prítomnosti ligandu by sa však vylúčila zrazenina oxidu striebornatého.

Výpočet teoretického množstva peroxodisíranu draselného:

$$m_{\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8} = \frac{3}{2} \cdot m_{\text{AgNO}_3} \cdot \frac{M_{\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8}}{M_{\text{AgNO}_3}}$$

Teoretický výťažok:

$$m_{[\text{Ag}(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})_4]\text{S}_2\text{O}_8} = m_{\text{AgNO}_3} \cdot \frac{M_{[\text{Ag}(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})_4]\text{S}_2\text{O}_8}}{M_{\text{AgNO}_3}}$$

Aparatúra:

2 malé vialky (4 ml), magnetické miešadlo a miešačka, injekčná striekačka, dve injekčné ihly, aparatura pre mikrofiltráciu za zníženého tlaku (obr. 6 v skriptách), sklenená trubička

Pracovný postup:

Do malej vialky som odvážil 50,5 mg  $\text{AgNO}_3$ , pridal 0,5 ml vody a miešadlo. Uzavrel som je septom s ihlou na vyrovnávanie pretlaku. Injekčnou striekačkou s ihlou som pridal 0,5 ml pyridínu. Potom som prikvapkal roztok 0,239 g (dvojnásobok teoretického množstva)  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$  v 2 ml vody. Rekačnú zmes som nechal miešať 10 minút a potom som ju odsal na malej fritě. Vyzrážaný produkt som premyl 3×1 ml vody. Produkt som preniesol na vopred odvážené hodinové sklo a nechal vysušiť v exsíkátore. Po vysušení som ho zvažil a zatavil so sklenenej trubičky.

Výsledky:

Teoretický výťažok:

$$m_{[\text{Ag}(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})_4]\text{S}_2\text{O}_8} = 0,0505 \cdot \frac{616,403}{169,88} = 0,183 \text{ g}$$

Praktický výťažok:  $9,0587 - 9,2304 = 0,172 \text{ g}$

Percentuálne:

$$\frac{m_{\text{prak.}}}{m_{\text{teor.}}} = \frac{0,172}{0,183} = 94,0 \%$$

Záver:

Výťažok produktu je pomerne vysoký, čo svedčí o takmer kvantitatívnom priebehu reakcie a stabilizujúcom vplyve pyridínu na striebornaté ióny.