

## Úloha 8 – Příprava komplexů II

### Úkol 1: Příprava hexatiokyanátchromitanu draselného

Úvod:



Reakcia prebiehala v prostredí etanolu, v ktorom bol výsledný produkt dobre rozpustný, čo umožnilo jeho oddelenie od v etanole nerozpustného síranu draselného. Po odparení etanolu sa produkt vylúčil trituráciou s dietyléterom, čím sa zároveň zbavil zvyšku nezreagovaných reaktantov.

Množstvo tiokyanatanu draselného potrebné na reakciu som vypočítal podľa vzorca:

$$m_{\text{KSCN}} = 6 \cdot m_{\text{KCr}(\text{SO}_4)_2} \cdot \frac{M_{\text{KSCN}}}{M_{\text{KCr}(\text{SO}_4)_2}}$$

Aparatúra:

Na reakciu som použil bežnú aparatúru na refluxovanie na vodnom kúpeli s 25 ml reakčnou bankou s okrúhlym dnom. Nákres je na obr.1 v zadaní úlohy.

Následná filtrácia prebiehala za zníženého tlaku, pričom bola pužitá fritu, filtračný nástavec a 50 ml banka s okrúhlym dnom (nákres na obr. 3 v zadaní).

Na odparovanie rozpúšťadla som použil vákuovú odparku s redukčným nastavcom na hrdlo banky podľa obr. 4 v zadaní.

Odsatie produktu prebiehalo na aparatúre s fritou a odsávaciou bankou podľa obr.3

Postup práce:

Do 25 ml banky som navážil 1,02 g kamenca chromito-draselného a 1,25 g rodanidu draselného (čo je mierny prebytok oproti teoretickému množstvu vypočítanému podľa vyššie uvedeného vzorca). Prebytok rodanidu som použil kvôli dokonalejšej premene chromitej soli na komplex. Pridal som 10 ml etanolu, varný kamienok a refluxoval som jednu hodinu. Zmes bola sfarbená počas celého priebehu reakcie tmavofialovo a pozoroval som vylučovanie bielej látky – síranu draselného. Napriek vloženému varnému kamienku zmes dvakrát vykypela do spätného chladiča, čo bolo pravdepodobne zapríčinené na dne usadeným síranom draselným. Usadené zvyšky produktu na stenách chladiča sa však postupne spláchli kondenzujúcim etanolom späť do reakčnej zmesi. Po ochladení a filtrácii som filtrát odparoval v 50 ml banke s okrúhlym dnom na vákuovej odparke a na konci som pozoroval vznik kryštálov zmiešaných s tmavou kvapalinou, ktorá sa ďalej neodparovala. Následná trituračia odstránila kvapalnú fázu a ostala tmavomodrá kryštalická látka - hexatiokyanátchromitan draselný. Na trituráciu som použil 3 dávky dietyléteru po 10 ml. Primiešaný dietyléter sa sfarbil sivozeleno, ďalšie dávky potom boli bezfarebné, mierne zakalené. Produkt som odsal na fritu a odvážil na hodinovom sklíčku.

Výtťažok:

Výpočet teoretického výtťažku:

$$m_{\text{K}_3\text{Cr}(\text{SCN})_6} = m_{\text{KCr}(\text{SO}_4)_2} \cdot \frac{M_{\text{K}_3\text{Cr}(\text{SCN})_6}}{M_{\text{KCr}(\text{SO}_4)_2}} = 1,02 \cdot \frac{517,79}{499,39} = 1,06 \text{ g}$$

Praktický výtťažok bol:

$$m = m_{\text{hodinové sklo s produktom}} - m_{\text{hodinové sklo}} = 37,09 \text{ g} - 36,17 \text{ g} = 0,92 \text{ g}$$

V percentách:

$$\frac{0,92 \text{ g}}{1,06 \text{ g}} = 87 \%$$

Záver: Příprava komplexu prebehla podľa očakávania, mierne nižší výtťažok mohol byť spôsobený spomínaným vykypením časti reakčnej zmesi do chladiča.

## Úloha 8 – Příprava komplexů II

### Úkol 2: Příprava chloridu tris-(etyléndiamín)-chromitého

Úvod:



Reakcia prebiehala v prostredí metanolu, v ktorom boli reaktanty rozpustné, ale produkt nie, čo umožnilo jeho jednoduchú separáciu na frite. K reakčnej zmesi som pridal kúsky hliníka, ktoré zrejme katalyzovali reakciu a zabráňovali oxidácii etyléndiamínu. Produkt som potom premýval na frite etanolom a dietyléterom, čo je bežný postup na rýchle premytie a vysušenie produktu, kedy treba postupne voliť rozpúšťadlá tak, aby každé dve za sebou nasledujúce boli navzájom miešateľné (samozrejme bez toho aby rozpúšťali produkt) a posledné ľahko prchavé.

Aparatúra:

Na reakciu som použil bežnú aparatúru na refluxovanie na vodnom kúpeli s 25 ml reakčnou bankou s okrúhlym dnom. Náskres je na obr.1 v zadani úlohy.

Odsatie produktu prebiehalo za zníženého tlaku na aparatúre pozostávajúcej z frity a odsávacej banky podľa obr.3.

Postup práce:

Do 25 ml banky som navážil 1,01 g hexahydrátu chloridu chromitého. Pridal som 3 ml metanolu, odmastené kúsky hliníka, varný kamienok a refluxoval som jednu hodinu. Ďalší reaktant – 3 ml etyléndiamín som pridal pomocou injekčnej striekačky v okamihu, keď reakčná zmes začala vriť. Zmes bola sfarbená fialovo. Tuhý produkt sa vylúčil nielen v objeme roztoku, ale aj na stenách banky nad roztokom, kde nasledne vyschol. Tomu sa už ale nedalo zabrániť, a ani rozoberať aparatúru v tomto okamihu nebolo možné. Po ochladení a filtrácii (kedy som oddelil žltý produkt od fialovej reakčnej zmesi) som produkt premýval na frite 10% etyléndiamínom v metanole, kým odtekajúci premývací roztok nebol bezfarebný. Produkt som vysušil premytím etanolom a dietyléterom, vybral som pinzetou hliník a odvážil na hodinovom sklíčku.

Výťažok:

Výpočet teoretického výťažku (etyléndiamín bol v značnom prebytku):

$$m_{[\text{Cr(en)}_3]\text{Cl}_3} = m_{\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \cdot \frac{M_{[\text{Cr(en)}_3]\text{Cl}_3}}{M_{\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}} = 1,01 \cdot \frac{338,69}{266,45} = 1,28 \text{ g}$$

Praktický výťažok bol:

$$m = m_{\text{hodinové sklo s produktom}} - m_{\text{hodinové sklo}} = 36,77 \text{ g} - 36,17 \text{ g} = 0,60 \text{ g}$$

V percentách:

$$\frac{0,60 \text{ g}}{1,28 \text{ g}} = 47 \%$$

Záver:

Nízky výťažok je dôsledkom malého podielu chromitej soli prevedenej do formy komplexu, čo mohlo byť zapríčinené nedostatočným premiešavaním zmesi. Zmes sa totiž sama mala premiešavať varom, ale to nebolo účinné kvôli vysokému obsahu tuhej fázy v reakčnej zmesi. Istý podiel mohlo mať aj predčasné vylúčenie produktu na stenách banky.