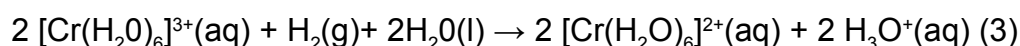
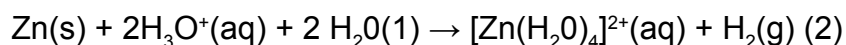


## Protokol č.6

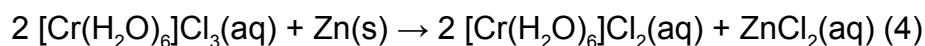
Téma: *Príprava koordinačných zlúčenín*

Úlohy: *Príprava tetraacetáto-diakva-dichromnatého komplexu*  
*Príprava monohydrátu síranu tetraamminmednatého*

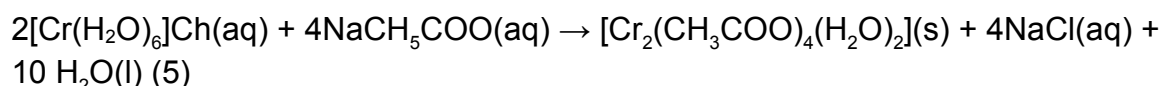
Cieľ práce: Chrómnaté zlúčeniny sa môžu oxidovať na chrómité dikyslíkom i oxóniovými kationmi. Oxidácia v roztoku kationmi  $\text{H}_3\text{O}^{1+}$  prebieha pomaly, dikyslíkom rýchlo. Preto sa musia roztoky chrómnatých zlúčenín uchovávať v inertnej atmosfére. Aj tak sa postupne rozkladajú rôznou rýchlosťou a to v závislosti od koncentrácie oxóniových kationov a redoxných vlastností prítomných aniónov. Chrómnaté zlúčeniny sa najjednoduchšie pripravujú redukciou chromitých zlúčenín vodíkom, ktorý vzniká redukciou zinku v kyslom vodnom roztoku



Ak sa reakciou (2) pripraví vodík v nadbytku, potom súčasne vytvára nad roztokom inertnú atmosféru a tým zabraňuje oxidácii  $\text{Cr}^{11}$  v roztoku vzdušným kyslíkom. Z vodných roztokov chrómnatých zlúčenín možno izolovať väčší počet kxyštalohydrátov chrómnatých solí. Vodné roztoky chrómnatých solí, ako aj tuhé hydráty chrómnatých solí silných kyselín, sú obyčajne modro sfarbené. Bezvodé soli a hydráty solí slabých kyselín majú rôzne sfarbenie. Z vodného roztoku chromitej soli možno redukciou vodíkom, ktorý vzniká redukciou zinku v kyslom prostredí pripraviť tetraacetáto-diaquadichromnatý komplex, ktorý sa pre svoju stálosť často používa ako východisková látka na prípravu iných chrómnatých zlúčenín. Možno ho pripraviť dvojstupňovou reakciou. V prvom stupni sa v kyslom prostredí zredukuje chlorid chromitý vodíkom na chlorid chrómnatý, čo možno zapísať na základe rovníc (2) a (3) takto

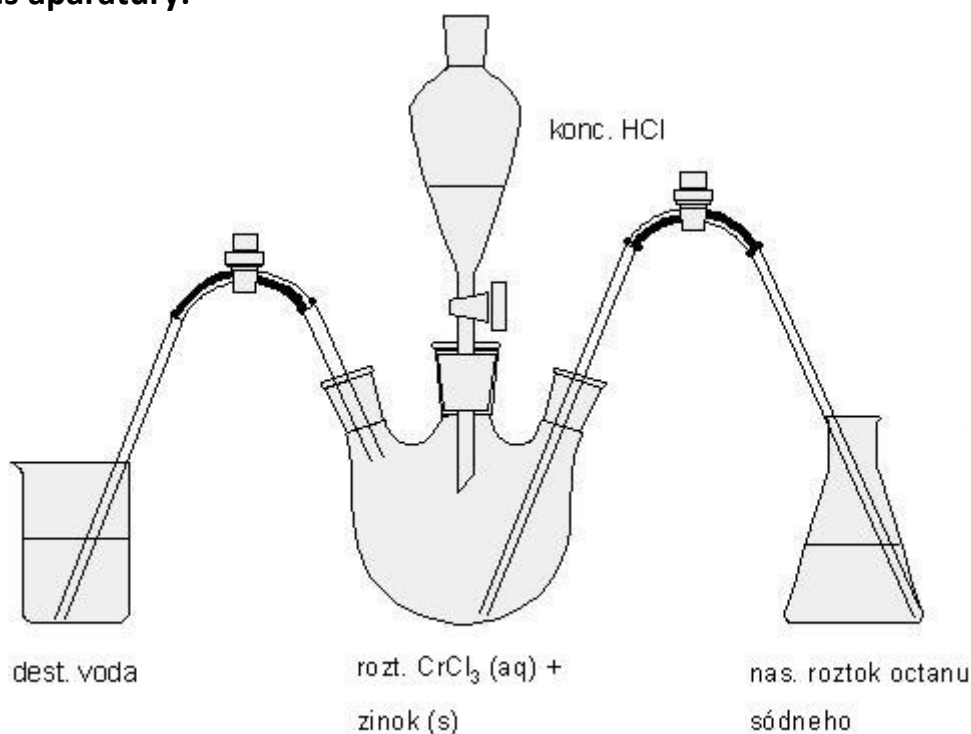


V druhom stupni reaguje hexaaquachrómnatý kation v kyslom roztoku s nadbytkom octanu sodného v nasýtenom vodnom roztoku. Zo sústavy sa pritom vylučuje tehlovočervený tetraacetáto-diaquadichromnatý komplex



Monohydrát síranu tetraamminmednatého pripravíme reakciou:  
 $\text{CuSO}_4(\text{aq}) + 4\text{NH}_4\text{OH}(\text{aq}) \rightarrow [\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}(\text{s}) + 3\text{H}_2\text{O(l)}$

## Nákres aparatury:



## Postup práce:

### príprava tetraacetáto-diakva-dichromnatého komplexu

1. Zostavíme jednoduchú aparaturu podľa obrázka.
2. Malú varnú banku uzatvoríme gumovou zátkou s tromi otvormi, do ktorých vopred zasunieme oddeľovací lieviek a dve sklené rúrky ohnuté do pravého uhla. Kratšia rúrka, ktorá slúži na odvod vodíka z priestoru nad reakčnou zmesou, sa napojí cez hadičku opatrenú tlačkou  $T_1$  na ďalšiu rovnú sklenenú rúrku s jedným koncom vyťahnutým do kapiláry. Zúžený koniec rúrky ponoríme aspoň 1 cm pod hladinu vody v kadičke. Druhá ohnutá rúrka musí byť taká dlhá, aby po zasunutí cez gumovú zátku bol jej koniec ponorený v reakčnej zmesi tesne nad vrstvou stružliniek zinku. Aj túto druhú ohnutú rúrku spojíme cez kratšiu hadičku opatrenú tlačkou  $T_2$  na ďalšiu rovnú sklenenú rúrku. Jej koniec musí dosiahnuť až na dno malej Erlenmeyerovej banky.
3. Do banky dáme 7 g zinku a roztok chloridu chromitého pripravený rozpustením 7,5 g  $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  v 25 cm vopred prevarenej vody. Takúto vodu, zbavenú väčšej časti rozpusteného kyslíka, používame aj pri ostatných operáciách v celom postupe. Uzavrieme tlačku  $T_2$  a cez oddeľovací lieviek pomaly pridávame 13 cm koncentrovanej kyseliny chlorovodíkovej kým roztok nad nezreagovaným zinkom nebude číry a nebude mať jasnomodré sfarbenie. Kyselina sa nesmie pridávať príliš rýchlo, lebo by mohlo dôjsť k značnému speneniu roztoku a k jeho úniku cez druhú otvorenú rúrku do vodného uzáveru. V priebehu redukcie chloridu chromitého, ktorá trvá asi jednu hodinu, občasným potrasením celej aparatury premiešame reakčnú zmes.
4. Medzitým si pripravíme zmes nasýteného roztoku octanu sodného a tuhého octanu sodného a to zmiešaním 45 g jemne rozotretého trihydrátu octanu sodného v 40  $\text{cm}^3$  vody a prelejeme ju do Erlenmeyerovej banky. Pokiaľ sa

ešte vodík intenzívne vyvíja, uzavrieme tlačkou T<sub>1</sub> odvod vodíka a naopak otvoríme druhú tlačku T<sub>2</sub>. V priebehu pretláčania roztoku chloridu chrómnatého je potrebné, aby sklenená rúrka bola ponorená do zmesi octanu sodného. Pritom dochádza ihneď k tvorbe tehlovočervenej kryštalickej látky. Po takmer úplnom vytlačení roztoku chloridu chrómnatého nad nezreagovaným zinkom ihneď uzavrieme Erlenmeyerovu banku a chladíme ju asi 15 minút za miešania pod tečúcou studenou vodou.

#### Príprava monohydrátu síranu tetraamminmed'natého

5 g CuSO<sub>4</sub> · 5 H<sub>2</sub>O rozpustíme v 25 ml vody. Po rozpustení modrej skalice pridáme k roztoku 15-20 ml 25 % vodného roztoku NH<sub>3</sub> (v digestore), kým sa všetok vznikajúci medziprodukt zásaditého síranu med'natého nerozpustí (teoretický výpočet použitého množstva 25 % vodného roztoku NH<sub>3</sub> je nižší). Vzniknutý fialový roztok necháme krátko (5 -10 minút) postáť. Potom pridáme 15 - 20 ml etylalkoholu a necháme chvíľu stáť, aby sa lepšie vytvorili kryštály [Cu(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>SO<sub>4</sub> · H<sub>2</sub>O, ktoré odsajeme na Buchnerovom lieviku a necháme voľne vysušiť alebo v sušiarňi pri teplote do 50 °C (pri teplote nad 60 °C dochádza k postupnému uvoľňovaniu NH<sub>3</sub> a H<sub>2</sub>O zo zlúčeniny).

#### **Namerané hodnoty:**

hmotnosť pripraveného tetraacetáto-diakva-dichromnatého komplexu: m = 2,470 g  
 hmotnosť pripraveného monohydrátu síranu tetraamminmed'natého: m = 4,201 g

#### **Výpočet výsledných hodnôt:**

$$m(\text{CrCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}) = 7,5 \text{ g} \quad \xi = \frac{m(\text{CrCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O})}{M(\text{CrCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}) \cdot v} = 0,01407 \text{ mol}$$

$$m([\text{Cr}_2(\text{CH}_3\text{COO})_4(\text{H}_2\text{O})_2]) = \xi \cdot v \cdot M = 0,01407 \text{ mol} \cdot 196,0428 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} = 2,758 \text{ g}$$

$$m(\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}) = 5 \text{ g} \quad \xi = \frac{m(\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O})}{M(\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}) \cdot v} = 0,0200 \text{ mol}$$

$$m([\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}) = \xi \cdot v \cdot M = 4,914 \text{ g}$$

*Relatívna výťažnosť :*

$$RV([\text{Cr}_2(\text{CH}_3\text{COO})_4(\text{H}_2\text{O})_2]) = \frac{2,470 \text{ g}}{2,758 \text{ g}} = 0,895 = 89,5 \%$$

$$RV([\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}) = \frac{4,201 \text{ g}}{4,914 \text{ g}} = 0,8549 = 85,49 \%$$

**Záver:** Pripravili sme tetraacetáto-diakva-dichromnatý komplex. Jeho relatívna výťažnosť bola 89,5 %.

Pripravili sme monohydrát síranu tetraamminmed'natého. Jeho relatívna výťažnosť bola 85,49 %.