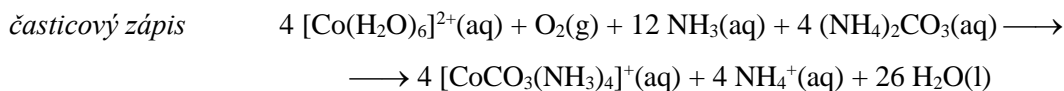
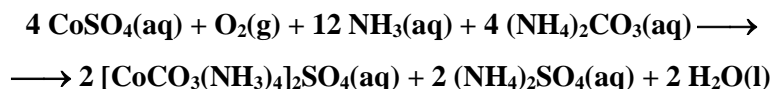
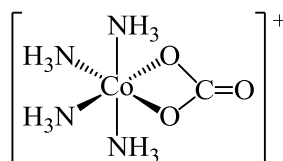


Príprava trihydrátu síranu tetraammin-karbonátokobaltitého – Postup práce

Trihydrát síranu tetraammin-karbonátokobaltitého tvorí dobre rozpustné, ihličkovité kryštály fialovo-červenej farby (väčšie kryštály bývajú intenzívnejšie zafarbené, prášok je svetločervený). Táto zlúčenina je nerozpustná v bežných organických rozpúšťadlách. Pripravíme ju oxidáciou kobaltnej soli vzdušným kyslíkom v amoniakovom roztoku uhličitanu amónneho a následnou komplexotvornou reakciou.



Uhličitanový anión sa koordinuje ako dvojfunkčný chelátový ligand a koordinačné číslo atómu kobaltu je 6.



Úloha

Pripravte trihydrát síranu tetraammin-karbonátokobaltitého z 0,0300 mol heptahydrátu síranu kobaltnatého.

Chemikálie

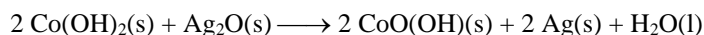
- heptahydrát síranu kobaltnatého $\text{CoSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$
- amoniak, NH_3 , koncentrovaný vodný roztok
- uhličitan amónny, $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$
- etanol, $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$, 96 % vodný roztok

Postup

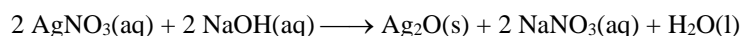
V malej kadičke pripravíme nasýtený roztok síranu kobaltnatého pri izbovej teplote z $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (kobaltnatá skalica). V druhej kadičke pripravíme presýtený roztok $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ v koncentrovanom roztoku NH_3 . Amoniak použijeme v päťnásobnom, uhličitan amónny v trojnásobnom množstve voči stechiometrickému množstvu. Obidva roztoky zmiešame a reakčnú zmes prelejeme do zábrusovej premývačky. Krátku rúrku zapojíme hadicou na vodnú vývevu a roztokom prebublávame vzduch 60 – 90 minút. Nerozpustený $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ sa počas prebublávania čiastočne rozpustí.

O skončení oxidácie sa môžeme presvedčiť skúškou na Co^{II} :

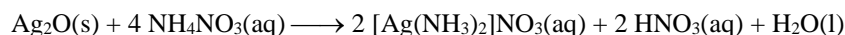
V zásaditom prostredí oxiduje oxid strieborný Co^{II} na Co^{III} , pričom sa vylúči čierne striebro.



Na filtračný papier kvapneme vedľa seba dve kvapky 1 % roztoku AgNO_3 tak, aby vzniknuté škvrnky nesplynuli. Potom na obe škvrnky kvapneme 10 % roztok NaOH , pričom vznikne hnedý oxid strieborný.



Na jednu zo škvŕn pridáme kvapku skúmaného roztoku. Ak roztok obsahuje Co^{II} , vylúči sa čierne striebro, ktoré sa jasne odlišuje od hnejdej farby druhej škvŕny. V nasýtenom roztoku NH_4NO_3 sa hnedý Ag_2O rozpustí, kým striebro nie, tj. hnedú škvŕnu možno odstrániť roztokom NH_4NO_3 .



Ak je skúška negatívna, oxidácia prebehla kvantitatívne.

Roztok potom zahusťujeme na vodnom kúpeli a občas pridávame $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ v takom množstve, aby celkovo neprevýšil päťnásobok vypočítaného množstva. Uhličitan amónny pridávame preto, aby sa dodržiavalo optimálne pH, lebo pri zahusťovaní prchá amoniak. Roztok zahusťujeme na tretinu pôvodného objemu a necháme voľne kryštalizovať, prípadne ho môžeme chladiť zmesou vody a ľadu, aby sme získali väčší výťažok. Vylúčené kryštálky $[\text{Co}(\text{CO}_3)(\text{NH}_3)_4]_2\text{SO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ odsajeme a premyjeme malým množstvom etanolu. Suchý produkt rýchlo odvážeme a uschováme v prachovnici.