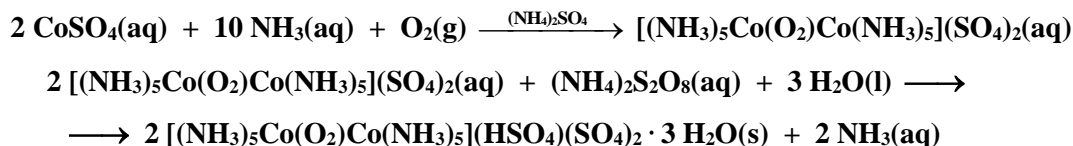


Príprava trihydrátu hydrogensíran-bis(síranu) μ -superoxido-bis(pentaamminkobaltitého) – Postup práce

Trihydrát hydrogensíran-bis(síranu) μ -superoxido-bis(pentaammin-kobaltitého) je tmavozelená kryštalická látka, ktorá obsahuje dvojjadrové komplexné katióny $[(\text{NH}_3)_5\text{Co}(\text{O}_2)\text{Co}(\text{NH}_3)_5]^{5+}$, s mostíkovou superoxidovou skupinou s rovinným usporiadaním atómov Co–O–O–Co. Nespárený elektrón je delokalizovaný a obidva atómy kobaltu sú väzbovo ekvivalentné. Katión $[(\text{NH}_3)_5\text{Co}(\text{O}_2)\text{Co}(\text{NH}_3)_5]^{5+}$, ktorý je v kyslých roztokoch pomerne stály, pripravíme z katiónu $[(\text{NH}_3)_5\text{Co}(\text{O}_2)\text{Co}(\text{NH}_3)_5]^{4+}$ jednoelektrónovou oxidáciou aniónom peroxidodisíranovým(2–).



Ako oxidovadlá možno použiť aj ceričité zlúčeniny alebo manganistan draselný.

Úloha

Prípravte trihydrát hydrogensíran-bis(síranu) μ -superoxido-bis(pentaamminkobaltitého) z 0,0200 mólu síranu kobaltnatého.

Chemikálie

- heptahydrát síranu kobaltnatého $\text{CoSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$, ružová tuhá látka
- amoniak, NH_3 , koncentrovaný vodný roztok, $w(\text{NH}_3) = 0,26$
- síran amónny, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, biela tuhá látka
- peroxidodisíran diamónny, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$, biela tuhá látka
- kyselina sírová, H_2SO_4 , vodný roztok, $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,96$
- etanol, $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$, vodný roztok, $w(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}) = 0,96$

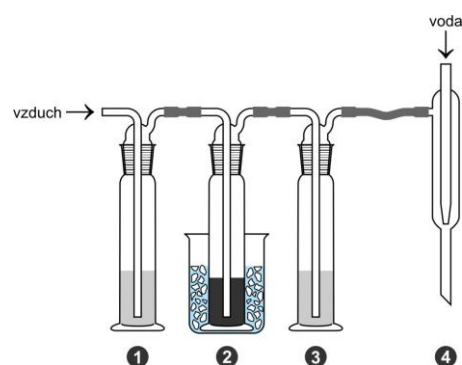
Postup

Oxidácia katiónu kobaltnatého na kobaltitý vzdušným kyslíkom

Zostavíme si aparáturu z troch premývačiek zapojených za sebou, v ktorej pripravíme katióny $[(\text{NH}_3)_5\text{Co}(\text{O}_2)\text{Co}(\text{NH}_3)_5]^{4+}$. Vychádzame pritom z látkových množstiev reaktantov ako pri príprave $[(\text{NH}_3)_5\text{Co}(\text{O}_2)\text{Co}(\text{NH}_3)_5](\text{NO}_3)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, ale s tým rozdielom, že namiesto hexahydrátu dusičnanu kobaltnatého a dusičnanu amónneho použijeme ekvivalentné množstvá heptahydrátu síranu kobaltnatého a síranu amónneho.

Oxidácia mostíkovej peroxidovej skupiny na superoxidovú peroxidodisíranom diamónnym

Počas prebublávania vzduchu rozpustíme vypočítané množstvo peroxidodisíranu diamónneho s 25% nadbytkom v malom množstve vody. Po skončení oxidácie pridáme k reakčnej zmesi v premývačke pripravený roztok peroxidodisíranu diamónneho. Obsah premývačky pretrepávame 2 – 3 minúty. Vylúčený zelený superoxidokomplex necháme niekoľko minút usadiť za súčasného chladenia v chladiacej zmesi. Superoxidokomplex odsajeme na fritovom lieviku, rýchlo premyjeme studeným koncentrovaným vodným roztokom amoniaku a etanolom. Presušíme priamo na fritovom lieviku prúdom vzduchu a odvážeme.



Obr. 1 Aparatúra na prípravu dihydrátu dusičnanu μ -peroxido-bis(pentaamminkobaltitého).

- 1 – roztok amoniaku (1 : 1)
- 2 – reaktor chladený ľadom
- 3 – absorbér = roztok H_2SO_4 (1 : 10)
- 4 – vodná výveva