

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Факультет природничих наук
Кафедра хімії

Методичні вказівки та інструкція до виконання лабораторної роботи
з курсу “Координаційна хімія”

Лабораторна робота № 1
**Експериментальне вивчення хімічних властивостей
комплексних сполук**

Затверджено на засіданні кафедри хімії

(протокол № 1 від “_25_” __08.2020__ р.)

Завідувач кафедрою _____ Миронюк І.Ф.

Підготувала викладач _____ Хацевич О. М.

Івано-Франківськ,
2020

Лабораторна робота № 1

Тема: Експериментальне вивчення хімічних властивостей комплексних сполук (КС).

1. **Мета:** Отримати комплексні сполук з катіонним та аніонним комплексонами та вивчити їх властивості.
2. **Матеріали, реактиви, обладнання:** штатив з пробірками, купрум сульфат, 25 % розчин амоніаку, розчин меркурію (II) нітрату, KJ (розчин), розчин NaOH, калій гексаціаноферату (III) і калій гексаціаноферату (II) (розчин), розчин солі Мора $(\text{NH}_4)_2[\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]$, амонію сульфід, барію хлорид, 2 н розчин HCl (20 мл), бензол (10 мл), сульфатна кислота (конц.) – 10 мл, кальцій хлорид, калій перманганат, сіль кобальту(II), амонію оксалат, аліловий спирт, розчин KSCN (конц.), FeSO_4 , FeCl_3 , трилон Б (5 %).

3. Хід роботи

3.1 Одержання КС з катіонним комплексом

Одержати осад купрум гідроксиду, наливши в пробірку 2-3 мл розчину купрум сульфату і такий же об'єм розчину натрій гідроксиду. До осаду додати 1-2 мл 25 % розчину амоніаку. Що відбувається? Порівняйте забарвлення йонів Cu^{2+} у розчині купрум сульфату і забарвлення одержаного розчину. Присутністю яких йонів зумовлене забарвлення розчину? Написати рівняння реакцій.

3.2 Одержання КС з аніонним комплексом

У дві пробірки внести по 2-3 мл розчину меркурію (II) нітрату. В одну додати розчин калію йодиду до повного розчинення оранжевого осаду йодиду меркурію (II), а другу залишити для контролю. Дослідити наявність йонів Hg^{2+} в обох пробірках, додаючи в кожен з них по краплі розчину натрій гідроксиду. З якого розчину випав жовтий осад меркурію (II) оксиду? Чому в другій пробірці не випадає осад під дією луку? Написати рівняння реакцій, що характеризують хімізм описаних дослідів.

3.3 Комплексні сполуки в реакціях обміну

В пробірку наливають 2-3 мл розчину купрум сульфату, додають такий же об'єм розчину комплексної солі калій гексаціано-II-ферату. Якого кольору утворився осад купрум гексаціано-II-ферату. Написати молекулярне та йонне рівняння.

До 2–3 крапель 1Н розчину хлориду заліза (III) додайте стільки ж 1 Н розчину калій гексаціаноферату (II) $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Відмітьте, що відбувається. Напишіть рівняння реакцій.

До 2–3 крапель 1Н розчину ферум (II) сульфату додайте такий же об'єм 1Н розчину калій гексаціаноферату (III) $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. Відмітьте, що відбувається. Напишіть рівняння реакцій.

3.4 Електролітична дисоціація подвійної та комплексної солі

3.4.1 Налити в три пробірки по 2-3 мл розчину солі Мора $(\text{NH}_4)_2[\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]$. У першу пробірку прилити розчин натрій гідроксиду до лужної реакції і легко нагріти. Дослідити лакмусовим папірцем на запах газ, що виділився. В другу пробірку додати 2-3 мл розчину амоній сульфідру, а в третю – стільки ж розчину барій хлориду. Відзначити колір осадів, що утворилися. На присутність яких йонів у розчині подвійної солі вказують ці реакції? Написати реакції в молекулярній та йонній формі.

3.4.2 Перевірити дією розчину амоній сульфідру, чи виявляються йони Fe^{2+} у розчині калій гексаціаноферату (II). Чи випав осад ферум сульфідру чорного кольору? Чому? Написати відповідні рівняння реакцій. Чим відрізняються подвійні солі від комплексних?

3.5 Комплексні сполуки в окисно-відновних реакціях

3.5.1. Відновлення гексаціаноферат (III) калію

У пробірку внести 2-3 мл 0,1 н розчину калій йодиду, 3 мл 2 н розчину хлоридної кислоти і 2 мл бензолу. Відзначити, що шар бензолу залишився безбарвним. Додати 2 мл розчину комплексної солі і перемішати розчин. За забарвленням бензольного розчину переконатися в тому, що виділився вільний йод. Написати рівняння реакції взаємодії калій гексаціаноферату (II) з калій йодидом. Вказати окисник і відновник.

3.5.2. Окиснення калій гексаціаноферату

У пробірку помістити 2-3 мл розчину калій перманганату, підкислити сульфатною кислотою (2 мл) і додати краплями розчин калій гексаціаноферату (II) до знебарвлення розчину. Написати рівняння реакції.

3.5.6. Одержання хелату кальцію

У дві пробірки внесіть по 3–4 краплі 1Н розчину хлориду кальцію та по 2–3 краплі аміачного буферного розчину $(\text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl})$. В одну з пробірок додайте 2–3 краплі 1Н розчину трилону Б. Потім в обидві пробірки додайте по 2–3 краплі 1Н розчину амоній оксалату. Відмітьте, що відбувається в кожній пробірці. Поясніть, чому в пробірці, де міститься трилон Б, не утворюється осад. Напишіть відповідні рівняння реакцій.

3.5.7. Комплексні сполуки кобальту(II).

До 3-4 крапель 0,5Н розчину солі кобальту (II) додайте краплями розчин амоніаку з масовою часткою 25% до випадіння рожевого осаду гідроксиду кобальту (II) та його наступного розчинення внаслідок утворення комплексної сполуки з координаційним числом кобальту (II), що дорівнює 6. Відмітьте забарвлення розчину. Напишіть рівняння реакцій.

3.6. Гідратна ізомерія аквакомплексів

Декілька темно-зелених кристалів гексагідрату хром (III) хлориду $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ розчиніть у 6–7 краплях води. Відмітьте забарвлення розчину. Нагрійте розчин до зміни його забарвлення. Визначте будову комплексу до та після нагрівання. Висновки зробіть з урахуванням кольору гідратних ізомерів:

$[\text{Cr}(\text{OH}_2)_6]\text{Cl}_3$ — синьо-фіолетовий,

$[\text{Cr}(\text{OH}_2)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2\text{H}_2\text{O}$ — темно-зелений,

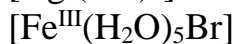
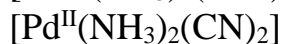
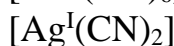
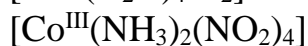
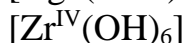
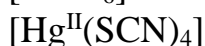
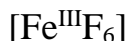
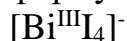
$[\text{Cr}(\text{OH}_2)_4\text{Cl}_2]\text{Cl}_2\text{H}_2\text{O}$ — світло-зелений.

3.7. Вплив концентрації розчину на комплексоутворення.

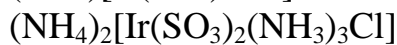
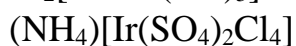
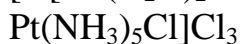
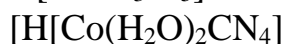
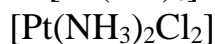
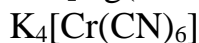
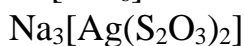
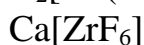
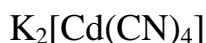
До 4–5 крапель 0,5Н розчину солі кобальту (II) додайте 2–3 краплі алілового спирту, потім 3–4 краплі концентрованого розчину калій роданіду KSCN. Суміш перемішайте скляною паличкою. Зверніть увагу на забарвлений шар розчину. Додайте 10–12 крапель води та перемішайте. Спостерігайте зміну забарвлення розчину внаслідок утворення аквакомплексу.

4. Контрольні запитання і завдання

1. Що таке внутрішньокмплесні сполуки, хелати?
2. Що таке комплексони? Навести приклади.
3. Навести хімізм реакції комплексометричного визначення йонів металів.
4. До якого типу КС відноситься і якими властивостями характеризується комплекс Fe (II) з порфірином?
5. Який атом (йон) називають центральним? Які йони, молекули виявляють властивості лігандів? Відповідь обґрунтуйте.
6. Що називають координаційним числом центрального атома і від яких факторів залежить його значення? Чи існує зв'язок між значеннями координаційного числа й зарядом центрального атома?
7. Які заряди комплексних частинок і координаційні числа кобальту (III) в сполуках $[\text{Co}(\text{NH}_3)_3(\text{C}_2\text{O}_4)\text{Cl}]$, $[\text{Co}(\text{NH}_3)_2(\text{NO}_2)_2\text{Cl}_2]$ і $[\text{Co}(\text{NH}_3)_4\text{NO}_2\text{Cl}]$?
8. Визначіть величину і знак заряду комплексних йонів. Складіть формули комплексних сполук із наведеним катіоном або аніоном:



9. Який ступінь окиснення та координаційне число комплексоутворювача в комплексних сполуках:



Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Факультет природничих наук
Кафедра хімії

Методичні вказівки та інструкція до виконання лабораторної роботи
з курсу “Координаційна хімія”

Лабораторна робота №2

Методи синтезу комплексних сполук з водних розчинів

Затверджено на засіданні кафедри хімії

(протокол № 1 від “_25_” __08.2020__ р.)

Завідувач кафедрою _____ Миронюк І.Ф.

Підготувала викладач _____ Хацевич О. М.

Івано-Франківськ,
2020

Лабораторна робота № 2

Тема: Методи синтезу комплексних сполук з водних розчинів.

- 1. Мета:** Отримати комплексні сполуки з водних розчинів та вивчити їх властивості.
- 2. Матеріали, реактиви, обладнання:** $\text{NiCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$, розчин амоніаку (конц.), розчин NH_4Cl , розчини $\text{Ba}(\text{OH})_2$ і CuSO_4 , розчин аміноацетату, лакмус, KNCS , $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, етер, спирт, натрію нітрит, пентаамінхлорокобальту (III) хлорид $[\text{CoCl}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$, хлоридна кислота.

3. Хід роботи

3.1. Отримання гексаамін нікель (II) хлориду $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_2$.
Концентрований розчин $\text{NiCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ обробляють надлишком концентрованого розчину амоніаку. Після цього охолоджують проточною водою і для повного виділення комплексу додають невелику кількість амоніачного розчину. Осад фільтрують і промивають концентрованим розчином амоніаку, спиртом та етером.

3.2. Отримання аміноацетату купруму (гліцинату), $\text{Cu}(\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COO})_2$.
Його можна отримати у вигляді голчастої або пластинчастої модифікації. Для отримання солі голчастої модифікації свіжоосаджений $\text{Cu}(\text{OH})_2$, взятий у надлишку, розчиняють у розчині амінооцтової кислоти:
$$\text{Cu}(\text{OH})_2 + 2\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH} = \text{Cu}(\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COO})_2 + 2\text{H}_2\text{O}$$

Гідроксид купруму отримують змішуванням розчинів $\text{Ba}(\text{OH})_2$ і CuSO_4 у таких співвідношеннях, щоб отриманий розчин перестав давати лужну реакцію на лакмус. Водну суспензію з домішками нагрівають протягом декількох годин на водяній бані з розчином аміноацетату, потім кип'ятять 30 хв. Осад і надлишковий $\text{Cu}(\text{OH})_2$ BaSO_4 відфільтровують, а темно-синій фільтрат упарюють до початку кристалізації. З охолодженого розчину випадають кристали у вигляді блакитних голок $\text{Cu}(\text{OH})_2$.

3.3. Калій гексаізоціанатохромат (III), $\text{K}_3[\text{Cr}(\text{NCS})_6] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

15 г KNCS і 7,5 г $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ розчиняють у 30 мл дистильованої води, випаровують досуха на піщаній бані й добре розтирають. Потім суміш переносять у круглодонну колбу з оберненим холодильником і при нагріванні екстрагують $\text{K}_3[\text{Cr}(\text{NCS})_6] \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 10–15 мл спирту, суміш нагрівають 15–20 хв. і зливають спиртовий екстракт. Ці операції повторюють доти, доки нова порція спирту не буде блідо-рожевого кольору (приблизно три рази). Гарячий розчин фільтрують, фільтрат випарюють досуха на водяній бані й знову екстрагують абсолютним спиртом. Одержану спиртову витяжку випарюють до виділення кристалів. Після охолодження їх фільтрують, промивають етером і сушать на повітрі.

Властивості: фіалкові кристали, розчинні у воді й нерозчинні в етері.

3.4. Пентаамінітрокобальт (III) хлорид $[CoNO_2(NH_3)_5]Cl_2$

Розчиняють 10 г пентаамінхлорокобальту (III) хлориду $[CoCl(NH_3)_5]Cl_2$, у суміші 100 мл води і 10 мл концентрованого розчину амоніаку. Реакцію проводять, перемішуючи і нагріваючи розчин. Останній фільтрують, підкислюють розбавленою хлоридною кислотою (контроль за індикаторним папером) і додають 25 г нітриту натрію. Колбу нагрівають до переходу утвореного червоного осаду у розчин. Потім до розчину додають 120 мл концентрованої хлоридної кислоти. Утворений осад відфільтровують, промивають хлоридною кислотою, етанолом і висушують при 60–70 °С. $[CoNO_2(NH_3)_5]Cl_2$ має вигляд кристалічного порошку буро-жовтого кольору.

3.5. Пентаамінінітрикобальт (III) хлорид, $[CoONO(NH_3)_5]Cl_2$

Розчиняють 10 г пентаамінхлорокобальту(III) хлориду, перемішуючи і нагріваючи на водяній бані в суміші 150 мл води і 10 мл концентрованого розчину амоніаку. Розчин фільтрують і фільтрат нейтралізують соляною кислотою (використовують індикаторний папір). До розчину додають 25 г нітриту натрію, а потім 20 мл хлоридної кислоти (1 : 1). Реакційну суміш залишають на декілька годин, фільтрують, промивають холодною водою та етанолом. $[CoONO(NH_3)_5]Cl_2$ має вигляд кристалічного порошку червоно-коричневого кольору, при зберіганні декілька тижнів переходить у $[CoNO_2(NH_3)_5]Cl_2$.

4. Контрольні запитання і завдання

1. Які сполуки називають координаційними, або комплексними?
2. Який атом (йон) називають центральним? Які йони, молекули виявляють властивості лігандів? Відповідь обґрунтуйте.
3. Що називають координаційним числом центрального атома і від яких факторів залежить його значення?
4. Який тип хімічного зв'язку спостерігається в комплексних сполуках?
5. Чи може виявляти даний йон-комплексоутворювач різні координаційні числа? Чому? Відповідь проілюструйте прикладами.
6. Що називають дентатністю лігаду? Наведіть приклади моно- і бідентатних лігандів.
7. Які сполуки називають внутрішньоконкомплексними?
8. Які координаційні сполуки називають поліядерними? Які атоми й групи атомів найчастіше зустрічаються як містки при утворенні цих сполук?
9. Які комплекси називають хелатними? Наведіть приклади хелатоутворюючих лігандів.
10. Назвіть типи ізомерії характерні для комплексних сполук. Наведіть приклади кожного типу ізомерії.

Для кобальту (III) характерне координаційне число 6. Напишіть координаційні формули таких комплексних сполук:

- | | |
|---|------------------------------|
| 1) $Co(NO_2)_3 \cdot 6H_2O$ | 3) $Co(NO_2)_3 \cdot 3NH_3$ |
| 2) $Co(NO_2)_3 \cdot KNO_2 \cdot 2NH_3$ | 4) $Co(NO_2)_3 \cdot 3KNO_2$ |

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Факультет природничих наук
Кафедра хімії

Методичні вказівки та інструкція до виконання лабораторної роботи
з курсу “Координаційна хімія”

Лабораторна робота №3

Методи синтезу комплексних сполук з неводних розчинів

Затверджено на засіданні кафедри хімії

(протокол № 1 від “_25_” __08.2020__ р.)

Завідувач кафедрою _____ Миронюк І.Ф.

Підготувала викладач _____ Хацевич О. М.

Лабораторна робота № 3

Тема: Методи синтезу комплексних сполук з неводних розчинів.

- 1. Мета:** Одержання комплексних сполук з неводних розчинів.
- 2. Матеріали, реактиви, обладнання:** ацетон, $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$, NaSCN , феруму (III) хлорид, нітратна кислота, 50 % розчин ацетилацетону у хлороформі, гексаамінікель (II) хлориду або нітрату, розчин амоніаку, сіль кобальту (II) ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), ацетилацетонат, гідроген пероксид, 10 %-го водного розчину етилендіаміну, $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, амоній тіоціанат, $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, лід.

3. Хід роботи

3.1. Калій тетраізоціанатокобальтат (II) $\text{K}_2[\text{Co}(\text{NCS})_4]$

Готують ацетонові розчини $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ і NaSCN . При їх зливанні в мольному співвідношенні 1 : 4 в розчині утворюється $\text{K}_2[\text{Co}(\text{NCS})_4]$, а в осад випадає NaNO_3 , який відфільтровують. При кристалізації утворюються кристали синього кольору.

3.2. Калій гексатіоціанатоплюмбат (II) $\text{K}_4[\text{Pb}(\text{SCN})_6]$

Одержаний за реакцією обміну між водними розчинами $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ і KSCN тіоціанат плумбуму розчиняють у 0.8 М ацетоновому розчині KSCN до насичення. Після відділення надлишку розчин ставлять на кристалізацію у вакуум-ексикатор. Через декілька днів утворюються лускоподібні кристали. $\text{K}_4[\text{Pb}(\text{SCN})_6]$

Властивості: сіль розчинна в ацетоні, розкладається водою, метанолом з утворенням $\text{Pb}(\text{SCN})_2$.

3.3. Пентадіонат-2,4 (ацетилацетонат) феруму (III), $\text{Fe}(\text{acac})_3$.

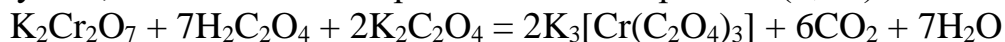
До водного розчину, що містить 0,5 г іонів феруму (III), додають розчин азотної кислоти до рН 1,0 і струшують у ділильній лійці з 50 %-м розчином ацетилацетону у хлороформі впродовж 3 хв. При цьому у хлороформ переходить 96 % феруму у вигляді ацетилацетонатного комплексу. Після відділення органічного шару хлороформ упарюють у вакуумі до кристалізації інтенсивно червоного комплексу $\text{Fe}(\text{acac})_3$.

3.4. Пентадіонат-2,4 (ацетилацетонат) кобальту (III), $\text{Co}(\text{acac})_3$.

До водного розчину, що містить сіль кобальту (II), додають кілька мілілітрів ацетилацетону і 5 мл 3%-го розчину гідроген пероксиду. Встановлюють рН 8–9 та нагрівають розчин так, щоб він слабо кипів протягом 10 хв. Потім охолоджують і підкисляють до рН 1. Ацетилацетонат кобальту (III) екстрагується кількісно 50 %-им розчином ацетилацетону у хлороформі (об'єми водної та органічної фази співвідносяться як 1 : 1). $\text{Co}(\text{acac})_3$ має інтенсивне зелене забарвлення.

3.5. Калій триоксалатохромат (III), $K_3[Cr(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$

До розчину, який містить 2,7 $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ і 1,2 г $K_2C_2O_4 \cdot H_2O$ повільно перемішуючи, додають концентрований водний розчин (1,2 г) $K_2Cr_2O_7$



Суміш упродовж довгого часу випаровують і повільно охолоджують до початку кристалізації.

Властивості: чорно-зелені кристали, легко розчинні у воді.

Контрольні запитання

1. Дайте назву таким комплексним сполукам.

- | | |
|--------------------------------|------------------------|
| 1) $[Co(H_2O)_2(NH_3)_4]Cl$ | 6) $Na_3[Co(NO_2)_6]$ |
| 2) $[Ag(NH_3)_2]Cl$ | 7) $Na_2[PdI_2]$ |
| 3) $H_2[PtCl_4]$ | 8) $[Cr(NH_3)_3PO_4]$ |
| 4) $(NH_4)_2[Hg(NCS)_4]$ | 9) $[Pt(NH_3)_4]Cl_2$ |
| 5) $[Pt(H_2O)_2(NH_3)_3F]Cl_3$ | 10) $Na_3[Co(NO_2)_6]$ |

2. Напишіть координаційні формули нижче поданих комплексних сполук, наведіть їх назви і обґрунтуйте вибір комплексоутворювача:

- | | |
|--|---------------------------------------|
| 1) $3NaF \cdot AlF_3$ | 7) $2NH_4Br \cdot CuBr_2 \cdot 2NH_3$ |
| 2) $SiF_4 \cdot BaF_2$ | 8) $3NaCl \cdot IrCl_3$ |
| 3) $2Ca(CN)_2 \cdot Fe(CN)_2$ | 9) $3KCN \cdot Fe(CN)_3$ |
| 4) $2Ba(OH)_2 \cdot Cu(OH)_2$ | 10) $Cd(OH)_2 \cdot 4NH_3$ |
| 5) $CoCl_3 \cdot 4NH_3 \cdot H_2O$ | 11) $KCl \cdot PtCl_4 \cdot NH_3$ |
| 6) $2KNO_2 \cdot HNO_3 \cdot Au(NO_3)_3$ | 12) $KCN \cdot Co(CN)_3 \cdot 2H_2O$ |

3. Напишіть рівняння дисоціації в розчині комплексних йонів нижчеподаних сполук і виразіть константи нестійкості комплексних йонів:

- | | |
|-------------------------------|--------------------|
| 1) $K_3[Fe(CN)_6]$ | 5) $K[VF_6]$ |
| 2) $[Co(H_2O)_2(NH_3)_4]Cl_3$ | 6) $Ba[BF_5]$ |
| 3) $[Co(H_2O)(NH_3)_4Cl]Cl_2$ | 7) $Na_2[MoF_6]$ |
| 4) $Cs[Ag(CN)_2]$ | 8) $K_2[Zr(OH)_6]$ |

4. З яких молекул, що здатні до самостійного існування, складаються такі комплексні сполуки:

- | | |
|-----------------------------|--------------------------------|
| 1) $K_2[PdBr_4]$ | 6) $(NH_4)_2[Fe(SO_4)_2]$ |
| 2) $Ba_2[Co(OH)_6]$ | 7) $[Cr(NH_3)_4C_2O_4]Cl$ |
| 3) $Na_2[Ni(CN)_4]$ | 8) $Cs[AuCl_4]$ |
| 4) $[Cr(NH_3)_3H_2OCl_2]Cl$ | 9) $Na_2[Pt(OH)_6]$ |
| 5) $H[Co(H_2O)_2(CN)_4]$ | 10) $[Cr(NH_3)_3(H_2O)_3]Cl_3$ |

5. Розчин якої комплексної солі має найбільшу електропровідність: $K_4[Fe(CN)_6]$; $K_3[Co(CN)_6]$; $[Pt(NH_3)_2Cl_2]$?

6. Напишіть координаційні формули сполук: натрій тетрагідроксоцинкату, пентаміносульфаткобальт (III) нітрату, аквадіамінохлоропаладій (II) хлориду, калій хлорпентагідроксоплатинату (IV), триамінотрихлорокобальту.

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Факультет природничих наук
Кафедра хімії

Методичні вказівки та інструкція до виконання лабораторної роботи
з курсу “Координаційна хімія”

Лабораторна робота №4

Синтез комплексних сполук на поверхні кремнезему

Затверджено на засіданні кафедри хімії

(протокол № 1 від “ 25 ” 08.2020 р.)

Завідувач кафедрою _____ Миронюк І.Ф.

Підготувала викладач _____ Хацевич О. М.

Лабораторна робота № 4

Тема: Синтез комплексних сполук на поверхні кремнезему.

- 1. Мета:** Одержання комплексних сполук синтезованих на поверхні кремнезему.
- 2. Матеріали, реактиви, обладнання:** гексаамін нікель (II) хлориду або нітрату, розчин амоніаку, сіль кобальту (II), сіль нікелю, ацетилацетонат, гідроген пероксид, аеросил (силікагель), 3-амінопропілаеросилу (силікагелю), $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$.

3. Хід роботи

3.1. Амінокомплекс нікелю, прищеплений до поверхні аеросилу.

До водного розчину гексаамінінікель (II) хлориду або нітрату, одержаного змішуванням концентрованих розчинів амоніаку (3,5 ммоль) і відповідної солі нікелю (0,5 ммоль) та розведеного до об'єму 20 мл, додають 0,5 г аеросилу (силікагелю). Злегка струшують і залишають на 30 хв. Після фільтрування осад висушують на повітрі, одержують речовину світло-фіалкового кольору, яка містить іммобілізований на поверхні акваамінокомплекс нікелю складу $[(\equiv \text{SiO})\text{Ni}(\text{NH}_3)_{5-n}(\text{H}_2\text{O})_n]\text{Cl}$, де $n = 0 - 2$. Склад комплексу можна встановити з урахуванням правила адитивності за електронними спектрами дифузного відбиття: 10 Dq дорівнює 10500 cm^{-1} для гексааміно оточення та 8500 cm^{-1} для гексааква оточення (сила кристалічного поля групи $(\equiv \text{SiO})$ вважається рівною силі поля молекули води).

3.2. Біспропіламіній комплекс купруму (II) на поверхні 3-амінопропілаеросилу (силікагелю).

До 3-амінопропілаеросилу (силікагелю) із щільним заповненням амінопропілними групами додають 20 мл розчину, що містить 0,1 ммоль $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$. Після перемішування суміші протягом 5 хв. її залишають до осадження твердої фази, яку потім фільтрують і висушують на повітрі при 50–80 °C. Одержують речовину блакитного кольору, що містить на поверхні комплекси складу $[(\equiv \text{SiC}_3\text{H}_6\text{NH}_2)_2\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_4](\text{NO}_3)_2$.

4. Контрольні запитання

1. Чому силіцій не розчиняється в суміші нітратної і хлоридної кислот, проте розчиняється в суміші нітратної і фторидної кислот?
2. Як впливає природа позасферного катіону на стійкість галогенідних комплексів типу $\text{M}^I[\text{M}^II\text{Hal}]_4$?
3. Згідно з правилом Черняєва найстійкішими є п'ятичленні й шестичленні цикли, а чотиричленні є дуже напруженими. У чому тоді полягає причина високої стійкості діетилдитіокарбаматних та діетилдитіофосфінатних комплексів, які мають саме чотиричленні цикли?
4. Складіть рівняння обмінних реакцій за участю комплексних сполук:

