

**Ćwiczenia laboratoryjne z przedmiotu nauczania:
„Chemia Ogólna i Nieorganiczna”
dla studentów I roku Kierunku Farmacja**

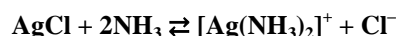
*Instrukcja wykonania ćwiczenia nr 7:
Związki kompleksowe*

Opracowanie:
dr n. farm. Angelika Adamus-Grabicka

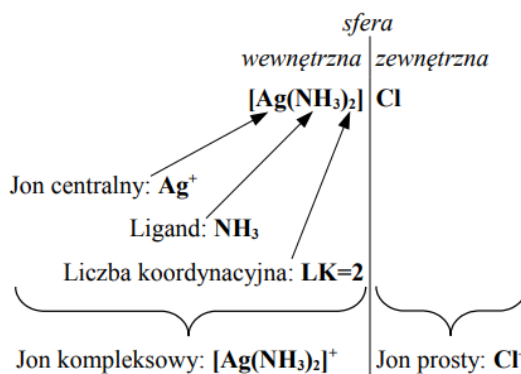
Łódź 2023

Budowa związków kompleksowych

Związki kompleksowe (koordynacyjne) to cząsteczki lub jony zawierające atom centralny, połączony z liczbą cząstek lub jonów (zwanych ligandami) przewyższającą klasyczną wartościowość. **Wiązanie koordynacyjne** powstaje w wyniku oddania wolnej pary elektronowej liganda (donor elektronów) na puste orbitale atomu centralnego (akceptor elektronów). W oparciu o teorię kwasów i zasad Lewisa, kwasem jest atom, cząsteczka lub jon będący akceptorem pary elektronowej, natomiast zasadą jest atom, cząsteczka lub jon będący akceptorem pary elektronowej.



Utworzony jon diaminasrebra(I) zbudowany jest w taki sposób, że jon Ag^+ otoczony jest dwiema cząsteczkami NH_3 leżącymi z nim w jednej linii prostej. W tym przypadku kation Ag^+ pełni funkcję jonu centralnego (określanego również mianem rdzenia lub centrum koordynacji), a połączone z nim cząsteczki NH_3 spełniają rolę ligandów. Taki jon złożony z rdzenia i połączonych z nim ligandów nosi nazwę **jonu kompleksowego** lub **koordynacyjnego** i zwykle zapisywany jest w nawiasie kwadratowym (np. $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$) (Rysunek 1).



Rysunek 1: Schemat budowy związku kompleksowego.

Ze względu na ładunek wewnętrznej sfery koordynacyjnej wyróżnia się jony i związki kompleksowe: kationowe, anionowe, kationowo - anionowe i obojętne. Przedstawione poniżej przykłady związków należą do kompleksów **jednordzeniowych** ponieważ posiadają jedno centrum koordynacji (Tabela 1).

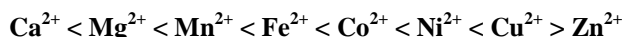
JEDNORDZENIOWE	
KATIONOWE	ANIONOWE
$[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$ kation diaminasrebra(I)	$[\text{CuCl}_4]^{2-}$ anion tetrachloromiedzianowy(II)
$[\text{Pt}(\text{H}_2\text{O})_4]^{2+}$ kation tetraakwaplatyny(II)	$[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$ anion tetrahydroksocynkanowy
$[\text{Al}(\text{OH})(\text{H}_2\text{O})_5]^{2+}$ kation pentaakwahydroksoglinu	$[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ anion heksacyjnanożelazianowy(III)
KATIONOWO - ANIONOWE	OBOJĘTNE
$[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ heksacyjanożelazian(II) heksaaminaniklu(II)	$[\text{Ni}(\text{CO})_4]$ pentakarbonylnikiel(0)
$[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_4][\text{HgI}_4]$ tetrajodortęcian(II) tetraakwakobaltu(II)	$[\text{Cr}(\text{C}_6\text{H}_6)_2]$ dibenzenchrom(0) lub bis(benzeno)chrom(0)
$[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4][\text{Zn}(\text{OH})_4]$ tetrahydroksocynkan tetraaminamiedzi(II)	$[\text{Co}(\text{NO}_2)_3(\text{NH}_3)_3]$ triaminatri(nitrito-N)kobalt(III) lub triaminatriazotynkobalt(III)

Tabela 1: Podział jednordzeniowych jonów i związków kompleksowych.

Kompleksy, które posiadają dwa lub więcej rdzeni noszą nazwę kompleksów **wielordzeniowych** np. $[(\text{NH}_3)_5\text{Cr}(\text{OH})\text{Cr}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_5$ chlorek μ -hydrokso-bis[pentaaminachromu(III)].

W procesie powstawania wiązania koordynacyjnego ligandy pełnią rolę donora par elektronowych, a jony/atomy metali stają się akceptorami. Powstawaniu związków kompleksowych sprzyja fakt, że kationy metali grup głównych posiadają wolne orbitale s i p , a kationy metali przejściowych nie mają w pełni zapełnionych elektronami orbitali d . **Kompleksy łatwiej tworzą małe jony, o dużym ładunku i pustych orbitalach.** Metale znajdujące się w I i II grupie układu okresowego (litowce

i berylowce) mające duże jony i nie wykazują zdolności kompleksotwórczych, z wyjątkiem berylu. Największą tendencję do tworzenia związków kompleksowych wykazują metale bloku *d*, dzięki małej objętości atomu oraz udziałowi orbitali *d* w wiązaniach. Trwałość kompleksów ligandu z dwuwartościowymi metalami wzrasta zgodnie z **Szeregim Irvinga - Williamsa**:



W powyższym szeregu zmniejsza się promień jonu i rośnie siła wiązania metal-ligand, dzięki czemu trwałość związków kompleksowych wzrasta w prawą stronę (największą trwałość osiągają kompleksy miedzi Cu^{2+}).

Nomenklatura związków kompleksowych

Zgodnie z obowiązującymi zaleceniami IUPAC (*International Union of Pure and Applied Chemistry*) w celu podania pełnej nazwy związku kompleksowego:

- a.) W pierwszej kolejności wymienia się w porządku alfabetycznym nazwy ligandów (Tabela 2), a następnie podaje się nazwę jonu lub atomu centralnego. Zapisując wzór sumaryczny jonu kompleksowego zachowuje się odwrotną kolejność, zgodną ze schematem:

[jon/atom centralny, ligand anionowy, ligand obojętny]

Wzór	Nazwa	Wzór	Nazwa	Wzór	Nazwa
Ligandy anionowe					
OH^-	hydrokso-	CN^-	cyjano-	F^-	fluoro-
I^-	jodo-	SCN^-	tiocyjaniano-	O^{2-}	okso-
Br^-	bromo-	$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	tiosiarczano-	NO_3^-	azotano-
Cl^-	chloro-	NO_2^-	azotyno-	O_2^{2-}	nadtleno-
Ligandy obojętne					
NH_3	amina-	CO	karbonylo-		
H_2O	akwa-	NO	nitrozylo-		

Tabela 2: Nazwy wybranych ligandów.

- b.) Liczbę ligandów określa się za pomocą greckich przedrostków: **mono-, di-, tri-, tetra-, penta-, hekso-, hepta-** itd., np. **heksacyjanożelazian(II)** potasu; $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. W przypadku kompleksów o bardziej skomplikowanej budowie używa się przedrostków zwielokrotniających: **bis-, tris-, tetrakis-** itd., np. **bis(tetrahydroksoglinian)** magnezu; $\text{Mg}[\text{Al}(\text{OH})_4]_2$.
- c.) Stopień utlenienia jonu lub atomu centralnego zapisuje się cyfrą rzymską umieszczoną w okrągłym nawiasie za nazwą jonu centralnego np. **heksahydroksochromian(III)** sodu; $\text{Na}_3[\text{Cr}(\text{OH})_6]$.
- d.) W przypadku kompleksów anionowych do nazwy jonu centralnego dodaje się końcówkę **-an** lub **-ian** np. **pentacyjanonitrozyłżelazian (II)** potasu; $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_5(\text{NO})]$.
- e.) W przypadku kompleksów kationowych nazwę jonu centralnego wymienia się w drugim przypadku liczby pojedynczej np. **chlorek diaminasrebra (I)**; $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$.
- f.) W przypadku kompleksów obojętnych nazwa atomu centralnego pozostaje w niezmienionej formie np. **pentakarbonyłżelazo(0)**; $[\text{Fe}(\text{CO})_5]$.

Wzór związku	Nazwa związku lub jonu kompleksowego		
$\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	heksacyjanożelazian(III) potasu	heksacyjanożelazian (3-) potasu	heksacyjanożelazian tripotasu
$\text{K}_2[\text{HgI}_4]$	tetrajodortęcian(II) potasu	tetrajodortęcian (2-) potasu	tetrajodortęcian dipotasu
$[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6\text{Cl}_3]$	chlorek heksaakwachromu(III)	chlorek heksaakwachromu(3+)	trichlorek heksaakwachromu
$[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{SO}_4$	siarczan heksaaminaniklu(II)	siarczan heksaaminaniklu (2+)	-
$[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6](\text{NO}_3)_2$	azotan heksaakwakobaltu(II)	azotan heksaakwakobaltu (2+)	diazotan heksaakwakobaltu

$[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$	jon tetraaminamiedzi(II)	jon tetraaminamiedzi (2+)	tetraaminamiedź(II)
$[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$	jon tetrahydroksocynkanowy	jon tetrahydroksocynkanowy(2-)	tetrahydroksocynkan
$[\text{Ag}(\text{CN})_4]^{3-}$	jon tetracyjanosrebrzanowy(I)	jon tetracyjanosrebrzanowy (3-)	tetracyjanosrebrzan(I)
$[\text{Pt}(\text{Cl})_6]^{2-}$	jon heksachloroplatynianowy(IV)	jon heksachloroplatynianowy (2-)	heksachloroplatynian (IV)

Tabela 3: Przykłady nazewnictwa wybranych związków kompleksowych oraz ich jonów

Liczba koordynacyjna, a przestrzenne rozmieszczenie ligandów w kompleksie

Rolę liganda mogą pełnić zarówno cząsteczki obojętne (np. H_2O , NH_3 , CO), jak i aniony (np. Cl^- , F^- , NO_2^-), które posiadają w swojej strukturze przynajmniej jeden atom dysponujący wolną parą elektronową. Dzięki temu ligandy znajdują się w bezpośrednim otoczeniu atomu centralnego i łączą się z nim za pomocą jednego lub kilku wiązań koordynacyjnych. Liczba przyłączonych par elektronowych nazywana jest **liczbą koordynacyjną** (LK) i odpowiada liczbie przyłączonych ligandów. Wielkość liczby koordynacyjnej nie jest cechą charakterystyczną dla danego jonu centralnego i zależy między innymi od rodzaju przyłączonych do rdzenia ligandów. Liczba koordynacyjna decyduje o określonej strukturze przestrzennej kompleksu (Tabela 4) i najczęściej przyjmuje wartości liczb parzystych od 2 do 8.


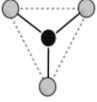
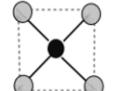
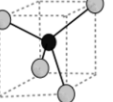
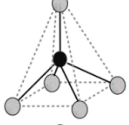
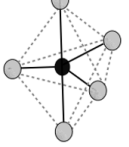
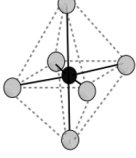
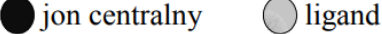
Liczba koordynacyjna (LK)	Przestrzenne rozmieszczenie ligandów w kompleksach	Przykłady
2	 Struktura liniowa	$[\text{Ag}(\text{CN})_2]^-$ $[\text{AuCl}_2]^-$
3	 Trójkąt (struktura płaska)	$[\text{HgI}_3]^-$ $[\text{SnCl}_3]^-$
4	 Kwadrat (struktura płaska)  Czworoscian foremny (tetraedr)	$[\text{Ni}(\text{CN})_4]^{2-}$ $[\text{Pt}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ $[\text{FeCl}_4]^-$ $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_4]^{2+}$
5	 Piramida tetragonalna  Bipiramida trygonalna	$[\text{Ni}(\text{CN})_5]^{3-}$
6	 Ośmiościan foremny (oktaedr)	$[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$ $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ $[\text{FeF}_6]^{3-}$
		

Tabela 4: Struktury przestrzenne wybranych jonów kompleksowych.

Przebieg ćwiczenia

1. Ligandy jednokoordynacyjne

a. Woda jako ligand – akwakompleksy

Celem doświadczenia jest otrzymanie związków kompleksowych zawierających wodę, jako ligand oraz obserwacja zmiany zabarwienia hydratów, soli bezwodnej i akwakompleksów. Hydraty to sole uwodnione, czyli sole zawierające wbudowane w sieć krystaliczną cząsteczki wody. Woda, związana w hydratách nosi nazwę wody krystalizacyjnej. Hydraty są wrażliwe na podwyższenie temperatury. W wyniku ogrzewania dochodzi do utraty wody z sieci krystalicznej. Skutkuje to przejściem hydratu do formy mniej uwodnionej lub do soli bezwodnej. Bardzo często przemianie hydratu w bezwodną sól towarzyszy zmiana barwy, dlatego sole tego samego kationu charakteryzują się inną barwą. Podobna sytuacja zachodzi w akwakompleksach, ponieważ cząsteczki wody pełnią rolę liganda przyłączonego do atomu centralnego.

Odczynniki, sprzęt, aparatura

- ✓ Stały siarczan miedzi(II) pięciowodny ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)
- ✓ Stały siarczan kobaltu(II) siedmiowodny ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)
- ✓ Woda destylowana
- ✓ Cylinder miarowy
- ✓ Łapa drewniana
- ✓ Palnik gazowy
- ✓ Probówka (2 sztuki)
- ✓ Szpatułka-łyżeczka

Wykonanie doświadczenia

- Do dwóch ponumerowanych, dużych i suchych probówek wsypać niewielką ilość soli $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ oraz $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.
- Ogrzewać ostrożnie probówki w płomieniu palnika, trzymając wylot probówki skierowany ku dołowi. Obserwować zachodzące zmiany oraz zanotować barwy otrzymanych soli bezwodnych. **UWAGA! Nie wkładać gorących probówek do statywu!**
- Po ostygnięciu probówek do każdej dodać 2 mL wody i wymieszać. Ponownie zanotować barwy otrzymanych akwakompleksów.
- W zeszycie laboratoryjnym zanotować wykonywane czynności, w postaci Tabeli 1, zapisać obserwacje wraz z wzorami sumarycznymi stałych soli zwracając uwagę na barwy stałych soli jak i barwy powstałych akwakompleksów. Równania reakcji zachodzących w czasie rozpuszczania bezwodnych soli w wodzie oraz otrzymywania akwakompleksów zapisać w postaci jonowej, przyjmując, że liczba koordynacyjna jonów centralnych wynosi 6.
- **Sformułuj wnioski: Dlaczego następuje zmiana zabarwienia badanych soli w wyniku ogrzewania, a następnie po dodaniu wody?**

Nr	Wzór sumaryczny oraz barwa hydratu	Barwa soli bezwodnej	Barwa akwakompleksu
1.			
2.			

Tabela 1: Zmiany barwy suchych soli po ogrzewaniu

b. Anion wodorotlenowy jako ligand

Celem ćwiczenia jest zapoznanie z reakcją kompleksowania oraz reakcją otrzymywania hydroksokompleksów. Dodanie niewielkiej ilości mocnej zasady do roztworu soli powoduje strącanie barwnego osadu. Dodając w nadmiarze mocnej zasady niektóre z osadów wodorotlenków ulegają kompleksowaniu w wyniku czego powstają roztwory hydroksokompleksów. Jony hydroksokompleksów zawierających jony metali o właściwościach amfoterycznych ulegają reakcji zarówno z zasadą, jak i kwasem. Jony metali o charakterze zasadowym będą reagowały tylko z kwasem, w wyniku czego powstają jony akwakompleksów o barwach podobnych do kolorów roztworów soli wyjściowych związków. Reakcje tworzenia hydroksokompleksów są odwracalne - w obecności jonów H_3O^+ następuje protonowanie jonów OH^- prowadzące w kwaśnym roztworze do odtworzenia akwakompleksu.

Odczynniki, sprzęt, aparatur

- ✓ Roztwór 0,5 mol/L azotanu kobaltu(II) ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2$)
- ✓ Roztwór 0,5 mol/L azotanu niklu(II) ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$)
- ✓ Roztwór 0,5 mol/L siarczanu glinu ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$)
- ✓ Roztwór 0,5 mol/L azotanu cynku ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$)
- ✓ Roztwór 1 mol/L wodorotlenku sodu (NaOH)
- ✓ Roztwór 6 mol/L wodorotlenku sodu (NaOH)
- ✓ Roztwór 2 mol/L kwasu azotowego (HNO_3)
- ✓ Roztwór 6 mol/L kwasu azotowego (HNO_3)
- ✓ Probówka (4 sztuki)

Wykonanie doświadczenia

- Do 4 ponumerowanych probówek wlać po 5 kropli 0,5 mol/L roztworów soli: niklu (II), kobaltu (II), cynku i glinu.
- Do każdej z probówek dodawać kroplami 1 mol/L roztwór wodorotlenku sodu, aż do wytrącenia się osadu.
- Do osadu dodać kroplami roztwór wodorotlenku sodu o stężeniu 6 mol/L. Zaobserwować, które z osadów uległy rozpuszczeniu po dodaniu NaOH . Probówki z osadami, które nie uległy rozpuszczeniu zostawić, będą wykorzystane w dalszej części ćwiczenia. **UWAGA!!! (Nie należy dodawać więcej niż 15 kropli NaOH , ze względu na rozcieńczenie roztworu).**
- Do probówek, w których osad uległ rozpuszczeniu dodać kroplami 2 mol/L kwas azotowy, do momentu ponownego wytrącenia się osadu.
- Do wszystkich probówek dodawać kroplami 6 mol/L kwas azotowy, aż do rozpuszczenia osadów.
- W zeszycie laboratoryjnym, w postaci Tabeli 2 zanotować wykonywane czynności oraz obserwacje wraz ze wzorami sumarycznymi oraz barwami powstających związków z zaznaczeniem czy jest to roztwór czy osad. W przypadku osadów należy dodać znak (\downarrow). Pod tabelą zapisać jonowo równania reakcji zachodzących po dodaniu do roztworów:
 - Małej ilości zasady sodowej
 - Nadmiaru zasady sodowej
 - Małej ilości kwasu azotowego
 - Nadmiaru kwasu azotowegoLiczba koordynacyjna hydroksokompleksów wynosi 4.
- **Sformułuj wnioski:**
 - **Które z badanych jonów metali tworzą jony hydroksokompleksowe?**
 - **Podaj nazwy poznanych jonów hydroksokompleksowych.**
 - **Które z badanych jonów metali wykazują właściwości amfoteryczne?**

Roztwór Barwa	NaOH		HNO ₃	
	a) mała ilość	b) nadmiar	c) mała ilość	d) nadmiar
Ni(NO ₃) ₂
Co(NO ₃) ₂
Zn(NO ₃) ₂
Al ₂ (SO ₄) ₃

Tabela 2: Wytrącanie się osadów i ich rozpuszczanie w nadmiarze odczynnika

c. Amoniak jako ligand

Celem ćwiczenia jest otrzymanie aminakompleksów w reakcji ze stężonym roztworem amoniaku. Liczba koordynacyjna w aminakompleksie Cu(II) wynosi 4, natomiast w pozostałych jonach kompleksowych 6. Podobnie jak w przypadku hydroksokompleksów, tworzenie aminakompleksów ze względu na zasadowy charakter wodnego roztworu amoniaku najczęściej zachodzi z przejściowym strąceniem osadu odpowiedniego wodorotlenku.

Odczynniki, sprzęt, aparatura

- ✓ Roztwór azotanu miedzi(II) (☉ Cu(NO₃)₂)
- ✓ Roztwór azotanu niklu(II) (☉ Ni(NO₃)₂)
- ✓ Roztwór azotanu cynku (☉ Zn(NO₃)₂)
- ✓ Roztwór siarczanu glinu (Al₂(SO₄)₃)
- ✓ Roztwór 2 mol/L wody amoniakalnej (☉ NH₃·H₂O)
- ✓ Roztwór stężony wody amoniakalnej (☉ NH₃·H₂O)
- ✓ Roztwór 6 mol/L kwasu azotowego (☉ HNO₃)
- ✓ Probówka (4 sztuki)

Wykonanie doświadczenia

- Do 4 ponumerowanych probówek wlać po 5 kropli roztworów soli metali: Cu(II), Ni(II), Zn i Al.
- Do każdej probówki dodać kroplami 2 mol/L NH₃·H₂O, aż do wytrącenia osadu. Zanotować obserwacje, zwracając uwagę na kolory osadów, a następnie dodać kroplami stężony roztwór amoniaku. Zaobserwować, które z osadów uległy rozpuszczeniu po dodaniu nadmiaru odczynnika.
- Do probówek, w których osad uległ rozpuszczeniu, dodać **kroplami** 6 mol/L kwas azotowy do wytrącenia osadu, a następnie nadmiar, aż do jego rozpuszczenia.
- W zeszycie laboratoryjnym, w postaci Tabeli 3 zanotować wykonywane czynności oraz obserwacje wraz ze wzorami sumarycznymi oraz barwami powstających kolejno związków z zaznaczeniem czy jest to roztwór czy osad. W przypadku osadów należy dodać znak (↓). Pod tabelą zapisać jonowo równania reakcji zachodzących po dodaniu do roztworów:
 - Małej ilości zasady sodowej
 - Nadmiaru zasady sodowej
 - Nadmiaru kwasu azotowego

Liczba koordynacyjna w aminakompleksie Cu(II) wynosi 4, a w pozostałych 6.
- **Sformułuj wnioski:**
 - **Które z badanych jonów metali tworzą w warunkach doświadczenia aminakompleksy?**
 - **Które z badanych kationów tworzą trwale kompleksy zarówno z amoniakiem jak i jonami OH⁻?**
 - **Podać nazwy otrzymanych aminakompleksów.**

Roztwór Barwa	NH ₃ ·H ₂ O		HNO ₃
	a) mała ilość	b) nadmiar	c) nadmiar
Cu(NO ₃) ₂
Ni(NO ₃) ₂
Zn(NO ₃) ₂
Al ₂ (SO ₄) ₃

Tabela 3: Wytrącanie się osadów i ich rozpuszczanie w nadmiarze odczynnika.

2. Otrzymywanie kompleksów kationowych i anionowych

Celem ćwiczenia jest otrzymanie kationowych i anionowych jonów kompleksowych w wyniku dodania nadmiaru odczynnika kompleksującego.

Odczynniki, sprzęt, aparatura

- ✓ Roztwór 3% azotanu bizmutu(III) (☉ Bi(NO₃)₃)
- ✓ Roztwór azotanu srebra(I) (☉ AgNO₃)
- ✓ Roztwór jodku potasu (☉ KI)
- ✓ Roztwór chlorku sodu (☉ NaCl)
- ✓ Roztwór stężony wody amoniakalnej (☉ NH₃ · H₂O)
- ✓ Probówka (2 sztuki)

Wykonanie doświadczenia

- Do dwóch probówek dodać po 5 kropli roztworu odpowiedniej soli, a następnie powoli kroplami odczynnik strącający, aż do pojawienia się osadu (zgodnie z Tabelą 4).
- Osad odwirować, a następnie dodać w nadmiarze odczynnik kompleksujący, aż do rozpuszczenia osadu.
- W zeszycie laboratoryjnym, w postaci Tabeli 4 zanotować wykonywane czynności oraz obserwacje wraz ze wzorami sumarycznymi oraz barwami powstających osadów i jonów kompleksowych. Pod tabelą zapisać w formie jonowej równania zachodzących reakcji. Napisać równania całkowitej dysocjacji otrzymanych jonów kompleksowych.
- **Sformułuj wnioski: Podaj nazwy otrzymanych jonów kompleksowych.**

Badany roztwór	Odczynnik strącający	Wzór i barwa osadu	Odczynnik kompleksujący	Wzór i barwa jonu kompleksowego	LK
Bi(NO ₃) ₃	KI	KI	4
AgNO ₃	NaCl	NH ₃ ·H ₂ O	2

Tabela 4: Odpowiednie odczynniki strącające i kompleksujące.

3. Sole podwójne – Odróżnianie soli podwójnej od związku kompleksowego na przykładzie związków zawierających jony Fe (II)

Celem ćwiczenia jest wykrycie jonów Fe^{2+} , SO_4^{2-} , NH_4^+ wchodzących w skład soli podwójnej - soli Mohra oraz porównanie związku kompleksowego z solą podwójną. Związki kompleksowe nie ulegają reakcji dysocjacji w typowy sposób dla soli podwójnej. Jon metalu wchodzący w skład jonu kompleksowego jest trwale z nim związany. Sole podwójne ulegają dysocjacji elektrolitycznej rozpadając się na jony proste, a związki kompleksowe na jony proste i jony kompleksowe (złożone).

Odczynniki, sprzęt, aparatura

- ✓ Roztwór siarczanu amonu żelaza(II) ($(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$)
- ✓ Roztwór tioacetamidu (CH_3CSNH_2 , amidu kwasu tiooctowego, AKT)
- ✓ Roztwór stężony wody amoniakalnej ($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)
- ✓ Roztwór chlorku baru (BaCl_2)
- ✓ Roztwór 6 mol/L wodorotlenku sodu (NaOH)
- ✓ Roztwór heksacyjanożelazianu(II) potasu ($\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$)
- ✓ Cylinder miarowy
- ✓ Papierki wskaźnikowe
- ✓ Probówka (3 sztuki)
- ✓ Łażnia wodna

Wykonanie doświadczenia

- Przygotować 4 ponumerowane probówki. Do trzech probówek wlać po 5 kropli roztworu soli Mohra (siarczan amonu żelaza(II)) o wzorze $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$
- Do **probówki I** dodać 3-4 krople roztworu tioacetamidu oraz $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ do odczynu zasadowego, a następnie ogrzewać w łaźni wodnej przez 10 minut.
- Do **probówki II** dodać 5 kropli roztworu BaCl_2 .
- Do **probówki III** dodać 2 mL roztworu NaOH i ogrzewać w łaźni wodnej. Do wylotu probówki zbliżyć zwilżony papierek uniwersalny (nie należy dotykać papierkiem ścianek probówki!). Ogrzewać zawartość probówki aż do odczynu zasadowego.
- Do **probówki IV** wlać 5 kropli roztworów $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ i dodać 3-4 krople AKT oraz $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ do odczynu zasadowego. Następnie całość ogrzewać w łaźni wodnej przez 10 minut.
- W zeszycie laboratoryjnym zanotować wykonywane czynności i obserwacje, napisać równania reakcji zachodzące w probówkach I, II, III i IV, równania dysocjacji soli Mohra i heksacyjanożelazianu (II) potasu.
- **Sformułuj wnioski:**
 - Dlaczego nie powstał osad siarczku żelaza (II) FeS ?
 - Jakie jony istnieją w roztworach soli Mohra i heksacyjanożelazianu(II) potasu?
 - Uzasadnić czym różnią się sole podwójne od związków kompleksowych?

4. Ligandy jednokoordynacyjne: woda jako ligand – akwakompleksy

Celem ćwiczenia jest zaobserwowanie zmiany barwy roztworu akwakompleksu zawierającego ten sam jon centralny, ale różną liczbę cząsteczek wody, pełniących rolę ligandów. W wyniku podwyższonej temperatury zachodzi częściowa dehydratacja jonu kompleksowego, co skutkuje zmianą zabarwienia. Zjawisko to związane jest ze zmianą struktury przestrzennej jonów kompleksowych.

Odczynniki, sprzęt, aparatura

- ✓ Roztwór 0,1 mol/L chlorku kobaltu(II) (CoCl_2)
- ✓ Bagietka
- ✓ Bibuła filtracyjna
- ✓ Łażnia wodna
- ✓ Palnik gazowy

Wykonanie doświadczenia

- Bagietką zwilżoną 0,1 mol/L roztworem chlorku kobaltu(II) nanieść trzy krople na bibułę filtracyjną.
- Bibułę pozostawić do wyschnięcia, a następnie podgrzać nad płomieniem palnika.
- Trzymając, bibułę umieścić w parze nad łaźnią wodną.
- W zeszycie laboratoryjnym opisać wykonane czynności oraz obserwacje zwracając uwagę na zmiany zabarwienia naniesionego na bibułę roztworu.
- **Sformułuj wnioski:**
 - **Kiedy napis wykonany na bibule jest widoczny, a kiedy niewidoczny?**
 - **Jaka jest zasada działania tzw. atramentu sympatycznego zawierającego chlorek kobaltu(II)? Przyjąć, że jony kompleksowe $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ (struktura oktaedru) mają zabarwienie różowe, a jony $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_4]^{2+}$ (tetraedr) są niebieskie.**

5. Trwałość związków kompleksowych – Porównanie trwałości kompleksów Fe (III) z wybranymi ligandami

Celem ćwiczenia jest otrzymanie kompleksów jonów żelaza(III) z wybranymi ligandami: H_2O , F^- , NCS^- . Otrzymane związki charakteryzują się różnymi barwami w zależności od odczynnika kompleksującego.

Odczynniki, sprzęt, aparatura

- ✓ Roztwór chlorku żelaza(III) (FeCl_3)
- ✓ Roztwór tiocyjanianu potasu (Ⓢ KSCN)
- ✓ Roztwór 2 mol/L fluorku potasu (Ⓢ KF)
- ✓ Probówka (1 sztuka)

Wykonanie doświadczenia

- Do probówki wlać 5 kropli roztworu FeCl_3 , dodać 1 kroplę roztworu KSCN, wymieszać, a następnie dodać 10 kropli roztworu KF.
- W zeszycie laboratoryjnym, w postaci Tabeli 5 zanotować wykonywane czynności oraz obserwacje zwracając uwagę na zmiany zabarwienia roztworów podczas dodawania kolejnych odczynników. Pod tabelą zapisać równania zachodzących kolejno reakcji w formie cząsteczkowej i jonowej, przyjmując, że liczba koordynacyjna żelaza w kompleksach wynosi 6. Podać nazwy otrzymanych związków kompleksowych.
- **Sformułuj wnioski: Uszereguj następujące ligandy: H_2O , F^- , NCS^- według wzrastających tendencji do tworzenia kompleksów z jonem Fe^{3+} .**

Dodany odczynnik	Barwa po dodaniu odczynnika	Wzór sumaryczny	Nazwa
FeCl_3		Związku:	Związku:
		Jonu:	Jonu:
KSCN		Związku:	Związku:
		Jonu:	Jonu:
KF		Związku:	Związku:
		Jonu:	Jonu:

Tabela 5: Trwałość związków kompleksowych

6. Otrzymywanie związków kompleksowych (ĆWICZENIE DODATKOWE)

Celem ćwiczenia jest poznanie metody otrzymywania barwnego związku kompleksowego, porównanie barwy kompleksu z substratami reakcji oraz napisanie równania reakcji otrzymania kompleksu. Podczas wykonywania doświadczenia istotnym elementem jest zapoznanie z techniką sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem.

Odczynniki, sprzęt, aparatura

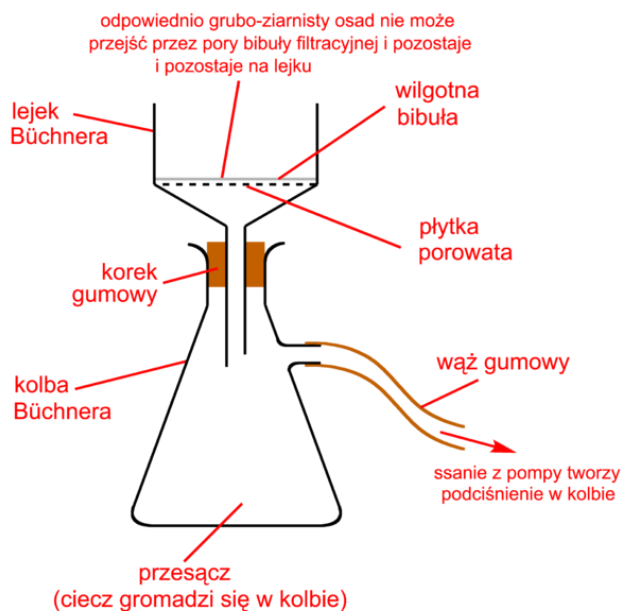
- ✓ Siarczan miedzi(II) pięciowodny (⊕ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)
- ✓ Roztwór 25% wody amoniakalnej (⊕ $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)
- ✓ Alkohol etylowy (⊕ $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)
- ✓ Bagietka
- ✓ Bibuła filtracyjna
- ✓ Cylinder miarowy
- ✓ Kolba ssawkowa
- ✓ Lejek Büchnera
- ✓ Szkiełko zegarkowe
- ✓ Szpatułka-łyżeczka
- ✓ Waga
- ✓ Zlewka

Wykonanie doświadczenia

- Na wadze technicznej odważyć 2g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
- Przenieść do zlewki i rozpuścić w 7 mL wodnego roztworu amoniaku w łaźni wodnej (**Uwaga! Należy pracować pod wyciągiem!!!**). Po rozpuszczeniu soli ochłodzić roztwór, a następnie dodać 7 mL alkoholu etylowego, delikatnie mieszając. Mieszaninę pozostawić na 10 minut.
- W tym czasie przygotować zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem - instrukcja wykonania sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem została oznaczona * i szczegółowo opisana na końcu instrukcji.
- Po upływie 10 minut przesączyć otrzymany związek na lejku Büchnera. Odsączony związek należy przemyć etanolem, a następnie przenieść na szkiełko zegarkowe.
- W zeszycie laboratoryjnym opisać wykonane czynności oraz obserwacje, zwracając uwagę na różnicę w zabarwieniu soli bezwodnej siarczanu miedzi (II), siarczanu miedzi (II) pięciowodnym, a związku kompleksowego. Napisać równania reakcji oraz nazwać produkty reakcji.
- **Sformułuj wnioski: Uzasadnij, dlaczego po dodaniu niewielkiej ilości roztworu amoniaku strąca się produkt przejściowy w postaci wodorotlenku miedzi (II)?**

*Sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem

Sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem jest najczęściej stosowanym sposobem oddzielania osadu od cieczy w laboratorium chemicznym. Metoda ta zapewnia skuteczne i szybkie oddzielenie osadu od roztworu wskutek dużej różnicy ciśnień nad i pod przegrodą filtracyjną. Urządzenie do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem składa się z części filtrującej oraz odbieralnika, do którego jest doprowadzony przewód (gumowy wąż) niskiego ciśnienia połączony z pompką wodną, olejową lub próżnią (Rysunek 2). Część filtrującą stanowią lejki: sitowe, Büchnera z założonym krążkiem bibuły filtracyjnej lub Schotta. Lejki łączy się z kolbką ssawkową za pomocą korków gumowych lub kołnierzy. Można też stosować lejki i kolby ze szlifem.



Rysunek 2: Zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem.

Sączek zakładany na lejek powinien mieć średnicę trochę mniejszą od średnicy dna lejka, ale zakrywającą wszystkie otworki dna. W przypadku, gdy sączek jest większy, to na ścianach lejka tworzą się zagięcia, którymi płynię na sito lejka sączona mieszanina, powodując przedostawanie się osadu do przesączu. Rozmiar lejka powinien być tak dobrany, aby osad wypełniał go przynajmniej w 1/3 pojemności. Sączenie należy prowadzić przy niezbyt wysokiej próżni, gdyż silne ssanie wbija osad w pory bibuły i utrudnia sączenie. Lejek Büchnera (z otworami) lub Schotta (ze spiekami szklanymi) osadza się szczelnie w kołnierzu nałożonym na szyjkę grubościenną kolby ssawkowej z bocznym tubusem, który łączy się węzłem gumowym z urządzeniem wytwarzającym podciśnienie (nazywanym umownie próżnią), takim jak pompka wodna, pompa membranowa czy centralna instalacja próżniowa. W czasie sączenia kolba ssawkowa zawsze musi być umieszczona w łapie. Po odsączeniu osad na sączku przemywa się odpowiednim rozpuszczalnikiem i starannie odsysa ciecz, aż z nóżki lejka przestaną już spływać krople. Można to przyspieszyć np. przez dociśnięcie osadu szklanym korkiem. Podsuszony osad wyjmuje się ostrożnie z lejka za pomocą łopatki na czysty kawałek bibuły i suszy.

Podczas sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem należy przestrzegać kilku istotnych zasad:

- Zestaw do sączenia należy tak zmontować, aby był szczelny. Szczególną uwagę trzeba zwrócić na łączenie lejka z kolbą ssawkową.
- Sączek musi mieć odpowiedni rozmiar. Z bibuły filtracyjnej należy wyciąć sączek o średnicy nieco mniejszej niż średnica lejka. Bezpośrednio przed sączeniem należy zwilżyć go rozpuszczalnikiem i przyssać do dna lejka przez włączenie próżni.
- Nie należy włączać całego zakresu próżni na początku sączenia.
- Zawieszinę należy wlewać na środek sączka z taką szybkością, aby był on zawsze pokryty warstwą cieczy.
- Pod koniec sączenia dobrze jest odcisnąć osad, używając do tego celu korka szklanego.
- Zestaw do sączenia należy zdemontować w następującej kolejności:
 - wyłączenie próżni,
 - zdjęcie węża z kolby ssawkowej,
 - zdjęcie lejka po wyrównaniu ciśnienia z ciśnieniem atmosferycznym,
 - odwrócenie lejka nóżką do góry i wytrząśnięcie osadu z sączkiem na bibułę filtracyjną bądź szkiełko zegarkowe.