

PREPARACION Y CARACTERIZACION DE COMPLEJOS DE COBALTO (III)

Introducción Teórica

Para realizar la práctica primero debemos conocer conceptos básicos teóricos muy importantes.

La definición de los Complejos de Coordinación o Complejo metálico es aquella sustancia formada por un átomo central metálico, generalmente metal (elemento de transición, y rara vez alcalino o alcalino terreo) y un conjunto de iones o moléculas (Ligandos) que se encuentran unidos por diferentes formas. Los complejos pueden ser aniónicos, catiónicos o neutros, según la carga resultante de la especie.

También debemos conocer que existen dos grupos de complejos:

1. Carbonilos metálicos y compuestos órgano–metálicos (donde existe una unión Metal–Carbono)
2. Complejos de Werner: Werner estudio experimentalmente los complejos de coordinación y comprobó que existían dos tipos de complejos de coordinación los de valencia (I) y los de valencia (II), así tenemos tres de sus postulados:
 - La mayor parte de los elementos poseen dos valencias: la valencia (I) referida al numero de coordinaron y relacionada con el Enlace Covalente, y la valencia (II) referida al estado de oxidación y relacionado con el Enlace Electroestático o Iónico.
 - Todo elemento tiende a satisfacer tanto su valencia (I) como la valencia (II)
 - La valencia (II) están dirigidas hacia posiciones fijas del espacio

Parte Experimental

COMPLEJO A

En un erlenmeyer de 250ml se disuelven 5g de Cloruro amónico (NH_4Cl) en 30ml de amoniaco concentrado (NH_3) que tenemos en la vitrina y procuramos no sacar este compuesto de allí por lo irritante del amoniaco. Una vez disuelto esto añadimos 5g de Cloruro de cobalto hexahidratado ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) en polvo (deshidratado). A continuación, y con el fin de **oxidar el Co^{2+} a Co^{3+}** , añadimos 8ml de peroxido de hidrogeno (H_2O_2) al 30%, que me lo proporciona el laboratorio, en pequeñas fracciones.

Al añadir el H_2O_2 se produce un burbujeo que nos indica que la reacción se esta produciendo. Esperaremos 50 minutos hasta que el burbujeo cese, lo que nos indica que la reacción ha terminado, y no lo sacamos de la vitrina sino que pasamos la mezcla a un vaso de precipitado de 250ml (con la ayuda de la varilla procurando perder el mínimo producto). Luego añadimos en el vaso poco a poco 30ml de HCl concentrado y vemos que salen gases blancos de la mezcla. Posteriormente pasamos a una bañera a 60°C durante 40 minutos el vaso de precipitado, sin embargo no hay que olvidar remover de vez en cuando con la varilla de cristal.

*mientras pasa el tiempo preparamos las disoluciones de AgNO_3 (nitrato de plata) y KNO_3 (nitrato de potasio) para realizar la prueba de caracterización del complejo de coordinación

Una vez terminados los 45 minutos del baño cogemos el vaso y sin dejare enfriar añadimos 25ml de agua y dejamos enfriar entonces.

Pasamos entonces a la bomba de vacío. Para la filtración necesitamos el manchón de goma, el kitasato, el embudo Buchner y el papel de filtro a medida del embudo.

Antes de filtrar tenemos que mojar el papel de filtro con unas gotas de agua para fijarlo al embudo. Filtramos entonces procurando no perder soluto y nos ayudamos con la varilla para dirigir el chorro. Luego añadimos 10ml de agua destilada fría dentro del vaso limpiamos y filtramos, después añadimos encima del precipitado filtrado 10ml de etanol para limpiarlo.

A continuación sacamos con cuidado el precipitado del embudo y lo pasamos a un cristal de reloj, seguidamente lo ponemos en una estufa a 110° durante toda una noche.

Una vez pasada la noche sacamos el vidrio de reloj de la estufa y dejamos enfriar para pesar posteriormente.

Peso de la muestra = 2.28g

$[\text{Co}(\text{NH}_3)_{6-x}\text{Cl}_x] \text{Cl}_{3-x}$

NH_3 , H_2O , H_2O_2 ,

$[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]\text{Cl}_2$ $[\text{Co}(\text{NH}_3)_{6-x}\text{Cl}_x] \text{Cl}_{3-x}$

NH_4Cl

Preparación de disoluciones de AgNO_3 y KNO_3

-- Preparación de 250 ml de KNO_3 al 0.1 M:

Para ello debemos calcular los gramos de KNO_3 que utilizaremos para obtener la concentración deseada.

Tomamos 2.53g de KNO_3 y lo diluimos en un vaso de precipitados de 100 ml con agua destilada para tener la mínima pérdida de producto. Luego lo pasamos todo hasta un matraz de 250ml y enrasamos.

- Preparación de 50ml de AgNO_3 al 0.12M

Para ello debemos calcular los gramos de AgNO_3 que utilizaremos para obtener la concentración deseada.

$$M = \frac{n}{V(l)} = \frac{\frac{m}{P.m.}}{V(l)}$$

$$m = M * V(l) * P.m. = 0.12 \text{ mol/l} * 0.05 \text{ l} * 169.67 \text{ g/mol} = 1.018 \quad 1.02 \text{ gAgNO}_3$$

Tomamos 1.02g de AgNO_3 y lo diluimos en un vaso de precipitados de 100 ml con un poco de agua destilada para tener la mínima pérdida de producto. Luego lo pasamos todo hasta un matraz de 50ml y enrasamos.

Precipitación con Nitrato de Plata (AgNO_3)

Debemos determinar los aniones que existen en el complejo y para ello lo que haremos es precipitarlos con cationes Ag^+ porque tienen gran afinidad con los aniones cloruro (Cl^-) quedando el precipitado en forma de Cloruro de Plata (AgCl).

Tomaremos 0.5g del complejo obtenido anteriormente y lo disolveremos en un erlenmeyer de 250ml con los

250ml de KNO₃ al 0.1M. Cuando esté disuelto se añaden los 50ml de AgNO₃ al 0.12M con el fin de **precipitar todos los aniones cloruro**. El precipitado resultante será AgCl y lo filtraremos en la bomba de vacío. Lo pasaremos las veces necesarias para perder el mínimo soluto.

Luego colocamos en un vidrio de reloj el soluto filtrado y lo colocamos, sin despegarlo del papel de filtro, en una estufa a 110° durante una hora.

Cuando esté seco lo pesaremos en frío sin el papel de filtro.

Peso de la muestra = 0.56g AgCl

La formula del complejo responde a: [Co (NH₃)_{6-x} Cl_x] Cl_{3-x}

Y los valores de x oscilan entre 0 y 2, por tanto según el peso de la muestra nuestro complejo corresponde a [Co (NH₃)₅ Cl] Cl₂ donde x = 1. Ag⁺(en exceso)

[Co (NH₃)₅ Cl]Cl₂ 2 AgCl

Aunque este cálculo nos lo facilita el profesor en la práctica, el tanteo del valor de x también debemos conocerlo:

X = 0 la formula del complejo seria [Co (NH₃)₆] Cl₃ de P.m. 267.4g/mol. Al añadir AgNO₃:

[Co (NH₃)₆]Cl₃ + 3AgNO₃ [Co (NH₃)₆](NO₃)₃ + 3AgCl

Por cada mol de Co tenemos 3 moles de AgCl, así calculamos los gramos de AgCl que debemos obtener para este complejo:

0.802 g de AgCl se aleja del resultado obtenido en la muestra.

X = 1 la fórmula del compuesto sería: [Co (NH₃)₅ Cl]Cl₂ de P.m. 250.5 gr.

[Co (NH₃)₆ Cl]Cl₂ + 2AgNO₃ [Co (NH₃)₅ Cl](NO₃)₂ + 2AgCl

Por cada mol de Co tenemos 2 mol AgCl, así calculamos los gramos de AgCl que debemos obtener para que sea este complejo.

El resultado es muy parecido al obtenido a nuestra muestra, por lo que considero al complejo A como: [Co (NH₃)₅ Cl]Cl₂.

–Otro método para obtener el valor de X:

Si la fórmula general del complejo es: [Co (NH₃)_{6-x} Cl_x] Cl_{3-x} . Podemos calcular el P.m. en función de X.

P.m.([Co (NH₃)_{6-x} Cl_x] Cl_{3-x}) = 59 +(6-x)*17 + (x+3-x)*35.5 =

(267.5-17x)g/mol

Como tenemos tantos moles de AgCl como cloruros existe en el complejo, (3-X), y el P.m. de AgCl es 143.5 g/mol podemos calcular:

267.5-17x (3-x)*143.5gAgCl

$$0.5g[Co(NH_3)_{6-x}Cl_x]Cl_{3-x} - 0.56gAgCl$$

$$0.56(267.5 - 17x) = (3-x) \cdot 143.5 \cdot 0.5 \quad x \sim 1$$

Y entonces: $[Co(NH_3)_5Cl]Cl_2$.

Medidas de conductividad

Nos sirve como procedimiento para comprobar la identidad de la fórmula asignada al complejo obtenido.

El procedimiento será:

Primero prepararemos 1 litro de disolución 10⁻³M del compuesto a identificar. Nos ayudamos del matraz aforado de 1 litro y calcularemos los gramos de soluto para la concentración.

Diluimos este peso en el matraz y enrasamos con agua destilada.

Pasamos a medir la conductivita que nos ayuda a conocer los iones en que se descompone el complejo y así saber la identidad de éste. Para ello, nos basamos en la siguiente tabla:

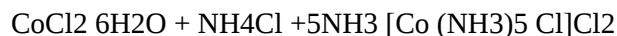
Complejo	Nº iones	Conductividad
	, Cl ⁻	118–131
	+2, 2Cl ⁻	235–273
	$[Co(NH_3)_6]$ +3, 3Cl ⁻	408–435

Medimos la conductivita de la muestra y nos resulta 271µS/cm.

Tengo 3 iones y mi complejo es: $[Co(NH_3)_5Cl]Cl_2$.

Rendimiento de la reacción de obtención del complejo

Conocemos que nuestro complejo es $[Co(NH_3)_5Cl]Cl_2$ y la reacción del complejo es la siguiente:



5g 5g 30ml

Para calcular el rendimiento debemos conocer el reactivo limitante que será aquel que esté en menor cantidad y nos limita la cantidad del complejo que podemos obtener. Pueden ser NH_4Cl o $CoCl_2 \cdot 6H_2O$.

–Cálculo de reactivos limitantes.

1.– Moles de $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ (P.m. = 237.9 g/mol).

$$1mol CoCl_2 \cdot 6H_2O \quad 273.9g/mol CoCl_2 \cdot 6H_2O$$

$$x mol CoCl_2 \cdot 6H_2O \dots 5g CoCl_2 \cdot 6H_2O$$

$$x = 0.021mol CoCl_2 \cdot 6H_2O$$

2.- Moles de NH_4Cl (P.m. = 53.5 g/mol).

1mol NH_4Cl .53.5g/mol

x mol NH_4Cl .5g NH_4Cl

x = 0.093mol NH_4Cl

3.- Si el NH_3 está concentrado, entonces, está en exceso, por tanto, no es un reactivo limitante.

Por tanto, nuestro reactivo limitantes es $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y, entonces:

$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [$\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}$] Cl_2

237.9g250.5g

5g.. x

x = 5.26g [$\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}$] Cl_2

R = peso de [$\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}$] Cl_2 experimentales / peso de [$\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}$] Cl_2 teóricos

$$R = \frac{2.28}{5.26} * 100 = 43.3\%$$

Mi porcentaje es bajo porque cuando filtramos el complejo A, antes de conocer su identidad, sólo lo realizamos una vez. Además, después del filtrado, y ya sin remedio, nos dimos cuenta de que el Kitasato no hacía el vacío eficientemente. Esto nos lleva a un resultado inesperado.