

## ĆWICZENIE II

### IZOLACJA I IDENTYFIKACJA $Zn^{2+}$ W MATERIALE BIOLOGICZNYM

#### ZAKRES OBOWIĄZUJĄCEGO MATERIAŁU :

Właściwości fizykochemiczne cynku i kobaltu, podobieństwa i różnice. Barwa, trwałość, struktura związków kompleksowych. Rola jonów cynku i kobaltu w organizmie ludzkim. Witamina B<sub>12</sub>. Cynkoenzymy: karboksypeptydaza, anhidraza węglanowa, dehydrogenaza alkoholowa, mechanizm działania cynkoenzymów. Palce cynkowe. Historia odkrycia palców cynkowych.

#### Sprzęt:

Naczynka wagowe  
Zlewki 50 cm<sup>3</sup>  
Mieszadło magnetyczne  
Mieszadélka  
Kolbki miarowe  
Tryskawki  
Bagietki  
Łopatki metalowe  
Pipety wielomiarowe  
Kuwety kwarcowe  
Waga  
Spektrofotometr

#### Odczynniki:

ZnCl<sub>2</sub>  
CoCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O  
EDTANa<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O  
NH<sub>4</sub>SCN  
1M NaOH

## **I. Preparatyka kompleksu chlorku cynku z EDTA – powiązanie z historią odkrycia palców cynkowych.**

*Odkryciu palców cynkowych (1982) – białek zawierających cynk – pomógł przypadek. EDTA, używany przy ekstrakcji badanych białek, powodował znaczne obniżenie ilości otrzymywanego białka. Okazało się, że w roztworze, który pozostawał po ekstrakcji, znajduje się cynk, usuwany z białka w postaci kompleksu z EDTA.*

*Kwas etylenodiaminotetraoctowy (EDTA,  $H_4Y$ ) jest słabym kwasem. Stężenie anionu  $Y^{4-}$  biorącego udział w reakcjach kompleksowania, czyli wiążącego jony metali, zależy od pH. Obniżenie pH powoduje obniżenie stałej dysocjacji kwasu i tym samym obniżenie stężenia  $Y^{4-}$  w roztworze. EDTA kompleksuje silniej jony metali w środowisku alkalicznym. Trwałość kompleksów z EDTA wrasta ze wzrostem stopnia utlenienia kationu.*

### Wykonanie ćwiczenia:

Równomolową ilość (w przeliczeniu na  $ZnCl_2$ ) wersenianu disodowego ( $EDTANa_2$ ) należy rozpuścić w 10 ml wody na gorąco, a następnie do roztworu dodać 0,5 g  $ZnCl_2$ . Po rozpuszczeniu roztwór ogrzać do wrzenia delikatnie mieszając na mieszadle magnetycznym (pod wyciągiem). Ogrzewać w temperaturze wrzenia bez przykrycia do momentu, aż pary wrzącego roztworu nie będą zawierać par HCl (sprawdzamy za pomocą papierka wskaźnikowego). Następnie do wrzącego roztworu dodajemy kroplami 1M roztwór wodorotlenku sodu w celu uzyskania alkalicznego pH (kontrola papierkiem wskaźnikowym). Po uzyskaniużądanego pH kontynuować ogrzewanie do uzyskania 2 ml roztworu. Roztwór pozostawić do ochłodzenia w celu otrzymania krystalicznego białego osadu, jeżeli osad się nie wytrąci ponownie zredukować ilość rozpuszczalnika i ochłodzić mieszaninę. Następnie wykonać widmo UV-Vis otrzymanego związku. W tym celu umieścić w kolbce miarowej na 10 cm<sup>3</sup> 0,01 mmola kompleksu i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Widmo UV-Vis wykonać w zakresie 600-200 nm, używając jako odnośnika wody destylowanej. Dla porównania wykonać widmo UV-Vis  $EDTANa_2$  w tych samych warunkach.

## **II. Porównanie trwałości kompleksów cynku i kobaltu; układ modelowy: rodankowy kompleks cynku – rodankowy kompleks kobaltu**

*W badaniach układów biologicznych zawierających cynk wykorzystuje się możliwość izomorficznego podstawienia jonów cynku jonami kobaltu. Nie obserwuje się przy tym zaniku aktywności. Wykorzystanie różnic we właściwościach spektroskopowych i magnetycznych tych dwóch jonów stwarza lepsze możliwości poznania budowy i funkcji metaloprotein.*

### 1. Preparatyka kompleksu $CoCl_2$ z $NH_4SCN$

W zlewce na 50 ml umieścić odważone 4 mmola  $NH_4SCN$ , dodać 10 ml wody destylowanej, następnie dodać 1 mmola  $CoCl_2$ , wymieszać. Łagodnie ogrzewać na płycie grzejnej do odparowania  $H_2O$ , pozostawić w zlewce około 1 ml produktu, ochłodzić. Po ochłodzeniu na dnie zlewki wypadanie drobnokrystaliczny granatowy osadu kompleksu kobaltu, osad suszyć na powietrzu. Jeżeli osad się nie wytrąci ponownie zredukować ilość rozpuszczalnika i ochłodzić mieszaninę. Odważyć 0,01 mmola kompleksu, umieścić w kolbce miarowej na 10 cm<sup>3</sup> i rozpuścić w 10 ml  $H_2O$ , dokładnie wymieszać. Wykonać widmo UV-Vis w zakresie

600-200 nm, jako odnośnik zastosować wodę. Dla porównania wykonać widmo UV-Vis  $\text{NH}_4\text{SCN}$  w tych samych warunkach.

## 2. Preparatyka kompleksu $\text{ZnCl}_2$ z $\text{NH}_4\text{SCN}$

**Uwaga!!! Przed reakcją zważyć zlewkę!**

W zlewce na 50 ml umieścić odważone 4 mmola  $\text{NH}_4\text{SCN}$ , dodać 10 ml wody destylowanej, dodać 1 mmola stałego  $\text{ZnCl}_2$ , wymieszać. Łagodnie ogrzewać na płycie grzejnej do odparowania  $\text{H}_2\text{O}$ , pozostawić w zlewce około 1 ml produktu, ochłodzić. Wytrącony drobnokrystaliczny osadu kompleksu cynku suszyć na powietrzu. Jeżeli osad się nie wytrąci ponownie zredukować ilość rozpuszczalnika i ochłodzić mieszaninę. Odważyć 0,01 mmola kompleksu, umieścić w kolbce miarowej na 10  $\text{cm}^3$  i rozpuścić w 10 ml  $\text{H}_2\text{O}$ , dokładnie wymieszać. Wykonać widmo UV-Vis w zakresie 600-200 nm, jako odnośnik zastosować wodę. Porównać z widmem UV-Vis  $\text{NH}_4\text{SCN}$ .

## 3. Podstawianie jonów $\text{Zn}^{2+}$ w kompleksie rodankowym jonami $\text{Co}^{2+}$

Odważyć 0,1 mmola kompleksu  $\text{Zn}^{2+}$  otrzymanego w zadaniu 2, rozpuścić w 10 ml  $\text{H}_2\text{O}$  i dodać równomolową ilość soli  $\text{Co}^{2+}$ . Łagodnie ogrzewać na płycie grzejnej do odparowania wody, ochłodzić. Jeżeli osad się nie wytrąci ponownie zredukować ilość rozpuszczalnika i ochłodzić mieszaninę. Drobnokrystaliczny osad suszyć na powietrzu. Odważyć 0,1 mmola otrzymanej substancji, umieścić w kolbce miarowej na 10  $\text{cm}^3$  i rozpuścić w 10 ml  $\text{H}_2\text{O}$ , dokładnie wymieszać. Wykonać widmo UV-Vis w zakresie 600-200 nm, jako odnośnik zastosować wodę.

**Przy obliczeniach proszę pamiętać o tym, że sole metali mogą być związkami uwodnionymi.**

**Roztwory do analizy UV-Vis przygotować w kolbkach miarowych wg przepisu podanego przy preparatyce każdego związku!!!!!!**

## 4. Analiza widm UV-Vis

### **Opracowanie wyników:**

- zapisać wszystkie potrzebne obliczenia
- zapisać równania przeprowadzonych reakcji
- zaproponować i naszkicować struktury otrzymanych związków kompleksowych
- zapisać wyniki badań UV-Vis
- porównać widma UV-Vis otrzymanych związków
- przeanalizować trwałość otrzymanych związków, wnioski porównać z danymi literaturowymi

LITERATURA:

1. „Wykłady z chemii bionieorganicznej”
2. S.J. Lippard, J.M. Berg „Podstawy chemii bionieorganicznej”, Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa 1998
3. W. Zieliński, A. Rajcy, „Metody spektroskopowe i ich zastosowanie do identyfikacji związków organicznych”, Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Warszawa 2000
4. J.M. Berg, J. L. Tymoczko, L. Stryer, „Biochemia”, Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa 2007
5. J.D. Lee, „Związła chemia nieorganiczna”, Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa 1999
6. F.A. Cotton, G.Wilkinson, P.L. Gaus, „Chemia nieorganiczna”, Wydawnictwo Naukowe, Warszawa 2002
7. R.M. Roat-Malone, „Chemia bionieorganiczna”, Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa 2010

Zespół Dydaktyczny Chemii Nieorganicznej