

## ĆWICZENIE IV

### Mieszanoligandowy związek koordynacyjny jonu Co(III) z monodorowymi ligandami nieorganicznymi

#### *wyznaczanie stałej kwasowości pKa*

#### Odczynniki chemiczne

- stały  $[\text{Co}(\text{OH}_2)(\text{NH}_3)_5](\text{NO}_3)_3$ , 0,1 M NaOH,
- woda dejonizowana

#### Szkło i sprzęt laboratoryjny

- 3 wąskie i wysokie zlewki (100 mL), biureta (25 mL), kolba miarowa (100 mL), papierki wskaźnikowe,
- mieszadło mechaniczne, dipol magnetyczny, pehametr, elektroda kombinowana,

#### Wyznaczanie stałej kwasowości

1. W kolbie miarowej na 100 mL przygotować naważkę 0,5 g  $[\text{Co}(\text{OH}_2)(\text{NH}_3)_5](\text{NO}_3)_3$  (zgodnie z procedurą zamieszczoną w ramce poniżej). Przygotowaną naważkę rozpuścić w zdejonizowanej wodzie.

#### ***Procedura przygotowania naważki (wagowo):***

masa kolbki:  $m_k = 12.4555 \text{ g}$   
masa kolbki ze związkiem:  $m_k + m_z = 12.4593 \text{ g}$   
masa kolbki z rozpuszczalnikiem:  $m_k + m_z + m_{\text{rozp.}} = 22.4633 \text{ g}$   
masa molowa substancji:  $425,56 \text{ g/mol}$   
gęstość rozpuszczalnika:  $0,791 \text{ g/ml}$  (przykładowa)

$$c_{\text{soli}} = \frac{[(m_z + m_k) - m_k] d_{\text{rozp.}} \cdot 1000}{M \{(m_z + m_k + m_{\text{rozp.}}) - (m_z + m_k)\}}$$

2. Tak otrzymany roztwór podzielić na trzy jednakowe, 30 mL porcje umieszczając je w trzech wysokich i wąskich zlewkach (100 mL).
3. Napełnić biuretę 0,1 M wodnym roztworem NaOH, ustawić zero na biurecie (sprawdzając, czy na końcu biurety nie znajduje się pęcherzyk powietrza).
4. Skalibrować elektrodę (parametry elektrody:  $E^0 = 358 \text{ mV}$ ,  $S = -49 \text{ mV}$ )
5. Roztwór w pierwszej zlewce umieścić na mieszadle magnetycznym, włożyć dipol magnetyczny oraz elektrodę kombinowaną połączoną z pH-metrem ustawionym na odczyt potencjału (sprawdzić odpowiednie zanurzenie elektrody, a w razie konieczności zawartość zlewki uzupełnić odpowiednią ilością wody dejonizowanej).
6. Włączyć ostrożnie mieszadło, ustawić odpowiednią częstość mieszania (uwzględniając na elektrodę) i przeprowadzić miareczkowanie dokonując odczytu potencjału ( $E$  [mV]) po każdorazowym dodaniu 0,5-ml porcji titranta (roztwór w biurecie).
7. Wyniki zanotować w dzienniku laboratoryjnym.
8. Pomiar powtórzyć dla pozostałych dwóch 30 mL-porcji roztworu kompleksu.

### Opracowanie wyników

1. Na podstawie wyników uzyskanych z pomiarów potencjometrycznych wykreślić krzywą miareczkowania  $E = f(V_{\text{NaOH}})$  i  $\text{pH} = f(V_{\text{NaOH}})$ . Przy obliczeniach przyjmując, że:  
$$\text{pH} = [(E - 358)/(-49)]$$
2. Na podstawie skoku obliczyć wartość stałej  $\text{pK}$  (eksperymentalna).
3. Wykonać porównawcze teoretyczne obliczenia prowadzące do wyznaczenia wartości  $\text{pK}$ , przyjmując za wyjściowe stężenie kompleksu wartość przygotowanej naważki. Wykonać obliczenia  $\text{pH}$ : przed dodaniem roztworu titranta, oraz po dodaniu 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120, 130, 140 i 150% równoważnej ilości zasady. Uzyskany wynik przedstawić jako zależność  $\text{pH} = f(V_{\text{NaOH}})$ . Za wartość  $\text{pKa}$  przyjąć wartość wyznaczoną z eksperymentu.
4. Napisać równanie reakcji obrazującej równowagę, dla której wyznaczono wartość  $\text{pK}$ .
5. Porównać uzyskany wynik teoretyczny z wynikiem eksperymentu. Przeprowadzić dyskusję.

## Literatura

1. Wilkinson G.; Gillard R.D.; McClevery J.A., *Comprehensive Coordination Chemistry*; Pergamon Press, Oxford, **1**:1-31; **2**:23; **4**:817 (1987).
2. Butler I.S.; Harrod J.F., *Inorganic Chemistry*; Benjamin/Cummings, Redwood City, Ca, 189ff (1989).
3. Nakamoto K., *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds*; Wiley, New York (1997).
4. Huheey J.E., *Inorganic Chemistry*, 3<sup>rd</sup> Ed.; Harper & Row: New York, 524 (1983).
5. Grinberg A.A., *Wstęp do chemii związków kompleksowych*, PWN, Warszawa (1955).
6. Graddon D.P., *Wstęp do chemii związków kompleksowych*, WN-T., Warszawa (1963).
7. Basolo F., Johnson, R.C., *Chemia koordynacyjna*, PWN, Warszawa (1968).
8. Bartecki A., *Chemia pierwiastków przejściowych*, Seria Współczesna Chemia Nieorganiczna, WN-T, Warszawa (1987).
9. Cieślak-Golonka, M., Starosta, J., Wasielewski, M., *Wstęp do chemii koordynacyjnej*, PWN, Warszawa (2010).