

För vått salt?

Målgrupp: Arbetet är utvecklat till gymnasiets kurs KE6, där man bekantar sig med buffertlösningens funktionsprincip och hur komplex bildas.

Längd: 60 min

Motivation: I det här arbetet bestäms mängden kristallvatten i ett magnesiumsulfatsalt. Eleven jobbar på avdelningen för produktutveckling i en läkemedelsfabrik. Elevens uppgift är att genom komplexometrisk titrering bestämma mängden kristallvatten i magnesiumsulfat. I arbetet får eleven själv framställa provlösningen till titreringen.

Inlärningsändamål: Att lära sig om experimentellt arbete och bekanta sig med komplexometrisk titrering genom teori och praktiskt arbete. Med arbetet vill man demonstrera funktionsprincipen för en buffertlösning och hur komplexföreningar bildas.

Nyckelord: Titrering – Komplexometri – EDTA

SÄKERHET OCH AVFALLSHANTERING

- Laboratorierock, skyddshandskar och -glasögon
- Ammoniak är ett torkande och frätande ämne. Dessutom irriterar den lungor och luftvägar och är skadligt för vattenekosystem.
- Skölj skvättor omedelbart med riklig mängd vatten
- Kontakta läkare vid behov
- Små mängder av provlösningen (magnesium i ammoniaklösning) kan hällas i avloppet. Stora mängder av lösningen bör samlas upp som tungmetallavfallslösning.
- Ammoniakbufferten samlas i ett eget avfallskärl som ammoniakavfall.



BERÄTTELSE

Du jobbar på avdelningen för produktutveckling i en läkemedelsfabrik. Du behöver kristallvattenfritt magnesiumsulfat i en organisk syntes. I förrådet hittar du en några år gammal burk MgSO_4 -pulver. På burkens etikett står det att saltet är kristallvattenfritt, så du bestämmer dig för att undersöka om saltet fortfarande är användbart.

INLEDANDE FRÅGOR

Magnesiumsulfat förekommer oftast som heptahydrat ($\text{MgSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$), som med annat namn kallas för Epsom-salt eller bittersalt. Epsom-salt används bland annat som badsalt. Magnesiumsulfat kan dock förekomma också med annan mängd kristallvatten. Alla salter från den instabila anhydraten (MgSO_4) till undekahydrat ($\text{MgSO}_4 \cdot 11 \text{H}_2\text{O}$) är möjliga.

Ta reda på vad kristallvattenfritt magnesiumsulfat (MgSO_4) används till i organisk syntes.

Kristallvattenfritt magnesiumsulfat används som torkmedel i organisk syntes, eftersom saltet kan binda till sig mycket vatten.

Hurdana analysmetoder kunde du använda för att bestämma mängden kristallvatten i saltet. Fundera på för- och nackdelarna hos varje metod.

Till exempel:

Gravimetri – En exakt mängd av saltet vägs upp i en degel, som sedan placeras i en het ugn. När allt vatten dunstat från saltet vägs den på nytt och med hjälp av förändringen i massan kan man beräkna mängden kristallvatten i saltet. Metoden är enkel men långsam.

Kvantitativa masspektrometriska metoder – Med metoden bestämmer man magnesiumhalten i saltet. På basen av magnesiumhalten beräknar man mängden magnesiumsulfat i saltet. Vanligtvis används i analysen en lösning som framställts från en känd mängd salt. Med hjälp av skillnaden mellan provets totala massa och magnesiumsulfatens massa kan man beräkna mängden kristallvatten i saltet. Analysen kräver endast liten mängd prov men kalibreringen av instrumentet är mödosamt. Metoden är snabb och noggrann. Ett bra val då antalet prov är stort.

Atomabsorptions- eller atomemissionsspektrometri – En lösning framställs av en exakt mängd salt och dess magnesiumkoncentration bestäms med hjälp av dess absorption eller emission. Koncentrationen konverteras till massa magnesiumsulfat och utgående av skillnaden mellan magnesiumsulfatens och provets totala massa kan man bestämma mängden kristallvatten i saltet. Analysen kräver endast liten mängd prov men kalibreringen av instrumentet är mödosamt. Metoden är snabb och noggrann. Ett bra val då antalet prov är stort.

Komplexometri – En lösning framställs av en exakt mängd salt och lösningens magnesiumsulfathalt bestäms. På basen av provets totala massa och magnesiumsulfatens massa kan man beräkna mängden kristallvatten i saltet. Metoden är enkel och snabb, men arbetsam då antalet prover är stort.

BAKGRUND

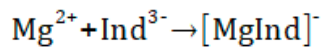
Mängden kristallvatten i saltet kan beräknas då man vet magnesiumsulfathalten i saltet. Saltets magnesiumkoncentration kan bestämmas bland annat genom titrering. I titrering tillsätter man i provet av en titrant (ett reagens vars koncentration man känner till), som reagerar med analyten (ämnet som undersöks) i provet. Man tillsätter av titranten tills alla analytmolekyler i provet har reagerat. Med hjälp av titreringsförbruket kan man sedan beräkna mängden analytmolekyler i provet. För att kunna se slutpunkten för titreringen använder man ofta indikatorer. Indikatorer är föreningar som byter färg då de kemiska omständigheterna, så som pH, i lösningen ändras.

Det finns flera olika slags titrimetriska metoder. I det här arbetet gör man en komplexometrisk titrering, där provets metallkoncentration bestäms genom att tillsätta ett komplexbildande reagens vars koncentration man känner till i det. En komplexförening är en förening som består av en eller flera centralatomer och en eller flera ligander som bundits till centralatomen. Centralatomen kan vara en atom eller en jon. Då centralatomen är en metallatom eller -jon talar man om metallkomplex. Ligander kan vara atomer, joner eller molekyler. De binder sig till centralatomen med koordinativa bindningar, vars styrka beror på centralatomens och ligandens egenskaper. Ekvivalenspunkten för en komplexometrisk titrering indikeras ofta med en metallindikator. Metallindikatorer är organiska föreningar som kan komplexeras till metallatomen eller -jonen med svaga koordinativa bindningar. Föreningens färg beror på om den har bundit sig till en metall eller inte.

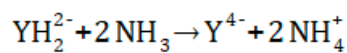
I det här arbetets titrering komplexerar man magnesiumjonerna i provlösningen med etylendiamintetraättiksyra, alltså EDTA. Provlösningen buffras med ammoniakbuffert till ett lämpligt pH-område och titreringens ekvivalenspunkt indikeras med Eriochrome Black T-metallindikator (ErioT). Nedan presenteras

reaktionerna som sker i titreringen. För att reaktionerna skulle vara tydligare har man markerat EDTA med Y^{4-} och indikatorn med Ind^{3-} .

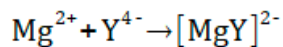
I början finns det endast magnesiumjoner och indikator i lösningen. Dessa bildar ett rött komplex:



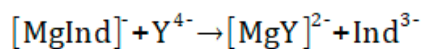
När man tillsätter EDTA i provet reagerar den med buffertlösningen enligt reaktionen:



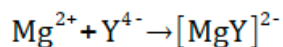
Den fyrladdade EDTA-jonen (Y^{4-}) kan sedan reagera med magnesiumjonerna och bilda ett EDTA-komplex.



EDTAn reagerar först med de fria magnesiumjonerna. Till slut frigör EDTAn också magnesiumjonerna som är bundna i indikatorkomplexet och binder sig till dem. Indikatorn blir fri i lösningen och byter därför färg från röd till blå.



Som vi märker sker det många reaktioner samtidigt i lösningen. Reaktionerna som är relevanta i detta arbete är reaktionen mellan magnesiumjonerna och EDTAn:



REAGENS

- MgSO_4 -pulver
- Jonbytt vatten
- Ammoniakbuffertlösning (pH=10)
- Eroichrome Black T -indikator (ErioT)
- 0,050 M EDTA-lösning

MATERIAL

- 100 ml erlenmeyerkolv
- Sked eller spatel
- 10 ml mätcylinder
- Magnetstav
- Magnetomrörare
- Våg

UTFÖRANDET AV ARBETET

FRAMSTÄLLNING AV LÖSNINGAR (LÄRAREN)

0,050 M EDTA: Lös upp 1,86122 g etylendiamintetraättiksyrens dinatriumsalt ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_5 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$, $M=372,244 \text{ g/mol}$) i 100 milliliter jonbytt vatten. Gör lösningen i en måttflaska.

Ammoniakbuffertlösning (pH=10): 2 gram NH_4Cl löses upp i 85 milliliter jonbytt vatten och i den erhållna lösningen tillsätts 15 ml koncentrerad ammoniaklösning.

FRANSTÄLLNING AV PROVET

Väg exakt upp cirka 20 mg MgSO_4 -pulver i en 100 milliliters erlenmeyerkolv, skriv upp den exakta massan. Tillsätt cirka 50 milliliter jonbytt vatten och rör om tills pulvret löst sig.

UTFÖRANDET AV TITRERINGEN

Mät upp med en mätcylinder 10 milliliter ammoniakbuffertlösning ($\text{pH}=10$) och överför den i erlenmeyerkolven med provet. Tillsätt Eriochrome Black T-indikator i erlenmeyerkolven (OBS! Tillsätt endast lite indikator).

Tillsätt en magnetstav i erlenmeyerkolven, starta omrörningen och titrera med 0,05 M EDTA-lösning. I ekvivalenspunkten byter lösningen färg från röd till blå eller grön. Avläs förbrukningen från byrettens skala och skriv upp den.

BERÄKNING AV RESULTAT

Beräkna mängden (g) magnesiumsulfat och kristallvatten i provet. Bestäm också saltets molekylformel ($\text{MgSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$), alltså hur många mol kristallvatten det finns i förhållande till varje mol magnesiumsulfat.

EDTA-förbrukningen vid ekvivalenspunkten = $V(\text{förbrukning}) =$ ml

$m(\text{prov}) =$

$c(\text{EDTA}) = 0,05 \text{ M}$

$$M(\text{MgSO}_4) = 120,38 \text{ g/mol}$$

$$M(\text{H}_2\text{O}) = 18,016 \text{ g/mol}$$

Vi börjar med att beräkna substansmängden för EDTA $n(\text{EDTA})$ med hjälp av titreringsförbrukningen och EDTA-lösningens koncentration.

$$n(\text{EDTA}) = c(\text{EDTA}) \cdot V(\text{förbrukning})$$

På basen av reaktionen i avsnittet Bakgrund får vi att $n(\text{EDTA}) = n(\text{Mg})$. Vi kan anta att allt magnesium i provet kommer från magnesiumsaltet, alltså är $n(\text{EDTA}) = n(\text{MgSO}_4) = n(\text{MgSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O})$. Med hjälp av substansmängden och molmassan kan vi beräkna massan för magnesiumsulfaten.

$$m(\text{MgSO}_4) = n(\text{MgSO}_4) \cdot M(\text{MgSO}_4)$$

Genom att ta bort MgSO_4 's massa från provets massa får vi massan för kristallvattnet.

$$m(\text{H}_2\text{O}) = m(\text{prov}) - m(\text{MgSO}_4)$$

Till sist beräknar vi kristallvattnets substansmängd och förhållandet mellan kristallvattnets och magnesiumsulfatens substansmängder. Divisionens kvot anger antalet kristallvatten i saltets molekylformel ($\text{MgSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$).

$$n(\text{H}_2\text{O}) = \frac{m(\text{H}_2\text{O})}{M(\text{H}_2\text{O})}$$

$$x = \frac{n(\text{H}_2\text{O})}{n(\text{MgSO}_4)}$$



SAMMANFATTANDE FRÅGOR

Lämpar sig MgSO_4 -pulvret du undersökt till organisk analys eller innehåller den för mycket kristallvatten?

Finns det metoder för att torka MgSO_4 -pulvret, alltså att avlägsna kristallvattnet från saltet?

Många salter kan torkas i värmeskåp eller i exsickator eller med en kombination av dessa två. Ett torkat salt måste förvaras till exempel i en exsickator som innehåller torkmedel.