

Liian märkä suola?

Kohderyhmä: Työ on suunniteltu lukion kurssille KE6, jolla käsitellään puskuriliuoksen toimintaa sekä kompleksinmuodostumista.

Kesto: 60 min

Motivaatio: Tässä työssä määritetään magnesiumsulfaatin kideveden määrä. Oppilas työskentelee lääketehaan tuotekehitysosastolla. Oppilaan tehtävänä on selvittää magnesiumsulfaatin kideveden määrä kompleksometrisen titrauksen avulla. Oppilas pääsee työssä valmistamaan itse näyteliuoksen.

Tavoite: Oppia kokeellista työskentelyä sekä tutustua kompleksometriseen titraukseen käytännön ja teorian kautta. Työn tavoitteena on havainnollistaa puskuriliuoksen toimintaa sekä kompleksiyhdisteen muodostumista.

Avainsanat: Titraus – Kompleksometria – EDTA

TURVALLISUUS JA JÄTTEIDEN KÄSITTELY

- Suojatakki, -hanskat ja -lasit
- Ammoniakki on kuivattava ja syövyttävä aine. Lisäksi se on ärsyttävää hengitettynä ja haitallinen vesistöille.
- Huuhtelee roiskeet heti runsaalla vedellä
- Tarvittaessa lääkäriin
- Pieniä määriä näyteliuosta (magnesium ammoniakkiliuoksessa) voidaan kaataa viemäriin. Suuret määrät kannattaa kerätä raskasmetallijäteliuoksena.
- Ammoniakkipuskuriliuos kerätään omaan astiaan ammoniakkijätteenä.



TARINA

Työskentelet lääketehdaan tuotekehitysosastolla. Tarvitset orgaanista synteesiä varten kidevedetöntä magnesiumsulfaattia. Saatavilla olisi muutaman vuoden vanhaa MgSO_4 -jauhetta, jonka kerrotaan olevan kidevedetöntä ja päätät selvittää, onko jauhe kelvollista.

POHDITTAVAA ENNEN TYÖTÄ

Magnesiumsulfaatti esiintyy yleisimmin kidevedellisenä heptahydraattina ($\text{MgSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$), jota kutsutaan toiselta nimeltä Epsom-suolaksi tai karvassuolaksi. Epsom-suolaa käytetään esim. kylpysuolana. Magnesiumsulfaatti voi kuitenkin esiintyä eri määrillä kidevettä epästabiilista anhydraatista (MgSO_4) undekahydraattiin ($\text{MgSO}_4 \cdot 11 \text{H}_2\text{O}$).

Selvitä mihin kidevedetöntä magnesiumsulfaattia (MgSO_4) käytetään orgaanisessa synteesissä.

Kidevedetöntä magnesiumsulfaattia käytetään orgaanisessa synteesissä kuivausaineena, koska se pystyy sitomaan itseensä runsaasti vettä.

Minkälaisilla analyysimenetelmillä voisit selvittää magnesiumsulfaatin sisältämän kideveden määrän? Pohdi jokaisen keksimäsi menetelmän hyötyjä ja haittoja.

Esimerkiksi:

Gravimetrialla – Tarkka määrä suolaa punnitaan upokkaaseen ja laitetaan kuumaan uuniin. Kun suolasta on haihtunut kaikki vesi, suola punnitaan uudestaan ja massan muutoksesta voidaan laskea kideveden määrä. Menetelmä on helppo mutta hidas.

Kvantitatiivisella massaspektrometrialla – Menetelmällä määritetään suolan magnesiumipitoisuus, jonka perusteella lasketaan näytteen sisältämän magnesiumsulfaatin määrä. Yleensä analyysissä käytetään liuosta, joka on tehty liuottamalla tunnettu määrä suolaa. Näytteen kokonaismassan ja magnesiumsulfaatin massan erosta voidaan laskea kideveden määrä. Analyysiin tarvitaan vain pieni määrä näytettä, mutta laitteen kalibrointi on työlästä. Menetelmä on nopea ja tarkka. Hyvä valinta, kun näytemäärä on suuri.

Atomiabsorptio- tai atomiemissiospektrometrialla – Tarkka määrä suolaa saatetaan liuosmuotoon, ja lioksen magnesiumipitoisuus määritetään näytteen absorption tai emission avulla, minkä jälkeen magnesiumipitoisuus muunnetaan magnesiumsulfaattipitoisuudeksi. Näytteen kokonaismassan ja magnesiumsulfaatin massan erosta voidaan laskea kideveden määrä. Analyysiin tarvitaan vain pieni määrä näytettä, mutta laitteen kalibrointi on työlästä. Menetelmä on nopea ja tarkka. Hyvä valinta kun näytemäärä on suuri.

Kompleksometrialla – Tarkka määrä suolaa saatetaan liuosmuotoon ja lioksen magnesiumsulfaattipitoisuus määritetään. Näytteen kokonaismassan ja magnesiumsulfaatin massan erosta voidaan laskea kideveden määrä. Menetelmä on helppo ja nopea mutta työläs, jos näytteitä on paljon.

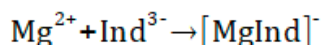
TAUSTA

Magnesiumsulfaatin kideveden määrä voidaan laskea, jos suolan magnesiumipitoisuus tunnetaan. Suolan magnesiumipitoisuus voidaan määrittää muun muassa titraamalla. Titrauksessa näyteliuokseen lisätään titranttia (eli reagenssia, jonka pitoisuus tunnetaan), jolloin näytteessä oleva analyytti (eli tutkittava aine) reagoi sen kanssa. Näyteliuokseen lisätään titranttia kunnes kaikki analyyttimolekyylit ovat reagoineet. Titranttikulutuksen perusteella voidaan sitten

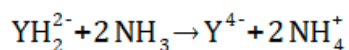
laskea näytteen sisältämän analyytin määrä. Reaktion päätepisteen havaitsemiseen käytetään yleensä indikaattoria. Indikaattori on yhdiste, joka vaihtaa väriä liuoksen kemiallisten olosuhteiden, esimerkiksi pH:n, muuttuessa.

Titrausmenetelmiä on useanlaisia. Tässä työssä tehdään kompleksometrinen titraus, jossa määritetään näytteen sisältämän metallin (tai metallien) pitoisuus lisäämällä siihen kompleksoivaa liuosta, jonka pitoisuus tunnetaan. Kompleksiyhdiste on yhdiste, joka koostuu keskusatomista (tai -atomeista) ja siihen sitoutuneesta ligandista (tai ligandeista). Keskusatomi voi olla atomi tai ioni. Jos keskusatomi on metalli, puhutaan metallikompleksista. Ligandit voivat olla atomeja, ioneja tai molekyyliä. Ne sitoutuvat keskusatomiin koordinaatiosidoksilla, joiden vahvuus riippuu keskusatomin ja ligandin ominaisuuksista. Kompleksometrisissä titrauksissa käytetään yleensä metalli-indikaattoria päätepisteen havaitsemiseen. Metallindikaattori on orgaaninen yhdiste, joka pystyy kompleksoitumaan metalli-ioniin tai -atomiin heikolla koordinaatiosidoksella. Yhdisteen väri riippuu siitä, onko se sitoutunut metalliin vai ei.

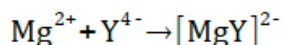
Tämän työn titrauksessa magnesiumionit kompleksoidaan etyleenidiamiinitetraetikkahapolla eli EDTA:lla. Näyteliuos puskuroidaan ammoniakkipuskurilla sopivalle pH-alueelle ja päätepiste indikoidaan Eriokromimusta T -metalli-indikaattorilla (ErioT). Alla on esitetty titrauksessa tapahtuvat reaktiot. Selkeyden vuoksi EDTA on merkitty Y^{4-} :lla ja indikaattori Ind^{3-} :lla. Alussa liuoksessa on vain magnesiumioneja ja indikaattoria, joten nämä muodostavat punaisen kompleksin.



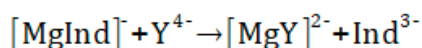
Kun liuokseen lisätään EDTA:ta, reagoi se ensin puskurin kanssa seuraavasti:



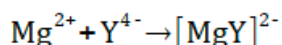
Muodostunut nelivarautunut EDTA-ioni (Y^{4-}) voi sitten reagoida magnesiumionien kanssa ja muodostaa EDTA-kompleksin.



EDTA reagoi ensin vapaiden magnesiumionien kanssa. Lopuksi EDTA vapauttaa myös magnesiumionit indikaattorikompleksista ja sitoutuu niihin. Indikaattori jää vapaaksi liuokseen ja vaihtaa täten väriä punaisesta siniseksi.



Kuten huomataan, näyteliuoksessa tapahtuu monia reaktioita samanaikaisesti, mutta tämän työn kannalta oleellinen reaktio on magnesiumionin ja EDTA:n välinen reaktio:



REAGENSIT

- $MgSO_4$ -jauhe
- Ionivaihdettu vesi
- Ammoniakkipuskuriliuos (pH=10)
- Eriokromimusta T -indikaattoria (ErioT)
- 0,050 M EDTA-liuos

TARVIKKEET

- 100 ml erlenmeyerpullo
- Lusikka tai spaatteli

- 10 ml mittalasi
- Magneettisauva
- Magneettisekoittaja
- Vaaka

TYÖN SUORITUS

LIUOSTEN VALMISTUS (OPETTAJA)

0,050 M EDTA: Liuota 1,86122 g etyleenidiamiinitetraetikkahapon dinatriumsuolaa ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_5 \cdot 2 H_2O$, $M=372,244$ g/mol) 100 millilitraan ionivaihdetta vettä. Tee liuos mittapulloon.

Ammoniakkipuskuriliuos (pH=10): 2 grammaa NH_4Cl liuotetaan 85 millilitraan ionivaihdetta vettä ja saatuun liuokseen lisätään 15 ml väkevää ammoniakkiliuosta.

NÄYTELIUKSEN VALMISTUS

Punnitse 100 millilitran erlenmeyerpulloon tarkasti noin 50 mg tutkittavaa $MgSO_4$ -jauhetta, kirjaa tarkka punnitustulos ylös. Lisää noin 50 millilitraa ionivaihdetta vettä ja sekoita kunnes jauhe on liuennut.

TITRAUKSEN SUORITTAMINEN

Mittaa mittalasilalla erlenmeyerpulloon 10 millilitraa ammoniakkipuskuriliuosta (pH=10). Lisää pulloon Eriokromimusta T -indikaattoria (HUOM! Lisää vain pieni määrä indikaattoria).

Lisää erlenmeyerpulloon magneettisauva, laita sekoitus päälle ja titraa 0,050 M EDTA-liuoksella. Ekvivalenttipisteessä liuos muuttuu punaisesta siniseksi tai vihreäksi. Lue byretin asteikolta EDTA-kulutus ekvivalenttipisteessä ja kirjaa se ylös.

TULOKSEN LASKEMINEN

Laske näytteen sisältämän magnesiumsulfaatin ja kideveden määrät (g). Määritä myös suolan molekyylikaava ($\text{MgSO}_4 \cdot x \text{H}_2\text{O}$), eli montako moolia kidevettä suolassa on jokaista moolia magnesiumsulfaattia kohden.

Ekvivalenttipisteessä EDTA-liuoksen kulutus = $V(\text{kulutus}) =$ ml

$m(\text{näyte}) =$

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

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

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

Lasketaan ensin titrauskulutuksen ja EDTA-liuoksen pitoisuuden avulla EDTA:n ainemäärä, $n(\text{EDTA})$.

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

Taustaosiossa esitetystä reaktiosta saadaan, että $n(\text{EDTA}) = n(\text{Mg})$. Voimme olettaa, että kaikki magnesium on peräisin magnesiumnäytteestä, eli $n(\text{EDTA}) = n(\text{MgSO}_4) = n(\text{MgSO}_4 \cdot x \text{H}_2\text{O})$. Ainemäärän ja moolimassan avulla voimme laskea magnesiumsulfaatin massan.

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

Vähentämällä $MgSO_4$:n massan näytteen massasta saamme kideveden massan.

$$m(H_2O) = m(\text{näyte}) - m(MgSO_4)$$

Lasketaan lopuksi vielä kideveden ainemäärä ja vesimolekyylien ja magnesiumsulfaatin ainemäärien suhde. Osamäärä kertoo kidevesien määrän magnesiumsulolan molekyylikaavassa ($MgSO_4 \cdot x H_2O$).

$$n(H_2O) = \frac{m(H_2O)}{M(H_2O)}$$

$$x = \frac{n(H_2O)}{n(MgSO_4)}$$

KOKOAVAT KYSYMYKSET

Soveltuuko tutkimasi $MgSO_4$ -jauhe orgaaniseen analyysiin, vai onko siinä liikaa kidevettä?

Voisitko jollain toimenpiteellä kuivattaa $MgSO_4$ -jauheen eli poistaa suolasta kidevedet?

Monia suoloja voi kuivata lämpökaapissa tai vakuumissa, tai näiden kahden yhdistelmällä. Kuivattua suolaa täytyy säilyttää esimerkiksi eksikaattorissa, jonka pohjalla on kuivausainetta.