

Liian märkä suola?

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 lääketehaan 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.

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

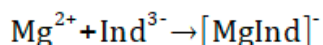
TAUSTA

Magnesiumsulfaatin kideveden määrä voidaan laskea, jos suolan magnesiumpitoisuus tunnetaan. Suolan magnesiumpitoisuus 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.

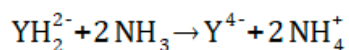
Titrausmenetelmiä on useanlaisia. Tässä työssä tehdään kompleksometrinen titraus, jossa määritetään näytteen sisältämän metallin (tai metallien) pitoisuus lisäämällä siihen kompleksoivaa liuosta, jonka pitoisuus tunnetaan. Kompleksiyhdiste on

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.

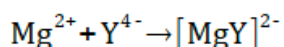
Tämän työn titrauksessa magnesiumionit kompleksoidaan etyleenidiamiinitetraetikkahapolla eli EDTA:lla. Näyteliuos puskuroidaan ammoniakkipuskurilla sopivalle pH-alueelle ja päätepiste indikoidaan Eriokromimusta T -metalli-indikaattorilla (ErioT). Alla on esitetty titrauksessa tapahtuvat reaktiot. Selkeyden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



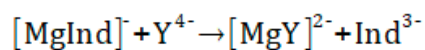
Kun liuokseen lisätään EDTA:ta, reagoi se ensin puskurin kanssa seuraavasti:



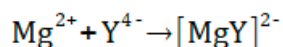
Muodostunut nelivarautunut EDTA-ioni (Y^{4-}) voi sitten reagoida magnesiumionien kanssa ja muodostaa EDTA-kompleksin.



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

NÄYTELIUOKSEN VALMISTAMINEN

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

TITRAUKSEN SUORITTAMINEN

Mittaa mittalasilla 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

$m(\text{näyte}) =$

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

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

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

Alla on esitetty laskuissa tarvittavat kaavat.

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

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

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

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

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

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?