

XVIII Baltijas Ķīmijas Olimpiāde



Praktiskais eksāmens- - analītiskā ķīmija

Kods:

16-18 Aprīlis 2010
Tartu, Igaunija

Instrukcijas

- **Drošības noteikumi** – ievērojiet drošības noteikumus kas aprakstīti sagatavošanas uzdevumos, ēšana un dzeršana laboratorijā ir stingri aizliegta. Lietojiet aizsargbrilles, cimdu un laboratorijas halātu.
- **Drošības noteikumu neievērošana** – pirmais brīdinājums, atkārtota pārkāpšana - automātiska diskvalifikācija.
- **Laiks** – jums ir dotas 2.5 stundas eksperimenta pabeigšanai. Tad ir 30 starpbrīdis.
- Pierakstiet **studenta kodu** un pirmās lapas.
- **Atbildes** – tikai atbilžu lapu paredzētās vietās, citi pieraksti nebūs vērtēti. Jāuzrāda visi nepieciešamie aprēķini.
- **Rezultāti.** Zīmīgu ciparu skaitam ir jāsaskan ar eksperimentālo rezultātu novērtēšanas noteikumiem. Soda punkti tiks piešķirti par noteikumu neievērošanu.
- **Jautājiet laboratorijs asistentam** par drošības noteikumiem, laboratorijas piederumiem, reaģentiem jeb gadījumā ja jums ir nepieciešams pārtraukums.
- **Darbs jābeidz tūlīt pēc "stop" komandas. Aizkavēšanās par 5 minūtēm, novedīs pie darba anulēšanas un dos 0 punktus par šo darbu.**
- Neatstājiet savu darba vietu pirms saņemat atļauju no laboratorijas asistenta.
- Eksāmena uzdevumi ir uz **5** lpp.
- Praktiskā eksāmena oficiālu angļu valodas versiju var saņemt neskaidrību gadījumā.

Titrimetriska cinka-alumīnija sakausējuma analīze.

Sakausējumi kas satur alumīniju un cinku kā pamatsastāvdaļas bija attīstīti Japānā industriālām vajadzībām. Plašāk pazīstamais piemērs ir – dūralumīnijs "7075" – kas ir visizturīgākais alumīnija sakausējums un to izmanto lidmašīnu ražošanā. Nesen bija attīstīts jauns cinka-alumīnija sakausējums kuram piemīt ļoti interesantas mehāniskas īpašības. Sakausējums ir ciets istabas temperatūrā, bet tas ir viegli izstiepjams (līdzīgi cietes sīrupam) piemērota mehāniska sprieguma rezultātā. Šo īpašību sauc par "superplastiskumu", un šāda tipa materiālus izmanto celtniecībā par semipermanentiem seismiskiem amortizatoriem māju aizsardzībai no zemestrīcēm. Unikāla īpašība ir saistīta ar smalki granulētu mikrostruktūru kas sastāv no 7%–50% alumīnija pēc masas.

Sastāvs ir fundamentālais parametrs modernu sakausējumu attīstīšanā. Praktiskajā eksperimentā, jūs analizēsiet izšķīdināta sakausējuma parauga simulētu šķīdumu, kas pēc sastāva atbilst cietam sakausējumam. 50 ml šķīduma satur 30-35 mg cinka un 10-15 mg alumīnija, un ir paskābināts ar sālsskābi līdz pH 1. Jums ir titrimetriski jānosaka Zn^{2+} un Al^{3+} jonu koncentrāciju testa šķīdumā izmantojot etilēndiamīntetraetiķskābi (EDTA) kā helatējošo reaģentu. Jāizmanto maskēšanas un attitrēšanas metodes.

Reaģenti

- testa šķīdums
- 0.1 mol L⁻¹ etiķskābes šķīdums
- amonija fluorīds
- 0.012 mol L⁻¹ etilēndiamīn-N,N,N',N'-tetraetiķskābes, dinātrija sāls, dihidrāts (EDTA₂Na•2H₂O). Standartšķīdums ir precīzi pagatavots.
- 10% (w/v) heksametilēntetramīna (heksamīna) šķīdums
- 0.1% metiloranžā šķīdums (MO)
- 0.1% ksilenoloranžā etanola/ūdens (20/80) šķīdums (XO)
- 0.01 mol L⁻¹ Zn²⁺ standartšķīdums (precīzi pagatavots no ZnSO₄•7H₂O)

Piederumi

- birete (25 mL, 1 statīvs)
- plakankolbas (250 ml × 2)
- plītiņa
- magnētiskais maisītājs
- pipetes (10 mL, 25 mL)

Darba apraksts

1. Ar pipeti pārnes 10 ml paraugšķiduma 200 ml plakankolbā un ievieto tajā magnētisko maisītāju. Sāc maisīt šķidumu un pievieno dažus pilienus MO indikatora.
2. Pievieno 25 mL 0.012 mol L^{-1} EDTA standartšķiduma. Lai iestādītu maisījuma pH ap 3.5, pa pilienam pievieno 10% heksamīna šķidumu līdz MO indikators sak mainīt krāsu no sarkanas uz oranžu.
3. Novieto kolbu uz plītiņas un vāri maisījumu dažas minūtes; tad atdzesē saturu un ievieto ledus vannā. Šķidumam atdziestot, kolbu novieto uz maisītāja un pievieno dažus pilienus XO indikatora.
4. Iestādi pH ~ 5.5 sekojoši: šķidumu maisot, tam pa pilienam pievieno 10% heksamīna šķidumu līdz XO indikators maina krāsu no dzeltenas uz gaiši violētu, tad pa pilienam pievieno 0.1 mol L^{-1} etiķskābes šķidumu līdz atjaunojās dzeltena krāsa.
5. Titrē maisījumu ar $0.01 \text{ mol L}^{-1} \text{ Zn}^{2+}$ standartšķidumu līdz krāsa paliek violēta. Izlietota titranta tilpumu apzīmē ar "A" ml. (Uzmanību: neizlej titrēto šķidumu, tas būs jātitrē nākamajos soļos).
Piezīme: titrēšanas beigu punkta noteikšana ir diezgan grūta, jo krāsas maiņa notiek pakāpeniski tuvojoties beigu punktam. Kad krāsa ir gandrīz violēta, nolasi biretes mērījumu un tad pievieno nākamo titranta pilienu; ja ir novērojama krāsas maiņa, tad nolasi biretes mērījumu un atkal pievieno titanta pilienu. Atkārti šo darbību līdz brīdim kad titranta pilienis neizraisa krāsas maiņu, un tad pieraksti iepriekšējo tilpuma nolasījumu. Ja EDTA vēl eksistē, šķidums atkal nokrāsosies dzeltens; pievieno titrantu līdz krāsa paliek violēta vismaz vienu minūti.
6. Šķidumam kas bija titrēts 5. solī pievieno $\sim 1.0 \text{ g NH}_4\text{F}$, un sildi saturu uz plītiņas līdz vārīšanai; novēro ka sildīšanas rezultātā maisījuma krāsa paliek dzeltena.
7. Atdzesē kolbu ledus vannā; atdzesējot, novieto kolbu uz magnētiskā maisītāja. Ja dzeltena krāsa nozuda pēc dzesēšanas, pa pilienam pievieno 0.1 mol L^{-1} etiķskābes šķidumu līdz dzeltenai krāsai.
8. Maisījumu atkārtoti titrē izmantojot $0.01 \text{ mol L}^{-1} \text{ Zn}^{2+}$ standartšķidumu. Titranta tilpumu ko izlietoja 8. punktā apzīmē ar "B" ml.

Jautājumi

1. Pieraksti titranta tilpumu "A" (ml):

2. Pieraksti titranta tilpumu "B" (ml):

3. Kāpēc punktos 2-5 pH bija iestādīts pakāpeniski līdz 3.5 un 5.5? Paskaidro, ņemot vērā kompleksu metāls-EDTA un -hidroksīds stabilitāšu starpību.

4. Kāda loma ir amonija fluorīda pievienošanai 6. punktā?

5. Parādi formulu Al^{3+} un Zn^{2+} jonu koncentrācijas aprēķināšanai paraugšķīdumā balstoties uz katras titrēšanas rezultātiem (A un B).

6. Aprēķini Al^{3+} un Zn^{2+} jonu koncentrācijas (mol L^{-1}) paraugšķīdumā.

Al^{3+} koncentrācija:

Zn^{2+} koncentrācija:

7. Pieņemot ka sakausējums sastāv tikai no Al un Zn, aprēķini komponentu saturu procentos pēc masas.

Al^{3+} % pēc masas:

Zn^{2+} % pēc masas: