

# XVIII Balti Keemiaolümpiaad



## Praktiline voor - - Analüütiline keemia

Kood: .....

16.-18. aprill 2010  
Tartu, Eesti

## Eeskirjad

- **Ohutus** – järgi ohutuseeskirju, mis on toodud ettevalmistusülesannete juures (Preparatory problems), laboris söömine ja joomine on keelatud. Laboris viibimise ajal peab kandma kaitseprille ja kitlit.
- **Ohutuseeskirjade rikkumine** – esimesel korral saate hoiatuse, teisel korral kõrvaldatakse töölt.
- **Tööaeg** – 2,5 tundi esimeseks laboratoorseks tööks, siis vaheaeg 30 min, järgneb teine töö.
- **Võistleja kood** kirjutage esilehele.
- **Vastused** kirjutage paberil ainult ettenähtud kohtadesse, muud ei hinnata. Vajadusel tuua välja ka arvutuskäik.
- **Tulemused.** Tüvenumbrite arv numbrilistes vastustes peab vastama eksperimentaalsete vigade hindamise reeglitele. Selle vastu eksimine toob kaasa karistuspunktid isegi kui eksperiment on veatult läbi viidud.
- **Küsimused** ohutuse, instrumentide, kemikaalide, korralduse ja WC-sse mineku kohta: **küsige oma juhendajalt.**
- **Töö tuleb lõpetada kohe, kui vastav märguanne antakse. Kui viivitate rohkem kui 5 min, siis saate vastava töö eest null punkti.**
- Keelatud on ilma juhendaja loata oma töökohalt lahkuda.
- Käesoleva töö juhend on 5-I lehel.
- Käesoleva töö ametliku, ingliskeelse juhendiga saate soovi korral tutvuda juhendaja juures.

## Tsingi ja alumiiniumi sulami analüüs EDTA-ga tiitrimisel

Sulameid, mis sisaldavad alumiiniumit ja tsinki põhikomponentidena on Jaapanis arendatud tööstuslikuks kasutamiseks. Nendest sulamitest kuulsaim – extra super duralumin “7075” – on tugevaim alumiiniumi sulam, mida kasutatakse lennukiehituses. Hiljuti töötati välja huvitavate mehaaniliste omadustega tsingi-alumiiniumi sulam. See sulam on toatemperatuuril tahke, kuid mehaanilise surve rakendamisel valgub laiali nagu tärklise lahus. Seda omadust nimetatakse superplastilisuseks ja see avardab sulami tööstusliku kasutamise võimalusi. Muuhulgas kasutatakse seda sulamit ka efektiivse ja pool-statsionaarse seismilise summutina, mis kaitseb ehitisi maavärinate korral. See eriline omadus tuleneb sulami peeneteralisest struktuurist, mis sisaldab massi järgi 7-50% alumiiniumit.

Taoliste materjalide väljatöötamisel on koostis kõige olulisemaks parameetrik. Käesolevas töös analüüsitakse ühe taolise sulami koostist. Teile antakse testlahus, mis simuleerib lahustatud sulamiproovi; 50 ml lahust sisaldab 30-35 mg tsinki ja 10-15 mg alumiiniumit ning sell pH on umbes 1 lisatud soolhappe tõttu. Teie ülesandeks on määrata selle lahuse  $Zn^{2+}$  ja  $Al^{3+}$  kontsentratsioonid tiitrimisel etüleendiamiintetraädikhappe (EDTA) kui kompleksimoodustaja lahusega. Kasutada tuleb ka maskeerimist ja tagasitiitrimist.

### Reaktiivid

- Analüüsitav lahus (valmistatud ülalkirjeldatud viisil)
- $0.1 \text{ mol L}^{-1}$  äädikhappe lahus
- ammooniumfluoriid
- $0.012 \text{ mol L}^{-1}$  etüleendiamiin-N,N,N',N'-tetraädikhappe, dinaatrium sool, dihidraat ( $Na_2EDTA \cdot 2H_2O$ ) standardlahus (täpse kontsentratsiooniga)
- 10% (w/v) heksametüleentetramiin (heksamiin) lahus
- 0.1% metüüloranži (MO) lahus
- 0.1% ksüleenooloranži (XO) lahus etanool/vesi 20/80 segus
- $0.01 \text{ mol L}^{-1}$   $Zn^{2+}$  standardlahus (täpse kontsentratsiooniga, valmistatud lähtudes  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ )

### Seadmed ja klaasvahendid

- bürett (50 mL, 1 statiiv) koos statiiviga
- Erlenmeyeri kolvid (250 ml  $\times$  2)
- elektripliit
- magnetsegaja, segaja pulk (Tefloniga kaetud)
- pipetid (10 mL, 25 mL)
- kummipirn

**Töö eeskiri**

1. Pipeteerige 10 mL proovilahust 200 mL Erlenmeyeri kolbi ja asetage kolbi magnetsegaja pulk. Käivitage magnetsegaja ning lisage mõned tilgad MO indikaatorit.
2. Lisage 25 mL  $0.012 \text{ mol L}^{-1}$  EDTA standardlahust. Reguleerige lahuse pH ca 3.5 peale lisades tilkhaaval 10% heksamiini lahust kolbi kuni MO indikaatori värvus hakkab muutuma punasest oranžiks.
3. Asetage kolb elektripliidile ja keetke segu mõne minuti vältel. Seejärel jahutage segu jäävannis. Asetage jahtunud kolb magnetsegajale ja lisage mõned tilgad XO indikaatorit.
4. Reguleerige lahuse pH ca 5.5 peale järgmiselt: lahust vähehaaval segades, lisage 10% heksamiini lahust tilkhaaval kuni XO indikaator muudab värvi kollasest punakaks. Seejärel lisage  $0.1 \text{ mol L}^{-1}$  äädikhappe lahust tilkhaaval kuni selge kollase värvuse taastumiseni.
5. Järgmiseks tiitriige lahust  $0.01 \text{ mol L}^{-1} \text{ Zn}^{2+}$  standardlahusega kuni punaka värvuseni. Selles etapis kulunud titrandi ruumala tähistage "A" (mL). (Tähelepanu! Ärge visake tiitritud lahust ära, seda läheb vaja järgmistes etappides.)  
Märkus: Lõpp-punkti määramine on küllaltki raske, kuna värvus muutub lõpp-punkti lähenedes sujuvalt kollasest punakaks. Kui hindate, et lõpp-punkti värvus peaks saavutatud olema, siis võtke büreti lugem ja lisage veel üks tilk titranti. Kui lahuse värvus muutub, siis võtke büreti lugem ja lisage veel üks tilk titranti. Korrake seda protseduuri kuni titrandi tilga lisamine enam värvuse muutust ei põhjusta, titrandi ruumala määramiseks kasutage büreti lugemit enne viimase tilga lisamist. Kui lahuses on veel EDTA-d, siis lahuse kollane värvus taastub. Lisage titranti, kuni lahuse punakas värvus püsib vähemalt ühe minuti.
6. Lisage ca 1.0 g  $\text{NH}_4\text{F}$  punktis 5 tiitritud lahusele ja kuumutage seda elektripliidil keemiseni. Keetes värvub lahus jälle kollaseks.
7. Jahutage lahus jäävannis. Kolb jahtunud lahusega asetage magnetsegajale. Kui lahuse selge kollane värvus jahtumisel kadus, siis lisage  $0.1 \text{ mol L}^{-1}$  äädikhappe lahust tilkhaaval, kuni kollane värvus taastub.
8. Lõpuks tiitriige lahust uuesti  $0.01 \text{ mol L}^{-1} \text{ Zn}^{2+}$  standardlahusega. Punktis 8 kulunud tirandi ruumala tähistage "B" (mL).

**Küsimused**

1. Titrandi ruumala A (mL):

2. Titrandi ruumala B (mL):

3. Miks reguleeritakse punktides 2 kuni 4 lahuse pH 3.5 pealt 5.5 peale astmeliselt? Selgitamisel pidage silmas erinevusi kummagi metalli EDTA kompleksi ja hüdroksüülkompleksi püsivustes.

4. Mis roll on punktis 6 lisataval ammooniumfluoriidil?

5. Kirjutage välja valem  $\text{Al}^{3+}$  ja  $\text{Zn}^{2+}$  ionide kontsentratsioonide arvutamiseks lähtudes tiitrimistulemustest (A ja B).

6. Arvutage  $\text{Al}^{3+}$  and  $\text{Zn}^{2+}$  ionide kontsentratsioonid lahuses ( $\text{mol L}^{-1}$ ).

$\text{Al}^{3+}$  kontsentratsioon:

$\text{Zn}^{2+}$  kontsentratsioon:

7. Eeldades, et sulam sisaldas ainult Al ja Zn, arvutage sulami protsendiline koostis (massiprotsentides).

$\text{Al}^{3+}$  protsendiline sisaldus:

$\text{Zn}^{2+}$  protsendiline sisaldus: