

Kémia járműmérnököknek VIII. labor előirat (9/21 labor)

Fémkeverék összetételének meghatározása komplexometrián

Bevezetés:

A komplexometria a fémionok és valamilyen ún. ligandum között kialakuló komplexek képződésén alapuló analitikai módszer. A ligandum egy olyan (általában egy vagy több nemkötő elektronpárral rendelkező) részecske, amely tartósan kölcsönhatást alakít ki a fémionokkal. A fémionok mennyiségi meghatározására a legtöbbször olyan ligandumokat használunk, amelyek elegendő számú olyan donoratomot tartalmaznak a molekulán belül, amelyek a fémion körüli összes kötőhelyet képesek elfoglalni, valamint ezt a megkötést gyorsan képesek véghezvinni és stabil komplexet képeznek. A legtöbb ilyen meghatározáshoz az EDTA (Komplexon III, vagy Selection 2) vegyületeit használjuk, mivel ez képes stabil, 1:1 arányú komplexeket képezni gyakorlatilag az összes fémionnal (kivéve az alkálifémek). Az EDTA 6 db donoratommal rendelkezik (2 db nitrogén és 4 db oxigén), így a magnézium és a réz körül levő mind a 6 kötőhelyet képes elfoglalni.

A különböző fémionok meghatározásának az alapját az képezi, hogy az adott fémion milyen stabil komplexet képez az EDTA-val, ez a stabilitás határozza meg a mérés körülményeit is (pH, segédkomplex-képzők stb..). Mivel a titrálás során mi a sztöchiometrikus arány elérésére törekszünk, illetve az EDTA rézzel és magnéziummal is egyaránt halvány színű komplexet képez, ezért kell valamilyen indikátor, ami a titrálás végpontján jelzi a sztöchiometrikus arányt. Ezek a fémindikátorok. Működésük a következő: A titrálás előtt ezt a fémindikátort adjuk a mintához. Ezek szintén komplexet képeznek a vizsgálandó fémionokkal, melyek valamilyen ismert színnel rendelkeznek. A titrálás során az EDTA folyamatosan kiszorítja a fémindikátort a fémion közeléből. Abban a pillanatban, amint az összes fémindikátor szabaddá válik, a fémindikátor megmutatja a saját színét, ez jelzi a titrálás végpontját is.

Feladat:

A gyakorlat során egy adott tömegű magnézium-réz fémkeverék minta tömegszázalékos összetételének a meghatározása lesz a feladat komplexometriás titrálással. A mintát a hallgatók vizes oldat formájában fogják megkapni, melynek összetételét a megfelelő előkészítés után közvetlen titrálással meghatározzák. Végeredményként a tömegszázalékos összetétel érdekel minket (pl.: „A keverék 80% Cu és 20% Mg összetételű”, stb...)

A meghatározás menete:

A magnézium (Mg^{2+})- és a rézionok (Cu^{2+}) enyhén lúgos közegben egyaránt stabil komplexet képeznek EDTA-val, tehát együttes meghatározásuk lehetővé válik. Lépések:

1. A mintánkból 250 cm^3 oldatot készítünk hígítással, ennek 10 cm^3 -es részleteit fogjuk vizsgálni.
2. Minden ilyen 10 cm^3 -es részlethez $2-2\text{ cm}^3$ tömény ammóniaoldatot adunk a lúgos kémhatás beállítására.

3. Az oldatokat kb. 50cm³-re hígítjuk desztillált vízzel, majd késhegynyi murexid indikátort adunk hozzá. (A murexid egy 2 kötőhely elfoglalására képes komplexképző, minkét fémion körül 2 db murexid-molekula található, tehát 4-4 kötőhelyet foglal le.)

4. Feltöltjük a bürettát ismert koncentrációjú EDTA oldattal, majd elkezdjük a titrálást a laborvezető utasításait betartva.

5. Az oldat színe kezdetben szürkés-barnás árnyalatú, mely a titrálás során sárga színen át a végpontban lilára fog váltani. Ekkor leolvassuk és feljegyezzük a fogyott oldat térfogatát.

FIGYELEM: A mérés végén az oldatnak meg kell tartania a lila színét legalább 30 másodpercig!!! A komplexometriában állandó színig titrálunk, így könnyen túl sok mérőoldatot adhatunk hozzá!

6. Végzünk egy próbamérést, hogy megtudjuk, nagyjából mennyi mérőoldat fog fogyni. Ilyenkor érdemes a térfogat leolvasása után egy kevés EDTA-t az oldathoz önteni, így az oldat színe összehasonlítási alapként szolgálhat a további méréseknél.

7. Ezt a mérést legalább 3-szor elvégezzük, majd a térfogatokat átlagoljuk ($V_{\text{átlag}}$).

Az eredmények kiértékelése:

Az EDTA koncentrációjából és fogyásából ($V_{\text{átlag}}$), meg tudjuk mondani annak anyagmennyiségét:

$$n_{EDTA} = c_{EDTA} V_{\text{átlag}}$$

Mivel az EDTA és a fémionok 1:1 arányban reagálnak, ezért a magnézium és a réz összes anyagmennyisége megegyezik ezzel az értékkel:

$$n_{\text{össz}} = n_{EDTA}$$

Így már tudjuk a két fém összes tömegét és az összes anyagmennyiségét is. Ezekből az összetétel meghatározható. Vezessük is le (A vastag betűs változók értékét ismerjük):

$$1. \mathbf{m_{\text{össz}}} = m_{Mg} + m_{Cu}$$

$$2. \mathbf{n_{\text{össz}}} = n_{Mg} + n_{Cu}$$

Mivel

$$n = \frac{m}{M} \Rightarrow m = n * M$$

Így az első egyenlet módosul

$$3. \mathbf{m_{\text{össz}}} = n_{Mg} * \mathbf{M_{Mg}} + n_{Cu} * \mathbf{M_{Cu}}$$

A (2). egyenletből fejezzük ki a magnézium anyagmennyiségét:

$$n_{Mg} = \mathbf{n_{\text{össz}}} - n_{Cu}$$

Helyettesítsük ezt be (3).-ba.

$$4. \mathbf{m_{\text{össz}}} = (\mathbf{n_{\text{össz}}} - n_{Cu}) * \mathbf{M_{Mg}} + n_{Cu} * \mathbf{M_{Cu}}$$

Bontsuk fel a zárójelet:

$$5. m_{\text{össz}} = n_{\text{össz}} * M_{Mg} - n_{Cu} * M_{Mg} + n_{Cu} * M_{Cu}$$

Emeljük ki a réz anyagmennyiségét részleges kiemeléssel:

$$6. m_{\text{össz}} = n_{\text{össz}} * M_{Mg} + n_{Cu} * (M_{Cu} - M_{Mg})$$

És végül fejezzük ki a réz anyagmennyiségét:

$$n_{Cu} = \frac{m_{\text{össz}} - n_{\text{össz}} * M_{Mg}}{(M_{Cu} - M_{Mg})}$$

Ebből a réz tömege számolható illetve annak tömegszázalékos összetétele is:

$$w\%(Cu) = \frac{m_{Cu}}{m_{\text{össz}}} * 100\%$$

Kérdések:

1. Milyen részecskét nevezünk ligandumnak?
2. Milyen elven működnek a fémindikátorok?
3. Miért képes kiszorítani az EDTA a murexidet a réz és a magnézium közeléből?
4. Milyen 4 adat segítségével tudjuk megmondani a gyakorlaton mért fémkeverék összetételét?
5. Milyen kémhatás mellett tudjuk vizsgálni a fémkeverék összetételét a gyakorlat során?