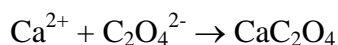


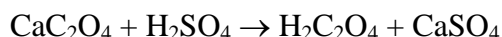
REDOKSYMETRIA

Manganometryczne oznaczanie wapnia

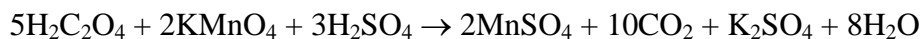
Zasada oznaczania wapnia polega na wytrąceniu jonów wapnia szczawianem amonu w postaci szczawianu wapnia:



następnie po odsączeniu i przemyciu osad rozpuszcza się w kwasie siarkowym:



i wydzielony kwas szczawiowy (w ilości równoważnej do ilości wapnia) miareczkuje się mianowanym roztworem nadmanganianu potasu:



Sposób wykonania

Do wydanej przez prowadzącego w zlewce analizy, zawierającej oznaczane jony Ca^{2+} , dodać cylindrem miarowym ok. 100 cm^3 wody destylowanej, wymieszać całość bagietką, następnie dodać przy użyciu cylindra miarowego 5 cm^3 HCl (1:1), 3 krople oranżu metylowego i 50 cm^3 nasyconego roztworu szczawianu amonu. Roztwór ogrzać do temp. ok. 80°C (prawie do wrzenia) i mieszając dodawać powoli roztwór amoniaku (1:2) do zmiany zabarwienia wskaźnika na żółte.

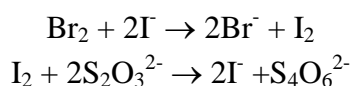
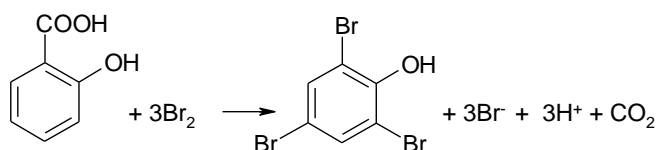
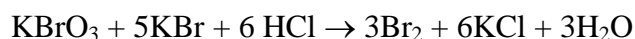
Pozostawić roztwór z osadem na ok. 0,5 godz. w celu otrzymania grubokrystalicznego osadu, po czym osad odsączyć na sączku z bibuły. Osad przemywać 3-4 razy wodą z małym dodatkiem amoniaku w celu odmycia jonów chlorkowych i wolnych jonów szczawianowych.

Do zlewki wlać 100 cm^3 1M H_2SO_4 , sączek z przemytym osadem CaC_2O_4 przylepić do ścianki zlewki, spłukać osad silnym strumieniem wody destylowanej z tryskawki. Roztwór lekko ogrzać do rozpuszczenia osadu i miareczkować mianowanym roztworem ($c_{1/5} = 0,1\text{N}$) KMnO_4 do pojawienia się różowego zabarwienia roztworu. Następnie, sączek zanurzyć w roztworze i kontynuować miareczkowanie do uzyskania trwałego lekko różowego zabarwienia.

Obliczyć zawartość wapnia w wydanej przez prowadzącego analizie (w mg).

Bromianometryczne oznaczanie kwasu salicylowego lub fenolu

Metoda bromianometryczna jest szczególnie korzystna przy oznaczaniu wielu substancji organicznych, zwłaszcza fenoli. Polega ona na dodaniu do analizy określonej ilości roztworu bromianu potasu oraz nadmiaru bromku potasu i kwasu solnego. Wydzielony brom w pierwszej fazie bromuje kwas salicylowy lub fenol tworząc kwas 3,5-dibromosalicylowy, a następnie powoduje dekarboksylację tego związku z utworzeniem 2,4,6-tribromofenolu. W następnym etapie oznaczania do roztworu dodaje się jodku potasu. Wydzieloną równoważną ilość jodu odmiareczkowie się mianowanym roztworem tiosiarczanu sodu wobec skrobi



Sposób wykonania

Otrzymaną do badania próbkę w kolbie miarowej poj. 100 cm³, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i starannie wymieszać. Pobrać dokładnie pipetą jednomiarową 10 cm³ uzyskanego roztworu i przenieść do kolby stożkowej ze szlifem. Dodać dokładnie 25 cm³ 0,02 M roztworu bromianu potasu, 5 cm³ roztworu 10% bromku potasu i 15 cm³ 2 M HCl i natychmiast zamknąć kolbę. Wytrząsać intensywnie zawartość kolby przez 2 minuty, po czym odstawić ją na 15 min w ciemne miejsce i co pewien czas zamieszać. Uchylić lekko korek i dodać 20 cm³ 10% roztworu jodku potasu. Zmyć korek wodą z tryskawki, zamknąć kolbę, wymieszać zawartość i pozostaw ją na 5 minut. Następnie odmiareczkować wydzielony jod mianowanym roztworem 0,1 M tiosiarczanu sodu, aż brunatna barwa roztworu przejdzie w żółtą. Następnie dodać kilka kropli roztworu skrobi i kontynuować miareczkowanie do odbarwienia roztworu.

Obliczyć zawartość kwasu salicylowego lub fenolu w otrzymanej do badania próbce (w gramach).