

Oznaczanie popiołu surowego i jego analiza jakościowa

Spalanie substancji organicznej.

Do uprzednio wyprażonej w piecu muflowym i zważonej parownicy porcelanowej, odważyć 5 g rozdrobnionej substancji roślinnej.

Umieścić parownicę nad palnikiem na siatce azbestowej pod wyciągiem. Podczas ogrzewania z substancji roślinnej wydziela się para wodna i produkty suchej destylacji. Mineralizować powoli, aby nie dopuścić do zapalenia się próbki i aby wydzielające się gazy nie porywały drobnych części substancji organicznej.

Po odpędzeniu dymów, parownicę umieścić w piecu muflowym i ogrzewać w temp. do 550 °C. W przypadku zbrylenia się popiołu, rozkruszyć go drucikiem.

Koniec spopielenia poznaje się po uzyskaniu barwy białej lub szarobiałej popiołu. Po spopieleniu, parownicę ostudzić w eksykatorze i zważyć.

Zawartość popiołu podaje się w % powietrznie suchej masy.

$$\% \text{popiołu surowego} = [(a-b) \cdot 100] / g$$

a – waga parownicy z popiołem

b – waga pustej parownicy

g – naważka substancji organicznej

Przygotowanie wyciągu z popiołu

Parownicę z popiołem przykryć szkiełkiem zegarkowym, zwilżając popiół niewielką ilością wody destylowanej, dodając następnie 10 ml 10% roztw. HCl. Po krótkotrwałym burzeniu (rozkład węglanów) zdejmuję się szkiełko zegarkowe, splukując je wodą destylowaną, a parownicę z zawartością stawia się na wrzącą łaźnię wodną i odparowuje jej zawartość do sucha. Zawartość parownicy zadaje się 15 ml 1 n roztworu kwasu azotowego, ogrzewa przez chwilę na łaźni wodnej do rozpuszczenia osadu i przenosi ilościowo do kolby miarowej o poj. 100 ml. Dopełnia się wodą destylowaną i sączy do suchej kolby stożkowej.

Analiza jakościowa wyciągu z popiołu

Do 5 próbek wlać niewielkie ilości badanego przesączu i wykonać reakcje charakterystyczne na obecność K^+ , Ca^{2+} , Fe^{3+} , PO_4^{3-} , SO_4^{2-} .

K^+ - badany przesącz zadać kilkoma kroplami azotynokobaltanu sodu. Pojawienie się zmętnienia lub osadu o żółtej barwie, świadczy o zawartości potasu w popiele.

Ca^{2+} - przesącz w próbówce alkaliczujemy amoniakiem, następnie podgrzewamy nad płomieniem gazowym i zadajemy kilkoma kroplami roztworu szczawianu amonowego. Pojawienie się białego osadu, lub zmętnienia, pochodzącego od wytrącającego się szczawianu wapniowego, świadczy o obecności wapnia w popiele.

Fe^{3+} - do próbki z badanym przesączem dodaje się kilka kropli roztworu rodanku potasowego. Pojawienie się czerwonego zabarwienia od powstałego kompleksu żelazowo-rodankowego jest dowodem obecności żelaza w popiele.

PO_4^{3-} - przesącz zadaje się kilkoma kroplami kwasu azotowego, podgrzewa na płomieniu gazowym prawie do wrzenia i zadaje niedużą ilość molidenianu amonowego. Powstanie żółtego zmętnienia (nie zabarwienia), świadczy o obecności fosforu w popiele

SO_4^{2-} - zawartość w próbówce zadajemy kilkoma kroplami roztworu chlorku baru. Powstały biały osad siarczanu barowego, powodujący zmętnienie roztworu, dowodzi obecności siarczanów w popiele.

Oznaczenie zawartości wapnia w wyciągu z popiołu.

25 ml klarownego wyciągu z popiołu pobrać pipetą i przenieść do zlewki o pojemności 250 ml, po czym zadać 15 ml 30% roztworu cytrynianu amonu. Cytrynian amonu tworzy z żelazem i glinem sole kompleksowe, rozpuszczalne w środowisku zasadowym, dzięki czemu zapobiega wytrącaniu z roztworu wodorotlenków tych metali. Następnie zalkalizować roztwór 2-4 ml stężonego roztworu wodorotlenku amonowego, podgrzać na siatce azbestowej do wrzenia i po odstawieniu palnika, strącić wapń przez dodanie cylindrem miarowym 20 ml nasyconego roztworu szczawianu amonowego. Zlewkę z zawartością odstawić na jakiś czas w celu opadnięcia osadu. Po upływie tego czasu przesączyć osad, przemyć wodą destylowaną z dodatkiem szczawianu amonu, a później samą wodą do zaniku reakcji na szczawiany w przesączu (próba z roztworem chlorku wapnia). Po odmyciu, sącze przeniesie się z lejka do zlewki, rozłożyć go i splukać z niego osad 20-30 ml wody destylowanej z tryskawki. Do roztworu dodać następnie kroplami stężony kwas siarkowy, aż do całkowitego rozpuszczenia osadu. Przeważnie zużywa się 1 ml kwasu. Nadmiar kwasu nie jest pożądany, ponieważ zachodzi możliwość wytrącenia siarczanu wapniowego w badanym roztworze. Po podgrzaniu, gorący roztwór miareczkować 0,1 n roztworem nadmanganianu potasu do momentu uzyskania różowego zabarwienia, utrzymując się przez ok. 1 minutę.

Obliczenie wyniku analizy:

1 ml 0,1 n $KMnO_4$ odpowiada 2 mg Ca lub 2,8 mg CaO. Wynik analizy podać w %Ca lub CaO