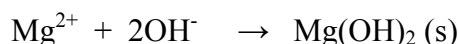


Greining á kalsíni (Ca^{2+}) í mjólk

Í þessari tilraun skal greina styrk kalsíns í mjólk með komplextítrun með EDTA (etylendiamintetraacetic acid). Í mjólkinni er að finna nokkra aðra málma en kalsín. Mest era af natríni, kalíni og magníni. Alkalíalmarnir Na og K trufla ekki títrunina, á meðan Mg^{2+} hvarfast enn betur við EDTA en Ca^{2+} . Það þarf því að nota baktítrunartæknina til að litarbrigði efnavitans í endapunkti verði greinileg og eins þarf að fjarlægja Mg^{2+} úr lausninni til þess að greiningin veri nákvæm. Til að losna við Mg^{2+} er lausnin gerð mjög basísk (pH u.þ.b. 14) með KOH:



Fellur þá út torleyst magnesínhydroxíð, sem er stöðugra en MgEDTA komplexinn. Kalsín myndar einnig torleyst $\text{Ca}(\text{OH})_2$ en það er hins vegar óstöðugra en CaEDTA komplexinn við þessar aðstæður í lausninni og er því títrunin möguleg. Tvennt annað vinnst við framkvæma títrunina við pH u.þ.b. 14. Bæði verður títrunin magnbundnari, því pH lausnarinnar þarf að vera hærra en 10 til þess að svo sé og einnig losna Ca^{2+} jónirnar betur frá eggjahvítu mjólkurinnar því basískari sem lausnin er. Þekktu magni af EDTA sem er yfirmagn, þ.e.a.s fjöldi mmóla af EDTA er stærri en fjöldi mmóla af Ca^{2+} í lausninni, er bætt út í. EDTA tengist Ca^{2+} í hlutföllunum 1:1 hvarfi og síðan er það EDTA sem ónotað er, baktítrað með staðal Ca^{2+} lausn.

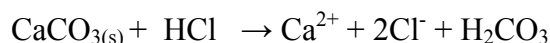
Áhöld og efni

Búretta 50,0 mL og búrettustandur	CaCO_3
Keilufaska 250 mL	6 M HCl (varúð !!!! ætandi)
Pípetta 10, 0 mL og 25,0 mL	0,0500 M EDTA
Segulhræra og segull	Mjólk
250 mL mæliflaska	1 M KOH (varúð !!!! ætandi)
	litvísir (efnaviti), hydroxynaftólbláum

Framkvæmd:

1. Ca^{2+} staðallausn útbúin

Vigið u.þ.b. 600 mg af CaCO_3 frumstaðli nákvæmlega. Hellið efninu af vigtunarpappírnum í trekt í hálsi hreinnar 250 mL mæliflösku. Skolið efnið niður í flöskuna og þvoið trektina með það miklu af afjónuðu vatni að mæliflaskan með $\text{CaCO}_3/\text{H}_2\text{O}$ blöndunni sé u.þ.b. hálf. Hinu torleysta CaCO_3 er nú breytt í auðleyst CaCl_2 með því að bæta 6 M HCl (nokkrir dropar) út í flöskuna og sveifla henni mjúklega þar til tær CaCl_2 lausn myndast.



Fyllið síðan flöskuna að marki, blandið vandlega og reiknið upphafsstyrk Ca^{2+} í lausninni.

2. Mjólkursýnin vigtuð:

Takið mjólkursýni og skráið tegund mjólkur og dagsetningu. Þrjú u.þ.b. 10 g mjólkursýni eru vigtuð nákvæmlega í þrjár keiluflöskur á eftirfarandi hátt: Þurrt, 50 mL bikarglast er sett á vigtina, hæfilega stórt vigtunarblað lagt yfir og vigtin núllstillt. Glasið tekið af vigtinni og 10 mL af mjólkinni mældir með pípettu eða mæliglasi í glasið. Glasinu er svo lokað með blaðinu, vigtað og massinn skráður. Glasið tekið af og sýninu hellt í keiluflöskuna. Glasinu lokað aftur með blaðinu, vigtað og taran skráð. Munurinn er þá massi óþekkta mjólkursýnisins.

3. Títrun:

Þar sem títrunarsýnin skemmast fljótt, skal undirbúa eitt sýni í einu og títra það strax. Byrjið á því að mæla 15 mL af 1 M KOH með mæliglasi og hella þeim út í mjólkursýnið. Sveiflið flöskunni varlega þar til vel er blandað. Mælið nú 25,00 mL af 0,0500 M EDTA og bætið út í, ásamt einum skammti af hydroxynaftólbláum efnavita. Efnavitinn er á föstu formi og er magnið mælt með þar til gerðum skammtara. Setjið segul í lausnina og hrærið með segulhræru. Skolið niður vegg keiluflöskunnar með afjónuðu vatni og títrið með staðal Ca^{2+} lausninni að endapunkti, sem er fyrsti, varanlegi dauffjólurauði liturinn.

4. Úrvinnsla :

Reiknið í hverju sýni massaprósentu kalsíns og mg Ca/100 mL mjólkur. Gerið fleiri títranir, ef samræmi er ekki nógu gott, eða þar til þið hafið náð tókum á greiningunni. Berið saman við kalsínstyrkinn sem gefinn er upp á umbúðunum.