3.3.4 Kalsiyum Laktat Miktar Tayini

[CH₃CH(OH)COO]₂ Ca .5 H₂O

0.5 g civarında tam tartılmış numune 100 ml su ve 5 ml %5 HCl'de çözülür. Kaynama noktasına kadar ısıtılır (90 °C). 10 ml %10'luk amonyum oksalat ilave edilr. %10'luk amonyak çözeltisiyle nötralleştirilir (turnusol kağıdı ile kontrol edilerek). Daha sonra amonyak çözeltisinden 1 ml daha konur, karışım su banyosunda 1 saat kadar ısıtılır, oda ısısına kadar soğutulup oluşan çökelek süzülür. Çökelek su ile birkaç defa yıkanır (yıkama işlemi klorür iyonlarını ortamdan uzaklaştırmak için yapılır). Böylelikle saf Kalsiyum oksalat elde edilmiş olur. Bu çökelti 15 ml su ile süspansiyon yapılır. 50 ml dilüe H₂SO₄ konur, kalsiyum oksalattan ibaret çökelti süzülür. 0.1 N KMnO₄ ile pembe renge kadar 70 °C'da titre edilir.

1 ml 0.1 N KMnO₄ 10.911 mg kalsiyum laktata eşdeğerdir.

Reaksiyon Denklemi:

$$CaCl_2 + \frac{COONH_4}{COONH_4} \longrightarrow \frac{COO}{COO}Ca \downarrow + 2 NH_4Cl$$

$$COO_{COO}$$
Ca + H_2SO_4 \longrightarrow $COOH$ + $CaSO_4$

Toplu reaksiyon:

$$5 (COOH)_2 + 2 KMnO_4 + 3 H_2SO_4 \longrightarrow K_2SO_4 + 2 MnSO_4 + 10 CO_2 + 8 H_2O$$

0.1N Potasyum Permanganat Çözeltisinin Hazırlanması:

(KMnO₄'ın M.A.: 158.04) 3.3g KMnO₄'ün 1lt sudaki çözeltisi kaynamaya yakın bir sıcaklıkta 1 saat tutularak yabancı organik maddelerin

parçalanması sağlanır. İyice soğuduktan sonra özel bir şekilde temizlenmiş amyant veya cam pamuğundan süzülür (ideal şekil, süzmeden önce çözeltinin iki gün bekletilmesidir). Hazırlanan çözelti cam kapaklı ve renkli şişelerde ısı ve ışıktan uzak saklanmalı, çözeltinin ayarı kullanılmadan önce yapılmalıdır.

Permanganat Çözeltisinin Ayarlanması:

110 °C da sabit ağırlığa getirilmiş sodyum oksalattan 200 mg tam tartım alınır, 250 ml suda çözülür ve 7 ml sülfürik asit ilave edilir. Karışım 70 °C ye ısıtılır ve titrasyon sırasında bu ısının düşmemesine dikkat edilir. Permanganat çözeltisi sabit pembe renk elde edilene kadar titre edilir.

Faktör hesabı aşağıdaki eşitlik kullanılarak yapılır.

 $1\ ml\ 0.1\ N\ KMnO_4$ çözeltisi, $6.700\ mg\ saf\ sodyum\ oksalata$ ekivalandır.

Ayarlamada kullanılabilecek primer standart maddeler: sodyum oksalat ($Na_2C_2O_4$), arsentrioksit (As_2O_3), potasyum iyodür (KI).