
Ćwiczenie: Bromianometryczne oznaczenie zawartości chlorowodorku chininy w substancji

Oznaczenie chlorowodorku chininy jest przykładem bromianometrycznego oznaczenia związków organicznych zawierających wiązanie podwójne, które ulega reakcji bromowania na zasadzie addycji. Źródłem wolnego bromu jest mieszanina mianowanego roztworu bromianu(V) potasu i nadmiaru bromku potasu. Miareczkowanie wykonuje się w obecności czerwieni metylowej jako wskaźnika, który odbarwia się pod wpływem nadmiaru bromu. Nadmiar bromu niezużytego na bromowanie grupy winylowej chininy reaguje z jodkiem potasu. W wyniku tej reakcji wydziela się wolny jod, który odmiareczkowujemy mianowanym roztworem tiosiarczynu(VI) sodu.

Odczynniki:

- mianowany roztwór KBrO_3
- mianowany roztwór $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
- KBr cz.d.a. – substancja stała
- 2% roztwór KI
- 10 % HCl
- roztwór czerwieni metylowej
- 1 % roztwór skrobi

Wykonanie:

1. Odważyć dokładnie około 0,3 g substancji (nie więcej niż 0,3 g), przenieść ilościowo do kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem i rozpuścić w 20 mL wody.
2. Dodać 0,5 g bromku potasu, 10 mL 10% kwasu solnego oraz 0.1 mL (4 krople) roztworu czerwieni metylowej, całość dokładnie wymieszać.
3. Biuretę napełnić mianowanym roztworem bromianu (V) potasu i miareczkować próbkę do zmiany zabarwienia wskaźnika.

4. Dodać 25 mL roztworu jodku potasu i 100 mL wody, kolbę zamknąć, zawartość starannie wymieszać i odstawić w ciemne miejsce na ok. 5 minut.
5. Napełnić biuretę mianowanym roztworem tiosiarczanu (VI) sodu.
6. Wydzielony jod odmiareczkować mianowanym roztworem $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ wobec skrobi jako wskaźnika, dodanej w ilości 1 mL pod koniec miareczkowania.
7. Oznaczenie wykonać dwukrotnie.
8. Obliczyć procentową zawartość chlorowodoru chininy w badanej próbce.