

WOLTAMPEROMETRIA

Oznaczanie zawartości cynku w preparacie farmaceutycznym

Ćwiczenie polega na oznaczeniu zawartości cynku w otrzymanej do analizy tabletkie poprzez wyekstrahowanie i ilościowe przeprowadzenie jonów do roztworu 0,02M kwasu solnego. Oznaczenie zawartości (najpierw stężenia) dokonuje się woltamperometrycznie techniką LSV metodą dwukrotnego dodatku wzorca.

Aparatura:

1. analizator woltamperometryczny M161 ze statywem elektrod M164, mtm-anco ; oprogramowanie : EALab2.0
2. elektroda pracująca : rtęciowa HMDE lub z węgla szklanego, $\varphi = 4\text{mm}$
3. elektroda odniesienia : Ag/AgCl /4MKCl; elektroda pomocnicza : drut platynowy $\Phi = 1\text{mm}$, l = 20mm

Odczynniki: 1. roztwór wzorcowy depolaryzatora (cynk) o stężeniu $c = 10 \text{ mmol/l}$ 2. bufor amonowy (NH_4OH 1 mol/l , NH_4Cl 1 mol/l) 3. 10% Na_2SO_3 3. 0,1 % roztwór Tritonu X-100 4.roztwór HCl o stężeniu 0,02mol/l.

Szkló i sprzęt laboratoryjny: naczynka do pomiarów woltamperometrycznych, kolby stożkowe 100 ml, kolby miarowe 50 ml, pipeta automatyczna 50 μl i 100 μl , pipeta wielomiarowa 10 ml, pipeta wielomiarowa 5 ml, pipeta pełna 50ml , pipeta pełna 5 ml, lejek do sączenia osadów, naczynko wagowe, statyw, mieszadło magnetyczne, łapa do biuret, mufa, moździerz porcelanowy, szklana szpatułka, waga analityczna.

WYKONANIE ANALIZY

1. Przygotowanie próbek. Otrzymany preparat zważyć w naczynku wagowym na wadze analitycznej z dokładnością do 0,0001 g (tabletki ważyć pojedynczo), przenieść do moździerza porcelanowego i utrzeć na drobny proszek. Posługując się szklaną szpatułką przenieść preparat do naczynka wagowego i zważyć. Przenieść go do kolby stożkowej na 100ml (z szeroką szyjką , można nie używać lejka) i zważyć puste naczynko wagowe. Pipetą pełną odmierzyć 50,00ml roztworu ługującego (0,02mol/l HCl) do kolbki z proszkiem. Włożyć element mieszający, całość umieścić na mieszadle magnetycznym i ługować osad przez 30 minut, sprawdzając od czasu do czasu czy osad nie przykleja się do wewnętrznych ścianek kolbki – jeśli tak, to należy go połączyć z roztworem poprzez delikatne wstrząsanie. W trakcie ługowania (ekstrahowania) przygotować wstępnie w kolbce miarowej na 50 ml elektrolit podstawowy poprzez odmierzenie do niej 10ml buforu amonowego i 5ml roztworu Na_2SO_3 i uzupełnienie do kreski wodą demineralizowaną; kolbkę należy opisać.

Na statywie zamocować lejek do sączenia osadów i umieścić w nim sączek. Przesączyć roztwór do drugiej kolby stożkowej (z wąską szyjką). Lejek , sączek i kolbka muszą być suche; jeżeli nie są – należy je przepłukać małymi porcjami przesącza.

2. Analiza metodą dwukrotnego dodatku wzorca.

Do przygotowanego czystego i suchego naczynka voltamperometrycznego odmierzyć dokładnie 5,00ml elektrolitu podstawowego, 50 μ l Tritonu i 50 μ l przesącza. Dla wybranych parametrów pracy analizatora zarejestrować dwukrotnie sygnał analityczny w zakresie -1,7V do -0,3V (piki h_0). Następnie dodać do naczynka 50 μ l wzorcowego roztworu cynku i zarejestrować (w identycznych warunkach) dwukrotnie sygnał (piki h_{50}), i po dodaniu kolejnej 50 μ l porcji wzorca ponownie dwukrotnie rejestrację (piki h_{50+50}). Każdą parę pików poddać procedurze wygładzania i uśredniania, zapisać łącznie i przesłać do druku.

3. Wyniki

Obliczyć ułamek oznaczenia (masa tabletek po sproszkowaniu / masa tabletek otrzymanych do analizy).

Obliczyć stężenia roztworów cynku, otrzymywanych :

a) po dodaniu do naczynka z elektrolitem (5,0ml elektrolitu podstawowego + 50 μ l Tritonu + 50 μ l przesącza) pierwszej porcji 50 μ l roztworu wzorcowego ;

b) po dodaniu do tego roztworu drugiej porcji 50 μ l roztworu wzorcowego – a więc razem 100 μ l wzorca ,

i zapisać na na otrzymanym wydruku sprawozdania. Następnie należy zmierzyć wysokości poszczególnych pików prądowych (odpowiednio: h_0 , h_{50} , h_{50+50}) i zapisać. Otrzymane dane nanieść, po wyskalowaniu, na układ współrzędnych funkcji : $h = f(C)$ sprawozdania.

←

3.1. Graficzna interpretacja metody dwukrotnego dodatku wzorca.

Graficzna interpretacja metody dwukrotnego dodatku wzorca polega na sporządzeniu wykresu funkcji $h = f(c)$. Na podstawie otrzymanych wartości h – gdzie dla wartości piku h_0 przyjąć należy stężenie $c = 0$ (pik otrzymany dla pierwszego roztworu, zawierającego 50 μ l badanego przesącza) oraz stężeń cynku w naczynku obliczonych dla dodanych 50 μ l i 100 μ l roztworów wzorcowych, naniesionych na zamieszczony w arkuszu sprawozdania układ współrzędnych, po wykreśleniu linii prostej przechodzącej przez te punkty – z jej przecięcia się z osią „c” odczytuje się wartość stężenia analizowanego roztworu (znak „-” należy pominąć).

←

4. Obliczenia końcowe

←

Na podstawie otrzymanego stężenia jonów cynku (w naczynku), masy molowej cynku (65,38) , objętości roztworów : analizowanego bezpośrednio – 5,1ml; ekstrakcyjnego – 50,0ml, współmierności i mnożnika oznaczenia należy obliczyć zawartość cynku w otrzymanym do analizy preparacie – w przeliczeniu na jedną tabletkę.