



Ćwiczenie nr 1

Spektrofotometryczne oznaczanie antypiryny w zakresie VIS

M.m $C_{11}H_{12}N_2O = 188,23$

2,3-Dimetyl-1-fenyl-3-pirazolin-5-on; Syn.: fenazon

Aparatura: Spektrofotometr Jenway 7305 UV/VIS

Odczynniki: roztwór wzorcowy antypiryny 0,100g/100ml, roztwór azotanu (III) sodu 1,0g/100ml, roztwór 1,6% kwasu siarkowego

Sprzęt laboratoryjny: pipety automatyczne 1-5ml, 200-1000 μ l, kolby miarowe 50ml

Przygotowanie roztworu wzorcowego: odważyć na wadze analitycznej 100mg antypiryny. Przenieść ilościowo do kolby miarowej poj. 100ml, dodać ok. 50ml wody i po rozpuszczeniu substancji uzupełnić wodą do kreski.

Wykonanie oznaczenia:

- Do 5 kolb miarowych o poj. 50,0ml odmierzyć kolejno 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00 ml roztworu wzorcowego antypiryny oraz dodać do każdej kolby po 1ml roztworu 1,6% H_2SO_4 i 1ml r-ru $NaNO_2$. Kolby uzupełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać.
- Po upływie 10 minut od chwili zmieszania składników mierzyć absorbancję przy $\lambda=400nm$ względem odnośnika (woda destylowana) w kuwetach o $l=1,0cm$. Każdy pomiar powtórzyć 3 razy.
- Wyniki pomiarów przedstawić w tabeli:

L.p.	Stężenie [mg/ml]	l [cm]	A_1	A_2	A_3	$\bar{A}$
1						
2						
3						
4						
5						

- Sporządzić zależność $A=f(c)$ na papierze milimetrowym.
- Wykonać analizę otrzymanej próbki i podać stężenie antypiryny. Wynik zaznaczyć na wykresie krzywej wzorcowej.
- Po podaniu przez asystenta prawidłowego wyniku analizy, obliczamy:
 - błąd bezwzględny $\Delta x = X - x_0$, gdzie X – wartość otrzymana; x_0 - wartość rzeczywista
 - błąd względny w procentach $\delta x = 100|\Delta x|/|x_0|$

Wyniki pomiarów próbki: $A_{1,2,3}, \bar{A} = \dots\dots\dots c = \dots\dots\dots$;
 $\Delta x = \dots\dots\dots$; $\delta x = \dots\dots\dots$