

ĆWICZENIE 1.2

Oznaczanie zawartości jonów wapniowych w wybranych preparatach farmaceutycznych

<i>Aparatura:</i>	Laboratoryjny przyrząd wielofunkcyjny CX-601 Jonoselektywna elektroda wapniowa Elektroda kalomelowa (NEK) Mieszadło magnetyczne, uchwyt na elektrody
<i>Materiały:</i>	kolby miarowe, pipety, zlewki PMP
<i>Roztwory:</i>	0,1000 M CaCl_2 (roztwór podstawowy, przygotowany <i>ex tempore</i>), regulator siły jonowej ISA (2M KCl) <i>Calcium chloride 1g/10ml, roztwór do iniekcji</i>

Cz. I. Kalibracja elektrody jonoselektywnej.

Przygotowanie układu pomiarowego

Elektrodę jonoselektywną i elektrodę kalomelową (NEK) należy umocować w uchwycie, a następnie podłączyć je do urządzenia laboratoryjnego. Obie elektrody muszą znajdować się w roztworach kondycjonujących do czasu pomiaru. Elektrodę wapniową należy umieścić, na minimum 30 min, w roztworze kondycjonującym (CaCl_2 o stężeniu 10^{-5} mol/l). Natomiast elektroda kalomelowa ma pozostać w nasyconym roztworze KCl.

Do urządzenia podłączyć zasilacz i czujnik temperatury. Zasilacz podłączyć do sieci. Po włączeniu urządzenia przyciskiem **ON**, należy nacisnąć klawisz **OPCJE**. Z ekranu opcji, z zakładki **FUNKCJE** należy wybrać **pX**, **mV**, **temperatura** oraz **pomiar**

ustalony. Następnie należy nacisnąć **POWRÓT**. Poprzez wybranie klawisza  z górnego pola, można przejść do okna **PARAMETRY POMIARU pX**. W zakładce **OGÓLNE** należy wybrać **rozdzielczość Wysoka**, **nr elektrody**, **jednostkę mol/l**. Następnie należy nacisnąć **POWRÓT**. Z menu głównego należy wybrać zakładkę **Kalibracja** i uzupełnić dane kalibracyjne (jon, punkty kalibracji). Do programu urządzenia należy wprowadzić wartości stężeń roztworów kalibracyjnych (Ca^{2+}) 10^{-5} ; 10^{-4} ; 10^{-3} ; 10^{-2} ; 10^{-1} mol/l.) i nacisnąć klawisz **POWRÓT**.

Przygotowanie roztworu podstawowego (0,1000 M CaCl_2)

Nawagę 1,4702 g $\text{CaCl}_2 \times 2\text{H}_2\text{O}$ należy przenieść ilościowo do kolby miarowej o pojemności 100 ml. Po rozpuszczeniu substancji, dodać pipetą pełną 5 ml regulatora siły jonowej ISA, a następnie roztwór dopełnić do kreski miarowej wodą demineralizowaną.

Przygotowanie roztworów wzorcowych

Roztwory kalibracyjne wykonywać jako rozcieńczenia z roztworu podstawowego o stężeniu 0,1000 mol/l CaCl_2 w kolbach miarowych o pojemności 100 ml. Do przygotowania pierwszego roztworu kalibracyjnego należy pobrać pipetą pełną 10 ml roztworu podstawowego 0,1000 mol/l CaCl_2 i przenieść do kolby miarowej o pojemności 100 ml, dodać 5 ml regulatora siły jonowej ISA i dopełnić do kreski miarowej wodą demineralizowaną, wymieszać. Zachowując tę zasadę przygotować

kolejne rozcieńczenia do kalibracji - w sumie 5 roztworów kalibracyjnych w zakresie od 10^{-1} do 10^{-5} mol/l. Przygotowane roztwory kalibracyjne oznakować.

Przeprowadzanie kalibracji

Kalibrację należy przeprowadzić rozpoczynając od niskich wartości stężeń jonów wapniowych w stronę wyższych stężeń.

Pomiary należy wykonywać w zlewkach PMP przy takim samym stopniu mieszania.

Pomiędzy roztworami wzorcowymi należy dokładnie opłukać elektrody wodą demineralizowaną. UWAGA! Podczas osuszania elektrody wapniowej nie należy dotykać polimerowej membrany elektrodowej, ponieważ może nastąpić uszkodzenie elektrody.

Poziom mierzonej próbki musi być zawsze poniżej (min. 2 cm) poziomu wewnętrznego elektrolitu w elektrodzie referencyjnej.

Elektroda wapniowa nie może być zanurzana ponad czarny gumowy pierścień.

Sprawozdanie:

1. *Wyniki pomiarów należy zapisać w tabeli 1.*
2. *Narysować charakterystykę elektrody wapniowej ($E = f(pCa)$) oraz wyznaczyć równanie funkcji i podać wartość nachylenia charakterystyki.*

Cz. II. Oznaczenie zawartości jonów wapniowych w roztworze do iniekcji Calcium chloride 1g/10ml za pomocą jonoselektywnej elektrody wapniowej

Po naciśnięciu klawisza  należy przejść do okna **PARAMETRY POMIARU** i wybrać jednostkę **g/l**. Następnie należy wrócić do okna pomiarowego naciskając klawisz **POWRÓT**.

Przygotowanie roztworu do pomiarów: Należy pobrać 1 ml preparatu (*Calcium chloride 1g/10ml, roztwór do iniekcji*) do kolby miarowej o pojemności 100 ml, dodać 5ml roztworu ISA, uzupełnić do kreski miarowej wodą demineralizowaną, wymieszać dokładnie i przelać do zlewki PMP. Następnie w zlewce umieścić mieszadełko magnetyczne, uruchomić mieszadło magnetyczne oraz zanurzyć elektrody. Odczytać wartość stężenia po ustabilizowaniu się wyniku. Należy powtórzyć pomiar jeszcze dwukrotnie przygotowując roztwory w ten sam sposób.

Sprawozdanie:

1. *Wyniki pomiarów należy zapisać w tabeli 2.*
2. *Należy obliczyć stężenie dwuwodnego chlorku wapnia w preparacie Calcium chloride oraz sformułować wniosek.*