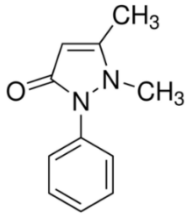


Ćwiczenie nr 1

Spektrofotometryczne oznaczanie antypiryny w zakresie UV



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

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

Aparatura: Spektrofotometr Perkin Elmer Lambda 20

Odczynniki: Roztwór wzorcowy antypiryny 0,040g/50ml

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

Przygotowanie roztworu wzorcowego: odważyć na wadze analitycznej 40mg antypiryny. Przenieść ilościowo do kolby miarowej poj. 50,0ml, dodać ok. 25ml wody i po rozpuszczeniu substancji uzupełnić wodą do kreski.

Wykonanie oznaczenia:

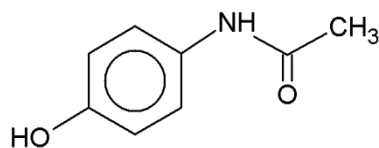
1. Do 3 kolb miarowych o poj. 50,0ml odmierzyć kolejno 0,50; 1,00; 1,50ml roztworu wzorcowego antypiryny, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać.
2. Wykreślić krzywe absorpcji dla wszystkich przygotowanych roztworów wobec odnośnika – wody destylowanej.
3. Znaleźć analityczną długość fali ($\lambda_{analit.}$). Odczytać A przy $\lambda_{analit.}$
4. Obliczyć molowy współczynnik absorpcji ϵ przy $\lambda_{analit.}$ dla każdego wzorca.
5. Wyniki pomiarów przedstawić w tabeli:

| L.p. | Stężenie [mol/dm ³] | λ_{analit} | A | ϵ [dm ³ ·mol ⁻¹ ·cm ⁻¹] | $\bar{\epsilon}$ [dm ³ ·mol ⁻¹ ·cm ⁻¹] |
|------|---------------------------------|--------------------|---|--|--|
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |

6. Podać stężenie antypiryny w mol/l w próbce wydanej przez prowadzącego ćwiczenia, wyliczone metodą algebraiczną korzystając z prawa Lamberta-Beera.

Wynik oznaczenia: A=..... c=.....

Oznaczanie zawartości paracetamolu w tabletkach na podstawie Farmakopei Polskiej VI



N-(4-hydroksyfenylo)acetamid

Aparatura: Spektrofotometr Perkin-Elmer, typ Lambda 20

Preparat badany:
deklarowana zawartość substancji czynnej ok. 0,500g

Wykonanie oznaczenia :

1. Trzy tabletki zważyć i utrzeć w moździerzu.
Obliczyć średnią masę tabletki (M_t).
2. W naczyniu wagowym odważyć taką próbkę (M_p), która zawiera ok. 0,100g substancji czynnej (zgodnie z deklaracją producenta) i ilościowo przenieść do kolbki miarowej poj. 100 ml.
3. Dodać ok. 15 ml HCL o $c=0,1$ mol/l i wytrząsać przez 10min. Uzupełnić zawartość kolbki do kreski roztworem HCL o $c=0,1$ mol/l (**Roztwór I**).
4. Przesączyć ok. 5 ml **Roztworu I**, pobrać 1,0 ml przesącza i uzupełnić w kolbie miarowej 100 ml roztworem HCL o $c=0,1$ mol/l (**Roztwór II**).
5. Wykreślić widmo w zakresie 210 – 320 nm, określić $\lambda_{\text{analit.}}$ i odczytać absorbancję (A) **Roztworu II** przy $\lambda_{\text{analit.}}$.
6. Uzupełnić tabelę i obliczyć zawartość paracetamolu [g] w przeliczeniu na średnią masę jednej tabletki otrzymanego preparatu.

| $\lambda_{\text{analit.}}$ | l [cm] | A | M_t [g] | M_p [g] | $a_{1\text{cm}}^{1\%} = \frac{A}{c \cdot l}$ |
|----------------------------|----------|-----|-----------|-----------|--|
| | | | | | 668 |

Wynik analizy: