

# Polarografia II

## Aparatura:

1. polarograf OH-105
2. woltomierz cyfrowy V-540
3. NEK
4. KER kapilara  $l = 10,5$  cm, wysokość słupa rtęci  $h = 54$  cm

## Odczynniki:

1. roztwory wzorcowe depolaryzatorów o stężeniu  $c = 10 \frac{mmol}{l}$
2. bufor amonowy ( $NH_4OH$   $1 \frac{mol}{l}$ ,  $NH_4Cl$   $1 \frac{mol}{l}$ )
3. 10%  $Na_2SO_3$
4. 0,1 % roztwór Tritonu X-100

## Sprzęt:

- pipety, kolby miarowe, naczynka polarograficzne, tryskawka

## 1 Oznaczanie ilościowe metodą dodatku wzorca

### Wykonanie:

Otrzymaną w kolbie miarowej próbkę depolaryzatora przygotować przez dodanie elektrolitu podstawowego postępując, jak w części 1 ćwiczenia **Polarografia I**.

Do czystego i suchego naczynka polarograficznego odpipetować 5,00 ml analizowanego roztworu. Kroplową elektrodę rtęciową oraz klucz elektrolityczny opłukać wodą destylowaną i delikatnie osuszyć ligniną a następnie zanurzyć w naczynku polarograficznym z analiowanym roztworem. Ustawić położenie prądu szczytkowego i dobrać czułość polarografu tak, aby wysokość fali polarograficznej przypadła na około 35% szerokości papieru rejestracyjnego (parametry dobierane empirycznie). Zarejestrować polarogram. Następnie do naczynka polarograficznego dodać 1,00 ml roztworu wzorcowego odpowiedniego depolaryzatora. Zawartość naczynka dokładnie wymieszać strumieniem argonu (czas mieszania około 1 minuty). **Nie zmieniać parametrów pracy polarografu.** Zarejestrować falę polarograficzną dla roztworu „z dodatkiem wzorca”. Wyznaczyć wysokości odpowiednich fal polarograficznych. Stężenie depolaryzatora obliczyć według wzoru:

$$C_x = \frac{h \cdot V_{wz} \cdot C_{wz}}{\Delta h \cdot (V_0 + V_{wz}) + h \cdot V_{wz}} \quad (1)$$

gdzie:

$h$  – wysokość fali polarograficznej dla roztworu o nieznanym stężeniu

$h_1$  – wysokość fali polarograficznej dla roztworu po dodaniu roztworu wzorcowego

$\Delta h = h_1 - h$

$V_0$  – objętość początkowa roztworu

$V_{wz}$  – objętość dodanego wzorca

$C_{wz}$  – stężenie roztworu wzorcowego

## 2 Oznaczanie zawartości cynku w preparacie farmaceutycznym (postać preparatu - tabletki)

### Aparatura

- jak w części 1 ćwiczenia

### Odczynniki

- jak w części 1 ćwiczenia
- preparat farmaceutyczny
- 0,1M HCl

### Szkło i sprzęt laboratoryjny:

kolba stożkowa 200 ml, kolba miarowa 100 ml, kolba miarowa 50 ml, pipeta wielomiarowa 10 ml, pipeta pełna 20 ml, pipeta wielomiarowa 5 ml, pipeta pełna 10 ml, pipeta pełna 1 ml, lejek do sączenia osadów, lejek plastikowy, naczynie wagowe, statyw, mieszadło magnetyczne, łąpa do biuret, mufa, waga, moździerz porcelanowy, szklana szpatułka.

### Wykonanie

Otrzymany preparat zważyć w naczyniu wagowym na wadze technicznej z dokładnością do 0,001 g, przenieść do moździerza porcelanowego i utrzeć na drobny proszek. Posługując się szklaną szpatułką przenieść preparat do naczynka wagowego i zważyć. Przenieść przez lejek plastikowy do kolby stożkowej i zważyć puste naczynie wagowe.

W kolbie miarowej o pojemności 100 ml przygotować roztwór ługujący dozując do niej 20 ml 0,1 M  $HCl$  (pipeta 20 ml), uzupełniając wodą destylowaną do objętości nominalnej i mieszając.

Przebrać przez lejek plastikowy roztwór ługujący do kolby stożkowej. Włożyć do kolby stożkowej element mieszający i całość umieścić na mieszadle magnetycznym. Ługować osad przez 30 minut.

Na statywie zamocować lejek do sączenia osadów i umieścić w nim sączonek. Przesączyć roztwór z kolby stożkowej do kolby miarowej 100 ml (**Nie uzupełniać wodą!**).

## 2.1 Oznaczanie cynku metodą dodatku wzorca

Pobrać pipetą pełną 10 ml przesączone i przenieść do kolby miarowej o pojemności 50 ml. Dodać 10 ml buforu amonowego i 5 ml roztworu  $Na_2SO_3$ , dodać wodę destylowaną, 1 ml tritonu i uzupełnić wodą destylowaną do objętości nominalnej. Dokładnie wymieszać. Do czystego i suchego naczynka polarograficznego przenieść pipetą pełną 5,0 ml roztworu. Zarejestrować polarogram w trybie polarografii klasycznej w zakresie od - 0,8 V do - 1,8 V. Następnie dodać 1,0 ml roztworu wzorcowego cynku ( $10 \frac{mmol}{l}$ ), wymieszać roztwór mieszadłem gazowym i ponownie zarejestrować polarogram. Oznaczyć stężenie cynku w kolbce korzystając ze wzoru (1) Wyliczyć zawartość cynku w tabletkce otrzymanego preparatu farmaceutycznego pamiętając, że:

$$n_{Zn} = c_{Zn} \cdot V_{kolbki} \quad (2)$$

$$n_{Zn}^c = n_{Zn} \cdot W \quad (3)$$

$$m_{Zn} = n_{Zn}^c \cdot M_{Zn} \quad (4)$$

$$u = \frac{m_p}{m_t} \quad (5)$$

$$m_{Znt} = \frac{m_{Zn}}{u} \quad (6)$$

gdzie:  $n_{Zn}$  – liczba moli cynku w kolbce 50 ml,  $n_{Zn}^c$  – całkowita liczba moli cynku przeprowadzona z otrzymanego preparatu do roztworu,  $u$  – ułamek próbki oznaczanej,  $m_p$  – masa preparatu przeniesionego do kolby stożkowej,  $m_t$  – masa tabletki,  $m_{Znt}$  – masa cynku w tabletkce preparatu,  $M_{Zn} = 65,38 \frac{g}{mol}$

## 2.2 Oznaczanie cynku metodą fortyfikacji („wzmocnienia wzorcem”)

### 2.2.1 Oznaczanie z wykorzystaniem polarogramów klasycznych

Do dwóch kolbek miarowych o pojemności 50 ml pobrać po 10 ml przesączone (pipetą pełną), dodać po 10 ml buforu amonowego i po 5 ml roztworu  $Na_2SO_3$ . Do pierwszej dodać wodę destylowaną, 1 ml tritonu i uzupełnić wodą destylowaną do objętości nominalnej a do drugiej kolbki miarowej dodać 1,00 ml (pipetą pełną) 10 mM roztworu  $Zn^{+2}$ ,

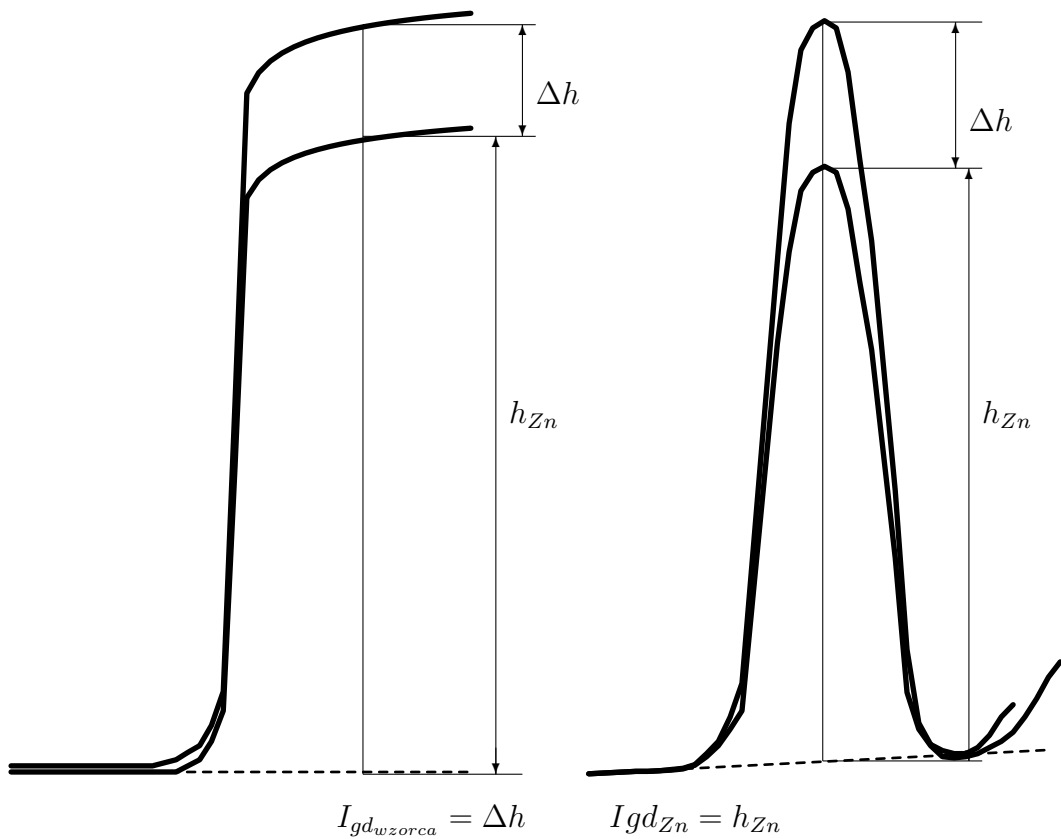
wodę destylowaną, roztwór tritonu i wodę destylowaną do objętości nominalnej. Roztwory dokładnie wymieszać. Zarejestrować polarogramy w trybie polarografii klasycznej dla obydwu roztworów. Wyznaczyć stężenie cynku w kolbce metodą fortyfikacji (wzmocnienia roztworem wzorcowym). Obliczyć zawartość cynku w tabletkce otrzymanego preparatu.

### 2.2.2 Oznaczenie z wykorzystaniem polarogramów rejestrowanych w trybie „pochodnej”

Do dwóch kolbek miarowych o pojemności 50 ml pobrać po 10 ml przesączu (pipetą pełną), dodać po 10 ml buforu amonowego i po 5 ml roztworu  $Na_2SO_3$ . Do pierwszej dodać wodę destylowaną, 1 ml tritonu i uzupełnić wodą destylowaną do objętości nominalnej a do drugiej kolbki miarowej dodać 1,00 ml (pipetą pełną) 10 mM roztworu  $Zn^{+2}$ , wodę destylowaną, roztwór tritonu i wodę destylowaną do objętości nominalnej. Roztwory dokładnie wymieszać. Zarejestrować polarogramy w trybie rejestrowania pochodnej fali polarograficznej dla obydwu roztworów. Wyznaczyć stężenie cynku w kolbce metodą fortyfikacji (wzmocnienia roztworem wzorcowym). Obliczyć zawartość cynku w tabletkce otrzymanego preparatu.

Wyniki oznaczenia ze stosownymi obliczeniami umieścić w sprawozdaniu i porównać z otrzymanymi w grupie. Dołączyć zestawienie tabelaryczne.

Typ oznaczenia	Nr oznaczenia	Wynik oznaczenia [g] w przeliczeniu na 1 tabletkę
Oznaczanie cynku metodą dodatku wzorca	1	
	2	
	...	
	wartość średnia	
Oznaczanie cynku metodą fortyfikacji z polarogramu klasycznego	1	
	2	
	...	
	wartość średnia	
Oznaczanie cynku metodą fortyfikacji z polarogramów otrzymanych w trybie pochodnej fali polarograficznej	1	
	2	
	...	
	wartość średnia	



$$I_{gd} = k \cdot c \Rightarrow k = \frac{I_{gd}}{c}$$

$$c_{wzorca} = \frac{0,010 \frac{mol}{l} \cdot V_{wzorca}}{V_{kolbki}}$$

$$k = \frac{\Delta h}{c_{wzorca}} \qquad k = \frac{h_{Zn}}{c_{Zn}}$$

$$\frac{\Delta h}{c_{wzorca}} = \frac{h_{Zn}}{c_{Zn}}$$

$$c_{Zn} = \frac{c_{wzorca} \cdot h_{Zn}}{\Delta h}$$

$$n_{Zn} = c_{Zn} \cdot V_{kolbki}$$

$$n_{Zn}^c = n_{Zn} \cdot W$$

$$m_{Zn} = n_{Zn}^c \cdot M_{Zn}$$

$$u = \frac{m_p}{m_t}$$

$$m_{Zn_t} = \frac{m_{Zn}}{u}$$

Oznaczenia jak na wykresie powyżej oraz w równaniach (2)÷ (6) ćwiczenia 2.1.

**Uwaga!** Tok postępowania analitycznego składa się z szeregu etapów. Jednym z etapów jest rozdrobnienie preparatu (roztarcie w moździerzu porcelanowym) i tu pojawia się konieczność wprowadzenia parametru „**u**” (ułamek próbki oznaczanej) który określa jaką część próbki laboratoryjnej poddana została dalszym czynnościom toku postępowania analitycznego, aby możliwe było uwzględnienie w końcowych obliczeniach „poprawki na straty”.

Preparat w postaci proszku „ługowany” był roztworem kwasu solnego, a następnie zbierano przesącz zawierający uwolnione z osadu jony  $Zn^{+2}$ . Do oznaczeń polarograficznych z przesączu pobrano próbkę analityczną o objętości 10,0 ml która stanowi jedynie część roztworu użytego do uwolnienia z osadu jonów  $Zn^{+2}$ . Wprowadzenie parametru „**W**” określającego ile razy próbka analityczna (objętość roztworu pobrana do oznaczeń polarograficznych) jest mniejsza od objętości roztworu użytego do „ługowania”, pozwala obliczyć ilość moli uwolnionego do roztworu cynku oraz jego masę.