

Oznaczanie N-acetylo-4-aminofenolu (paracetamolu) za pomocą woltamperometrii cyklicznej

Metoda: Woltamperometria cykliczna

Cel ćwiczenia: Celem ćwiczenia jest wyznaczenie krzywej kalibracyjnej dla N-acetylo-4-aminofenolu za pomocą woltamperometrii cyklicznej oraz określenie jego zawartości w zadaniu.

Odczynniki

- N-acetylo-4-aminofenol (paracetamol)
- Bufor cytrynianowy

Aparatura i sprzęt laboratoryjny

- Instrument AUTOLAB lub EDAQ (galwanostat, potencjostat, rejestrator)
- Naczynko pomiarowe – 2 szt.
- Elektroda pracująca o stałej powierzchni platynowa – 1 szt.
- Elektroda pracująca o stałej powierzchni glassy carbon – 1 szt.
- Elektroda referencyjna kalomelowa – 1 szt.
- Elektroda pomocnicza platynowa – 1 szt.
- Kolba miarowa 50 cm³ – 8 szt.
- Pipeta wielomiarowa o pojemności 5 ml – 2 szt.

Sposób wykonania:

1. Sporządzić roztwór podstawowy poprzez naważenie N-acetylo-4-aminofenolu (odpowiadająca stężeniu 0.05 M), który należy umieścić w kolbie o pojemności 50 cm³ i uzupełnić buforem cytrynianowym do kreski.
2. Sporządzić serię roztworów w kolbkach o pojemności 50 cm³ poprzez odpipetowanie 5, 10, 15, 20 i 25 cm³ roztworu podstawowego (obliczyć stężenia) o stężeniu 0.05 M i uzupełnienie buforem do kreski.
3. Do naczynka pomiarowego pobrać dokładnie 10 cm³ oznaczanego roztworu. Przygotować naczynko pomiarowe umieszczając w nim wybraną elektrodę pracującą, elektrodę odniesienia oraz elektrodę pomocniczą (druć platynowy). Elektrody w naczynku pomiarowym powinny być umieszczone stabilnie, w taki sposób, aby możliwe było doprowadzenie wężyka z gazem obojętnym (argon). Elektrody podłączyć z krokodylkami: pracującą z zielonym (EDAQ) lub czerwonym (AUTOLAB), odniesienia z żółtym (EDAQ) lub niebieskim (AUTOLAB), elektrodę pomocniczą z czerwonym (EDAQ) lub czarnym (AUTOLAB). Do naczynka pomiarowego należy wprowadzić taką ilość roztworu elektrolitu podstawowego, aby końcówki wszystkich elektrod były zanurzone (ok. 20 - 30 cm³). Należy zwrócić uwagę na to, czy pokrywka stabilnie i ściśle przylega do dolnej części naczynka pomiarowego.
4. Uruchomić potencjostat/galwanostat zgodnie z instrukcją.
5. Pomiar wykonywać trzykrotnie przy prędkości skanowania wynoszącej odpowiednio $v = 100$ mV/s, potencjał startu 0 V do 1.1 V.
6. Zmierzyć w tych samych warunkach próbkę wydaną przez prowadzącego ćwiczenia.

Opracowanie wyników:

1. Z zarejestrowanych krzywych woltamperometrycznych należy odczytać natężenia prądu pików anodowych I_{pa} dla każdego z roztworów. Zestawić wyniki doświadczalne w tabeli.
2. Sporządzić wykres krzywej kalibracyjnej z zależności odczytanego natężenia prądu pików anodowego od stężenia substancji wzorcowej.
3. Z tak otrzymanej krzywej kalibracyjnej metodą najmniejszych kwadratów wyznaczyć nachylenie prostej i oszacować błędy parametrów a i b .
4. Wyliczyć stężenie N-acetylo-4-aminofenolu w próbce wydanej do analizy.

Literatura:

1. W. Szczepaniak „Metody instrumentalne w analizie chemicznej” PWN 1985-2005.
2. A. Cygański „Metody elektroanalityczne” WNT 1991.
3. P. W. Atkins „Chemia fizyczna” PWN 2003.
4. J. Minczewski, Z. Marczenko „Chemia Analityczna T3 Analiza Instrumentalna” PWN 1998.