

Določanje askorbinske kisline (C vitamin) z diferencialno pulzno polarografijo

Opis metode:

Diferencialna pulzna polarigrafija je elektrokemijska metoda, pri kateri uporabljamo Hg kapalno elektrodo, referenčno elektrodo in žičko, ki služi za razbremenitev referenčne elektrode. Je pomembna metoda za določevanje anorganskih in organskih spojin. S polarografijo določamo koncentracijo zvrsti (depolarizatorja) tako, da merimo limitni tok. Vodne raztopine vsebujejo kisik (cca $1 \cdot 10^{-3}$ mol/l). Kisik daje dva polarografska vala, zato ga moramo odstraniti. Navadno uvajamo čiste pline (N_2 , H_2 , Ar) ali pa ga reduciramo (npr. v alkalnem z $Na_2S_2O_3$).

Potek dela:

Umeritvena krivulja: V polarografsko celico odmerimo 1 ml acetatnega pufru, 8,8 ml deionizirane vode in 0,1 ml standardne raztopine askorbinske kisline (2 mg/ml). Prepihujemo z dušikom 5 min in posnamemo DP polarogram v območju od -0,5 do +1,0 V. Nato v celico dodamo še 3x po 0,1 ml standardne raztopine askorbinske kisline. Vsakič prepihujemo z dušikom 30 s in posnamemo DP polarogram.

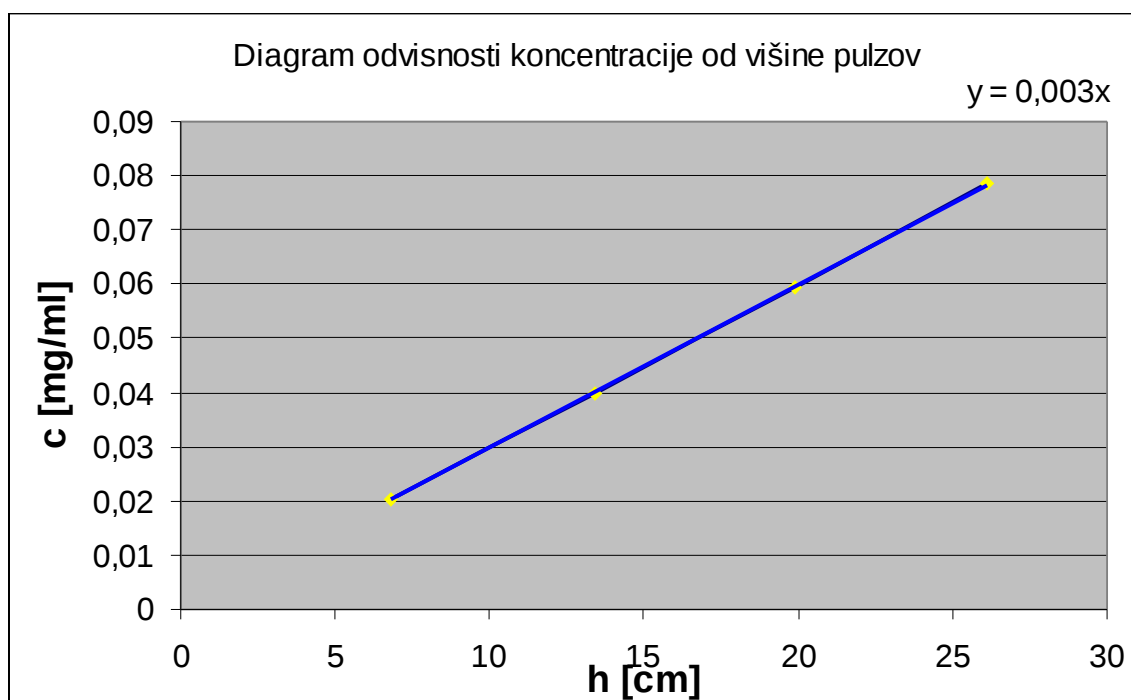
Vzorec Multivitamin: zatehtamo tableto, raztopimo v destilirani vodi, prenesemo v 50ml bučko in dopolnimo do oznake. Iz 50 ml bučke prenesemo 5 ml v 100 ml bučko, dodamo 10ml acetatnega pufru in razredčimo do oznake. Iz 100ml bučke prenesemo 10 ml v polarografsko celico, prepihujemo z dušikom 5 min in posnamemo DP polarogram.

Vzorec Cedevita: zatehtamo ~3g cedevite v 100 ml bučko, dodamo 10 ml acetatnega pufru in dopolnimo z destilirano vodo do oznake. V polarografsko celico prenesemo 10 ml vzorca, prepihujemo 5 min z dušikom in posnamemo DP polarogram.

Meritve in račun:

Umeritvena krivulja:

	c [mg/ml]	h[cm]
z 0,1ml standarda	0,0202	6,83
z 0,2ml standarda	0,0400	13,41
z 0,3ml standarda	0,0594	19,90
z 0,4ml standarda	0,0784	26,10



Vzorec Multivitamin:

Meritev	h [cm]
1	18,21
2	17,96
Povprečje	18,09

$$C_{(\text{vzorca})} = 0,003 \frac{\text{mg}}{\text{mL} \cdot \text{cm}} \cdot 18,09 \text{cm} = 0,0543 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$$

redčitev vzorca je 20x torej:

$$C_{(\text{v tableti})} = 0,0543 \frac{\text{mg}}{\text{mL}} \cdot 20 = 1,09 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$$

$$m_{(\text{C vitamina})} = C_{(\text{v tableti})} \cdot V_{(\text{bučke})} = 1,09 \frac{\text{mg}}{\text{mL}} \cdot 50 \text{mL} = 54,5 \text{mg} = 0,0545 \text{g}$$

$$m_{(\text{tablete})} = 4,5065 \text{g}$$

$$W_{(\text{C vitamina})} = \frac{m_{(\text{C vitamina})}}{m_{(\text{tablete})}} = \frac{0,0545 \text{g}}{4,5065 \text{g}} = 0,01209 = 1,209\%$$

$$\text{prava vrednost} = 1,333\%$$

$$\Delta w = p.v. - w_{(\text{C vitamina})} = 1,333\% - 1,209\% = 0,124\%$$

$$\frac{\Delta w}{w} = \frac{0,124\%}{1,333\%} = 0,093 = 9,3\%$$

p.v. = prava vrednost

Vzorec cedevite:

Meritev	h [cm]
1	17,16
2	16,61
Povprečje	16,89

$$C_{(\text{vzorca})} = 0,003 \frac{\text{mg}}{\text{mL} \cdot \text{cm}} \cdot 16,89 \text{cm} = 0,0507 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$$

$$m_{(\text{C vitamina})} = C_{(\text{vzorca})} \cdot V_{(\text{bučke})} = 0,0507 \frac{\text{mg}}{\text{mL}} \cdot 100 \text{mL} = 5,07 \text{mg} = 0,00507 \text{g}$$

$$m_{(\text{cedevite})} = 2,6816 \text{g}$$

$$W_{(\text{C vitamina})} = \frac{m_{(\text{C vitamina})}}{m_{(\text{tablete})}} = \frac{0,00507 \text{g}}{2,6816 \text{g}} = 0,00189 = 0,189\%$$

$$\text{prava vrednost} = 0,2\%$$

$$\Delta w = p.v. - w_{(\text{C vitamina})} = 0,2\% - 0,189\% = 0,011\%$$

$$\frac{\Delta w}{w} = \frac{0,011\%}{0,2\%} = 0,055 = 5,05\%$$

p.v. = prava vrednost

Rezultat:

V Multivitaminski tableti je 1,209(1+0,093)% C vitamina, v cedeviti pa 0,189(1+0,0505)% C vitamina.