

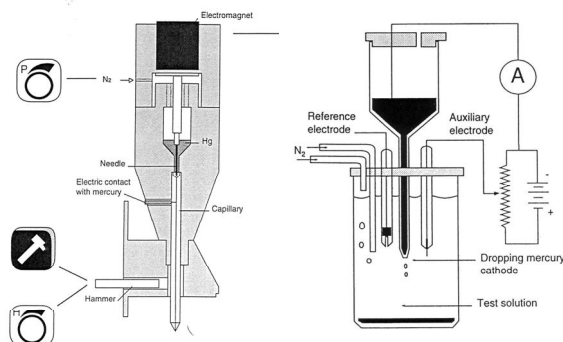
Nyomelemek meghatározása multivitamin tablettából TraceLab50 készülékkel

A mérés elve

A voltammetriás mérési módszerek közé tartozó polarográfia és ennek továbbfejlesztett változata a stripping analízis elvén az amalgámot képző fémionok gyorsan, nyomelemnyi mennyiségben meghatározhatók. A mérés első lépésében az oldatot elektrolizálva a fémionok – megfelelő polarítás mellett - egy csepp higanyon leválnak és a higanyban amalgámként „feloldódnak”. Rövid kondicionálási idő elteltével a polaritást megfordítjuk és finom lépésekben növeljük a feszültséget. Ennek hatására a fémionok adott potenciálon leválnak. Eközben az áramerősséget is mérve a kromatogramokhoz hasonló görbét kapunk. A görbe alatti terület (csúcsmagasság) a vizsgált minta koncentrációjával arányos, a maximum helyéből pedig a minta minőségére következtethetünk. Egyidejűleg, egymás mellett 3-4 fémion határozható meg.

A TraceLab50 felépítése

A készülék két fő egységből és egy Windows alatt futó kiértékelő szoftverből áll. A vezérlő egysége neve: POL150. Programozását szoftveresen végezzük. A második egység az MDE150 polarográfias állvány.



Ez tartalmaz egy nitrogén atmoszféra alatt tartott higanytartályt, melyből „kalapács-ütésre” higanycseppeket préselünk ki egy 70 µm átmérőjű üveg kapillárisból. A mintatartó edénybe ez a higany-kapilláris nyúlik be egy referencia és egy munkaelektroddal együtt. A mintát az elektrolízis ideje alatt mágneses keverővel homogenizáljuk, valamint nitrogénnel kihajítjuk a zavaró levegőt valamint a mérés alatt (is) a mintateret nitrogén atmoszféra alatt tartjuk.

A mérés paramétereit a MULTIVIT-file-ban már előzőleg tároltuk. Ekkor beállításra került (többek között)

- Purge time = nitrogén átburkolatása a mintán (a zavaró oldott gázok kihajtására)
- Elektrolízis ideje
- A visszaoldás (Scan) feszültség tartománya (-1400 – 0 mV), a pásztázás sebessége

A mérés menete

Egy tablettát ioncserélt vízben feloldunk, majd literes mérőlombikban jelig töltjük. Beadandó egy 100 cm³-es mérőlombikban jelig töltött Multivitaminos oldat. A visszakapott oldatot jelig töltjük. Ez a „saját” ismeretlen. Megmérjük az eredeti Multivitaminos-oldat valamint a „saját” oldat cinktartalmát is. Beadandó a „saját” oldat cinktartalma az eredetihez viszonyítva (tömeg%-ban).

1. Cink törzsoldat: 1 mg Zn²⁺/cm³ (Számított mennyiségű ZnO-t mérőlombikban 3-4 cm³ cc. HCl segítségével feloldunk, literes mérőlombikban jelig töltés- ez többnyire készen van!). Ebből 100 cm³-es mérőlombikban 10-szeres hígítású munkaoldatot készítünk.
2. Nátrium-acetát puffer oldat (pH = 4,7) készítése. 20,5 g CH₃COONa ioncserélt vízben + 15 ml cc. CH₃COOH 500 cm³-re feltöltve. A pufferoldat többnyire van készen.
3. A mérés során a cellába 10 ml mintát + 1 ml puffer oldatot mérünk. A cellába keverőpálcát helyezünk, megnyitjuk a nitrogén palackot.
4. Bekapcsoljuk a készüléket és a számítógépet. A TraceMaster5 vezérlő és kiértékelő szoftver automatikusan betöltésre kerül.

5. A Methods – legördülő menüsorból kiválasztjuk a kívánt módszert (Multivit).
6. A mérés a Run (vagy piros nyíl)-gombbal indul. Az előzetes beállítások szerint 50 s purge, 2 csepp higany lecseppentése, 20 s elektrolízis, 10 s várakozási idő majd polaritáscsere után a „Scan” következik. Az adott lépés a képernyő alján kiíratásra kerül és így a mérés menete nyomon követhető.
7. A minta analízise után 3x200 µl cink munkaoldat hozzáadásával még három analízist végzünk (standard addíció) – jegyezzük föl görbéink számát (pl. Multivit G 45)
8. Szoftveres kiértékelés + a mérési adatok kinyomtatása

Szoftveres kiértékelés (Multivitamin – cink)

1. 4 mérési görbénk van (1 minta + 3 st. Addíciós görbe)
2. Bezárjuk a görbe „ablakait”
3. **Curves, Open**, Multivit-file

Kijelöljük az utolsó mérési file-t (pl. multivit.g39); **Add**

Utolsó előtti (pl. multivit.g38); **Add**

Előtte levőt (Pl.multivit.g37); **Add**

Az ismeretlen minta file-t (pl. multivit.g.36); **Add + OK**

Egymásra másolva látjuk a 4 mérés voltammetriás görbéjét.

4. **Processing, Typical point search**, kijelölve az előbbi 4 file; **Add+ OK**
Ablak bezárás és MENTÉS (SAVE)!!! Ezen mentés nélkül nem tud végeredményt számolni a szoftver.

5. Result, Calculate

6. **Methods** Multivit-file kiválasztása

Calculation methods : Standard addition

Number of addition: 3; 200 µl

Conc unit: mg/l

Curve assignment to addition:

	1	2	3
	multivit.g37	multivit.g.38	multivit.g39

Concentration in the addition Zinc 100 (mg/l)

7. Mérési eredmények „előcsalogatása”

Sample data	
C. data	Result
Add.curv	Close

A **Sample data** „gomb” megnyomása után jelöljük ki a minta file-t (multivit.g36)

Sample quantity: 10 ml **Result unit**: mg/l **Volume after dilution**: 10 **Cell test qv.**: 10 ml

Supporting electrolit: 1 ml; OK

Az **Add. Curv** „gomb” megnyomásakor a képernyőn megjelenik a standard addíciós görbe

A **Result** „gomb” megnyomásakor kapjuk meg az eredményt.