

Üdítőital kinintartalmának fluorometriás meghatározása

Módszer elve: a kinin aromás gyűrűje, ultraibolya fény hatására intenzíven fluoreszkál. Az emittált fluoreszcens fény erőssége, nagyon híg kinin oldatok esetén, arányos lesz a kinin koncentrációjával.

Eszközök, vegyszerek: 50- és 100 ml-es mérőlombikok, 10 ml-es hasas pipetta, pipettalabda, 1-5 ml-es automata pipetta, 100 ml-es főzőpoharak, kvarcküvetta (a műszernél), analitikai mérleg, kinin, ét 0,05 M-os kénsav oldat (ha elfogyott, akkor készítendő), kinintartalmú üdítőital (hűtőszekrényből a gyakorlatvezető adja).

Készülék: RF-5301 PC spektrofluoriméter, számítógép.

Törzsoldat készítés: 100 ml, 100 µg/ml névleges koncentrációjú kininoldat, 0,05 M-os kénsavval készítve. Kinin bemérés: 10,0 mg (0,0100 g) kinin ±1 mg pontossággal (pontos bemérést feljegyezni).

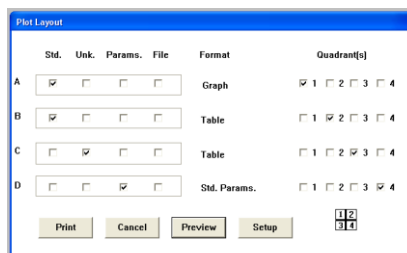
Munkaoldat készítés: a törzsoldat 10,0 ml-ét hasa pipettával kimérjük, és 0,05 M-os kénsavval mérőlombikba töltve 100 ml-re hígítjuk. Ebből a hígításból újabb 10,0 ml-t 100 ml-re hígítunk a 0,05 M-os kénsavval, az így elkészült **munkaoldat** 1,0 µg/ml koncentrációjú.

Oldatsorozat készítése: 50-50 ml, 20-40-60-80-100 µg/l névleges koncentrációjú kinin tartalmú oldatok, 0,05 M-os kénsavval hígítva (*tervezze meg az oldatkészítést!*).

Minta előkészítése: a kiadott üdítóből automata pipettával 1,0 ml-nyit 100 ml-re hígít a 0,05 M-os kénsavval. Ebből a hígításból 10,0 ml-nyit tovább hígít a 0,05 M-os kénsavval 100 ml-re. Ez az oldat lesz a minta 1000-szeres hígítása. Ez a mérőlombik kivételre beadandó. A visszkapott lombikot ismételtelen jelre állítja a 0,05 M-os kénsavval.

Mérés menete, műszer kezelés

1. Ha szükséges, kiveszi a mintatartóból a kvarcküvetvét!
2. Bekapcsolja az RF-5301 PC spektrofluorimétert! Egy perc várakozás után bekapcsolja a xenon lámpát.
3. A számítógép asztról indítja az RF-530XPC programot.
4. Megfigyeli a készülékesztelés eredményét (ha rendellenességet tapasztal: - Failed - jelez a gyakorlatvezetőnek).
5. Bekapcsolja a spektrumfelvétel üzemmódot: Acquire Mode→Spectrum→Spectrum parameters→OK. Készülékbe helyezi a kvarcküvetába töltött 100µg/l oldatsorozat tagot.
6. Search λ (táveső ikon) → Search Optimal Wavelength ablak→ Search.
7. Feljegyzi az Excitation és Emission értékeket.
8. Acquire Mode→Quantitative→Method: Multipoint working curve. Beírja a feljegyzett Excitation (EX) és Emission (EM) értékeket.
9. A 0,05 M-os kénsavoldattal nulláz a 0,00 gobra kattintva.
10. Standard ikonra kattint (jobb alsó sor). Fényútba teszi a 20 µg/l-es standardot és mérést kezd a „READ”-re kattintva (nyitott könyv ikon).
11. Megjelenő ablakba beírja a standard koncentrációját. Méri a többi standardot. Egér jobb gomb: Radar→ Both Axes. Minta méréséhez: Unknown ikon. Méri a mintákat.
12. Dokumentációt készít. Bekapcsolja a nyomtatót, papírral feltölti. Presentation→ Plot...
Kitölti a táblázatot és nyomtat:



13. Nyomtatót kikapcsolja, kilép a programból és az op.rendszerből. Számítógépet kikapcsolja. Küvetvét vízzel előblíti, dobozba helyezi. Kikapcsolja a xenon lámpát, 30 másodperc elteltével a fluorimétert.