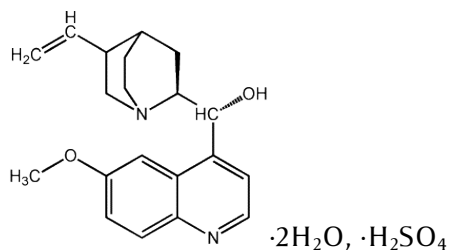


Ćwiczenie nr 3

Fluorymetryczne oznaczanie chlorowodorku chininy



M.m $\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_2 = 324,42$

Aparatura: Spektrofluorymetr Hitachi F-7000

Odczynniki: roztwór wzorcowy chlorowodorku chininy 0,025g/50 ml 0,05 M H_2SO_4

Sprzęt laboratoryjny: pipety automatyczne 1-5 ml, 200-1000 μl , kolby miarowe 50 ml

Przygotowanie roztworu wzorcowego: odważyć na wadze analitycznej 25 mg chlorowodorku chininy. Przenieść ilościowo do kolby miarowej poj. 50 ml, dodać ok. 20 ml H_2SO_4 0,05 M i po rozpuszczeniu substancji uzupełnić kwasem do kreski.

Wykonanie oznaczenia:

- Do 5 kolb miarowych o poj. 50 ml odmierzyć kolejno 0,20; 0,40; 0,60; 0,80; 1,00 ml roztworu wzorcowego, uzupełnić kwasem do kreski i wymieszać.
- Po 5 min. wykonać pomiar natężenia promieniowania fluorescencyjnego w zadanym przez asystenta zakresie długości promieniowania wzbudzającego i emitowanego. Na podstawie otrzymanych wykresów wybrać λ_{wzb} i λ_{em} (długości fali wzbudzenia i emisji).
- Dokonać pomiaru natężenia emisji I_f przy λ_{em} wszystkich roztworów wzorcowych, przy ustawionej długości fali λ_{wzb} . Pomiar rozpocząć od najmniejszego stężenia. Serię pomiarową przeprowadzić trzykrotnie.
- Wyniki pomiarów przedstawić w tabeli:

L.p.	c [$\mu\text{g/ml}$]	$I_f(1)$ [%]	$I_f(2)$ [%]	$I_f(3)$ [%]	\bar{I}_f [%]

- Wykreślić krzywą wzorcową $I_f = f(c)$.
- Badaną próbkę chininy przenieść ilościowo do kolby 50ml, dopełnić kwasem do kreski, wymieszać i po upływie 5 min. zmierzyć I_f . Korzystając z krzywej wzorcowej określić stężenie badanej próbki.

Wynik pomiarów: λ_{wzb} i $\lambda_{\text{em}} = \dots\dots\dots$ \bar{I}_f c_x [%] = $\dots\dots\dots$ $c_x = \dots\dots\dots$