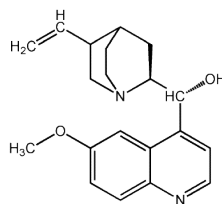


Ćwiczenie nr 3

Fluorymetryczne oznaczanie chlorowodorku chininy



·2H₂O, ·H₂SO₄

M.m C₂₀H₂₄N₂O₂ = 324,42

Aparatura: Spektrofluorymetr Hitachi F-7000

Odczynniki: roztwór wzorcowy chlorowodorku chininy 0,0250g/50 ml 0,05 M H₂SO₄

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

Przygotowanie roztworu wzorcowego: odważyć na wadze analitycznej 25,0 mg chlorowodorku chininy. Przenieść ilościowo do kolby miarowej poj. 50,0 ml , dodać ok. 20 ml H₂SO₄ 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 widmo synchroniczne dla roztworu o średnim stężeniu 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} . Pomiaru rozpocząć od najmniejszego stężenia. Serię pomiarową przeprowadzić trzykrotnie.
- Wyniki pomiarów przedstawić w tabeli:

| L.p. | c [µg/ml] | $I_f(1)$ [%] | $I_f(2)$ [%] | $I_f(3)$ [%] | \bar{I}_f [%] |
|------|-----------|--------------|--------------|--------------|-----------------|
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |

- Wykreślić krzywą wzorcową $I_f = f(c)$.
- Otrzymałą 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.
- Po podaniu przez asystenta prawidłowego wyniku analizy, obliczamy:
 - błąd bezwzględny $\Delta x = X - x_0$, gdzie X – wartość otrzymana; x_0 - wartość rzeczywista
 - błąd względny w procentach $\delta x = \frac{100|\Delta x|}{|x_0|}$

Wynik pomiarów: λ_{wzb} i λ_{em} = \bar{I}_f c_x [%] = c_x = Δx = δx =