

ćwiczenie 7

„Analityczne aspekty spektrofluorymetrii.”

Plan ćwiczenia:

1. Kolokwium (QUIZ na Kampusie, 15minut)
2. Omówienie zjawiska SF, ograniczeń i zalet związanych z analitycznym zastosowaniem metod luminescencyjnych
3. Odgazowanie próbki toniku. W tym celu należy pobrać ok 25mL roztworu toników dostępnych na ćwiczeniu do oddzielnych pojemników (tzw. „falcons” albo moczówki), szczelnie zakręcić, wstrząsać, odkręcić, aby uwolnić uwolniony dwutlenek węgla. Operację powtarzać aż do zaobserwowania niewydzielania się pęcherzyków gazu. (Każdy Student swoje)
4. (Opcjonalnie, o ile nie jest dostępny) Przygotowanie roztworu 0,05M kwasu siarkowego VI.
5. Przygotowanie roztworów wzorcowych chininy w 0,05M H_2SO_4 , (poprzedzone obliczeniami).

Grupy 2- lub 3-osobowe:

Do dyspozycji jest roztwór siarczanu chininy o stężeniu 500 ppm. Z tego roztworu należy przygotować wzorzec 250 ppm w objętości 50 mL (pipeta jednomiarowa 25 mL + gruszka + kolba miarowa 50 mL), rozcieńczając przygotowanym roztworem kwasu siarkowego.

Z roztworu 250 ppm przygotować 20mL roztworu 100 ppm (zlewka, pipeta mechaniczna, rozcieńczenie kwasem siarkowym 0,05M)

Z roztworu 100 ppm przygotować po 3mL roztworów: 75,60 ppm

Z roztworu 100 ppm przygotować 20 mL roztworu 50 ppm

Z roztworu 50ppm przygotować po 3mL roztworów: 40,35,30 ppm

Z roztworu 50ppm przygotować 20mL roztworu 25ppm

Z roztworu 25ppm przygotować po 3mL roztworów 20,15,10 ppm

Z roztworu 25ppm przygotować 10mL roztworu 5ppm

Z roztworu 5ppm przygotować po 3mL roztworu 4,2,1ppm

6. Wyznaczenie analitycznej długości fali wzbudzenia za pomocą pomiaru spektrofotometrycznego,
7. Wykonanie pomiarów do krzywej kalibracyjnej.
8. Wykreślenie krzywej kalibracyjnej dla średnich wartości intensywności fluorescencji dla poszczególnych stężeń.
9. Przygotowanie rozcieńczonych próbek chininy: rozcieńczonych 0,05M kwasem siarkowym 2krotnie, 4krotnie, 8krotnie
10. Pomiar dla próbek w takich samych warunkach spektralnych jak pomiary kalibracyjne.

Opracowanie wyników:

Przygotowanie wykresu z serii danych: Średnie wartości sygnału analitycznego dla zbadanych stężeń (wszystkich - 17wartości) vs stężenia w ppm.

Wykres punktowy, punkty niepołączone liniami. Parametry wykresu mają się różnić od ustawień domyślnych pod względem wielkości punktów, rodzaju punktatora, koloru.

Wyznaczenie linii trendu dla zakresu 0-xxppm – optymalnego pod względem R². Umieszczenie na wykresie: tytułu, podpisu osi (wraz z jednostkami), równania opisującego odpowiedni fragment zależności, słupków błędów. Każda z tych aktywności ma być zmieniona w stosunku do domyślnych ustawień.

Określenie użyteczności rozcieńczeń próbek i obliczenie stężenia w próbce napoju po rozcieńczeniu oraz oryginalnego stężenia chininy.

Zakładając, że dawka letalna chininy to 10g oblicz jaka objętość toniku takiego jak użyty w trakcie ćwiczenia niesie ekwiwalent dawki letalnej.