CH 12.13. Stanovenie chinínu metódou fluorescenčnej spektrofotometrie

1. Určenie metódy

Metóda je určená na stanovenie chinínu v nápojoch.

2. Princíp metódy

Roztok chinínu v zriedenej kyseline sírovej fluoreskuje. Žiarivý fluorescenčný tok je priamo úmerný koncentrácii chinínu v roztoku. Jeho hodnota sa meria fluorescenčným spektrometrom.

3. Pomôcky

3.1. Prístroje a zariadenia

- fluorescenčný spektrometer
- analytické váhy
- vákuová rotačná odparka
- kalibrované odmerné sklo
- elektromagnetické miešadlo
- kremíková kyveta 1cm x 1 cm

3.2. Chemikálie a roztoky

- kyselina sírová, c (H_2SO_4) = 0,05 mol/l
- kyselina sírová, c (H_2SO_4) = 0,5 mol/l
- chinín – štandard
- deionizovaná voda
- dietyléter
- uhličitan sodný – 10 % roztok

4. Pracovný postup

4.1. Príprava vzorky

Sýtené nápoje zbavíme oxidu uhličitého miešaním na elektromagnetickom miešadle 15 minút. Na stanovenie obsahu chinínu navážime 10 g odplynenej vzorky a zriedime na objem 100 ml deionizovanou vodou. Kyslý roztok, ktorý použijeme na meranie, pripravíme odpipetovaním 20 ml zriedenej vzorky do 100 ml odmernej banky. Pridáme 10 ml 0,5 mol/l kyseliny sírovej a doplníme deionizovanou vodou po značku.

V prípade kalných alebo sfarbených nápojov odvážime 10 g vzorky do 50 ml deliaceho lievika. Pridáme roztok uhličitanu sodného, ktorým upravíme pH vzorky na hodnotu vyššiu ako 10. Pridáme 10 ml dietyléteru a zmes pretrepeme 1 minútu. Po rozdelení vrstiev dolnú vrstvu zachytíme a dáme opäť do deliaceho lievika. Extrakciu opakujeme 4-krát. Spojené dietyléterové extrakty odparíme na vákuovej rotačnej odparke dosucha. Odparok rozpustíme v 10 ml 0,5 mol/l roztoku kyseliny sírovej, kvantitatívne prenesieme do 100 ml odmernej banky, doplníme po značku deionizovanou vodou. Objem 20 ml takto pripravenej vzorky doplníme 0,05 mol/l kyselinou sírovou na objem 100 ml. Vzorka je pripravená na meranie.

4.2. Príprava merania

Príprava kalibračných roztokov
Koncentrácia štandardného zásobného roztoku je 100 mg/l.
Pracovný roztok štandardu obsahuje 1 mg/l chinínu. Pripravujeme ho vždy čerstvý.
Roztoky pre prípravu štandardnej krivky a kontrolu fluorescenčného spektrofotometra pripravíme zriedením pracovného štandardu.. Roztoky obsahujú 0,25, 0,5 a 0,75 mg chinínu /l. Tieto roztoky sa pripravujú tiež vždy čerstvé.
Ak sa nastaví údaj stupnice na 0 pre 0,05 mol/l kyselinu sírovú a na 100 pre štandardný roztok chinínu 1,0 mg/l, potom roztokom chinínu o koncentráciách 0,25 mg/l, 0,50 mg/l a 0,75 mg/l musí zodpovedať na stupnici spektrometra údaj 25, 50 a 75 s najvyššou odchýlkou 1,5 dielika. /Ak nie je táto požiadavka pre linearitu údajov splnená, je potrebné pri stanovení používať štandardnú krivku./

4.3. Meranie

Roztoky štandardov a vzoriek sa dávkujú v po sebe nasledujúcich analýzach.

5. Vyhodnotenie nameraných údajov

Výpočet sa robí na základe porovnania hodnôt žiarivých fluorescenčných tokov neznámej vzorky a štandardu. Pri výpočte sa zohľadní zriedovací faktor.

Množstvo chinínu sa vypočíta podľa nasledujúceho vzťahu:

$$x = \frac{F_X}{F_S} \cdot c_S \cdot F$$

x - obsah analytu vo vzorke v mg/kg
F_x - hodnota fluorescencie vzorky
F_s - hodnota fluorescencie štandardu
F – zriedovací faktor.

Výsledky pre chinín sa uvádzajú v mg/Kg.

6. Literatúra

J. Davídek a kol., Laboratorní příručka potravin, str. 635