

Szalicilsavtartalom meghatározás folyadékkromatográfiásan, külső standard kalibrációval, automata mintaadagolással

Mérés elve: a szalicilsav elúciós csúcsának területe arányos a szalicilsav mennyiségével (oldatbeli koncentrációjával). Ha meghatározzuk a szalicilsav koncentrációjával arányos kalibrációs egyenest, akkor az ismeretlen minta szalicilsav tartalma mérhető lesz.

Anyagok, eszközök: 100 cm³-es mérőlombikok, 1-5 ml automata pipetta, 1,5 ml-es mintatartók, analitikai mérleg, bemosótölcsér, cseppentő, ultratiszta víz, szalicilsav, 0,1 M-os nátriumhidroxid oldat.

Készülékek: LC-6A eluenspumpa, SPD-6AV UV-VIS detektor, SCL-6B rendszervezérlő, SIL-6B automata mintaadagoló, C-R4AX számítógép.

Mérés menete

1. Törzsoldat készítése: analitikai mérlegen bemér 0,10 g körüli szalicilsavat, a szalicilsavat kevés ultratiszta vízzel 100 cm³-es mérőlombikba mossa. Hozzáad 10 cm³ 0,1 M-os NaOH oldatot és oldja a szalicilsavat. A lombikot ultratiszta vízzel jelre állítja, homogenizálja.
2. Standard oldatok készítése: a törzsoldatból, 100 cm³-es mérőlombikokba, 1,0- 2,0-3,0 4,0 és 5,0 cm³-eket enged. A lombikokat ultratiszta vízzel jelre állítja és homogenizálja. (számolás a szalicilsav koncentrációra, mg/dm³-re!)
3. Minta: a törzsoldatot és személyenként egy felcímkézett 100 cm³-es mérőlombikot beadni az automata pipettával. Kiadás után a lombikot ultratiszta jelre állítja, homogenizálja.
4. Bekapcsolja a számítógépet, a folyadékpumpát, detektort és rendszervezérlő egységet. Megindítja a pumpát.
5. Számítógépbe (SET 1. pont) beírja a dátumot és a pontos időt.
6. MONIT-tal (CH2) nyomon követi az alapvonalat, ha szükséges, a detektoron „ZERO”-z.
7. Cseppentővel átöblíti és feltölti a mintatartókat. A mintatartókat 0-tól indulóan elhelyezi az adagoló tálcáján. A tálcát a pozicionáló tűskék szerint megszabott helyre teszi és csukja az adagoló ajtaját.
8. A rendszervezérlőn az **A. INJ** gomb lenyomása után beállítja a következőket:

AUTO INJEKTOR		USING RACK S				
FROM	TO	VOL	REP	FILE#	RUN.T	P. FILE
		(μ l)			(min)	
0	4 (5 db edényre!)	20	1	-	5	-
END						

9. Elhelyezi a standardokat és a mintát(kat) (pl.: 0-tól 2-ig, a mintákat 3-tól kezdődően). Zárja az ajtót, START-tal indítja a rendszert (SCL6B rendszervezérlőn).

10. A méréssorozat végén letépi a regisztrátumokat, mintatartókat elmossa és visszahelyezi a tartóba.

11. Leállítja a pumpát, kikapcsolja a berendezéseket.

Beadandó: a törzsoldat és a vizsgált minta mg/dm³-ben kifejezett szalicilsav koncentrációja. A kalibrációs egyenes kiszámítását táblázatkezelő programmal, a csúcsterületek alapján végezzük.

A jegyzőkönyv tartalmazza a paramétereket: eluens, ultratiszta víz, oszlop hossza: 20 cm, töltet: szilikagél, detektálási hullámhossz: 298 nm, térfogatáram: 1,0 cm³/perc.