

Szalicilsavtartalom mennyiségi meghatározása HPLC-n, külső standard kalibrációval

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

Anyagok, eszközök: 1 db 1000 cm³-es és 100 cm³-es mérőlombikok, buretta, műanyag mintatartó, precíziós mérleg, bemosótölcsér, cseppentő, ioncserélt víz, szalicilsav, rázógép vagy ultrahangos mosó.

Készülékek: LC-6A eluenspumpa, SPD-6AV UV-VIS detektor, SCL6B rendszervezérlő, SIL-6B automata mintaadagoló, C-R4AX számítógép.

Mérés menete

1. Munkaoldat: precíziós mérlegen bemér 0,10 g szalicilsavat, desztillált vízzel 1000 cm³-es mérőlombikba mossa. A lombikot 2/3-áig feltölti, majd ultrahangos mosóval, vagy rázógéppel old. A lombikot jelre állítja, homogenizálja.

2. Standard oldatok: a munkaoldatot bürettába tölti, 100 cm³-es mérőlombikokba, 10, 20 és 30 cm³-eket enged. A lombikokat desztillált vízzel jelre állítja és homogenizálja. (számolás a szalicilsav koncentrációra!)

3. Minta: bürettába töltött munkaoldatot és felcímkézett 100 cm³-es mérőlombikot beadja. Kiadás után a lombikot 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.

8. A rendszervezérlőn az **A. INJ** után beállítja a következőket:

AUTO INJEKTOR				USING RACKS		
FROM	TO	VOL (μ l)	REP	FILE#	RUN.T (min)	P. FILE
0	5 (pl.: 3 standard+3minta)	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. Méréssorozat végén letépi a regisztrátumokat, mintatartókat elmossa és visszahelyezi a tartóba.

11. Leállítja a pumpát, kikapcsolja a berendezéseket.

Beadandó: a vizsgált minta mg/dm³-ben kifejezett szalicilsav koncentrációja (számolás Excel-ben a területértékek alapján).

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