CH 11.6. Stanovenie kyseliny mravčej metódou HPLC

1. Určenie metódy

Metóda je určená na stanovenie kyseliny mravčej v kyslej kapuste.

2. Princíp metódy

Pripravená vzorka sa delí na chromatografickej kolóne a detekuje pri 210 nm.

3. Pomôcky

3.1. Prístroje a zariadenia

- HPLC zariadenie s DAD detektorom
- analytické váhy
- elektromagnetické miešadlo
- kalibrované odmerné sklo
- skladaný filtračný papier

3.2. Chemikálie a roztoky

Používajú sa len chemikálie čistoty p.a. a HPLC.
- sodium formate – štandard
- redestilovaná voda
- hydroxid sodný 10%
- kyselina sírová 95-97%
- síran zinočnatý, c (Zn SO_4) = 0,5 mol/l
- redestilovaná voda

4. Pracovný postup

4.1. Príprava vzorky

<u>Kyslá kapusta</u>

Naváži sa 5 g zhomogenizovanej vzorky, zriedi sa vodou (cca na 30 g), pridá sa 6 ml roztoku síranu zinočnatého 0,5 mol/l a 2 ml roztoku hydroxidu sodného 10%. Vodou sa dováži na hmotnosť 100 g. Zmes sa mieša na elektromagnetickom miešadle 15 minút. Prefiltruje sa cez skladaný filtračný papier, podľa potreby sa ešte nariedi, prefiltruje cez diskový filter a nastrekne na chromatografickú kolónu.

Spolu s každou sériou vzoriek sa pripravuje rovnakým spôsobom tzv. slepý pokus (t.j. kompletný spomenutý pracovný postup bez vzorky), ktorý sa pri konečnom spracovaní výsledkov zohľadní. Takto pripravenú vzorku nastrekujeme na kolónu.

4.2. *Príprava merania*

Príprava kalibračnej krivky
Koncentrácia štandardného zásobného roztoku je 1000 mg/l.

Kalibračné roztoky
Zo štandardných zásobných roztokov sa pripravia pracovné kalibračné roztoky.

4.3. *Meranie*

Po overení správnosti merania prístroja štandardom sa pripravené vzorky kvantifikujú vysokoúčinným kvapalinovým chromatografom.
Vzorky sa analyzujú po ustálení HPLC systému. Pred analýzou vzoriek sa nastrekujú roztoky štandardov za účelom kontroly HPLC systému.

4.4. *Spracovanie nameraných hodnôt*

Množstvo kyseliny mravčej sa vypočíta podľa nasledujúcej rovnice:

$$x = \frac{c_S \cdot A_{PV}}{A_{PS}} \cdot F \qquad \text{alebo} \qquad x = c \cdot F$$

x - obsah analytu vo vzorke v mg/kg
c_s - koncentrácia štandardu v mg/l, príp. mg/kg
c - koncentrácia meraného roztoku v mg/l, príp. mg/kg
A_{pv} - plocha píku vzorky
A_{ps} - plocha píku štandardu
F- zrieďovací faktor.

Tabuľka č.3 - Prepočítavací koeficient na kyselinu mravčiu

Pri prepočítavaní sa výsledok násobí	
mravčan sodný	koeficient 0,677

Výsledky kyseliny mravčej sa uvádzajú v mg/kg.

5. Literatúra

AZ chrom HPLC aplikačný list