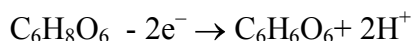


## 14. PRŮTOKOVÁ CHRONOPOTENCIOMETRIE

### Stanovení kyseliny askorbové $C_6H_8O_6$

V coulometrii a chronopotenciometrii se měří elektrický náboj potřebný k úplné přeměně stanovované látky na jinou formu v rozdílném oxidačním stupni.

Při stanovení kyseliny askorbové se měří náboj potřebný na úplný průběh kvantitativní oxidace kyseliny askorbové na dehydroaskorbovou kyselinu uvnitř porézní uhlíkové elektrody E53C pomocí konstantního proudu.



### 14.1. Příprava zásobního roztoku kyseliny askorbové

$$c(C_6H_8O_6) = 100 \text{ mg/l}$$

$$M(C_6H_8O_6) = 147,13 \text{ g/mol}$$

tj.  $m(C_6H_8O_6) = 50 \text{ mg} \rightarrow$  převést do  $V_0 = 500 \text{ ml}$ , doplnit dest.  $H_2O$

### 14.2. Příprava kalibračních roztoků kyseliny askorbové

Ze zásobního roztoku  $C_6H_8O_6$  o  $c = 100 \text{ mg/l}$  připravit do 50 ml odm. baněk následující koncentrace kyseliny askorbové, doplnit po rysku elektrolytem R-020T ( $NaCl < 1\%$ ,  $C_2H_4C_2 \cdot 2H_2O < 1\%$ , Triton X100  $< 1\%$ , dest.  $H_2O$ ).

č.	c (mg/l)	$V_{pip}$ (ml)	$\Delta\tau/\Delta E$ (counts)
1.	10	5	
2.	20	10	
3.	30	15	
4.	40	20	
5.	50	25	
6.	60	30	

### 14.3. Příprava neznámého vzorku

Tabletu zvážit  $\rightarrow$  rozpustit v cca 25 ml dest.  $H_2O$  a přefiltrovat do 100 ml odm. baňky +  $H_2O$

↓

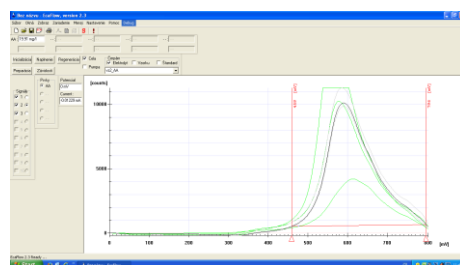
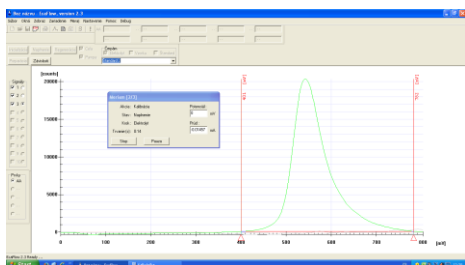
pipetovat 5 ml do 50 ml odm. baňky + dest.  $H_2O$

↓

pipetovat 10 ml do 50 ml odm. baňky + elektrolyt R-020T (změřit 3x, příp. 6x)

## Postup měření $C_6H_8C_6$ pomocí EcaFlow 150GLP

1. Spustit program EcaFlow Autosampler
2. *Nastavení* → *Parametry* → *Všeobecné* → zvolit číslo metody – metoda č.36 Ascorbic Acid a vybrat mód měření *Bezkalibračně*, mód měření pozadí *Před každým měřením*
3. *Nastavení* → *Parametry* → *Měření* → změnit hodnotu průtoku na 6 ml/min
4. *Nastavení* → *Parametry* → *Kalibrace* → rozkliknout modré políčko a změnit jednotky na mg/l
5. *Nastavení* → *Parametry* → *Vzorky* → *Přidat* → v zobrazené tabulce uvést číslo nádoby, název (kód) vzorku, počet opakování (1x) a zatrhnout *Analyzuj* → OK
6. Barevně označené hadičky ponořit do příslušných roztoků:
  - modrá hadička → roztok základního elektrolytu R-020T (dle aplikač. listu)
  - červená hadička → roztok blanku (elektrolyt R-020T)
  - žlutá hadička → roztok  $C_6H_8C_6$
7. Přítlačné rameno peristaltického čerpadla přitlačit (zacvaknout) k hadičce
8. Pod držák filtru umístit kádinku → kliknout na možnost *Naplnění*
9. Po naplnění systému elektrolytem odstranit kádinku a zapojit hadičky cely
10. Stisknout možnost *Preparace* (příprava elektrody k měření)
11. Spustit měření → **!** a *Start*
12. Naměřenou křivku porovnat se vzorovým záznamem v aplikačním listě. Pokud záznam vyhovuje (kontrola porézní uhlíkové elektrody) lze přistoupit k analýze vzorku a měření kalibračních závislostí



13. *Nastavení* → *Parametry* → *Všeobecné* → vybrat mód měření *Kalibrační přímka*, mód měření pozadí *Před každým měřením*
14. *Nastavení* → *Parametry* → *Kalibrace* → vypsat políčka *Kalibrační přímky Cstd1, Cstd2, Cstd3* (první tři kalibrační roztoky)
15. *Nastavení* → *Parametry* → *Vzorky* → *Přidat* → v zobrazené tabulce uvést číslo nádoby, název (kód) vzorku, počet opakování měření standardů (1x), počet opakování měření vzorku (3x) a zatrhnout *Analyzuj* → OK, pravým tlačítkem zrušit měření srovnávacího vzorku (předchozí vzorek)
16. Spustit měření → **!**, označit měření standardů a stlačit *Start*
17. Po ukončení měření → *Nastavení* → *Parametry* → *Vzorky* → pravým tlačítkem zrušit měření prvních tří kalibračních roztoků → OK → spustit měření → **!**, označit měření

vzorků a stlačit *Start*

18. Uložit naměřená data → File → Export

19. Hodnoty uložené v PC převést do souboru v Excelu, sestavit kalibrační závislost

$$f(c) = \Delta\tau/\Delta E .$$