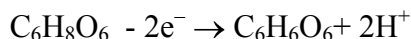


14. PRŮTOKOVÁ CHRONOPOTENCIOMETRIE

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

↓

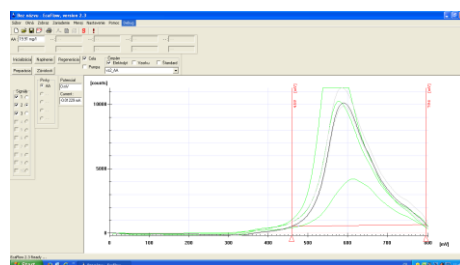
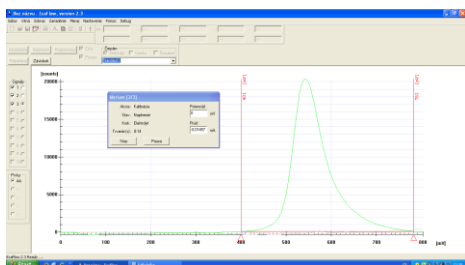
pipetovat 5 ml do 50 ml odm.baňky + dest. H_2O

↓

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

Postup měření C₆H₈C₆ 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 C₆H₈C₆
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

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