

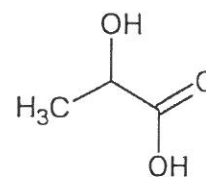
Porównanie metody oznaczenia kwasu mlekowego z wykorzystaniem technik spektroskopowych



Joanna Orzeł, Michał Daszykowski

Instytut Chemii, Uniwersytet Śląski, Katowice

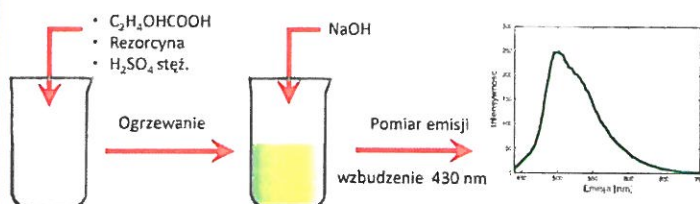
Ze względu na swoją budowę strukturalną (rys. 1) kwas mlekowy nie wykazuje właściwości absorpcyjnych i emisyjnych w zakresie widzialnym promieniowania elektromagnetycznego. Pomimo tego możliwa jest ilościowa ocena jego zawartości z wykorzystaniem takich technik spektroskopowych jak spektrofotometria UV-Vis czy spektroskopia fluorescencyjna. Jest to możliwe dzięki wprowadzeniu do próbki z kwasem odpowiednich odczynników chemicznych, które tworzą z analitytem związki wykazujące właściwości spektralne w zakresie UV-Vis. Poniżej przedstawiono zasadę oznaczenia oraz porównanie podstawowych parametrów walidacyjnych dwóch metodyk opartych na pomiarach różnych właściwości spektroskopowych.



Rys. 1 Wzór strukturalny kwasu mlekowego

Metoda z rezorcyną – pomiar widma emisyjnego

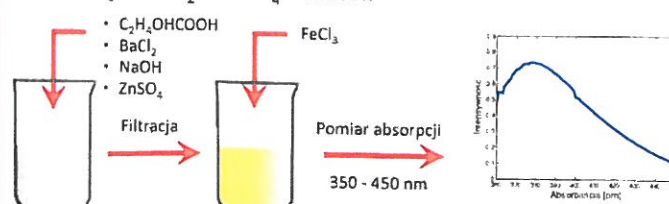
Oznaczenie kwasu mlekowego jest możliwe dzięki reakcji z rezorcyną w środowisku stężonego kwasu siarkowego(VI), powstaje związek chemiczny wykazujący właściwości emisyjne w zakresie światła widzialnego barwy zielono-żółtej (maksimum około 500 nm).



Schemat 1 Czynności laboratoryjne w trakcie oznaczenia kwasu mlekowego z użyciem rezorcyny

Metoda z FeCl₃ – pomiar widma absorpcyjnego

Oznaczenie kwasu mlekowego jest możliwe dzięki reakcji z chlorkiem żelaza(III). Powstaje wówczas kompleks wykazujący zdolność do absorpcji promieniowania z zakresu 350 – 500 nm. Jeżeli próbka zawiera białko powinno być z niej usunięte w reakcji z BaCl₂ + ZnSO₄ + NaOH.

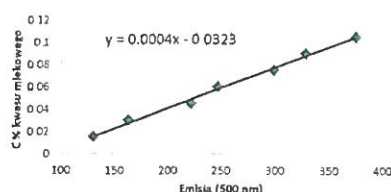


Schemat 2 Czynności laboratoryjne w trakcie oznaczenia kwasu mlekowego z użyciem chlorku żelaza(III)

Walidacja analityczna

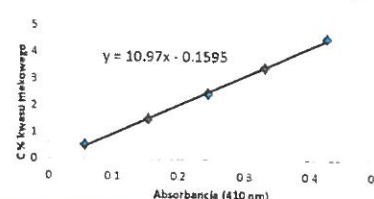
Zakres liniowości krzywej*	0,015 g-0,105 g
Współczynnik korelacji (R ²)	0,9944
Limit detekcji*	0,004 g
RSD	4,26%

* Parametry wyrażone w g kwasu mlekowego na 100 g badanej próbki



Zakres liniowości krzywej*	0,513 g-4,545 g
Współczynnik korelacji (R ²)	0,9989
Limit detekcji*	0,02 g
RSD	0,77%

* Parametry wyrażone w g kwasu mlekowego na 100 g badanej próbki



Wnioski

- Krzywe wzorcowe wyznaczone dla obydwu metod charakteryzują się wysokimi wartościami współczynnika korelacji (R²) w rozpatrywanych zakresach liniowości (w obydwu przypadkach R² wyższe od 0,99).
- Metoda w której wykorzystano pomiar fluorescencyjny umożliwia ocenę ilościowej zawartości kwasu mlekowego od 0,04% podczas gdy metoda wykorzystująca pomiar absorpcyjny charakteryzuje się granicą ilościowego oznaczenia analitu o rząd wielkości wyższą.
- Metoda z rezorcyną charakteryzuje się wyższą wartością RSD niż porównywana z nią metoda z FeCl₃.
- Prezentowane metody wzajemnie się uzupełniają, dzięki czemu można z ich pomocą oznaczyć kwas mlekowy w próbkach w zakresie stężeń od 0,015% do 4,545%.

Podziękowania

Dla Firmy GLOKOR Sp. z o.o. za udostępnienie próbek z realizowanego przez Firmę Projektu nr POIG.01.04.00-24-124/11, oraz dla dr Sławomira Maślanka za udzieloną pomoc