

Abstrakt

Dakarbazin byl stanovován sekvenční injekční analýzou s chemiluminiscenční detekcí, při reakci vzorku s manganistanem draselným v prostředí kyseliny sírové. Optimalizovány byly objemy činidel, jejich koncentrace, průtoková rychlost, struktura měřicího cyklu. Také byl zkoušen vliv rozpouštědel (voda, 60% etanol, 60% metanol) a zesilovačů chemiluminiscenční reakce (polyfosfát sodný, kyselina mravenčí, glutaraldehyd a formaldehyd). Výslednými optimálními podmínkami byla sekvence: 40 μl 1 M H_2SO_4 , 3 μl 10 mM KMnO_4 , 30 μl 10 mM roztoku dakarbazu, 40 μl 1 M H_2SO_4 , případná aspirace 50 μl zesilovače. Aspirace roztoků probíhala za průtokové rychlosti 100 $\mu\text{l/s}$, promísení a průtoková rychlost transportu do detektoru byla 40 $\mu\text{l/s}$, po každém měření byl přidán výplach kyselinou š'avelovou, aby se předešlo usazování KMnO_4 v hadičkách. Napětí na fotonásobiči detektoru bylo 420 V. Kalibrační závislosti velikosti CL intenzity na koncentraci dakarbazu byly nelineární, s možností výběru určité lineární oblasti. Pro roztok dakarbazu bez zesilovače nebyla lineární oblast nalezena s dostatečně vysokým korelačním koeficientem, pro roztok dakarbazu s 60% metanolem 0,5 – 10 mmol/l, pro roztok dakarbazu s 1,39 M kyselinou mravenčí 4 – 10 mmol/l. Detekční limit byl pro roztok dakarbazu bez zesilovače vypočítán 0,1474 mmol/l, pro roztok dakarbazu s 60% metanolem 0,2269 mmol/l, pro roztok dakarbazu s 1,39 M kyselinou mravenčí 0,1077 mmol/l. Kvantifikační limit byl spočítán: 0,4999 mmol/l pro roztok dakarbazu bez zesilovače, 0,7505 mmol/l pro roztok dakarbazu s 60% metanolem, 0,3702 mmol/l pro roztok dakarbazu s 1,39 M kyselinou mravenčí. Opakovatelnost stanovení dakarbazu byla 2,10% (5 mM roztok) a 3,88% (1 mM) u roztoku dakarbazu bez zesilovačů; 4,00% (5 mM) a 2,63% (1 mM) u roztoku dakarbazu s 60% metanolem; 2,22% (5 mM) a 3,08% (1 mM) u roztoku dakarbazu s 1,39 M kyselinou mravenčí.