

Приготовление растворов.

Фосфорная кислота концентрированная раствор 5,0 г/л в воде. Аликвоту фосфорной кислоты концентрированной, взятую по массе или по объему, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доводят водой для хроматографии до метки и перемешивают. При необходимости проводят дегазацию и фильтрацию через мембранный фильтр с размером пор не более 0,45 мкм.

Раствор СО валереновой кислоты. Около 0,005 г (точная навеска) СО валереновой кислоты растворяют в спирте 96 % в мерной колбе вместимостью 25 мл, доводят объем раствора спиртом 96 % до метки и перемешивают (раствор А).

1,0 мл раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл, доводят объем раствора спиртом 96 % до метки и перемешивают. Раствор используют без фильтрования (раствор Б). Срок годности раствора 3 мес при хранении в хорошо укупоренной упаковке, в прохладном защищенном от света месте.

Проверка пригодности хроматографической системы.

Результаты анализа считаются достоверными, если выполняются следующие условия:

- эффективность хроматографической колонки должна быть не менее 4000 теоретических тарелок для пика ацетоксивалереновой кислоты и не менее 15000 для пика валереновой кислоты;
- коэффициент симметрии для пиков ацетоксивалереновой и валереновой кислот должен быть не менее 0,8 и не более 1,5.

Аналитическую пробу сырья измельчают до величины частиц, проходящих сквозь сито с отверстиями размером 0,5 мм. Около 1,5 г (точная навеска) измельченного сырья помещают в колбу со шлифом вместимостью 250 мл, прибавляют 50 мл спирта 96 %, присоединяют к обратному холодильнику и кипятят на водяной бане в течение 45 мин. Охлажденное до комнатной температуры извлечение фильтруют через бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 50 мл, доводят спиртом 96 % до метки и тщательно перемешивают.

Около 2-3 мл полученного извлечения фильтруют через мембранный нейлоновый фильтр (размер пор 0,45 мкм), отбрасывая 1-2 мл фильтрата (испытываемый раствор).

Условия хроматографирования