

Viacrozmerná kalibrácia

Roman Poláček, Pavel Májek

Slovenská Technická Univerzita, Fakulta chemickej a potravinárskej technológie,
Radlinského 9, 812 37 Bratislava
rom.pol@post.sk

Cieľom tohto projektu bolo stanovenie jednotlivých zložiek v zložitých vzorkách, ktoré obvykle vyžadujú časovo a finančne náročnú úpravu vzorky, metódou viacrozmernej kalibrácie. Táto metóda má veľké využitie najmä v chémii potravín, farmaceutickej analýze, v poľnohospodárstve, v životnom prostredí, v priemyselnej a klinickej chémii. Metódu viacrozmernej kalibrácie sme aplikovali na celkové synchronne fluorescenčné spektrá. Synchronne fluorescenčné spektrá poskytujú ostrejšie píky a tým lepšiu selektivitu jednotlivých zložiek v zmesi, oproti klasickým fluorescenčným spektrám. Celkové synchronne fluorescenčné spektrá sme merali pre trojzložkovú a päťzložkovú zmes. Z nameraných údajov sme vytvorili pre každý typ zmesi kalibračný model PLS1. Zostrojené kalibračné modely pre obidva typy zmesí sme otestovali na pripravených vzorkách. Pre prvú trojzložkovú zmes sme navrhnutým modelom dokázali určiť kyselinu galovú s priemernou výťažnosťou 208 %, kyselinu vanilínovú s priemernou výťažnosťou 82 % a kyselinu syringovú s priemernou výťažnosťou 85 %. Získané výsledky neboli prijateľné, z navrhovaných možností ako zvýšiť výťažnosť, sme si vybrali zníženie koncentračného rozsahu.

Pre novú trojzložkovú zmes sme novým modelom boli schopný určiť kyselinu galovú s priemernou výťažnosťou 104 %, kyselinu vanilínovú s priemernou výťažnosťou 101 % a kyselinu syringovú s priemernou výťažnosťou 83 %. Tieto výsledky už lepšie zodpovedali výťažnostiam, ktoré sa dosahujú pri podobných pokusoch a sú tolerované. Preto sme sa rozhodli pokračovať v experimente pre päťzložkovú zmes. Týmto modelom sme pre danú zmes dokázali určiť kyselinu galovú s priemernou výťažnosťou 107 %, kyselinu vanilínovú s priemernou výťažnosťou 106 %, kyselinu syringovú s priemernou výťažnosťou 96 %, kyselinu ferulovú s priemernou výťažnosťou 89 % a skopoletín s priemernou výťažnosťou 123 %.

[1] Danzer K., L.A. Currie: Guidelines for Calibration. Analytical Chemistry, Part 1. Fundamentals and Single component Calibration, *Pure Appl Chem.*, **1998**, 70, 993–1014.

[2] Danzer K., Otto M., and Currie L.A.: Guidelines for Calibration in Analytical Chemistry, Part 2. Multispecies Calibration, *Pure Appl. Chem.*, **2004**, 76, 1215–1225.

[3] de Jong S: SIMPLS: An Alternative Approach to Partial Least Squares Regression, *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems.*, **1993**, 18, 251–263.

[4] Otto M.: Chemometrics: statistics and computer application in analytical chemistry, Weinheim : Wiley-VCH. **2007**.

[5] Forina M., Lanteri S., Casale M.: Multivariate calibration, *Journal of Chromatography*, **2007**, 1158, 61–93.