



4. Oznaczanie zawartości d-pantenolu w produktach kosmetycznych z zastosowaniem spektroskopii UV/VIS

Metodą analizy chemicznej opartą na pomiarze absorpcji jest absorpcjometria. Spektrofotometria jest działem absorpcjometrii, w którym pomiary wykonywane są za pomocą przyrządów nazywanych spektrofotometrami. Zjawisko pochłaniania promieniowania elektromagnetycznego przez materię (absorpcja) ma bardzo szerokie zastosowanie nie tylko w badaniach nad strukturą cząsteczek, ale również w ilościowej analizie chemicznej. Podstawą w analizie spektralnej jest znajomość praw absorpcji światła.

Prawo Bouguera-Lamberta mówi o bezpośredniej zależności między zdolnością pochłaniania światła przez roztwory substancji chemicznych a grubością warstwy pochłaniającej. Zależność ta spełniona jest w szerokich granicach. W układach jednorodnych nie znaleziono odchyłeń od tego prawa.

$$\lg I_0/I = \varepsilon \cdot b \cdot c \quad \text{lub} \quad A = \varepsilon \cdot b \cdot c$$

gdzie: I_0 – natężenie światła padającego

I – natężenie światła przechodzącego

C – stężenie roztworu próbki

b – grubość warstwy próbki (w cm)

ε – molowy współczynnik absorpcji (dla stężenia wyrażonego w mol/dm³)

$T = I/I_0$ – wartość transmitancji (przepuszczalności) próbki

$A = \lg I_0/I$ – wartość absorpcji (gęstość optyczna) próbki

Prawo Beera – wyraża zależność między zdolnością pochłaniania światła przez roztwory substancji chemicznych a ich stężeniem.

Prawo addytywności absorpcji – dotyczy zjawisk w układzie wieloskładnikowym.



Metoda krzywej wzorcowej.

Bardzo istotną czynnością w spektrofotometrii jest sporządzenie roztworów wzorcowych. Od ich prawidłowego i dokładnego przygotowania zależy dokładność oznaczeń. Roztwory wzorcowe dzieli się na podstawowe i robocze. Roztwory podstawowe są dość stężone (mogą być przechowywane dłużej). Roztwory robocze natomiast służą do bezpośredniego stosowania w oznaczeniach. Ich stężenia zależą od czułości metody.

Roztwory robocze na ogół są nietrwałe, dlatego należy je przygotować bezpośrednio przed pomiarem. W celu przygotowania krzywej wzorcowej przeprowadza się pomiar kilku otrzymanych roztworów roboczych o różnej zawartości substancji barwnej. Pomiary wykonuje się przy określonej długości fali, stosując kuwety o odpowiedniej grubości warstwy. Podczas przygotowywania roztworów roboczych oraz roztworu badanego, należy pamiętać, aby przygotować je w taki sam sposób, poszczególne czynności wykonywać w takiej samej kolejności z zachowaniem takich samych warunków jak przy wykonaniu właściwego oznaczenia.



CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest oznaczenie d-pantenolu w kremie Bepanthen wykorzystując spektroskopię UV/VIS.

WYKONANIE ĆWICZENIA

Odczynniki

- ✓ roztwór wodorotlenku sodu $C_m=1 \text{ mol/dm}^3$
- ✓ roztwór siarczanu (VI) miedzi (II) $C_p=5\%$
- ✓ roztwór wzorcowy d-panthenolu $C_p=0,25\%$
- ✓ metanol
- ✓ krem Bepanthen

Sprzęt

- ✓ spektrofotometr METERTECH model SP-830 PLUS
- ✓ kuwety 10 mm o grubości 1 cm
- ✓ cylinder miarowy
- ✓ lejek, sączki
- ✓ pipety szklane
- ✓ kolby Erlenmeyera poj. 50 cm^3 (lub kolbki miarowe) ze szlifem i bez szlif

Wykonanie

1. Przygotowanie **roztworu ślepej próby**. Do kolby Erlenmeyera ze szlifem odmierzyć 10 cm^3 metanolu, dodać 2 cm^3 roztworu siarczanu (VI) miedzi (II) o stężeniu 5% i 13 cm^3 roztworu NaOH o stężeniu 1 mol/dm^3 . Kolbę wytrząsać przez 30 min. Po tym czasie roztwór przesączyć przez sączek karbowany.
2. Przygotowanie **roztworu próbki kremu**. Bezpośrednio do kolby Erlenmeyera ze szlifem odważyć ok. 0,3 g próbki (krem Bepanthen), dodać 10 cm^3 metanolu, wytrząsać 10 min. Następnie dodać 2 cm^3 roztworu siarczanu (VI) miedzi(II) o stężeniu 5% i 13 cm^3 roztworu wodorotlenku sodu o stężeniu 1 mol/dm^3 . Kolbę



wytrząsać przez 30 min. Po tym czasie roztwór przesączyć przez sącdek karbowany.

Pomiar absorbancji roztworu ślepej próby i badanej próbki kremu

Pomiary wykonywać przy długości fali równej 650 nm. Zmierzyć absorbancję dla badanej próbki balsamu do ciała względem ślepej próby jako odnośnika. Postępuj zgodnie z Obsługą urządzenia. Wartość absorbancji zanotować w tabeli 1.

OBSŁUGA URZĄDZENIA

1. Naciśnij przycisk „**A/T/C**” aby wybrać tryb absorbancji lub transmitancji
2. Naciśnij przycisk „**100**”, „**010**”, „**001**”, aby ustawić długość fali
3. Umieść próbkę zerową w komorze prób i zamknij pokrywę
4. Naciśnij przycisk „**BLANK**”. Wyświetlacz pokaże ustawioną długość fali oraz „**100,0 % T**” lub „**0,000 A**”
5. Usuń próbkę zerową i umieść w komorze próbkę mierzoną. Zamknij pokrywę, a na wyświetlaczu pojawi się wynik pomiaru



Opracowanie wyników

Tabela 1.

L.p.	stężenie d-pantenolu (%)	Absorbancja
1	0,01	
2	0,02	
3	0,04	
4	0,06	
5	Próbka kremu	

1. Sporządzić krzywą kalibracyjną (zależność absorbancji od stężenia d-pantenolu).
2. Z wykresu odczytać stężenie d-pantenolu w próbce kremu Bepanthen.
3. Obliczyć współczynnik kalibracji F dla każdego roztworu wzorcowego d-pantenolu wg wzoru:

$$F = C_{wz} / A_{wz}$$

gdzie: C_{wz} – stężenie d-pantenolu w roztworze wzorca

A_{wz} – absorbancja roztworu wzorca

4. Obliczyć średnią wartość współczynnika kalibracji.
5. Obliczyć stężenie d-pantenolu w badanej próbce korzystając ze wzoru:

$$C_x = A_x \cdot F_{\text{sr}}$$

gdzie: C_x – stężenie d-pantenolu w badanej próbce kremu Bepanthen

A_x – absorbancja roztworu próbki kremu Bepanthen

F_{sr} – średnia wartość współczynnika kalibracji

6. Obliczyć procentową zawartość d-pantenolu w 1 g preparatu kosmetycznego



(krem Bepanthen) wg wzoru:

$$x = C_x/m_p$$

gdzie: $x[\%/g]$ – procentowa zawartość d-panthenolu w 1 g preparatu kosmetycznego

$C_x[\%]$ – stężenie d-panthenolu w roztworze kremu Bepanthen wyliczone ze współczynnika kalibracji

$m_p[g]$ – odważona masa próbki