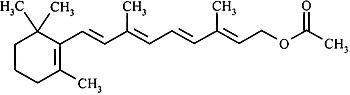
**Задание**

1. Приготовить стандартный раствор ретинола 1 г/л
2. Приготовить серию градировочных растворов
3. Провести подготовку анализируемой пробы (содержимого капсулы)
4. Провести определение ретинола ацетата в анализируемой пробе в пересчете на содержание ретинола в 1 капсуле фотометрическим методом с применением метода градуировочного графика.
5. Привести результат определения в виде интервала с учетом погрешности определения.
6. В случае, если заявленное на упаковке содержание ретинола ацетата не попадает в данный интервал, повторить определение.
7. Все расчеты представить в виде протокола с обязательным приложением графиков.

**Фотометрический метод определения содержания ретинола ацетата в капсулах**

1. **Теоретическая часть**
   1. **Сведения о веществе**

Структурная формула:



Эмпирическая формула C22H32O2   
Молекулярная масса 328,48 г/моль

* 1. **Сущность метода**

Измерения массовой концентрации ретинола ацетата выполняют методом спектрофотометрии. Метод определения основан на способности растворов ретинола ацетата в изопропиловом спирте поглощать УФ-излучение.

Методика обеспечивает выполнение измерений массовых концентраций ретинола ацетата с погрешностью, не превышающей ±19%, при доверительной вероятности 0,95.

**2. Средства измерений вспомогательное оборудование, реактивы**

2.1 Спектрофотометр.

2.2 Набор кювет.

2.3 Весы лабораторные, погрешность 0,0001г.

2.4 Пипетки с одной меткой.

2.5 Пипетки градуированные.

2.6 Колбы мерные.

2.7 Цилиндры мерные.

2.8 Лодочки для взвешивания.

2.9 Ретинола ацетат.

3.0 Изопропиловый спирт.

**3. Подготовка к проведению измерений**

**3.1 Приготовление основного раствора ретинола ацетата с концентрацией 1 г/л**

В мерную колбу вместимостью 100 млвносят, рассчитанное по формуле 1, количество порошка ретинола ацетата, доводят объем раствора до метки изопропиловым спиртом и тщательно перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед применением.

Формула для расчета количества ретинола ацетата:

где,

масса ретинола ацетата, г;

концентрация ретинола ацетата, г/л;

объем раствора ретинола ацетата, л.

**3.2 Приготовление рабочего раствора ретинола ацетата с концентрацией 10 мг/л**

В мерную колбу вместимостью 100 мл вносят, рассчитанное по формуле 2, количество основного раствора ретинола ацетата, доводят объем раствора до метки изопропиловым спиртом и тщательно перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед применением.

Формула для расчета аликвоты основного раствора ретинола ацетата:

где,

объем аликвоты основного раствора ретинола ацетата, мл;

концентрация основного раствора ретинола ацетата,

объем рабочего раствора ретинола ацетата,

концентрация рабочего раствора ретинола ацетата,

/л.

**3.3 Приготовление серии градуировочных растворов**

В 6 мерных колб вместимостью 50 мл помещают 0, 5, 10, 15, 20, 25 мл рабочего раствора ретинола ацетата и доводят раствор до метки изопропиловым спиртом. Растворы устойчивы в течение часа.

**3.4 Порядок проведения определений**

Для построения градуировочного графика измерить оптическую плотность растворов ретинола ацетата при длине волны 326 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм. За раствор сравнения принять изопропиловый спирт (первый раствор градуировочной серии).

По полученным значениям в программе MS Excel строят графики зависимостей оптической плотности растворов от значений концентраций ретинола ацетата, рассчитанных по формуле 3:

где,

концентрация градуировочного раствора, мг/л;

концентрация рабочего раствора, 10 мг/л;

объем рабочего раствора ретинола ацетата, мл

объем градуировочного раствора, 50 мл.

График является приемлемым, если значение коэффициента корреляции составляет не менее 0,99.

**3.5 Приготовление и анализ анализируемой пробы**

Навеску содержимого капсулы, эквивалентную 30 мг ретинола ацетата, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в изопропиловом спирте, перемешивают и доводят объем до метки изопропиловым спиртом. Отбирают 1 мл полученного раствора, переносят в колбу на 100 мл, разбавляют до половины объема изопропиловым спиртом и перемешивают, доводят объем до метки изопропиловым спиртом. Проверяют раствор на отсутствие опалесценции. При наличии взвешенных частиц, раствор фильтруют через шприцевые фильтры 0,22 мкм перед анализом.

Для определения содержания ретинола ацетата измеряют оптическую плотность приготовленного раствора при длине волны 326 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм. За раствор сравнения принять изопропиловый спирт (первый раствор градуировочной серии).

Концентрацию ретинола ацетата в приготовленном растворе рассчитывают с использованием градуировочной характеристики методом подстановки в уравнение линии тренда, которое должно иметь вид

y=ax+b,

где,

х - искомая концентрация, мг/л

у - показатель преломления пробы,

a и b - численные коэффициенты в уравнении.

Проводят расчет концентрации в исходном растворе пробы с учетом разбавления.

**4. Приемлемость результатов измерений**

Результат измерения представить в виде

± ∆, мг/см3 при доверительной вероятности Р=0,95

Х – средняя концентрация меди в контрольной пробе

Δ= 0,01\*δ \* (таблица 1).

Сравнить полученное значение с теоретическим (30 мг/100 мл) с учетом погрешности метода и сделать вывод о качестве производимой продукции.

Таблица 1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Диапазон измерений массовой концентрации ретинола ацетата мг/л | Предел повторяемости ( относительное значение допускаемого расхождения между жвумя результатами измерений, полученных в условиях повторяемости при Р= 0,95) r,% | Предел воспроизводимости ( относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в условиях воспроизводимости при Р=0,95) R% | Показатель точности (границы\* относительной погрешности при вероятности Р=0,95) ±δ,% |
| От 1,00 до 5,00 включ | 22 | 24 | 19 |