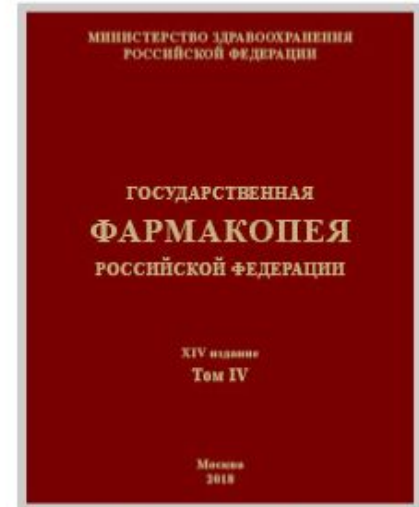
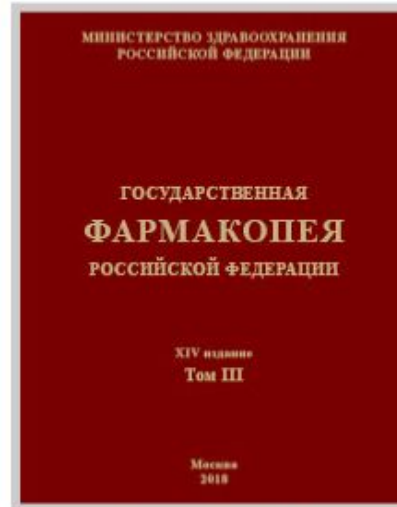
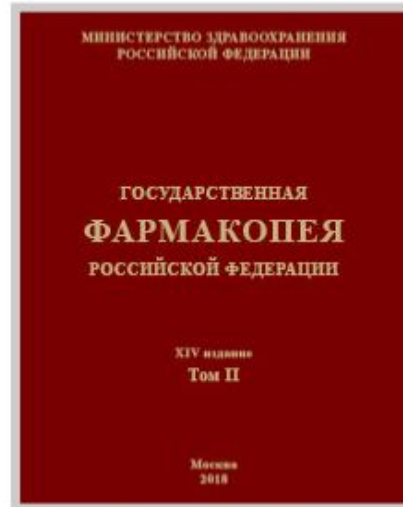
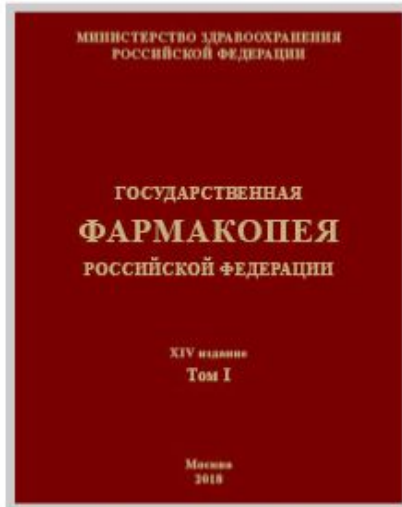




«Фармацевтическая химия»

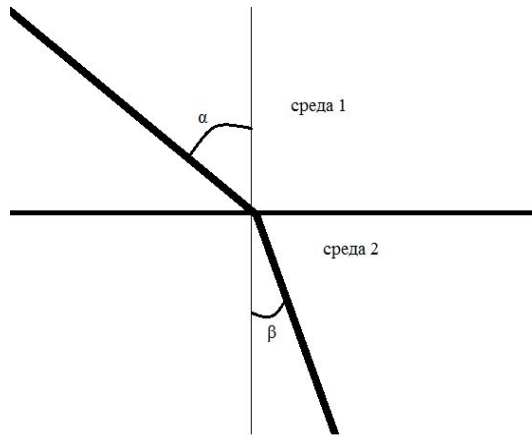
Метод рефрактометрии и ИК-спектроскопии



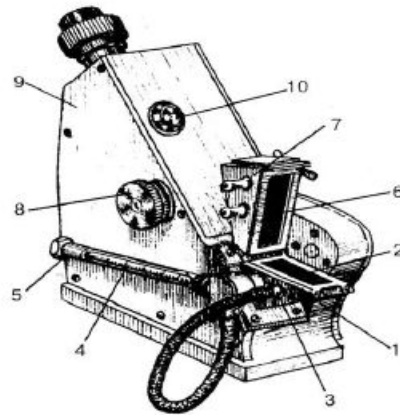
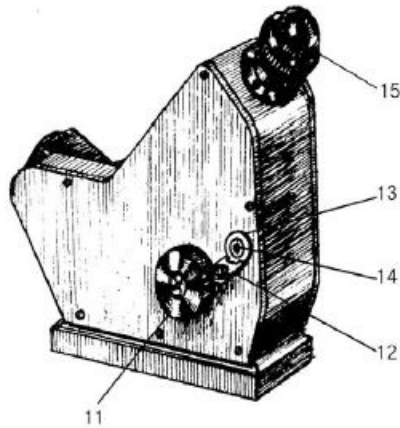
Рефрактометрия – метод анализа лекарственных средств, основанный на применении показателя преломления испытуемого вещества. На практике определяют относительный показатель преломления n , который является отношением скорости света в воздухе к скорости света в испытуемом веществе. Зависит от температуры, длины волны света, концентрации вещества и природы растворителя.

Это один из методов определения подлинности и чистоты вещества.

Показатель n показывает во сколько раз скорость света в среде 1 больше, чем в среде 2.



На практике рефрактометрия используется для определения концентрации растворов, если ее величина не ниже 3%.



Определение концентрации вещества в растворе:

- Расчёт концентрации по формуле

$$C^{\circ/\circ} = \frac{n - n_0}{F}$$

- Расчёт концентрации по рефрактометрическим таблицам

1) Концентрация раствора оказалась выше требуемой.

Объем воды, необходимый для разбавления полученного раствора вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A \cdot (C - B)}{B},$$

где X – количество воды, необходимое для разбавления изготовленного раствора (мл.);

A – объем изготовленного раствора (мл.);

B – требуемая концентрация раствора (%);

C – фактическая концентрация раствора (%).

2) Концентрация раствора оказалась ниже требуемой.

Массу ЛВ для укрепления полученного раствора вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A \cdot (B - C)}{100 \cdot \rho_{20} - B},$$

где X – масса вещества, которую следует добавить к раствору (г);

A – объем изготовленного раствора (мл.);

B – требуемая концентрация раствора (%);

C – фактическая концентрация раствора (%);

ρ_{20} – плотность раствора при 20°C (г/мл, г/см³)

Измеренный показатель преломления 10% раствора кальция хлорида 1,3442.

Ближайшие табличные значения 1,3434 и 1,3445, соответствующие концентрациям 9% и 10%. Разность табличных показателей преломления соответствует одному проценту концентрации. $1,3445 - 1,3434 = 0,0011$. Разность найденного показателя преломления и одного из табличных значений

(например, для 10%-го раствора) $1,3445 - 1,3442 = 0,0003$ соответствует X%.

При анализе установлено, что концентрация раствора калия бромида 23% вместо 20%. Рассчитать количество воды, необходимое для разбавления раствора.

21

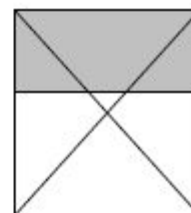
При анализе установлено, что концентрация раствора калия бромида составляет 18% вместо 20%. Рассчитать количество калия бромида, необходимое для укрепления раствора.

Анализ многокомпонентных смесей основан на различной растворимости ингредиентов в воде и в органических растворителях.

1. Один ингредиент растворим в воде, другой в этаноле.
2. Оба ингредиента растворимы в воде, один из них растворим в этаноле.
3. Оба ингредиента растворимы в этаноле, один из них растворим в воде.

Показатели преломления водных растворов лекарственных веществ с массовой концентрацией

| Показатель преломления, n^{20}_D | Концентрация растворов, % | | | |
|------------------------------------|---------------------------|-----------------------|-------------------|--------------|
| | аммония хлорид | гексаметиленetetрамин | глюкоза безводная | калия бромид |
| 1,3340 | 0,50 | 0,60 | 0,70 | 0,83 |
| 1,3350 | 1,00 | 1,19 | 1,40 | 1,67 |
| 1,3360 | 1,50 | 1,78 | 2,10 | 2,51 |
| 1,3370 | 2,00 | 2,40 | 2,80 | 3,35 |
| 1,3380 | 2,50 | 3,00 | 3,50 | 4,19 |
| 1,3390 | 3,00 | 3,60 | 4,20 | 5,04 |
| 1,3400 | 3,50 | 4,20 | 4,90 | 5,89 |
| 1,3410 | 4,00 | 4,78 | 5,60 | 6,74 |
| 1,3420 | 4,50 | 5,36 | 6,30 | 7,60 |
| 1,3430 | 5,00 | 5,96 | 7,00 | 8,45 |
| 1,3440 | 5,50 | 6,55 | 7,70 | 9,31 |
| 1,3450 | 6,00 | 7,15 | 8,40 | 10,17 |
| 1,3460 | 6,50 | 7,75 | 9,10 | 11,04 |
| 1,3470 | 7,00 | 8,35 | 9,80 | 11,90 |
| 1,3480 | 8,00 | 8,94 | 10,50 | 12,77 |
| 1,3490 | 8,50 | 9,52 | 11,20 | 13,64 |
| 1,3500 | 9,00 | 10,10 | 11,90 | 14,52 |
| 1,3510 | 9,50 | 10,67 | 12,60 | 15,40 |
| 1,3520 | 10,00 | 11,26 | 13,30 | 16,28 |
| 1,3530 | 10,50 | 11,85 | 14,00 | 17,16 |
| 1,3540 | 11,00 | 12,45 | 14,70 | 18,04 |
| 1,3550 | 11,50 | 13,05 | 15,40 | 18,93 |
| 1,3560 | 12,00 | 13,64 | 16,10 | 19,82 |
| 1,3570 | 13,00 | 14,21 | 16,80 | 20,71 |
| 1,3580 | 13,50 | 14,77 | 17,50 | 21,61 |
| 1,3590 | 14,00 | 15,36 | 18,20 | 22,51 |
| 1,3600 | 14,50 | 15,94 | 18,90 | 23,41 |
| 1,3610 | 15,00 | 16,53 | 19,60 | 24,32 |
| 1,3620 | 15,50 | 17,11 | 20,30 | |
| 1,3630 | 16,00 | 17,69 | 21,00 | |
| 1,3640 | 17,00 | 18,26 | 21,70 | |
| 1,3650 | 17,50 | 18,85 | 22,40 | |
| 1,3660 | 18,00 | 19,43 | 23,10 | |
| 1,3670 | 19,00 | 20,02 | 23,80 | |
| 1,3680 | 19,50 | 20,60 | 24,50 | |



| Показатель преломления, n^{20}_D | Концентрация растворов, % | | | | | |
|------------------------------------|------------------------------------|----------------------------------|----------------|---------------|----------------------|--------------|
| | магния сульфат · 7H ₂ O | медь сульфат · 5H ₂ O | натрий бензоат | натрий бромид | натрия гидрокарбонат | натрия йодид |
| 1,3340 | 1,05 | 0,91 | 0,45 | 0,75 | 0,80 | 0,71 |
| 1,3350 | 2,09 | 1,68 | 0,92 | 1,50 | 1,60 | 1,41 |
| 1,3360 | 3,10 | 2,61 | 1,39 | 2,26 | 2,40 | 2,10 |
| 1,3370 | 4,13 | 3,51 | 1,86 | 3,00 | 3,20 | 2,80 |
| 1,3380 | 5,15 | 4,39 | 2,35 | 3,74 | 4,00 | 3,49 |
| 1,3390 | 6,20 | 5,31 | 2,81 | 4,50 | 4,80 | 4,20 |
| 1,3400 | 7,35 | 6,19 | 3,26 | 5,24 | 5,60 | 4,88 |
| 1,3410 | 8,45 | 7,14 | 3,72 | 6,00 | 6,40 | 5,58 |
| 1,3420 | 9,65 | 8,04 | 4,18 | 6,76 | 7,20 | 6,27 |
| 1,3430 | 10,75 | 8,89 | 4,63 | 7,54 | 8,00 | 6,96 |
| 1,3440 | 11,80 | 9,82 | 5,07 | 8,32 | 8,80 | 7,65 |
| 1,3450 | 12,95 | 10,71 | 5,53 | 9,06 | 9,60 | 8,35 |
| 1,3460 | 14,05 | 11,61 | 6,00 | 9,81 | 10,40 | 9,04 |
| 1,3470 | 15,22 | 12,50 | 6,48 | 10,57 | | 9,74 |
| 1,3480 | 16,34 | 13,40 | 6,95 | 11,32 | | 10,44 |
| 1,3490 | 17,50 | 14,30 | 7,41 | 12,09 | | 11,15 |
| 1,3500 | 18,70 | | 7,88 | 12,88 | | 11,85 |
| 1,3510 | 19,90 | | 8,35 | 13,67 | | 12,55 |
| 1,3520 | 21,10 | | 8,83 | 14,46 | | 13,26 |
| 1,3530 | 22,20 | | 9,30 | 15,25 | | 13,97 |
| 1,3540 | 23,45 | | 9,77 | 16,03 | | 14,67 |
| 1,3550 | 24,70 | | 10,24 | 16,81 | | 15,37 |
| 1,3560 | 25,85 | | 10,71 | 17,60 | | 16,05 |
| 1,3570 | 27,10 | | 11,19 | 18,38 | | 16,75 |
| 1,3580 | 28,40 | | 11,66 | 19,16 | | 17,45 |
| 1,3590 | 29,50 | | 12,14 | 19,96 | | 18,15 |
| 1,3600 | 30,75 | | 12,63 | 20,77 | | 18,85 |
| 1,3610 | 32,00 | | 13,10 | 21,55 | | 19,58 |
| 1,3620 | 33,35 | | 13,58 | 22,35 | | 20,28 |
| 1,3630 | 34,66 | | 14,06 | 23,15 | | |
| 1,3640 | 35,90 | | 14,53 | 23,96 | | |
| 1,3650 | 37,24 | | 15,01 | 24,76 | | |
| 1,3660 | 38,60 | | 15,50 | 25,42 | | |

Инфракрасная (ИК) область электромагнитного спектра, используемая в фармацевтическом анализе, охватывает интервал $4000\text{—}250\text{ см}^{-1}$.

ИК-спектрофотометрия, впервые введенная в Государственной фармакопее (ГФ X) для идентификации фторотана и натриевых солей полусинтетических пенициллинов — метициллина и оксациллина, в последнее время все чаще применяется в анализе различных классов лекарственных веществ.

Приборы. Спектрофотометры, применяемые в ИК-области, в основном аналогичны приборам для видимой и ультрафиолетовой (УФ) областей и отличаются от последних в отношении источников получения, оптических материалов и детекторов.

Наиболее распространенные приборы отечественного и зарубежного производства работают при длине волны $4000\text{—}670\text{ см}^{-1}$.

Для калибровки шкалы длин волн измеряют спектр пленки полистирола, которая обычно прилагается к прибору.

**Спектрометрия в
инфракрасной области**

ОФС.1.2.1.1.0002.15

Взамен ГФ X

Взамен ст. ГФ XI, вып.1

Взамен ГФ XII, ч.1, ОФС 42-0043-07

Суспензии. Небольшое количество вещества, предназначенного для испытания, растирают с минимальным количеством вазелинового масла или другой подходящей жидкости (смешивают 5 – 20 мг твердого вещества с 1 – 2 каплями иммерсионной жидкости). Полученную суспензию сжимают между двумя пластинками (NaCl или KBr), прозрачными для инфракрасного излучения.

Для записи спектра по *методу нарушенного полного внутреннего отражения* подготовку образца проводят одним из способов.

Растворы. Вещество растворяют в соответствующем растворителе, соблюдая условия, приведенные в фармакопейной статье. Раствор испаряют на поверхности внутреннего элемента отражения, который обычно изготавливают из кристалла бромида йодида таллия (KRS-5), германия или другого минерала с большим показателем преломления.

Твердые вещества. Вещество помещают на поверхность внутреннего элемента отражения таким образом, чтобы достичь как можно более плотного и полного контакта со всей поверхностью кристалла (обычно

Электромагнитный спектр

| Излучение | λ , см | E , эВ | Процессы, происходящие при поглощении или излучении |
|----------------------------|------------------------|----------------|--|
| γ -лучи | 10^{-11} — 10^{-8} | $\sim 10^7$ | изменения в энергетическом состоянии ядер (спектроскопия γ -резонанса) |
| Рентгеновские лучи | 10^{-8} — 10^{-6} | $\sim 10^5$ | изменения в энергетическом состоянии внутренних электронов атомов (рентгеноспектроскопия) |
| Ультрафиолетовое и видимое | 10^{-6} — 10^{-4} | ~ 10 | изменение энергетического состояния внешних электронов (электронные спектры) |
| Инфракрасное | 10^{-4} — 10^{-2} | доли эВ | колебания атомов в молекуле (колебательные спектры) |
| Микроволновое | 10^{-1} — 10 | $\sim 10^{-3}$ | колебание атомов в кристаллической решетке; изменения вращательного энергетического состояния |
| Радиоволны | >100 | $\sim 10^{-6}$ | изменение энергетического состояния спинов ядер и электронов (спектроскопия ЯМР, ЭПР, ЯКР) |

Комплект для приготовления проб в виде таблеток и суспензии



Комплект для приготовления проб в виде таблеток КВг и суспензии в вазелиновом масле.

- Пресс-форма ПФ13 – 1 шт.
- Ступка с пестиком СП80 – 1шт.
- Держатель таблеток ДТ13 – 1 шт.
- КВг для изготовления таблеток – 500 г
- Кювета КР20 – 1 шт.
- Окно КВг диам. 40 мм – 4 шт.
- Вазелиновое масло – 100 г

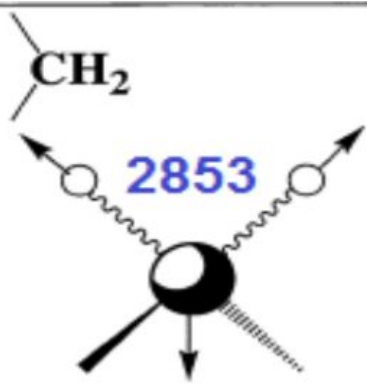
Кювета разборная КР1



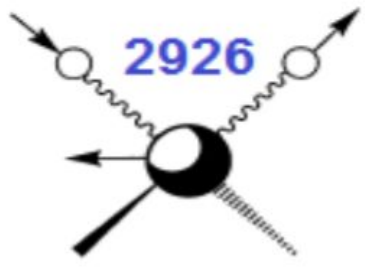
Кювета КР1 предназначена для исследования жидкостей, помещенных между двумя окнами в виде тонкого слоя, толщина которого определяется толщиной латунной прокладки, выбранной из стандартного комплекта. Образцы могут быть проанализированы в чистом виде или разбавляются соответствующим растворителем.

Комплект латунных прокладок: 0,1; 0,2; 0,3; 0,5; 0,8.

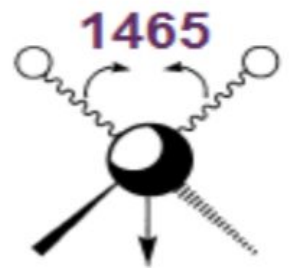
Материал окон: KBr, CaF₂, ZnSe.



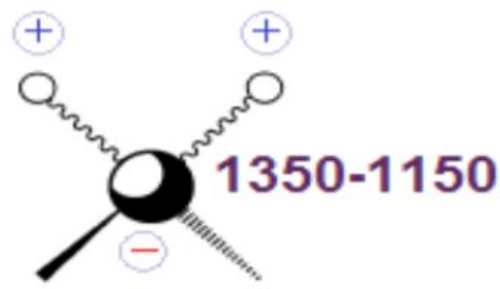
Симметричное валентное, ν_s CH₂, ~2853 см⁻¹



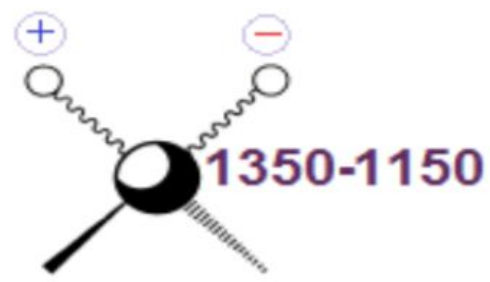
Антисимметричное валентное, ν_{as} CH₂, ~2926 см⁻¹



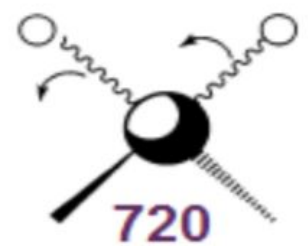
Плоскостное деформационное или ножничное (scissoring), δ_s CH₂, ~1465 см⁻¹



Внеплоскостное деформационное или веерное (wagging), ω CH₂, 1350–1150 см⁻¹



Внеплоскостное деформационное или крутильное (twisting), τ CH₂, 1350–1150 см⁻¹



Плоскостное деформационное или маятниковое (rocking), ρ CH₂, ~720 см⁻¹

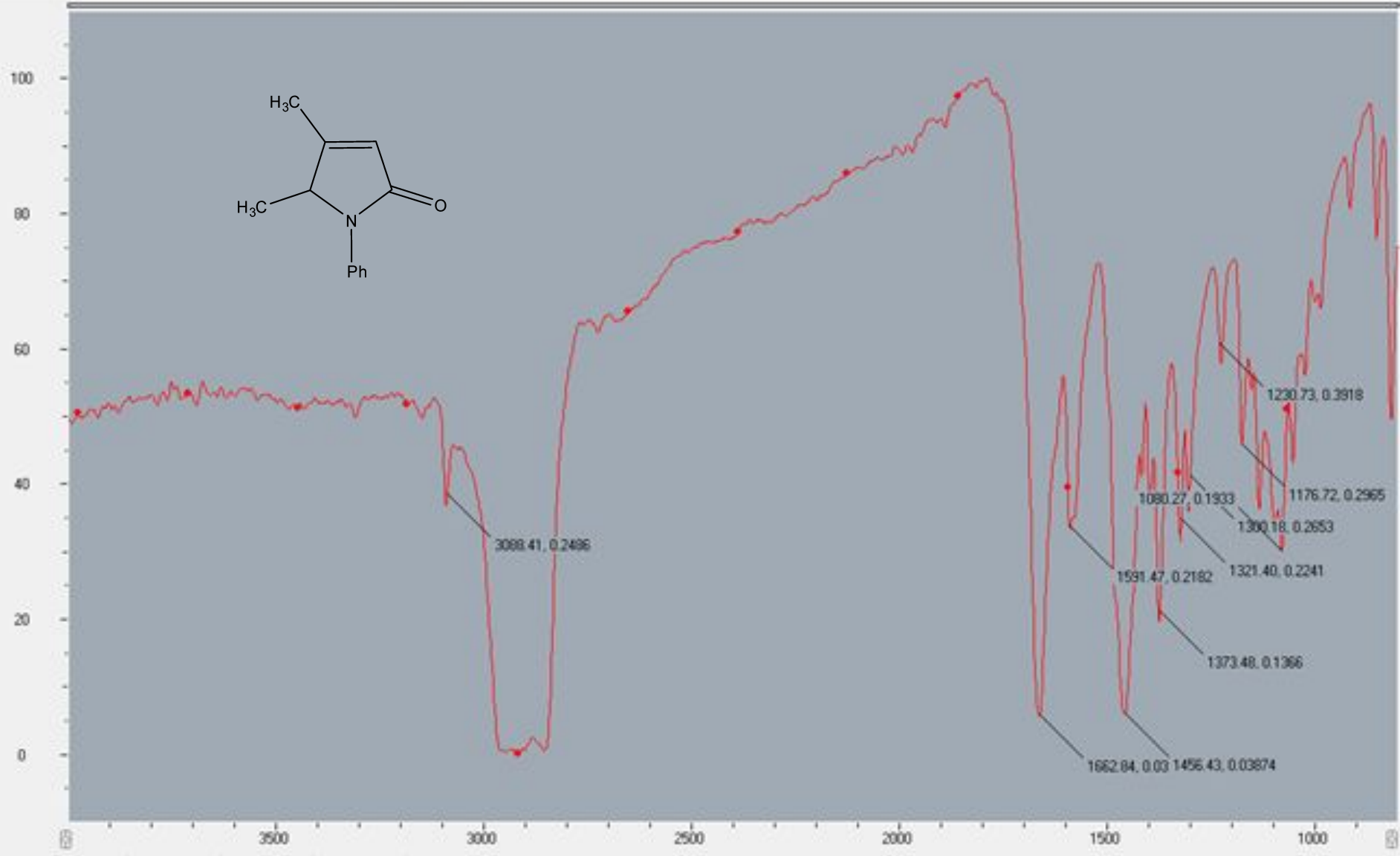
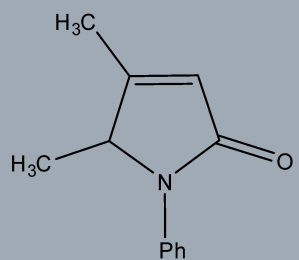
Объекты исследования ИК спектроскопии могут быть жидкими, твердыми, газообразными, могут быть как органическими, так и неорганическими.

Спектры *газов или паров* получают введением образца в вакуумные газовые кюветы.

Жидкости можно исследовать в чистом виде или **в растворах**. Жидкости помещают между двумя солевыми пластинками (NaCl, KBr, ZnSe или др.), получают пленку толщиной около 0,01 мм и меньше. Пластины удерживаются в капиллярными силами. Необходимо от 1 до 10 мг пробы. Летучие жидкости исследуют в герметичных кюветах. Растворы помещают в кюветы толщиной от 0,1 – до 1 мм и более.

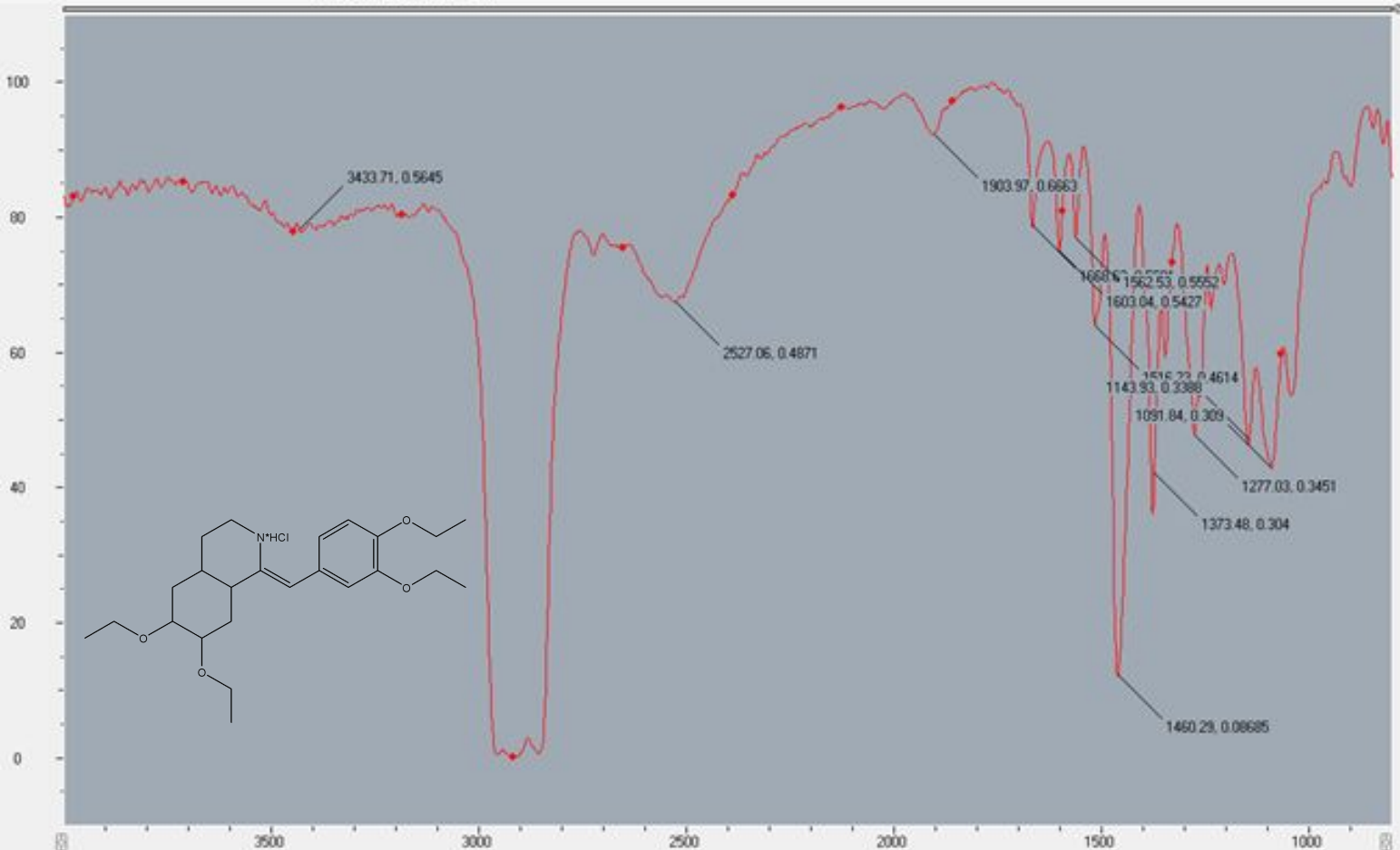
Твердые вещества исследуют в виде паст с вазелиновым маслом, прессованных таблеток с KBr или в виде осажденных плёнок или используют различные приёмы отражения излучения.

Связь с прибором потеряна



Режим: Пропускание
Диапазон: 800 - 4000 см⁻¹
Разрешение: 4.0 см⁻¹
Сканов: 20
Спектр сравнения: Общий
Серия:
Источник: Внутренний
Фильтр: Без фильтра
Пуск

Связь с прибором потеряна

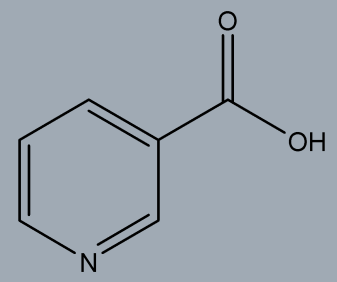
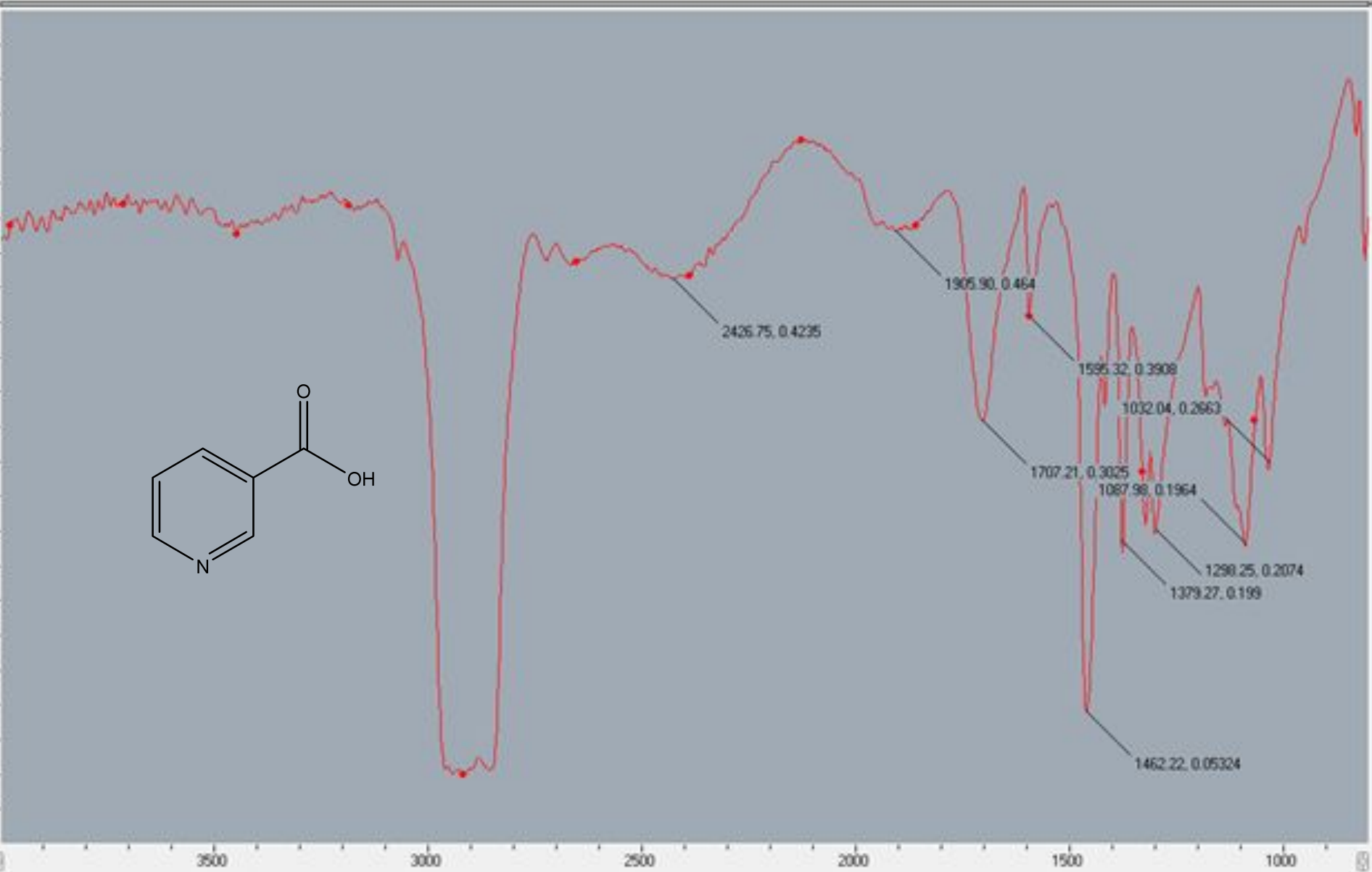


с:\...дротаверина гидрохлорид.грэ



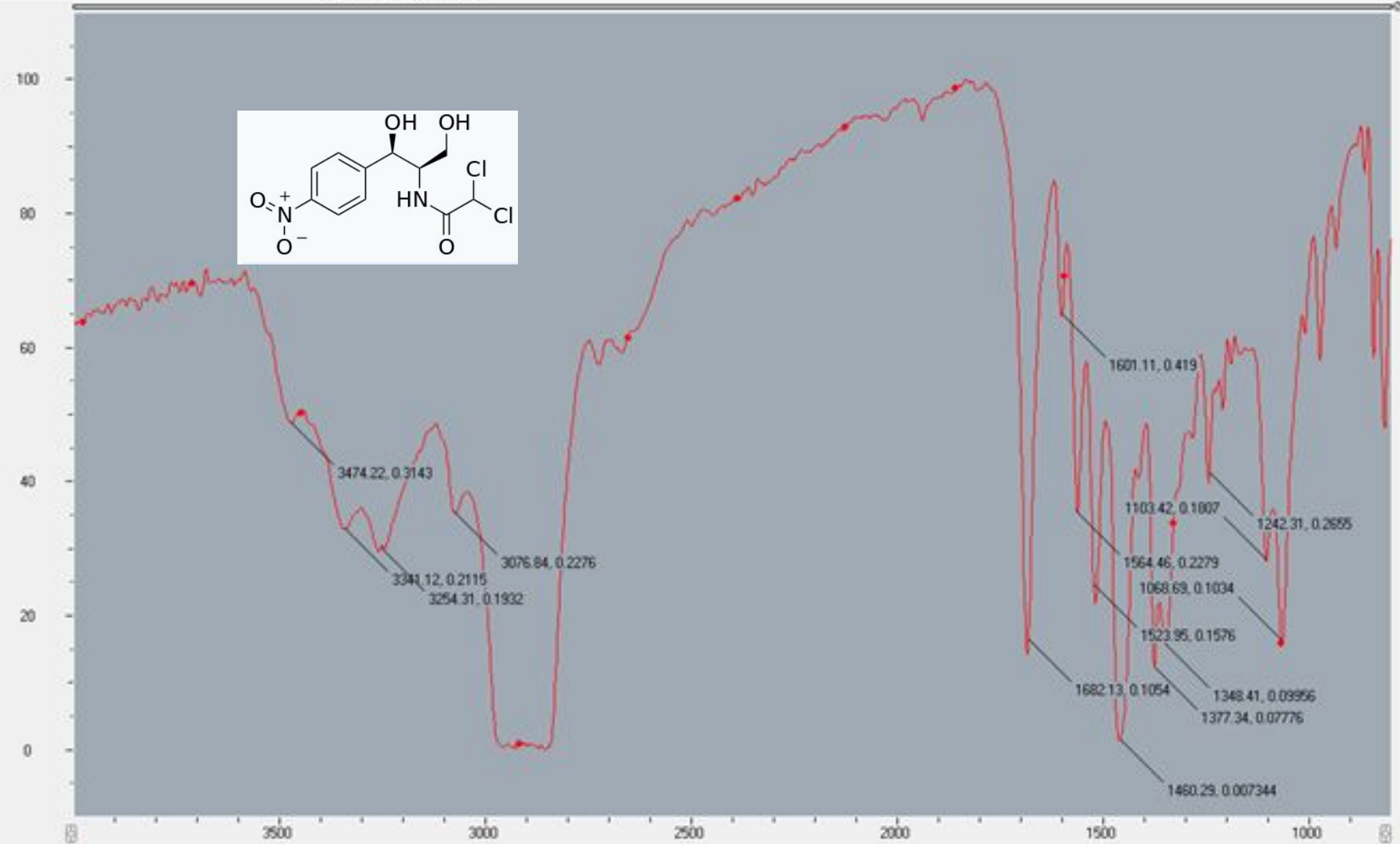
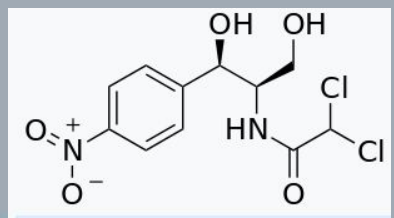
Диапазон: 800 - 4000 см⁻¹ | Разрешение: 4.0 см⁻¹ | Сканы: 20 | Спектр сравнения: Общий | Источник: Внутренний | Фильтр: Без фильтра | **Пуск**

Связь с прибором потеряна



Пуск

Связь с прибором потеряна



ИК-спектр ЛЕВОМИЦЕТИНА

