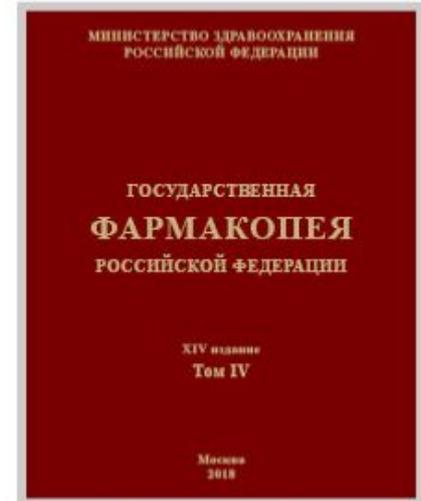
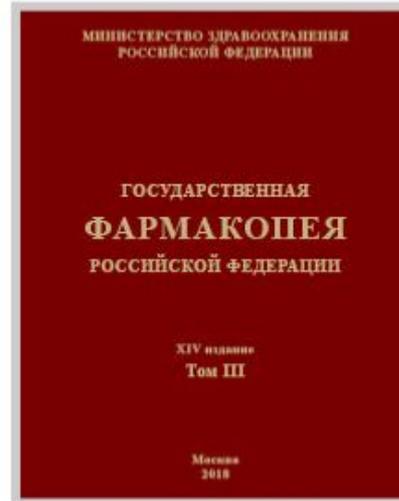
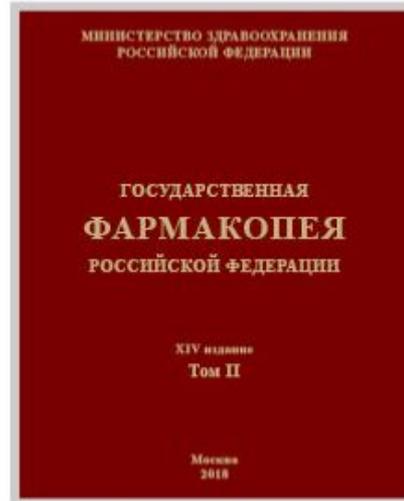
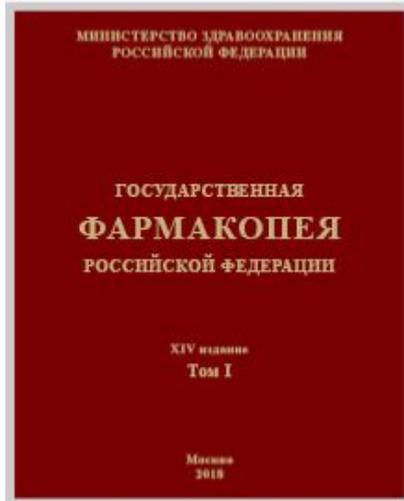




«Фармацевтическая химия»

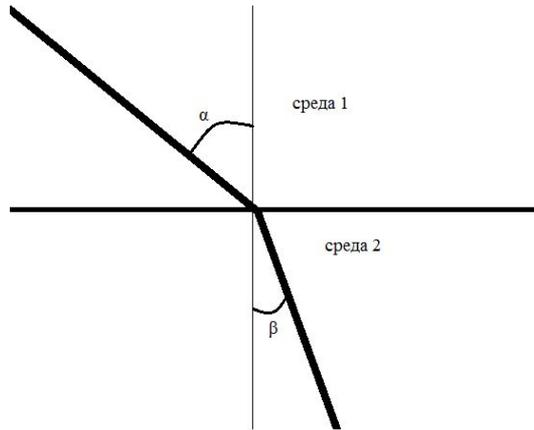
Метод рефрактометрии и ИК-спектроскопии



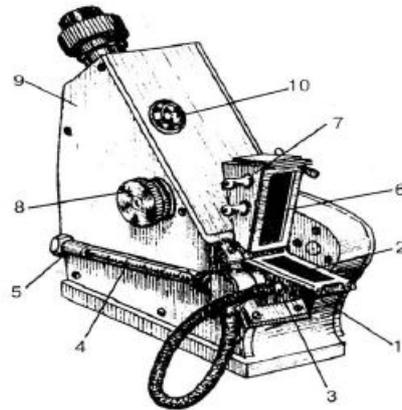
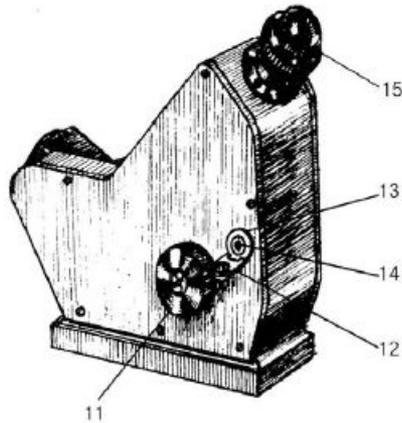
Рефрактометрия – метод анализа лекарственных средств, основанный на применении показателя преломления испытуемого вещества. На практике определяют относительный показатель преломления n , который является отношением скорости света в воздухе к скорости света в испытуемом веществе. Зависит от температуры,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

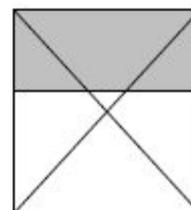
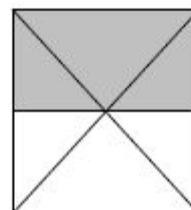
При анализе установлено, что концентрация раствора калия бромида составляет 18% вместо 20%. Рассчитать количество калия бромида, необходимое для укрепления раствора.

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

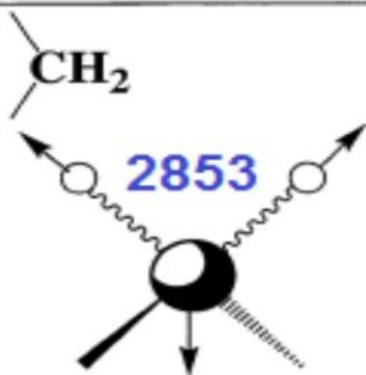
Кювета разборная КР1



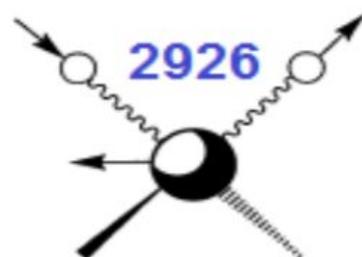
Кювета КР1 предназначена для исследования жидкостей, помещенных между двумя окнами в виде тонкого слоя, толщина которого определяется толщиной латунной прокладки, выбранной из стандартного комплекта. Образцы могут быть проанализированы в чистом виде или разбавляются соответствующим растворителем.

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

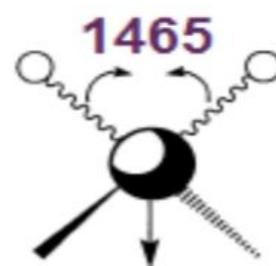
Материал окон: KBr, CaF₂, ZnSe.



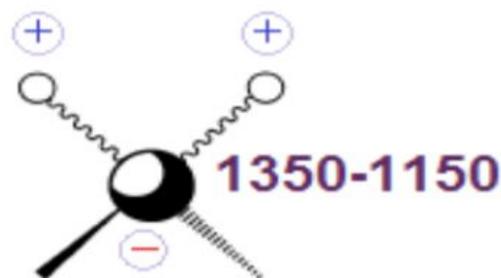
Симметричное
валентное, ν_s CH₂,
 ~ 2853 см⁻¹



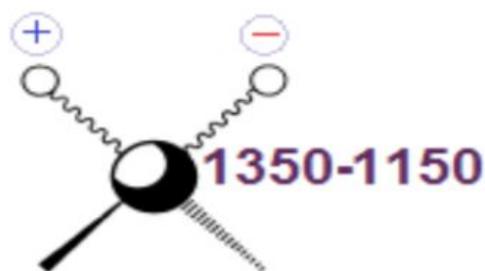
Антисимметричное
валентное, ν_{as} CH₂,
 ~ 2926 см⁻¹



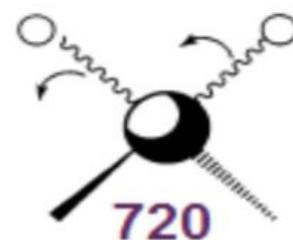
Плоскостное деформационное
или ножничное (scissoring), δ_s CH₂,
 ~ 1465 см⁻¹



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

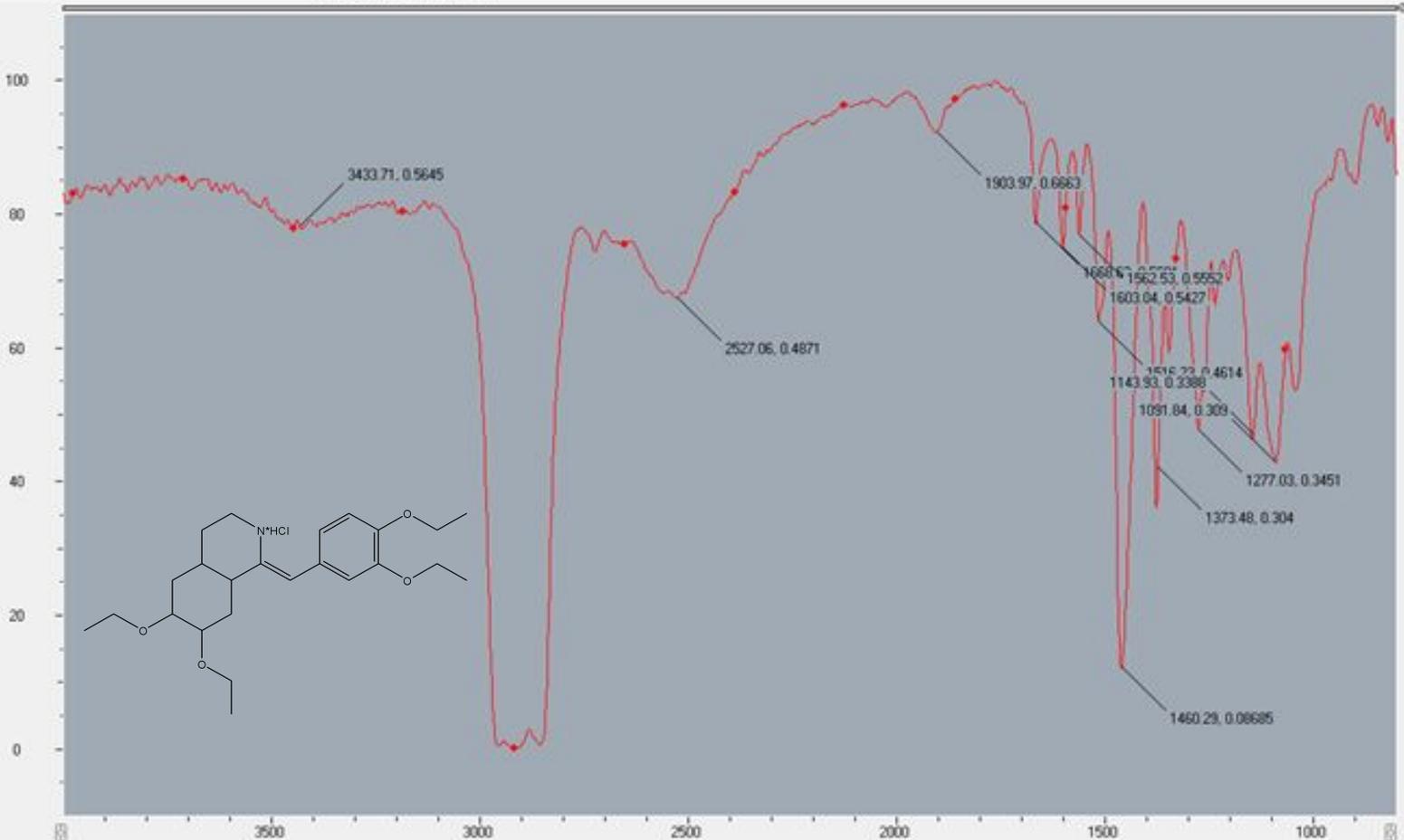
Объекты исследования ИК спектроскопии могут быть жидкими, твердыми, газообразными, могут быть как органическими, так и неорганическими.

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

Жидкости можно исследовать в чистом виде или *в растворах*. Жидкости помещают между двумя соевыми пластинками (NaCl, KBr, ZnSe или др.), получают пленку толщиной около 0,01 мм и меньше. Пластинки 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

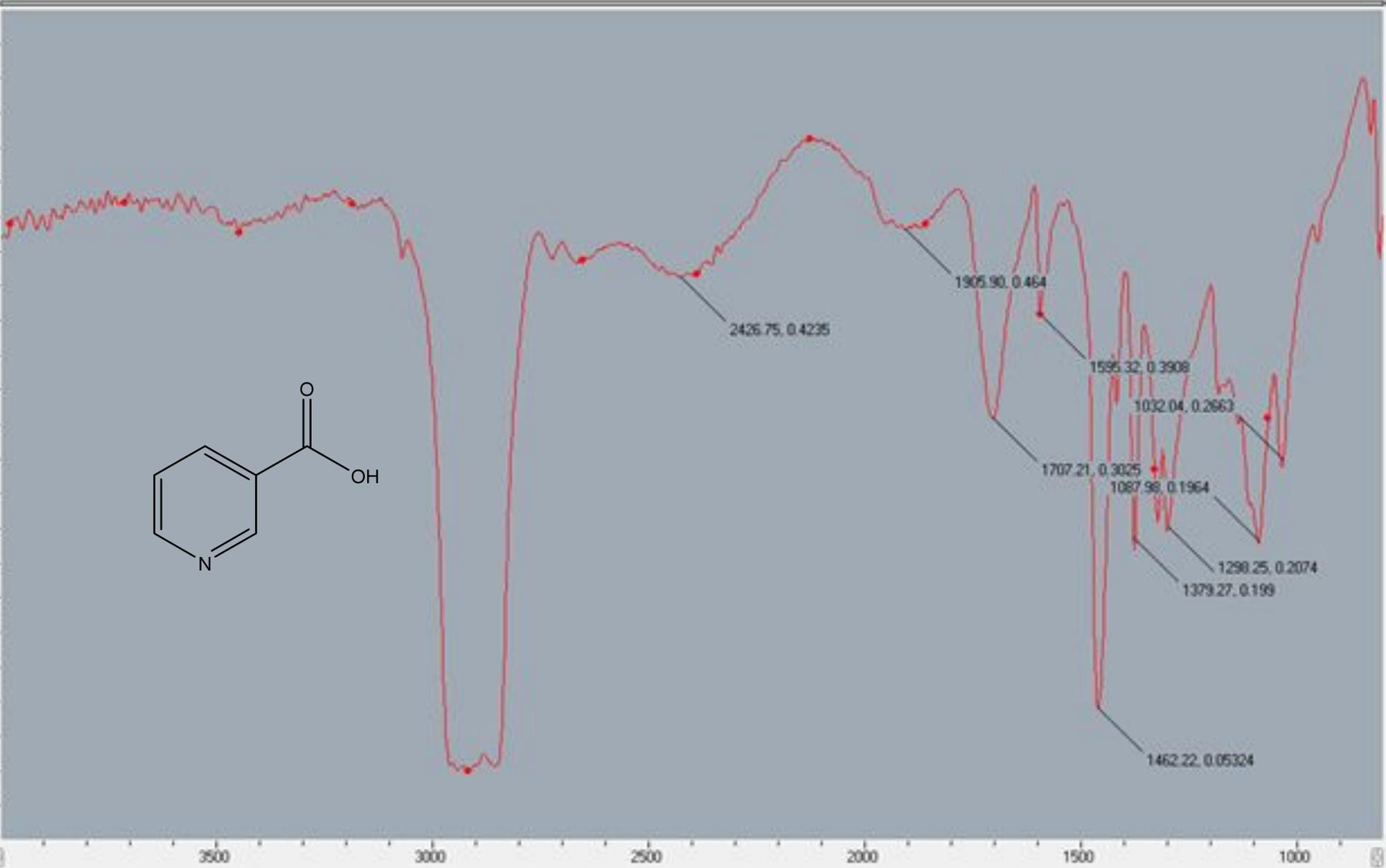
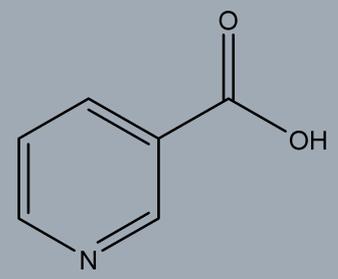


с:\...дротаверина гидрохлорид.гр



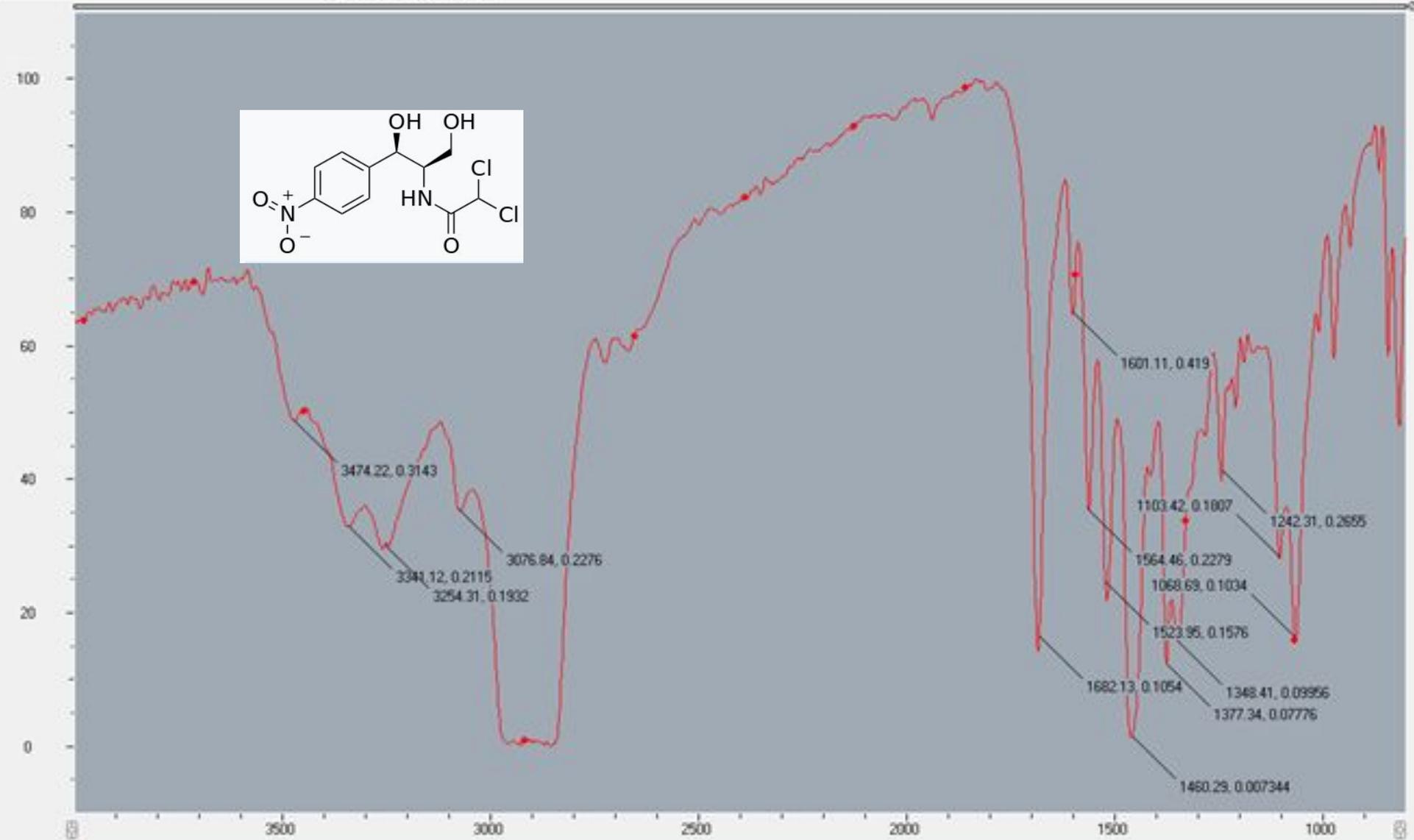
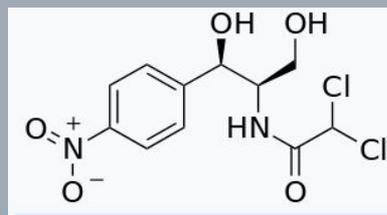
Диапазон: 800 - 4000 см⁻¹ | Разрешение: 4.0 см⁻¹ | Сканы: 20 | Спектр сравнения: Общий | Серия: | Источник: Внутренний | Фильтр: Без фильтра | **Пуск**

Связь с прибором потеряна



Пуск

Связь с прибором потеряна



ИК-спектр ЛЕВОМИЦЕТИНА

