

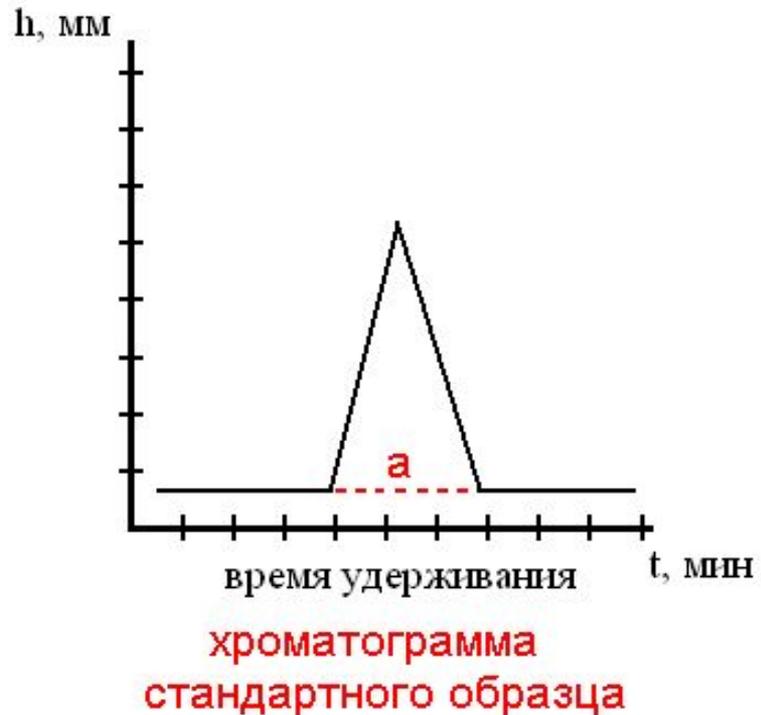
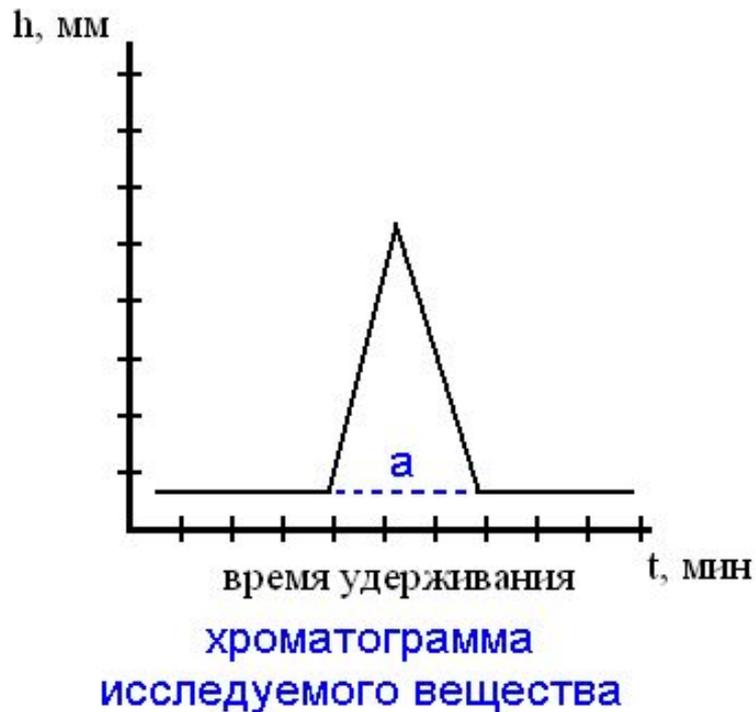


КАФЕДРА ФАРМАЦЕВТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

**КОЛИЧЕСТВЕННОЕ
ОПРЕДЕЛЕНИЕ
ЛЕКАРСТВЕННЫХ
ВЕЩЕСТВ.**

МЕТОД ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

Хроматографируют (пропускают через высокоэффективную колонку) исследуемое вещество. Затем через эту же колонку пропускают **стандартное вещество**. Получают хроматограммы исследуемого вещества и **стандартного вещества**.



Метод неводного титрования.

Способ: прямое титрование

Титрант: хлорная кислота

Индикатор: кристаллический фиолетовый

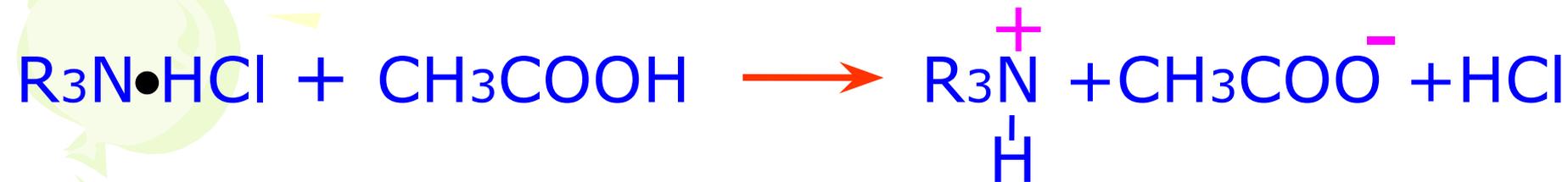
Среда: ледяная уксусная кислота или уксусный ангидрид (протогенные растворители, усиливающие слабо основные свойства препаратов).

Прим.: если титруем гидрохлорид, то добавляем ацетат ртути для связывания выделившейся в процессе титрования хлороводородной кислоты.

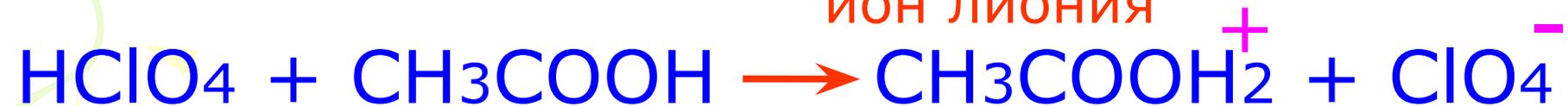
Метод основан на реакции кислотно-основного взаимодействия.

Сущность:

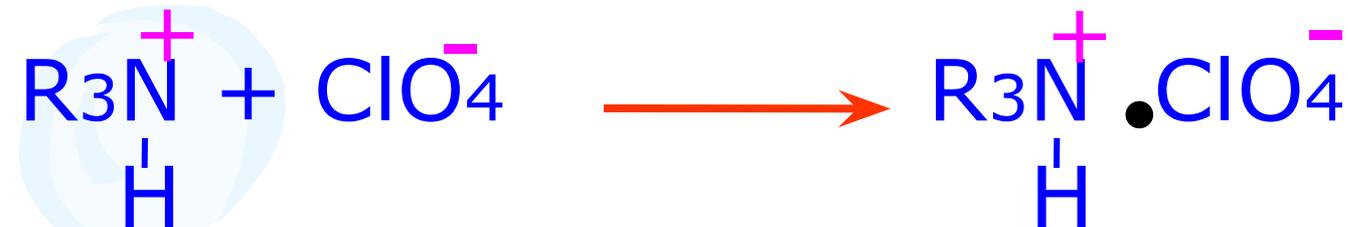
Точную навеску препарата растворяют в ледяной уксусной кислоте, образуется **ион лиония**. В тоже время хлорная кислота (титрант) взаимодействует с ледяной уксусной кислотой, образуется **ион лиата**. Затем **ион лиония** титруется **ионом лиата**. В точке эквивалентности избыточная капля титранта изменяет окраску индикатора.



ИОН ЛИОНИЯ



ИОН ЛИАТА



$f_{\text{ЭКВ}} = 1$

МЕТОД СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ.

Измеряют оптическую плотность исследуемого раствора препарата ($D_{\text{исл}}$) при соответствующей длине волны. По закону Бугера-Ламберта-Бера:

$$D_{\text{исл}} = X \cdot C_{\text{исл}} \cdot b$$

Затем измеряют оптическую плотность стандартного (с известной концентрацией) раствора препарата ($D_{\text{ст}}$) при той же длине волны. По закону Бугера-Ламберта-Бера:

$$D_{\text{ст}} = X \cdot C_{\text{ст}} \cdot b$$

Из двух пропорций выводят формулу и находят концентрацию исследуемого раствора препарата:

$$C_{\text{исл}} = \frac{D_{\text{исл}} \cdot C_{\text{ст}}}{D_{\text{ст}}}$$

МЕТОД СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ.

Так же концентрацию исследуемого раствора препарата можно рассчитать прямо из закона Бугера-Ламберта-Бера по формуле:

$$D_{\text{исл}} = X \cdot C_{\text{исл}} \cdot b, \text{ отсюда}$$

$$C_{\text{исл}} = \frac{D_{\text{исл}}}{X \cdot b}$$

$D_{\text{исл}}$ (оптическая плотность) снимают с прибора;

b – толщина кюветы (обычно 1 см);

X – коэффициент светопоглощения (берут из таблицы)

МЕТОД ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

Затем рассчитывают площадь пиков исследуемого вещества и стандартного образца по формуле:

$$S = \frac{1}{2} a \cdot h$$

Находят площадь пика исследуемого вещества:

$$S_{\text{исл}} = \frac{1}{2} a_{\text{исл}} \cdot h$$

Находят площадь пика стандартного образца:

$$S_{\text{ст}} = \frac{1}{2} a_{\text{ст}} \cdot h$$

Составляют пропорцию:

$$C_{\text{исл}} = S_{\text{исл}}$$

$$C_{\text{ст}} = S_{\text{ст}}$$

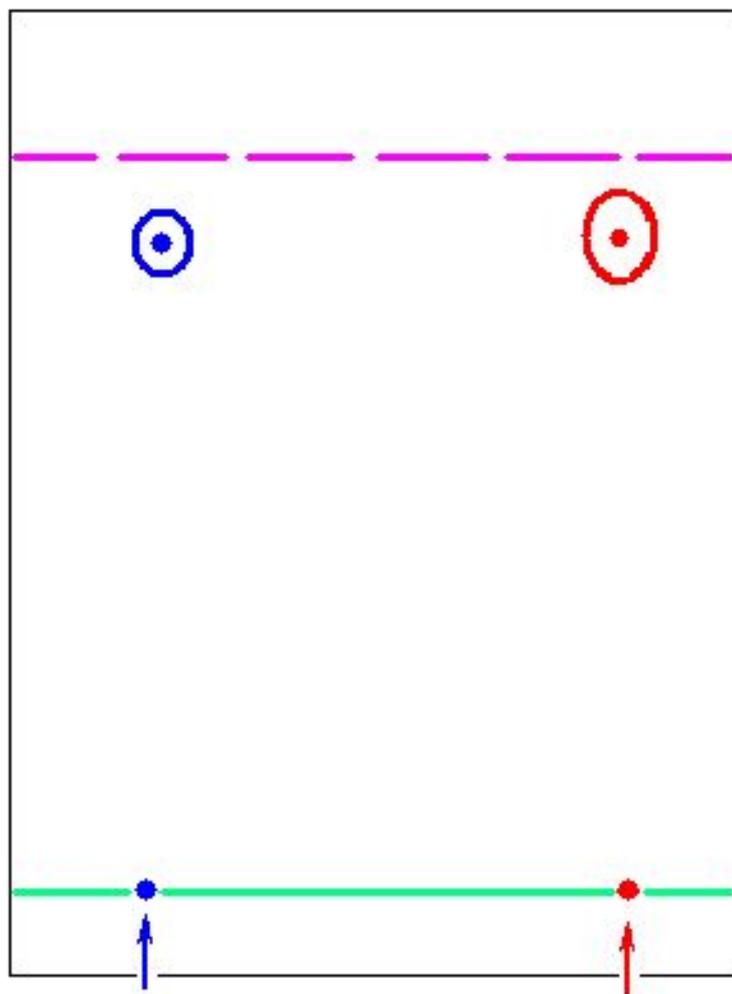
Из которой находят концентрацию исследуемого вещества:

$$C_{\text{исл}} = \frac{C_{\text{ст}} \cdot S_{\text{исл}}}{S_{\text{ст}}}$$

МЕТОД ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

Берут хроматографическую пластинку 10 x 15 см, отступая от края пластинки 1 см, наносят карандашом **линию старта**. Затем на нее микропипеткой наносят каплю исследуемого вещества и каплю **стандартного образца**. Пластинку высушивают и помещают в хроматографическую камеру с системой растворителей. Хроматографируют до тех пор, пока **фронт растворителя** не дойдет до края пластинки 2-3 см. Пластинку вынимают из камеры, отмечают карандашом **фронт растворителя**, высушивают и проявляют в УФ-свете или соответствующими реактивами и отмечают пятна исследуемого вещества и **стандартного образца**.

МЕТОД ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.



фронт растворителя

центр пятна

линия старта

исследуемое вещество

стандартный образец

МЕТОД ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

Далее проявленные пятна вырезают, растворяют в соответствующем растворителе и определяют спектрофотометрическим методом. Сначала измеряют оптическую плотность исследуемого раствора :

$$D_{\text{исл}} = X \cdot C_{\text{исл}} \cdot b$$

Затем измеряют оптическую плотность **стандартного образца**:

$$D_{\text{ст}} = X \cdot C_{\text{ст}} \cdot b$$

И потом по формуле находят концентрацию исследуемого вещества:

$$C_{\text{исл}} = \frac{D_{\text{исл}} \cdot C_{\text{ст}}}{D_{\text{ст}}}$$