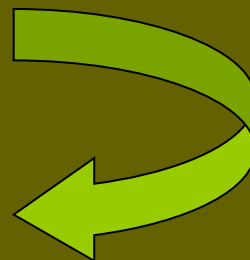
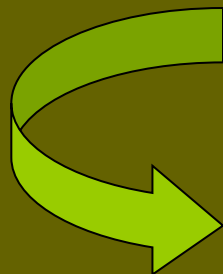


# АНАЛИТИЧЕСКИЙ СКРИНИНГ

---

- - это научно обоснованная система поиска неизвестного яда, когда в процессе последовательных операций поэтапно «отсеиваются» (или определяются) отдельные группы веществ или индивидуальные соединения

# Скрининг



**Общий скрининг:**  
исследование веществ,  
относящихся к разным  
химическим и  
фармакологическим  
группам

**Частный скрининг:**  
исследование веществ  
внутри группы и  
определение  
индивидуальных  
веществ

# ТРЕБОВАНИЯ К МЕТОДАМ АНАЛИТИЧЕСКОГО СКРИНИНГА

---

- ❑ Универсальность
- ❑ Достаточная специфичность
- ❑ Высокая чувствительность
- ❑ Экспрессность
- ❑ Точность и воспроизводимость
- ❑ Простота и доступность
- ❑ Возможность сочетания с другими методами

# Тонкослойная хроматография

---

## Преимущества:

- ❑ Высокая чувствительность
- ❑ Экспрессность
- ❑ Возможность широкого выбора сорбентов и способов детектирования
- ❑ Простота исполнения
- ❑ Низкая стоимость анализа

# Тонкослойная хроматография

---

- ❑ Разделение компонентов смеси
- ❑ Идентификация токсических веществ и их метаболитов в извлечениях из биоматериала
- ❑ Очистка выделенных веществ от соэкстрактивных соединений
- ❑ Количественное определение токсикантов

# Пластинки

---

- Стекло
- Фольга
- Полимеры (например политерефталат)

# Сорбенты

---

1. Для разделения липофильных веществ

- Силикагель
- Оксид алюминия (III)
- Ацетилованная целлюлоза
- Полиамид

2. Для разделения гидрофильных веществ

- Целлюлоза
- Ионообменники целлюлозные
- Кизельгур
- Полиамиды

# Пластины для ТСХ

- «Мерк»
- «Силуфол»
- «Силуфол УФ-254»
- «Силуфол УФ-365»
- «Сорбфил»
- «Плазмахром»





# Нормально - фазовый вариант ТСХ

**Особенность:**

**поверхность  
сорбента более  
полярная, чем  
элюент**

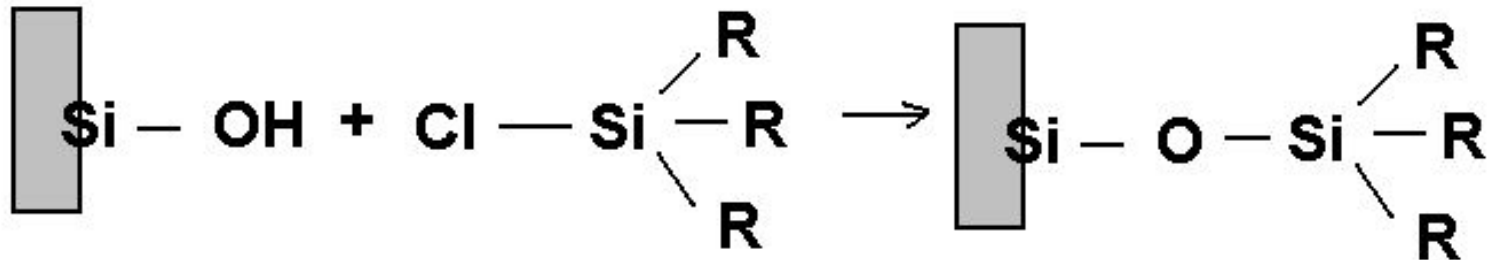


- НФ – немодифицированный силикагель
- ПФ – неполярные растворители (гексан, гептан, бензол, толуол, хлороформ...)

# Обращенно – фазовый вариант ТСХ

Особенность:

сорбент неполярный, элюент полярный



- ❑ НФ – модифицированные силикагели (с привитыми алкильными группами C8, C10, C16, C18)
- ❑ ПФ – полярные растворители (вода, ацетонитрил, метанол, тетрагидрофуран)

---

**в основе разделения веществ в  
тонкослойной хроматографии –  
процессы  
распределения и адсорбции**

# Тонкослойная хроматография

---

- ❑ Подготовка пластинки, хроматографической системы, хроматографической камеры
- ❑ Нанесение проб на хроматографическую пластинку
- ❑ Хроматографический процесс
- ❑ Обнаружение (детектирование) компонентов на хроматограмме
- ❑ Идентификация компонентов на хроматограмме (при необходимости количественное определение)

# Хроматографические камеры

---



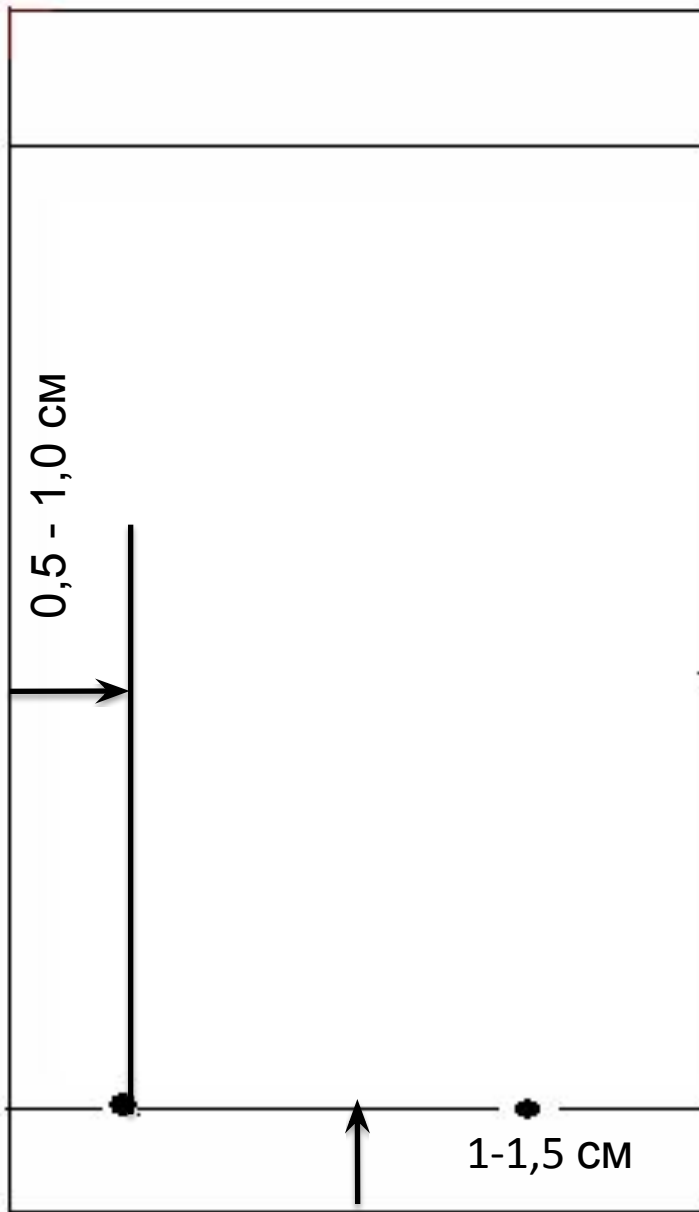
# Трафарет для предварительной разметки хроматографических пластин

---



# Нагревательное устройство УСП-1





**ЛИНИЯ  
ФИНИША**

**ЛИНИЯ СТАРТА**



# Тонкослойная хроматография

---

- ❑ Подготовка пластинки, хроматографической системы, хроматографической камеры
- ❑ Нанесение проб на хроматографическую пластинку
- ❑ Хроматографический процесс
- ❑ Обнаружение (детектирование) компонентов на хроматограмме
- ❑ Идентификация компонентов на хроматограмме (при необходимости количественное определение)

# Нанесение пробы



**Наносимый объем извлечения – 1-10 мкл**

**Размер наносимого пятна не более 3 мм**

# Тонкослойная хроматография

---

- ❑ Подготовка пластинки, хроматографической системы, хроматографической камеры
- ❑ Нанесение проб на хроматографическую пластинку
- ❑ **Хроматографический процесс**
- ❑ Обнаружение (детектирование) компонентов на хроматограмме
- ❑ Идентификация компонентов на хроматограмме (при необходимости количественное определение)

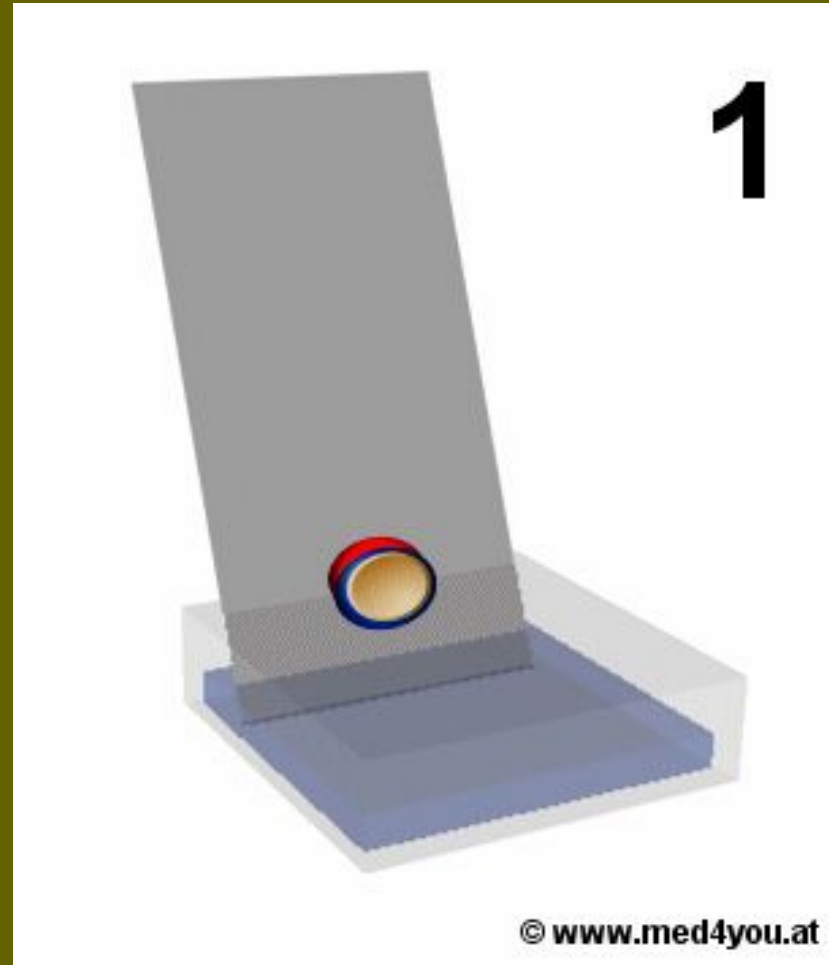
# Типы ТСХ

---

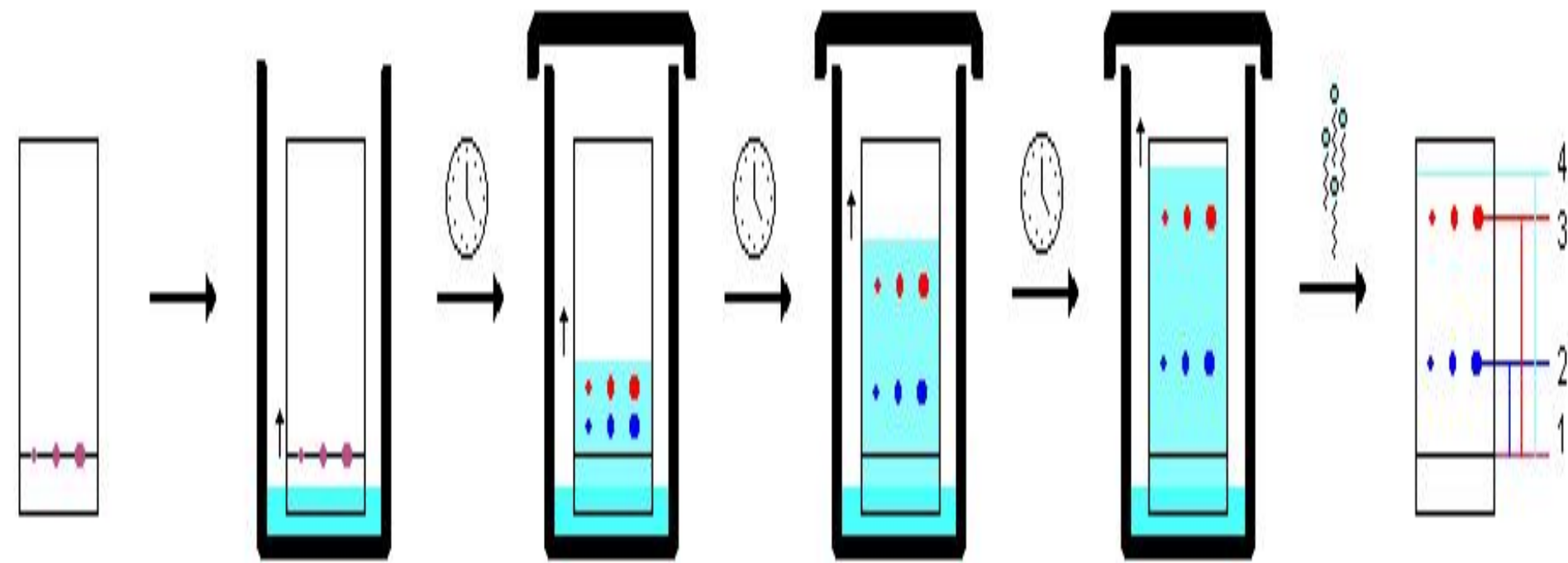
- Восходящая
- Нисходящая
- Горизонтальная
- Радиальная

# Хроматографический процесс

---



# Восходящая ТСХ



1. линия старта
2. образец 1
3. образец 2
4. линия фронта

# Тонкослойная хроматография

---

- ❑ Подготовка пластинки, хроматографической системы, хроматографической камеры
- ❑ Нанесение проб на хроматографическую пластинку
- ❑ Хроматографический процесс
- ❑ Обнаружение (детектирование) компонентов на хроматограмме
- ❑ Идентификация компонентов на хроматограмме (при необходимости количественное определение)

# Детектирование компонентов на хроматограмме

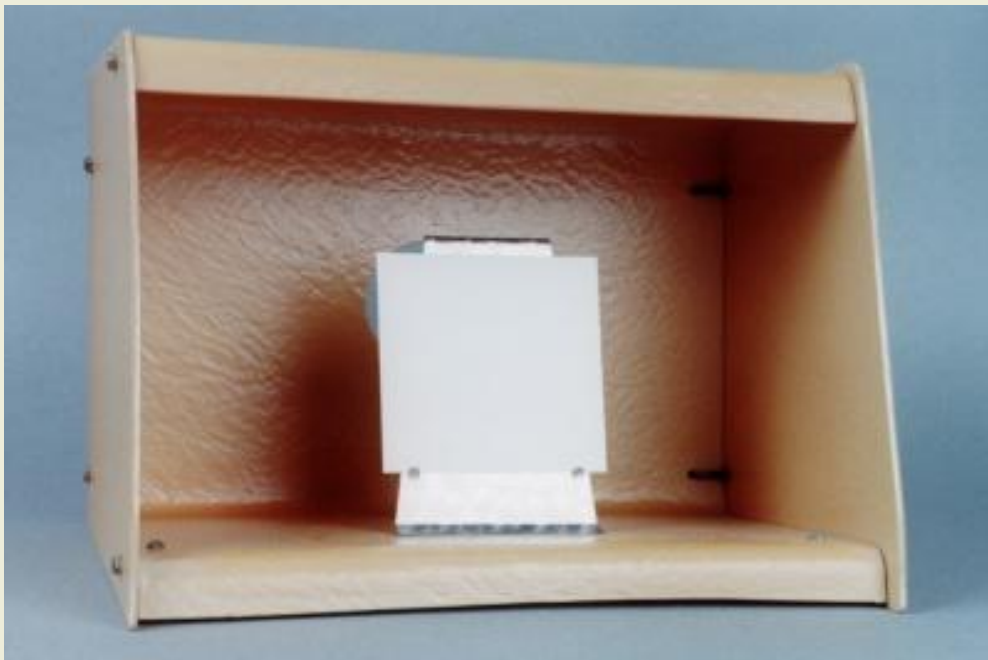
- ❑ Визуально
- ❑ Облучение в УФ – свете
- ❑ С помощью хромогенных реагентов



# Облучатель хроматографический УФС-254/365

---





**Камера для опрыскивания  
хроматографических пластин**

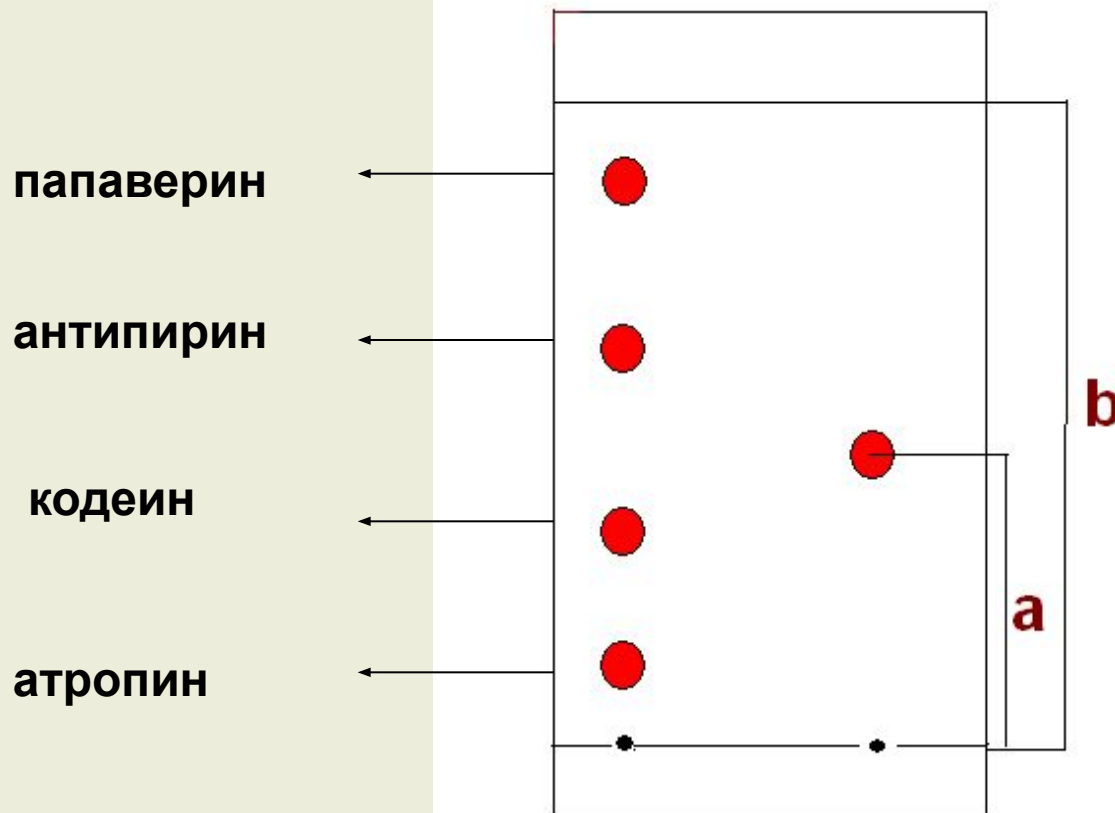


**Пульверизатор для  
хроматографических пластин**

# Тонкослойная хроматография

---

- ❑ Подготовка пластинки, хроматографической системы, хроматографической камеры
- ❑ Нанесение проб на хроматографическую пластинку
- ❑ Хроматографический процесс
- ❑ Обнаружение (детектирование) компонентов на хроматограмме
- ❑ Идентификация компонентов на хроматограмме (при необходимости количественное определение)



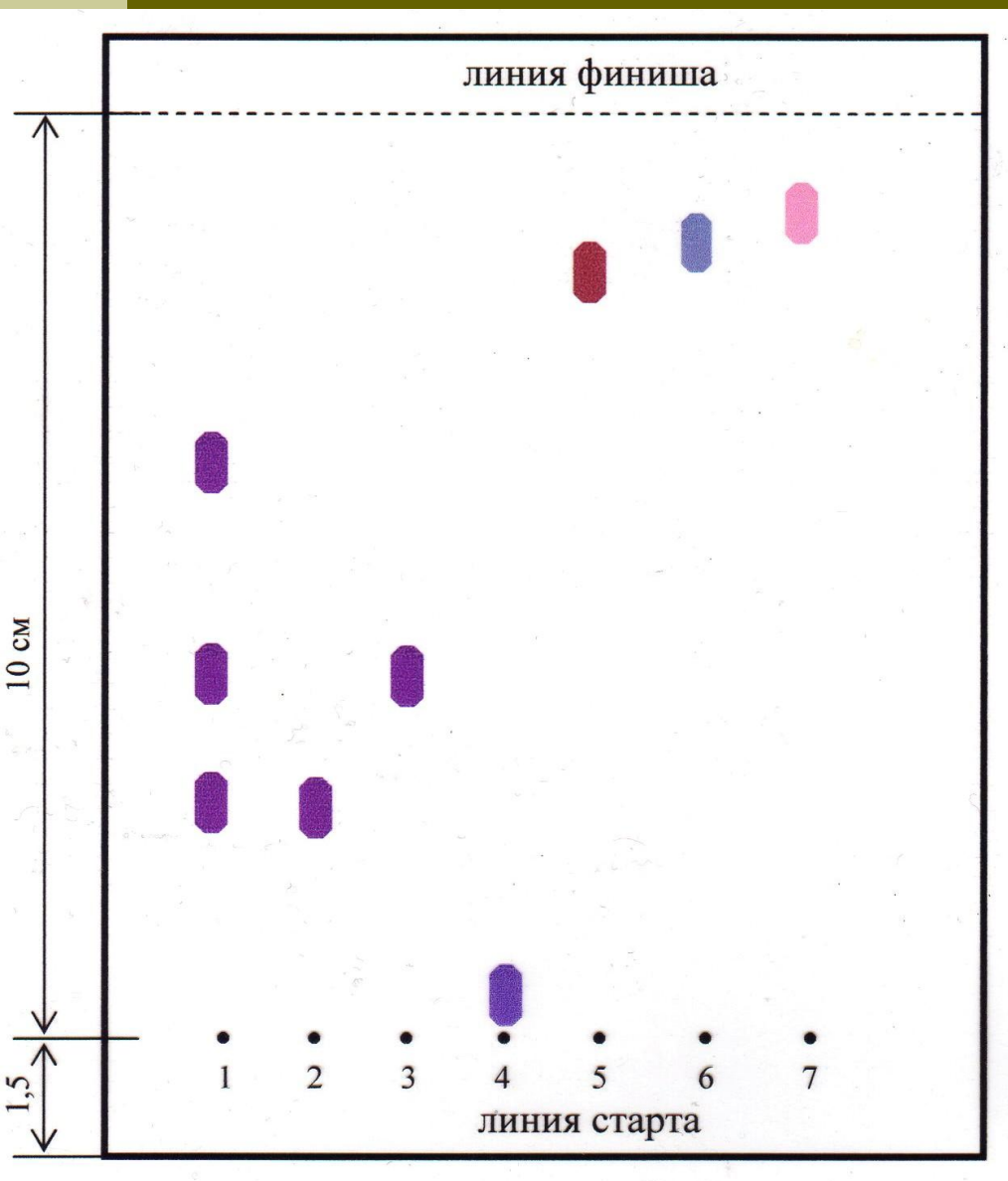
$$R_f = \frac{a}{b}$$

$$R_{st} = \frac{R_f \text{ вещества}}{R_f \text{ метчика}}$$

## Факторы, влияющие на величину $R_f$ :

техника работы, качество и толщина слоя сорбента, чистота растворителей, температура...

# ТСХ веществ кислого и слабоосновного характера

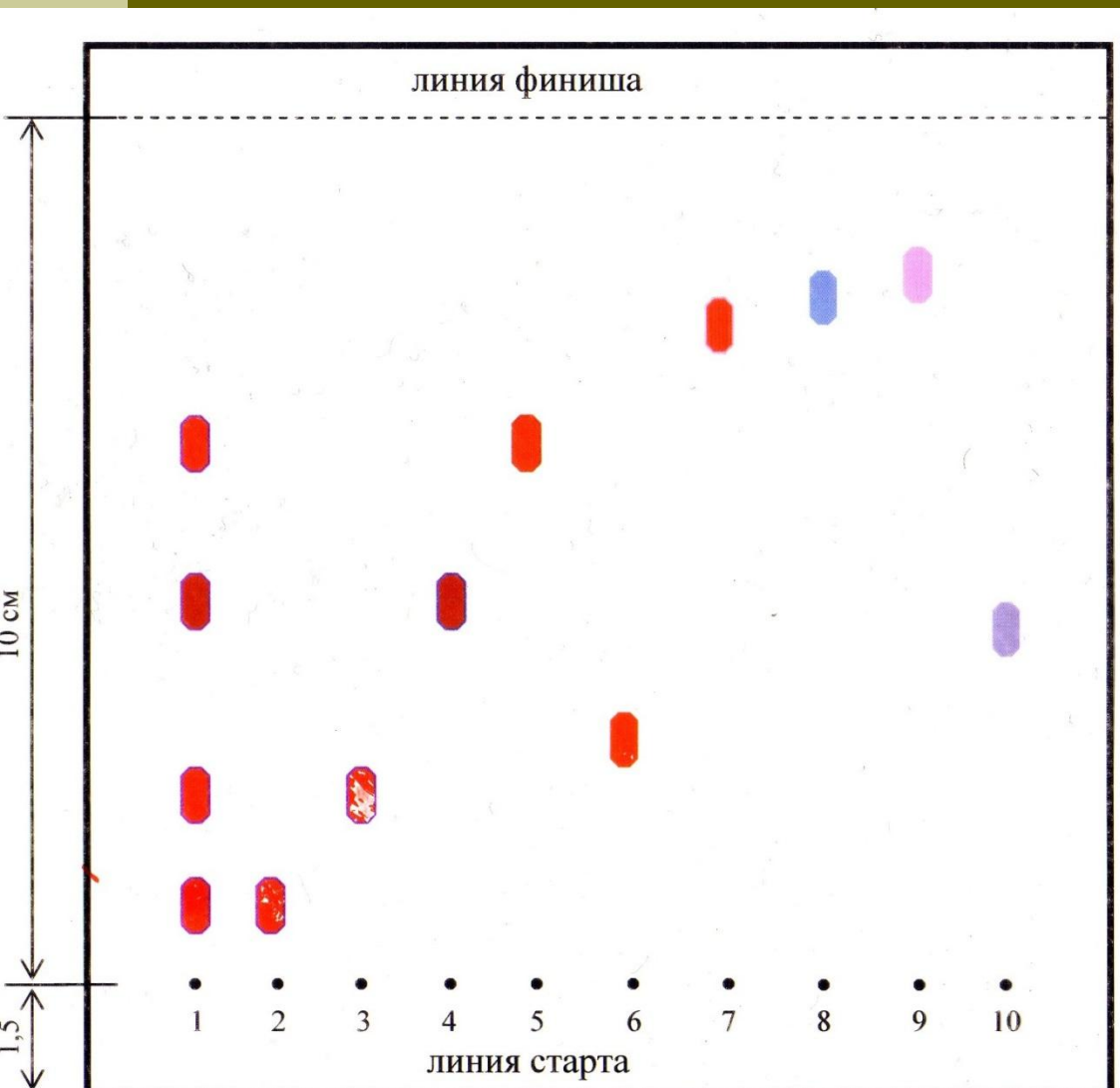


Система: хлороформ:  
н-бутанол: 25 % р-р аммиака  
(70: 40: 5)

Детекция: ДФК +  $\text{HgSO}_4$ ,  $\text{FeCl}_3$   
Метчик: фенобарбитал,  
барбитал, барбамил

1. фенобарбитал  $R_f=0,27$
2. барбитал  $R_f=0,41$
3. салициловая кислота  $R_f=0,08$
4. антипирин  $R_f=0,82$
5. амидопирин  $R_f=0,87$
6. аминазин  $R_f=0,90$

# ТСХ веществ основного характера



**Система:** диоксан:

хлороформ: ацетон: 25% р-р  
аммиака (47,5: 45: 5: 2,5)

**Метчик:** атропин, кодеин,  
антипирин, папаверин

**Детекция:** УФ → FeCl<sub>3</sub> →  
р. Драгендорфа → H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

1. Атропин Rf=0,21
2. Кодеин Rf=0,32
3. Антипирин Rf=0,48
4. Папаверин Rf=0,65
5. Хинин Rf=0,35
6. Димедрол Rf=0,82
7. Амидопирин Rf=0,86
8. Аминазин Rf=0,88
9. Кофеин Rf=0,46

# Идентификация

---

- ❄ Сравнение значения  $R_f$  анализируемого вещества с  $R_f$  метчика
- ❄ Использование табличных значений  $R_f$  веществ, полученных в аналогичных условиях (на данном сорбенте, в данной хроматографической системе)

# Способы количественного определения

---

- ❑ Непосредственно на хроматограмме (планиметрия, денситометрия)
- ❑ После элюирования вещества с хроматограммы подходящим физико-химическим методом



# Денситометр "Sorbfil"



# Методы тонкослойной хроматографии в определении подлинности и чистоты лекарственных средств

---

## Анализ таблеток анальгина 0,5 г

- Анализ проводят по ФСП 42 – 0306 – 1435 – 01
- Серия: 1101 2014
- Аналитический паспорт: №1102 от 20.02.2014 г.

---

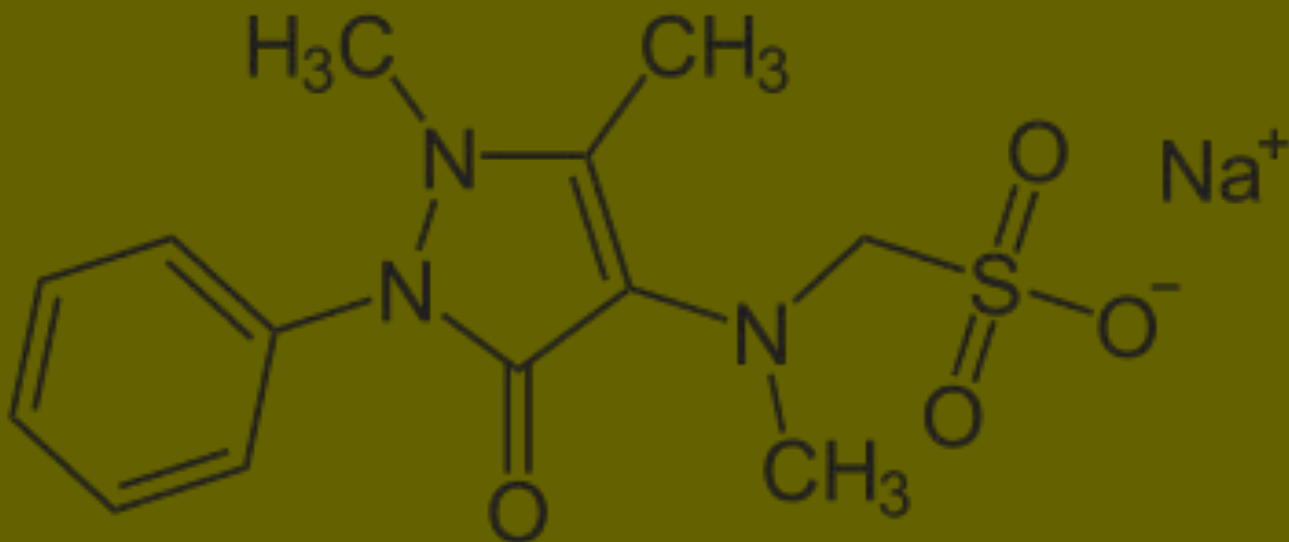
Оценить качество таблеток **анальгина 0,5 г**  
по показателям:

- «Описание»
- «Посторонние примеси»

# Метамизол натрия (анальгин)

*Химическое название:*

[(1,5-Диметил-3-оксо-2-фенил-2,3-дигидро-1H-пиразол-4-ил)(метил)амино]-метансульфонат натрия, моногидрат



# 1. Описание

---

Метод определения - визуальный

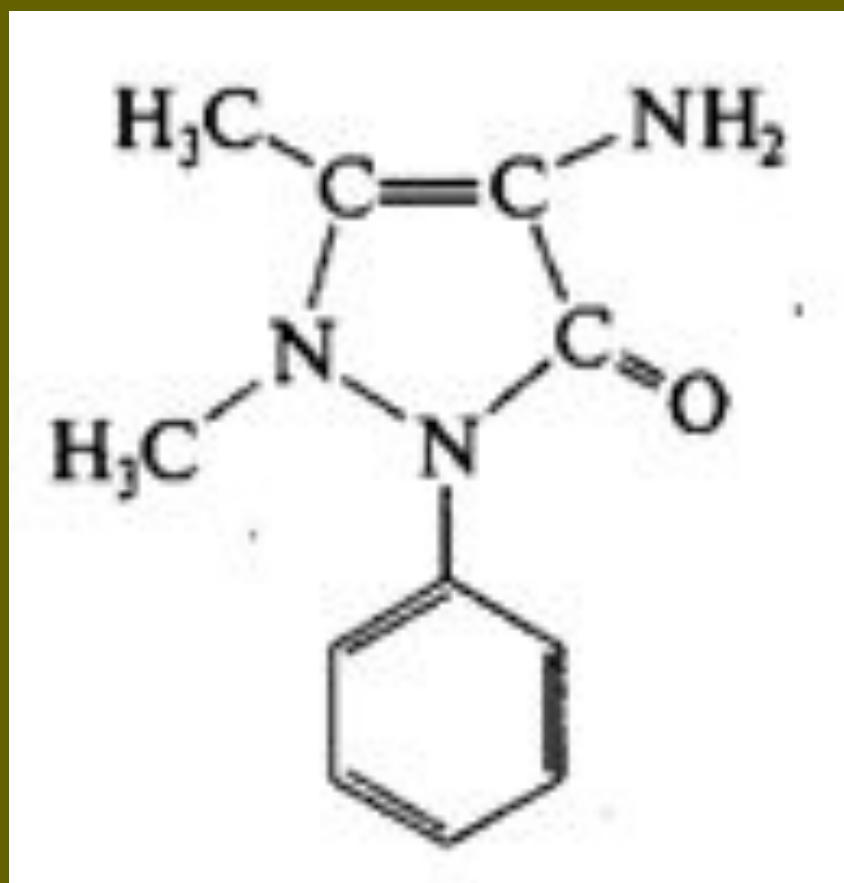
Таблетки белого цвета плоскоцилиндрической формы с фаской и риской.

Соответствует ФСП.

## 2. Посторонние примеси

<b>Показатель</b>	<b>Метод</b>	<b>Требования</b>
Посторонние примеси	Тонкослойная хроматография (ТСХ)	Не более 0,5 %

# Методика определения посторонней примеси: 4-аминоантипирина



## Методика:

Система растворителей:

хлороформ-спирт метиловый (9:1)

Заливается в камеру, насыщение парами -30 мин.

1,1г порошка растертых таблеток (точная навеска) помещают в колбу на 50 мл, прибавляют 25 мл хлороформа, встряхивают 5 мин., фильтруют через бумажный фильтр.

$a = 1,0995$



- 
- 200 мкг – 0,005 мл полученного фильтрата наносят микрошприцом на линию старта пластинки Силуфол УФ-254
  - Рядом наносят 0,005 мл 0,02% раствора стандартного образца вещества свидетеля (4-аминоантипирин в хлороформе) - СОВС

- 
- Фронт подвижной фазы – 15 см
  - После хроматографирования пластинку сушат в токе воздуха и просматривают в УФ-свете при длине волны 254 нм

Rf анальгина -

$$\frac{0,41}{15,0} = 0,03$$

(наблюдали одно четкое пятно, пятно примеси на уровне СОВС не обнаружили)

Rf 4-аминоантипирина (СОВС) –

$$\frac{4,4}{15,0} = 0,29$$

(наблюдали одно четкое пятно)

Соответствует ФСП (не более 0,5 % в препарате)

# Заключение

---

Таблетки **анальгина по 0,5 г** соответствуют требованиям ФСП по показателям «Описание», «Подлинность», «Средняя масса таблеток», «Количественное содержание».