

# Применение производственной спектрофотометрии в фармацевтическом анализе

Выполнила:

Кармазанашвили Надежда Ильинична

- \* **Цель курсовой работы** - проанализировать научную литературу, Интернет-ресурсы и показать применение абсорбционной спектromетрии в ультрафиолетовой, видимой и ИК-областях для идентификации и количественного определения фармацевтических субстанций в современном фармацевтическом анализе.

- \* **Задачи:** определить принцип метода анализа различных спектрометрий, и их особенности; определить условия, при которых проводят анализ; установить классы ЛС, для которых возможно, и доказано применение метода спектрометрии.

- \* Спектроскопия, согласно определению, изучает взаимодействие электромагнитного излучения с веществом.
- \* При этом могут наблюдаться такие явления, как **поглощение** электромагнитного излучения молекулами вещества (*абсорбция*), **испускание** электромагнитного излучения молекулами вещества, предварительно переведенными каким-либо способом в возбужденное энергетическое состояние (*эмиссия*) и **рассеяние** электромагнитного излучения молекулами вещества. В соответствии с этим, спектроскопию можно подразделить на три типа:
  - \* *абсорбционную,*
  - \* *эмиссионную,*
  - \* *спектроскопию комбинационного рассеяния.*

По типам изучаемых систем  
спектрофотометрию обычно делят на:

**молекулярную**

**атомную**

**Молекулярная** спектроскопия представляет собой незаменимый инструмент для изучения молекулярной, идентификация неизвестных веществ, выяснение их структурных особенностей, изучение межмолекулярных взаимодействий и комплексообразования, а также количественный анализ индивидуальных веществ и их смесей. **В большинстве статей, публикуемых в химических журналах, в той или иной форме присутствуют данные, полученные с помощью какого-либо спектроскопического метода.**

**Атомная** спектроскопия - исследуемый образец, присутствует в виде атомов. Перевод вещества в атомарное состояние достигается либо под действием высоких температур (графитовая печь, пламя) или электрического разряда. В настоящее время получены и интерпретированы спектры практически всех элементов Периодической Системы.

- \* Так же различают спектроскопию в **ультрафиолетовой (УФ), видимой и инфракрасной (ИК )** областях спектра.
- \* УФ и видимая спектрометрия говорит нам о распределении электронов в атомах и молекулах образца. Поглощение видимого и УФ излучения связано с возбуждением электронов в атомах, от низшего к высшему энергетическому уровню. ИК-спектры получаются за счет изменения энергии колебательных и вращательных энергетических уровней молекулы.

# Определения, связанные с поглощением электромагнитного излучения, основываются на двух законах.

- \* **Закон Бугера-Ламберта** связывает поглощение с толщиной слоя поглощающего вещества. Пучок параллельных монохроматических лучей, проходя через однородную поглощающую среду, ослабляется по экспоненциальному закону:

$$* I/I_0 = e^{-kl}$$

- \*  $k$  - коэффициент, зависящий от длины волны излучения, природы вещества и его концентрации в поглощающем слое.



\* **Закон Бугера–Ламберта–Бера**, связывающий коэффициент поглощения с концентрацией исследуемых молекул в растворе, и являющийся основой спектроскопических методов количественного анализа:

$$* \mathbf{A = \varepsilon \cdot c \cdot l}$$

- \* где,  $A$  – оптическая плотность, десятичный логарифм отношения интенсивности света, падающего на вещество, к интенсивности света, прошедшего через кювету  $A = \lg(I_0/I)$  размерность - л/[моль • см].;
- \*  $\varepsilon$  – молярный показатель поглощения, который, зависит от природы исследуемого вещества и длины волны излучения, но уже не зависит от концентрации вещества. Именно эту величину удобнее всего использовать в качестве меры интенсивности поглощения для аналитических методов.

\* Также следует очень важный параметров -  
**удельный показатель поглощения, ( $A_{1\text{см}}^{1\%}$ )**

$$* A = A_{1\text{см}}^{1\%} * l * c$$

\* удельный показатель поглощения ( $A_{1\text{см}}^{1\%}$ ) – показатель поглощения для раствора с концентрацией 1% (т. е. 1 г/100 мл, или 10 г/л) и толщиной кюветы 1 см.

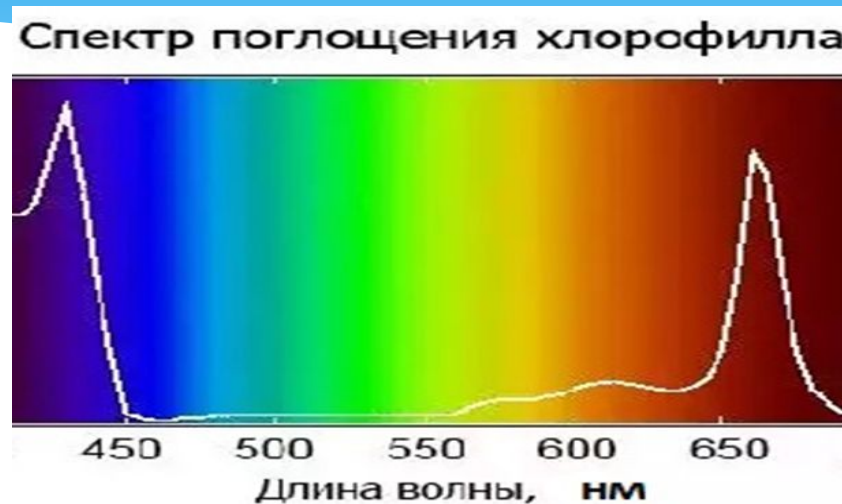
## \* Абсорбционная УФ-спектрофотометрия

- \* основывается на измерении количества поглощенного вещества электромагнитного излучения в определенной узковолновой области. от **190 - 380** нм. Излучение с такой длиной волны поглощают только соединения, содержащие  $\pi$ -связи (например, группы  $C=O$  или  $C=C$ ). Таким образом диеновые и ароматические системы дают характерные УФ-спектры в пределах 200-400 нм.

## \* Спектрофотометрия в видимой области

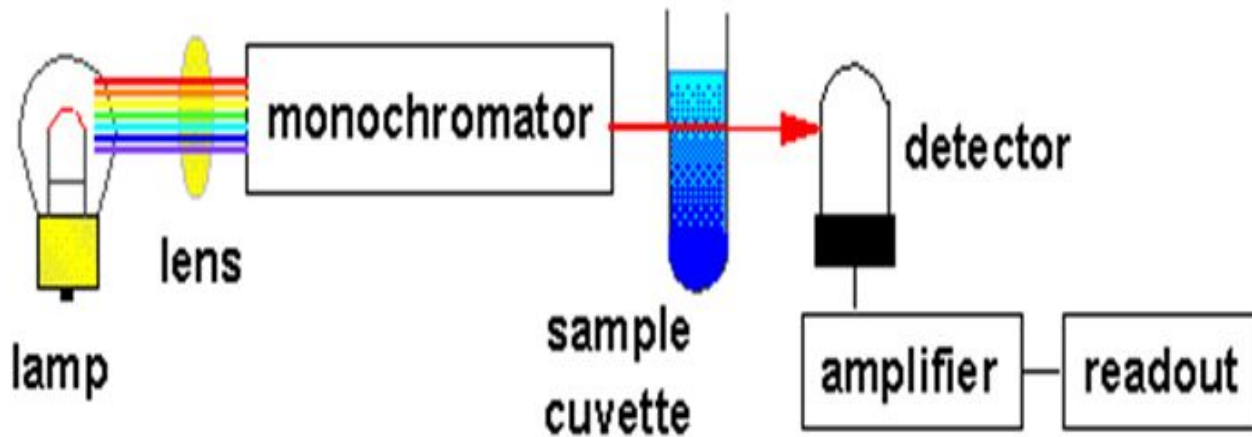
- \* измерение количества поглощенного немонахроматического излучения в области **380 – 780** нм.

- \* Соединения, которые поглощают в видимом спектре являются окрашенными. Те вещества, которые поглощают в УФ области – не окрашены. УФ и видимые спектры обычно записывают в растворах, потому что свет не проходит через твердый образец



- \* **Хлорофилл** поглощает свет в фиолетовой, голубой и красной частях спектра, отражая в основном зелёный цвет, что и придаёт ему характерную окраску.
- \* Кривая зависимости поглощения от длины волны или волнового числа называется спектром поглощения вещества и является специфической характеристикой данного вещества. Пики в спектре соответствуют длинам волн, которые были поглощены образцом. Остальное то, что прошло через образец.

- \* Для измерения спектров используют спектральные приборы – **спектрофотометры**. Аппаратурная схема исследования с помощью спектроскопии включает источник излучения, устройство для выделения спектрального интервала, кюветное отделение, детектор и регистратор.



- \* Внутри УФ-спектрометра обычно 2 источника света. Один дает видимый свет, другой УФ излучение с помощью дейтеривой лампы. Кварцевые кюветы, которые не поглощают УФ излучение.
- \* Внутри спектрометров для в видимой и ближней ИК областях источник света - вольфрамовую лампу накаливания или галогенную лампу, стеклянные кюветы.
- \* В качестве диспергирующих элементов применяют призмный монохроматор или монохроматор с дифракционными решетками

# Понятие об абсорбционной спектрофотометрии в инфракрасной области

- \* В ИК области проявляются переходы между колебательными и вращательными уровнями молекул (не электронов).
- \* Среди частот колебаний молекул выделяют так называемые **характеристические**, которые практически постоянны по величине и всегда проявляются в спектрах химических соединений, содержащих определенные функциональные группы - **специфической характеристикой вещества, как и отпечатки пальцев человека.**

\* По ИК спектрам вещество может быть идентифицировано, если его колебательный спектр уже известен. Колебательные спектры молекул чувствительны не только к изменению состава и структуры (т.е. симметрии) молекул, но и к изменению различных физических и химических факторов, например изменению агрегатного состояния вещества, температуры, природы растворителя, концентрации исследуемого вещества в растворе, различные взаимодействия между молекулами вещества (ассоциация, полимеризация, образование водородной связи, комплексных соединений, адсорбция и т. п.). Поэтому ИК спектры широко используют для исследования



- \* Используется спектральная область от 2,5 до 20 мкм ( $4000—500\text{ см}^{-1}$ ).
- \* Спектрофотометры, работающие в интервале от 1,0 до 50 мкм (от 10000 до 200  $\text{см}^{-1}$ ). Источниками излучения - стержень из карбида кремния (глобар), штифт из смеси оксидов циркония, тория и иттрия (штифт Нернста) и спираль из нихрома. Приемниками излучения служат термопары (термоэлементы), болометры, различные модели оптико-акустических приборов и пироэлектрические детекторы. В спектрофотометрах, сконструированных по классической схеме, в качестве диспергирующих элементов применяют призмный монохроматор или монохроматор с дифракционными решетками.

- \* Каждый инфракрасный спектр характеризуется серией полос поглощения, максимумы которых определяются волновым числом или длиной волны  $\lambda$  и интенсивностью максимумов поглощения. Обычно при записи спектра на оси абсцисс откладывается в линейной шкале значение волнового числа (в  $\text{см}^{-1}$ ), на оси ординат величина пропускания  $T$  (в %).

# Спектрофотометрию используют на всех этапах фармакопейного анализа лекарственных препаратов:

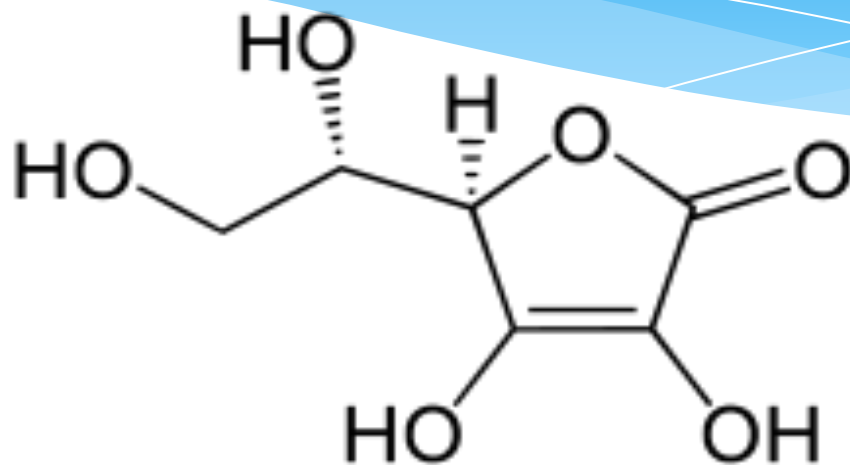
испытание подлинности (идентификация)

доброкачественности (чистота – определение всякого рода примесей),

количественное определение).

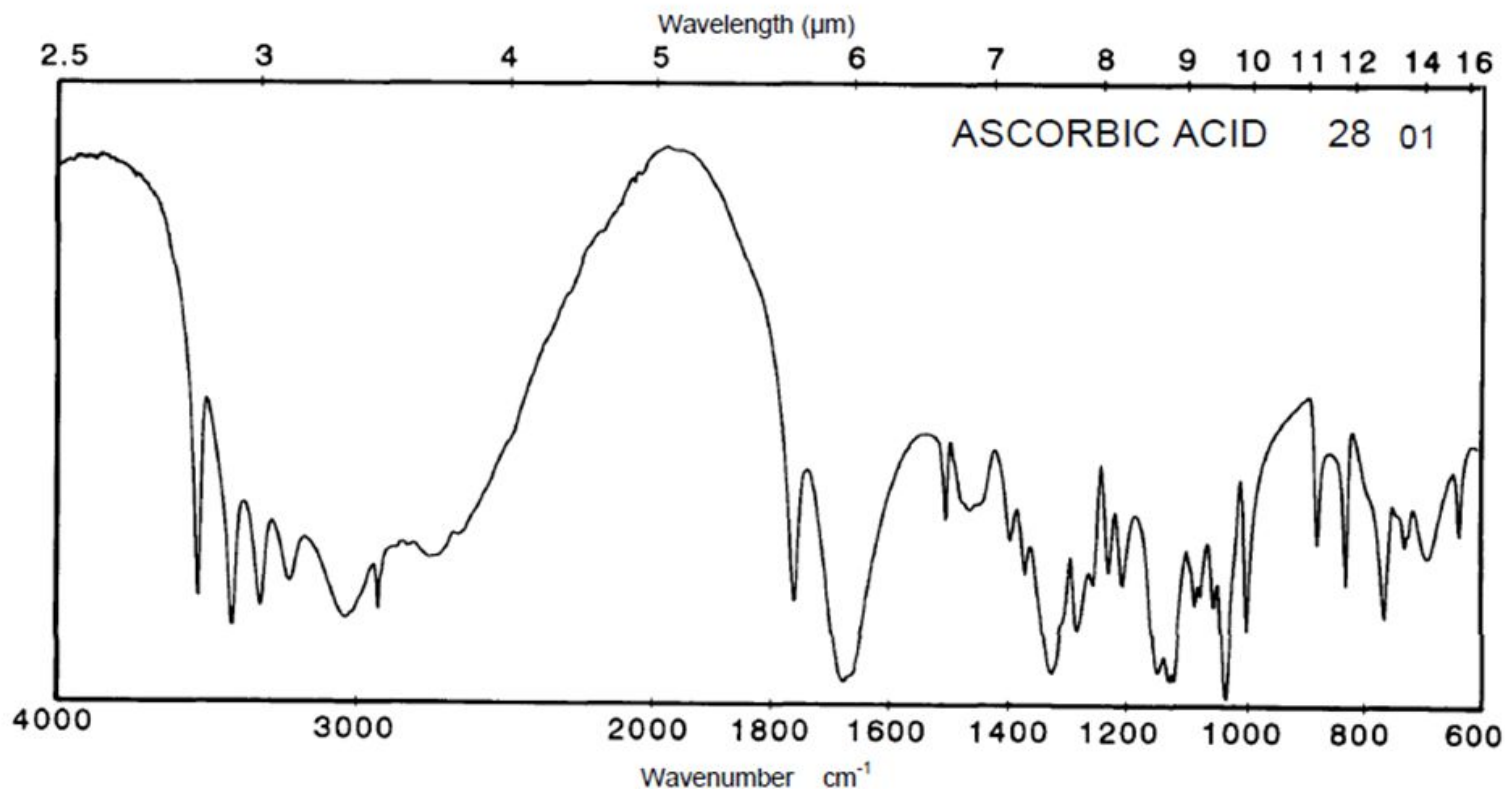
Разработано большое число способов качественного и количественного анализа различных ЛС, например кислота аскорбиновая.

## Аскорбиновая кислота



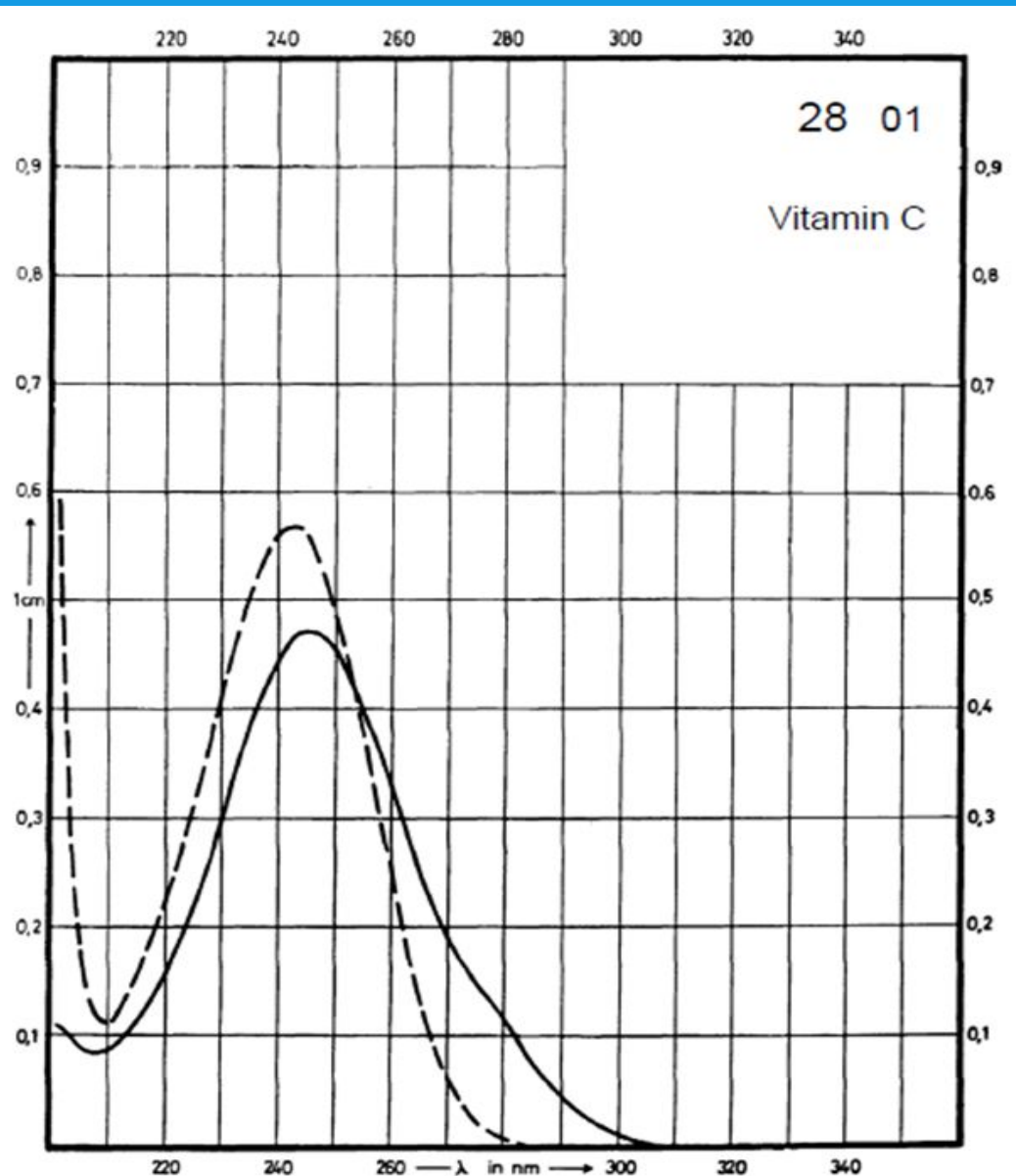
- \* ИК спектр поглощения кислоты аскорбиновой
- \* Имеет характерный спектр поглощения в УФ-области и ИК области

- \* ИК спектр субстанции, снятый в диске с калия бромидом, в области от 4000 до 400  $\text{cm}^{-1}$  по положению полос поглощения должен соответствовать рисунку спектра аскорбиновой кислоты

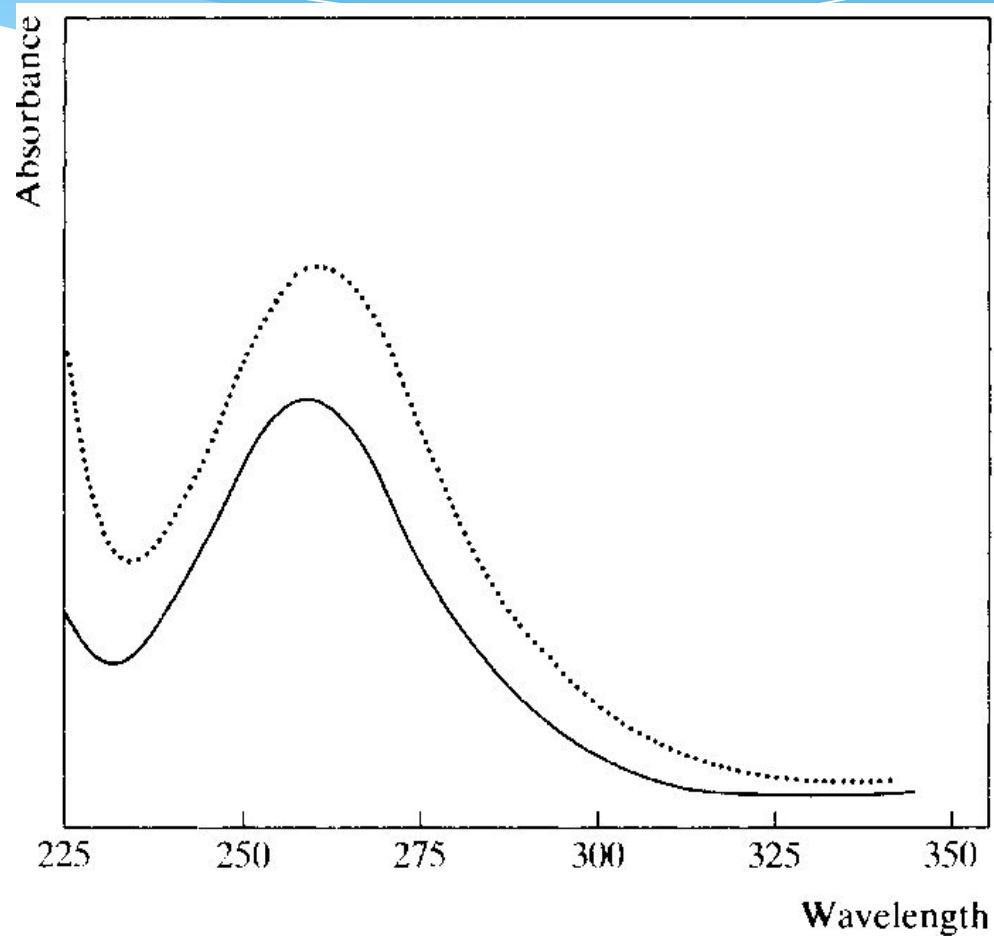
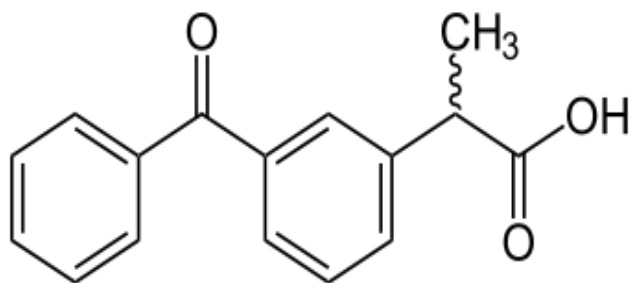


\* **УФ спектр  
поглощения кислоты  
аскорбиновой**

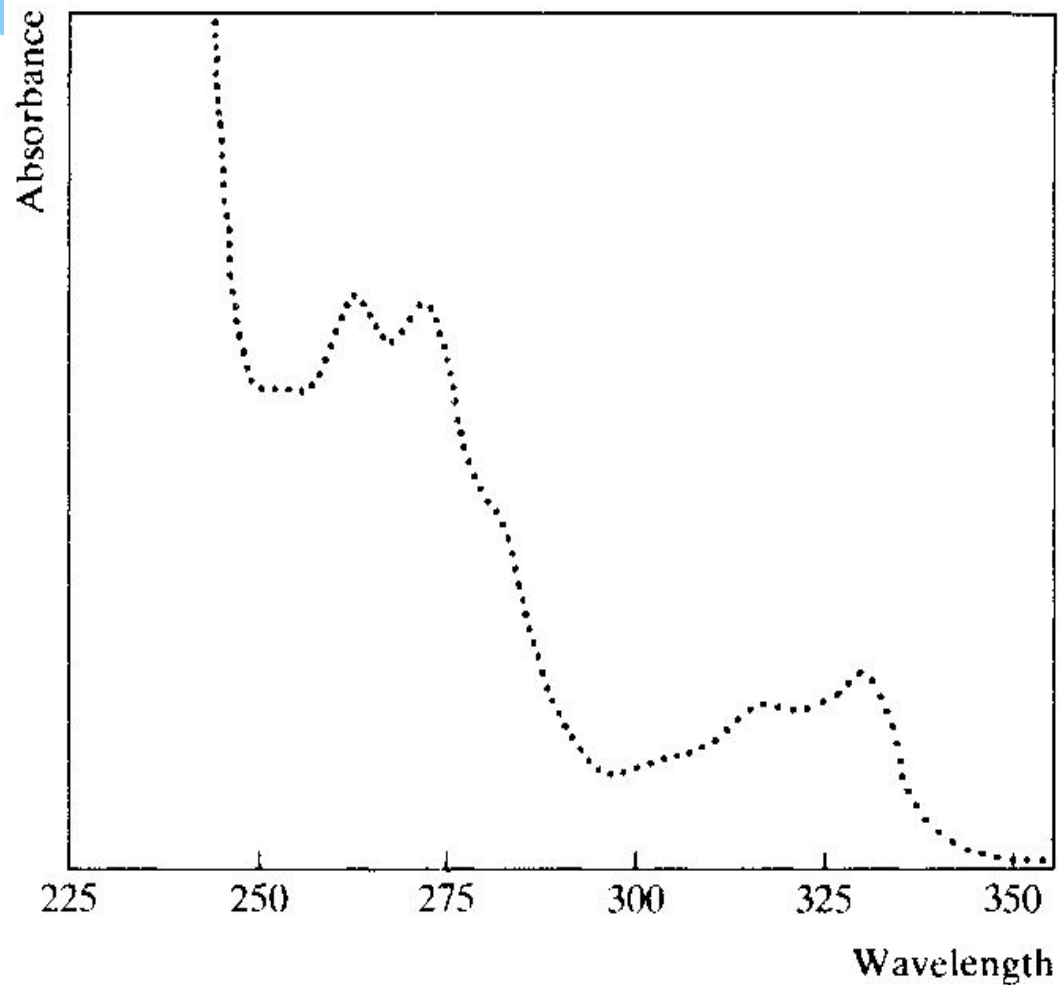
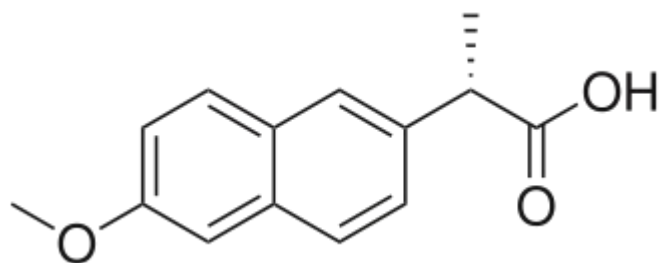
- \* Ультрафиолетовый спектр поглощения 0,001 % раствора субстанции в 0,1 М растворе хлористоводородной кислоты в области от 230 до 300 нм должен иметь максимум при 243 нм



# Спектр кетопрофена

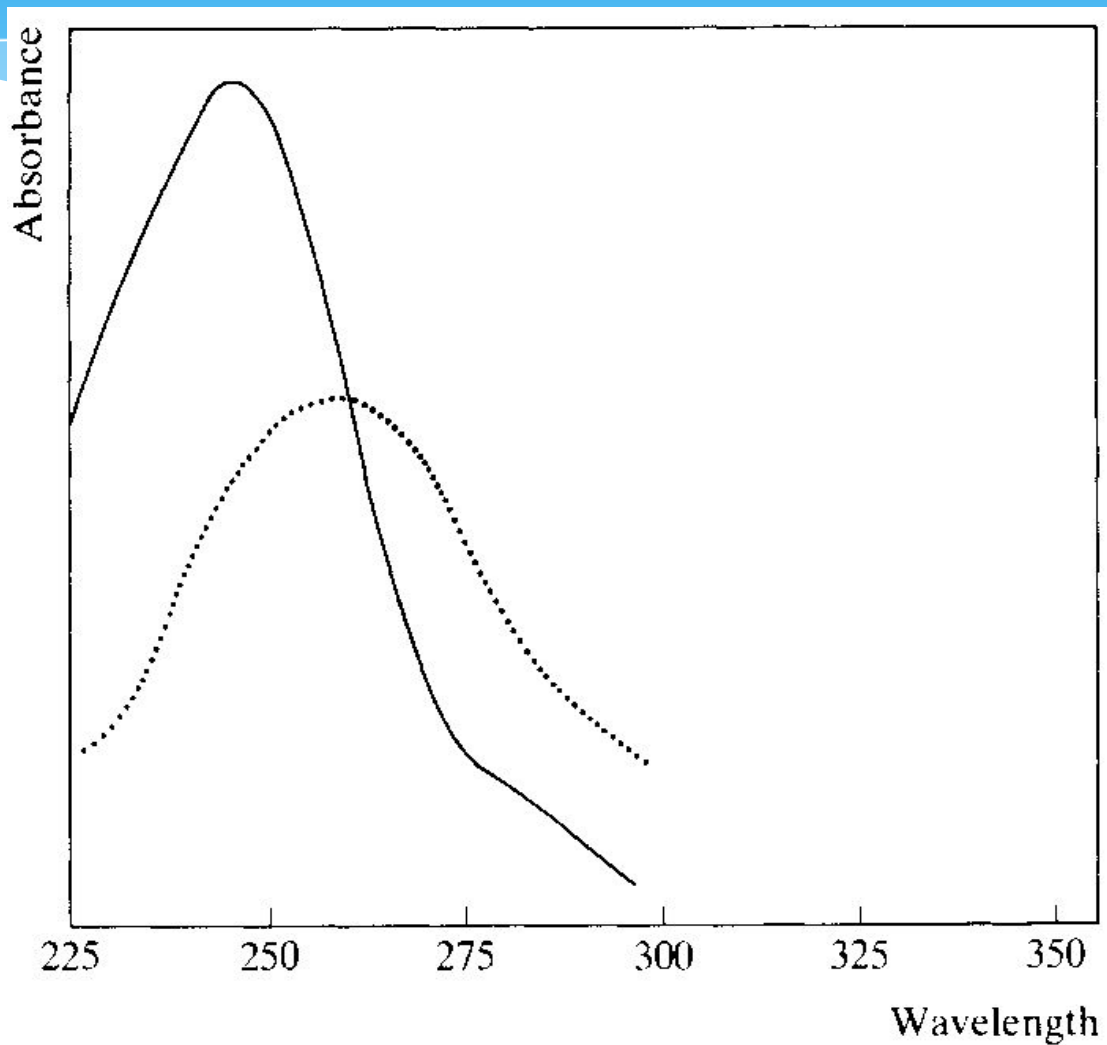
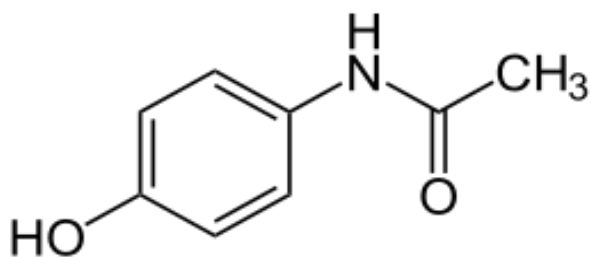


# Спектр напроксена





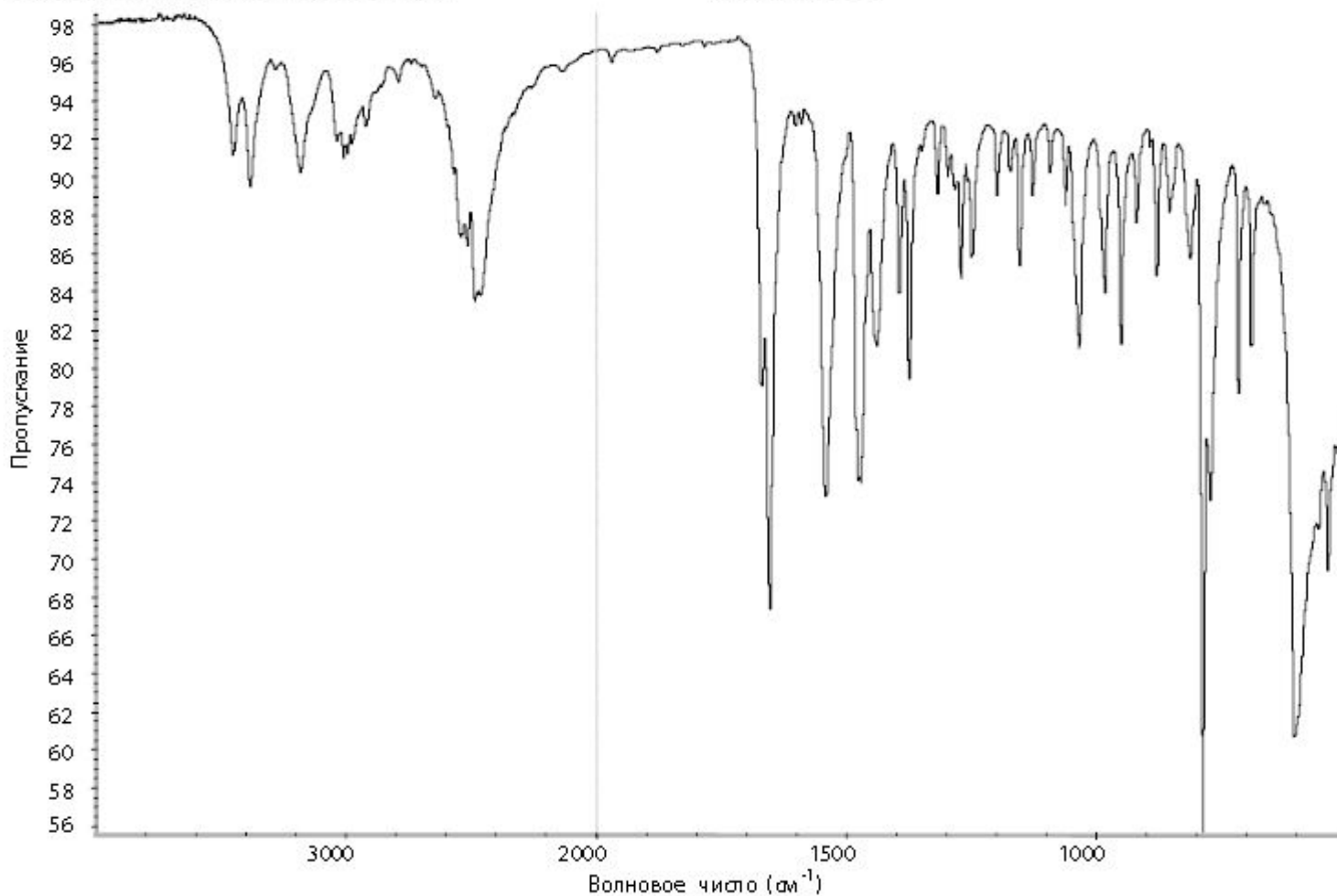
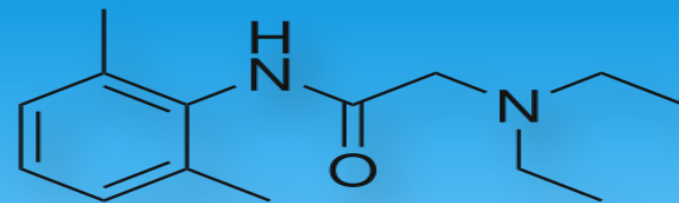
# Спектр парацетамола



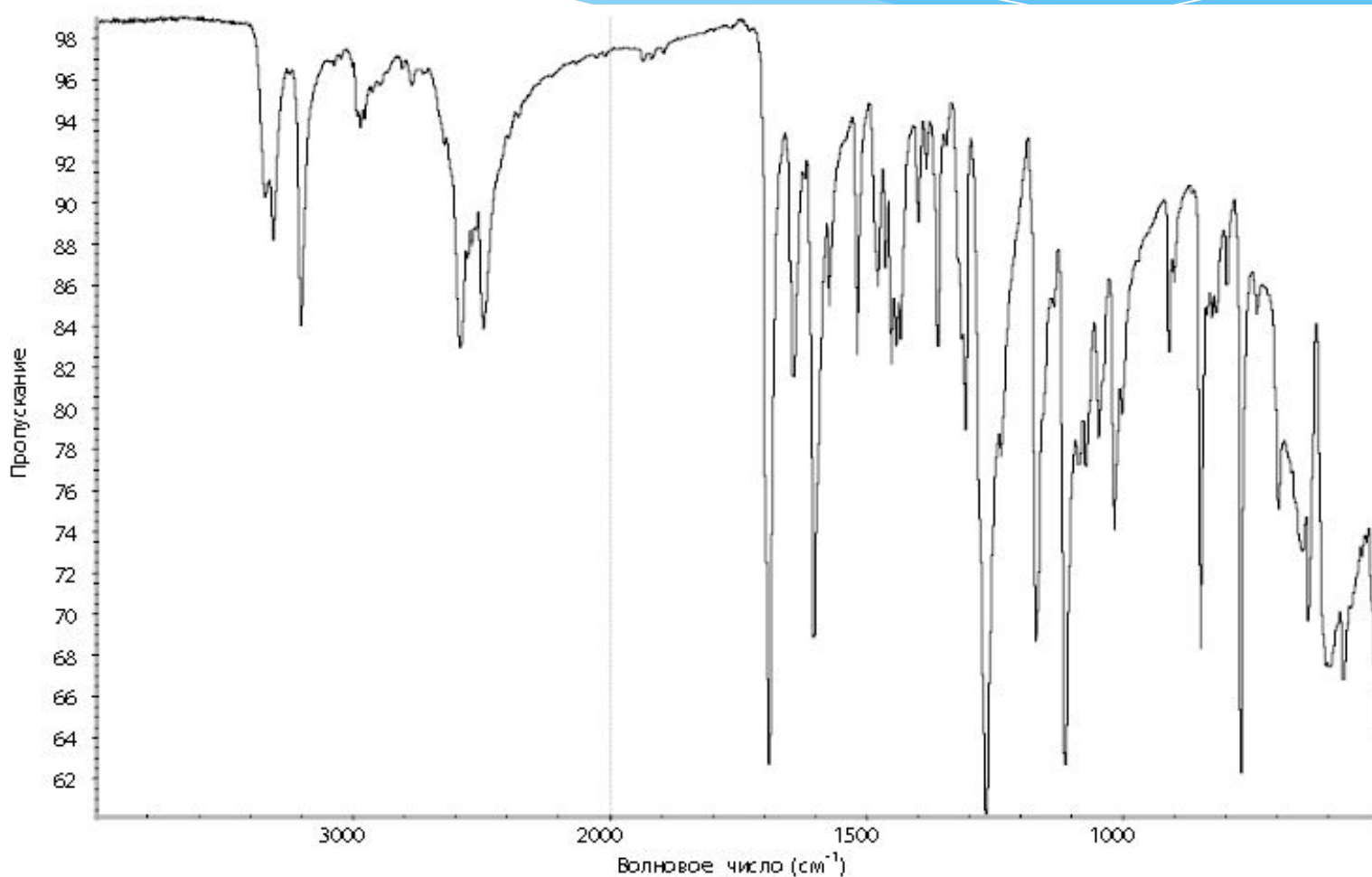
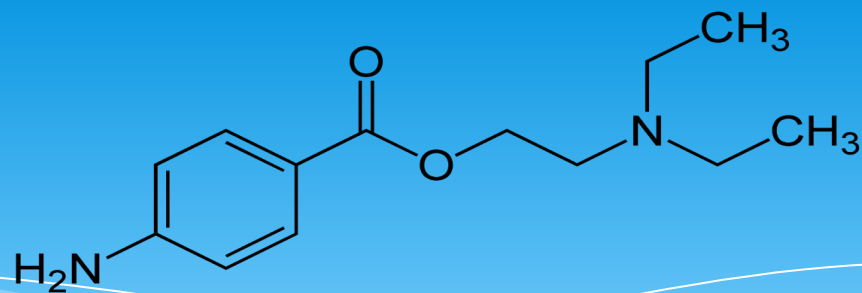
- \* Применяется вторая идентификация, и общий прием проведения исследования: навеску растворяют в подходящем растворителе, и снимают спектры, как правило при диапазоне 230 - 350 нм

	Кетопрофен [10]	Парацетамол [10]	Напроксен [10]
<b>Масса пробы, мг</b>	50,0	100,0	40,0
<b>Растворитель</b>	96% спирт	метанол	метанол
<b>Объем разведения-1, мл</b>	100,0	100,0	100,0
<b>Аликвота, мл</b>	1,0	1,0 + 0,5 р-р 10,3 г/л кислоты соляной	10,0
<b>Объем разведения-2, мл</b>	50,0	100,0	100,0
<b>Диапазон длин волн, нм</b>	230 - 350	-	230 - 350
<b>Максимумы поглощения, нм</b>	255	249	262,271, 316, 331
<b>Удельный показатель поглощения в максимуме поглощения</b>	615 - 680	860 - 980.	при 262 нм – 216 - 238; при 271 нм –219 - 241; при 316 нм –61 - 69; при 331 нм – 79 - 87.

# Инфракрасный спектр лидокаина



# Инфракрасный спектр прокаина



В работе были рассмотрены особенности идентификации и количественного определения субстанций, относящихся к НПВС,  $\beta$  адреноблокаторов,  $H_1$ -антигистаминных средств, витаминов, антибактериальных средств, глюкокортикостероидов и местных анестетиков.



**Спасибо за внимание!**