

СОДЕРЖАНИЕ

ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ	5
1. АТОМНО-АБСОРБЦИОННАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ	5
2. АТОМНО-ЭМИССИОННАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ	7
3. РЕФРАКТОМЕТРИЯ	9
4. СПЕКТРОФОТОМЕТРИЯ	14
5. ПОЛЯРИМЕТРИЯ	16
ПРАКТИЧЕСКИЕ ЗАНЯТИЯ	18
Общие принципы атомно-абсорбционного анализа. Эмиссионные спектрометрические методы анализа фармпрепаратов	18
Фотоколориметрический анализ фармпрепаратов	20
Флуориметрия. Нефелометрия и турбидиметрия	26
Рефрактометрия в анализе фармпрепаратов	30
Поляриметрия в анализе фармпрепаратов	35
2. ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ	37
ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ	37
Работа № 1. Знакомство с устройством и работой приборов для фотоколориметрического анализа на примере КФК-2	39
Работа № 2. Фотоколориметрическое определение содержания железа методом сравнения	41
Работа № 3. Определение содержания меди методом калибровочного графика	43
Работа № 4. Наблюдение закона Бугера-Ламберта-Бера и отклонений от него	44
Работа № 5. Фотоэлектроколориметрическое определение сульфацил-натрия по реакции образования солей основания Шиффа	45
Работа № 6. Фотоколориметрическое определение новокаина на основе гидроксамовой реакции (с гидросиламина гидрохлоридом и железа (III) хлоридом)	46
РЕФРАКТОМЕТРИЯ	47
Работа № 7. Идентификация органических веществ методом рефрактометрии	49
Работа № 8. Рефрактометрическое определение водорастворимых органических веществ	50
ПОЛЯРИМЕТРИЯ	52
Работа № 9. Определение содержания глюкозы в растворах для инъекций	53
Работа № 10. Определение содержания валидола в таблетках	55
Работа № 11. Определение ментола в меновазине	57
3. ОЦЕНОЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ	58
1. Контрольный тематический диктант № 1	58

2. Контрольный тематический диктант № 2	58
3. Контрольный тест по теме «Флуориметрия»	59
4. Контрольный тест по теме «Рефрактометрия. Поляриметрия»	63
4. ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ ПРОРАБОТКИ/ ТЕМЫ ИНДИВИДУАЛЬНЫХ ТВОРЧЕСКИХ ЗАДАНИЙ	67
5. ВОПРОСЫ ДЛЯ СОБЕСЕДОВАНИЯ НА ЗАЧЕТЕ/ ЭКЗАМЕНЕ	68
РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА	70
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ:	71

ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ

1. АТОМНО-АБСОРБЦИОННАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ

Метод атомно-абсорбционного анализа основан на селективном поглощении излучения свободными атомами определяемого элемента при прохождении этого излучения через атомный пар анализируемого образца. Поглощая излучение на частоте резонансного перехода, атомы переходят из основного состояния в возбужденное, а интенсивность проходящего через слой атомов излучения на этой частоте ослабляется. Между количеством свободных атомов и интенсивностью света определенной длины волны, прошедшего через атомный пар, существует связь:

$$I = I_0 \exp(-K_v l N)$$

где I , I_0 – интенсивность падающего и прошедшего света; l – толщина поглощающего слоя; N – количество свободных атомов, зависящее от концентрации анализируемого элемента в пробе; K_v – коэффициент поглощения света в центре линии поглощения/

Величина $\lg(I_0/I)$, называемая оптической плотностью или атомной абсорбцией, прямо пропорционально зависит от концентрации элемента:

$$A = \lg \frac{I_0}{I} = K_v l C$$

Данное уравнение можно представить в более простом виде, т.к. поглощающий слой атомного пара имеет практически одинаковую толщину, т.е. $l = \text{const}$, поэтому:

$$A = K \cdot c$$

где K – коэффициент пропорциональности.

Коэффициент K определяется условиями анализа и включает в себя коэффициент атомного поглощения, коэффициент перехода от c_x к c , толщину поглощающего слоя атомов l и другие параметры. При изменении условий анализа коэффициент K может меняться в широких пределах.

Для определения концентрации элементов атомно-абсорбционным методом используют три способа: метод сравнения, метод градуировочного графика и метод добавок.

1. Сущность метода сравнения состоит в том, что при одном режиме работы атомно-абсорбционного спектрофотометра измеряют величины атомного поглощения стандартного (A_{cm}) и анализируемого (A_x) растворов и далее рассчитывают концентрацию определяемого элемента по формуле:

$$C_x = c_{cm} \times \frac{A_x}{A_{cm}}$$

Конечный результат рассчитывают с учетом величины навески анализируемой пробы и ее дальнейшего разбавления. Важным условием метода является близость химического состава исследуемого и стандартного растворов.

2. Широкое применение в практике находит и метод градуировочного графика. Готовят 5-7 стандартных растворов определяемого элемента и измеряют их атомные поглощения. Строят градуировочный график в координатах $A=f(C)$. Одновременно измеряют поглощение анализируемого

раствора (A_x) и по градуировочному графику методом интерполяции находят концентрацию определяемого раствора (C_x).

3. Для уменьшения влияния примесей при определении элементов широко используют «метод стандартных добавок». Сущность его состоит в использовании в качестве растворов сравнения самих анализируемых проб.

Пусть в анализируемом растворе концентрация определяемого элемента C_x .

При подготовке пробы к анализу отбирают четыре одинаковые порции раствора в мерные колбы одинаковой вместимости. К трем из них прибавляют различные объемы стандартного раствора определяемого элемента и доводят дистиллированной водой до метки. В результате получают четыре пробы с концентрациями: C_x ; $C_x + C_1$; $C_x + C_2$; $C_x + C_3$, причем добавки стандартного

раствора должны находиться в пределах $\approx \frac{1}{2} C_x$; $\approx C_x$ или $\approx 2 C_x$. Для каждого из полученных растворов измеряют атомное поглощение и строят градуировочный график в координатах $I - C$. Точка пересечения прямой с осью абсцисс дает величину C_x , т.е. концентрацию определяемого элемента в анализируемой пробе (рис.1).

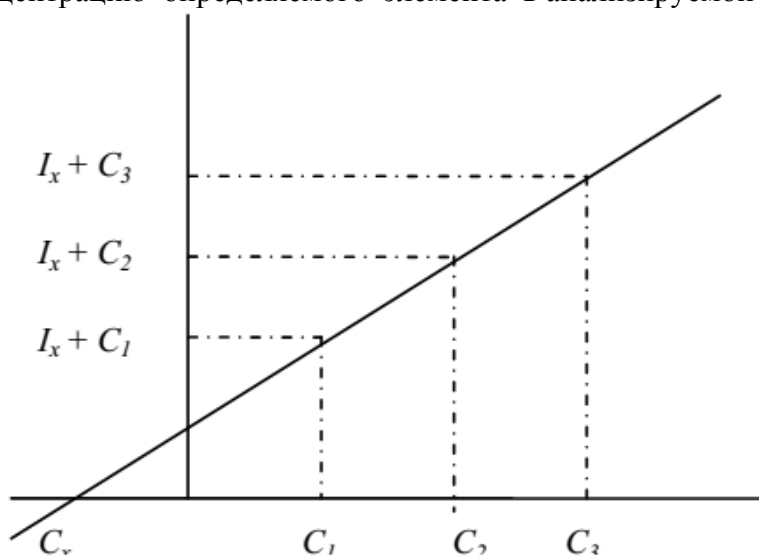


Рис. 1. Градуировочный график для определения концентрации «методом стандартных добавок»

Возможен также аналитический путь расчета концентрации C_x по любой из точек:

$$C_x = C_1 \times \frac{A_x}{A_{x+c_1} - A_x}$$

Преимущество метода добавок заключается в том, что часто удается компенсировать влияние физических и инструментальных помех.

2. АТОМНО-ЭМИССИОННАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ

Метод атомно-эмиссионной спектроскопии (АЭС) основан на термическом возбуждении свободных атомов или одноатомных ионов и регистрации оптического спектра испускания возбужденных атомов. В газовой фазе молекулы диссоциируют на атомы, которые при столкновениях с электронами переходят в возбужденное состояние. Примерно через 10^{-6} — 10^{-9} секунды возбужденные атомы и ионы спонтанно, самопроизвольно переходят из возбужденного в основное состояние или возбужденное с меньшей энергией.

Этот процесс ведет к излучению света и появлению спектральной линии.

Освобождаемая при этом энергия

$$\Delta E = E_2 - E_1 = \frac{hc}{\lambda} = h\nu$$

где E_2 , E_1 — энергия исследуемого и возбужденного состояния; h — постоянная Планка; c — скорость света; λ — длина волны излучения; ν — частота излучения.

Интенсивность линий в атомно-эмиссионном спектре связана с концентрацией определяемого элемента в образце соотношением (формула Ломакина):

$$I = ac^b \text{ или } \lg I = \lg a + b \lg c$$

где a и b — константы.

При малых концентрациях $b=1$ и I пропорциональна c . При больших концентрациях $b \approx 0.5$, т.е. I пропорциональна \sqrt{c} .

Данная формула является математическим основанием количественного атомно-эмиссионного анализа.

При фотографической регистрации эмиссионных спектров непосредственно измеряемой величиной является почернение фотоэмульсии S :

$$S = \lg(\Phi_0 / \Phi)$$

где Φ_0 , Φ — мощности световых потоков одного и того же источника света, прошедших через незасвеченные и засвеченные участки фотоэмульсии.

Величину почернения измеряют с помощью микрофотометра — прибора, позволяющего просвечивать пучком света участки фотоэмульсии размером 0.01×0.01 мм.

В определенном интервале почернений фотоэмульсии величина S линейно зависит от логарифма интенсивности спектральной линии. Это позволяет использовать для аналитических целей линейную функцию, связывающую почернение фотоэмульсии и логарифм концентрации определяемого элемента в образце (уравнение Шварцшильда):

$$S = \gamma b \lg c + \gamma \lg a - \gamma \lg j,$$

где γ и j — постоянные для данной фотоэмульсии.

В атомно-эмиссионном анализе, как правило, измеряют не интенсивность отдельной спектральной линии, а отношение интенсивностей двух спектральных линий, принадлежащих разным элементам. Это позволяет снизить требования к постоянству условий возбуждения и регистрации эмиссионных спектров. Линию определяемого элемента называют аналитической, а линию второго элемента — линией сравнения. При анализе образцов, содержащих большие количества какого-либо элемента, в качестве линии сравнения обычно выступает линия основы.

При выборе пары линий руководствуются рядом требований.

1) Энергии возбуждения E и потенциалы ионизации V линий должны быть близки:

$$|\Delta E| \leq 1 \text{ эВ}, \quad |\Delta V| \leq 1 \text{ В}.$$

2) Обе линии должны находиться вблизи друг друга:

$$|\Delta\lambda| \leq 10 \text{ нм}$$

3) Отношение интенсивностей линии определяемого элемента I и линии сравнения $I_{\text{осн}}$ должно находиться в пределах:

$$0.10 \leq \frac{I}{I_{\text{осн}}} \leq 10$$

Пару линий, удовлетворяющих перечисленным выше требованиям, называют гомологической.

Для относительной интенсивности гомологической пары линий имеем:

$$\frac{I}{I_{\text{осн}}} = ac^b / I_{\text{осн}}$$

Считая концентрацию элемента основы постоянной, после логарифмирования данного уравнения получаем выражение:

$$\lg \frac{I}{I_{\text{осн}}} = b \lg c + \lg a'$$

При фотографической регистрации эмиссионных спектров относительная интенсивность гомологической пары определяется разностью почернений:

$$\Delta S = S - S_{\text{осн}} = \gamma \lg \left(\frac{I}{I_{\text{осн}}} \right)$$

Из последних двух формул получим основное уравнение для количественного спектрографического анализа:

$$\Delta S = \gamma b \lg c + \gamma \lg a'$$

3. РЕФРАКТОМЕТРИЯ

Рефрактометрия широко распространена в самых различных областях химии. Она применяется в фармацевтическом, биохимическом анализе, анализе пищевых продуктов и т.д. Этот метод является старейшим из применяемых в химии оптических методов исследования. Основываясь на величинах показателей преломления и плотности, Исаак Ньютон сделал интересные заключения о составе солей, этилового спирта и др. веществ. В середине XVIII в. петербургским академиком – Иоганном Эйлером была выполнена серия измерений показателей преломления ряда жидкостей. Над конструкцией и усовершенствованием одного из первых рефрактометров работал Михаил Ломоносов с 1752 по 1762 г. Большую роль в распространении рефрактометрии сыграли работы немецких профессоров Аббе (1840-1905) и Пульфриха (1858-1927), создавших удобные конструкции рефрактометров, широко применяемых и в настоящее время.

Широкому распространению рефрактометрии в качестве одного из методов анализа способствовало совмещение высокой точности, технической простоты и доступности. Показатель преломления принадлежит к числу немногих физических констант, которые можно измерить с очень высокой точностью и небольшой затратой времени, располагая малым количеством вещества. Существующие рефрактометры позволяют определить показатель преломления с точностью порядка 10^{-4} - 10^{-5} , т.е. до 0,01% и даже до 0,001% от измеряемой величины. Для этого требуется 0,05-0,5 г вещества, а вся процедура измерений сводится к снятию показаний по шкале и несложному расчету. Время, необходимое для измерения и проведения соответствующих расчетов, составляет всего несколько минут. Существенным достоинством метода является возможность автоматической регистрации показателей преломления.

Теоретические основы метода

Рефрактометрия – метод, основанный на явлении преломления, изменения прямолинейного распространения света при переходе из одной среды в другую, называемом рефракцией. Преломление света оценивается по величине показателя преломления n .

Показателем преломления (n) называют отношение скорости распространения света в вакууме v_v к скорости распространения света в исследуемом веществе v_c . Это – абсолютный показатель преломления. На практике определяют так называемый относительный показатель преломления, представляющий собою отношение скорости распространения света в воздухе к скорости распространения света в анализируемом веществе.

По закону рефракции показатель преломления – постоянная величина для данного вещества, равная отношению синусов падения на поверхность раздела двух сред и угла преломления ρ . Величина показателя преломления зависит от природы вещества, температуры, концентрации раствора, природы растворителя, длины волны света.

Показатель преломления определяют с помощью рефрактометра. Измерение проводится при температуре $20,0 \pm 0,3$ °С и длине волны линии D спектра натрия (589,3 нм). Показатель преломления, определенный при таких условиях, обозначается индексом n_D^{20} . Современные приборы откалиброваны таким образом, что отсчеты, полученные по их шкалам, соответствуют показателям преломления для линии D натрия, поэтому во время измерений следует соблюдать указания относительно источника света, приведенные в инструкции к приборам.

Как уже было сказано, рефрактометрические измерения рекомендуется проводить при температуре 20°С. Если температура отличается на 5-7 °С, вводят поправку, рассчитанную по формуле

$$n^t = n^{20} + (20 - t) \cdot 0,0002$$

где n^t – показатель преломления при температуре измерения t ;
 n^{20} – показатель преломления при 20 °С;
 t – температура, при которой измеряли показатель преломления.

Установлено, что в пределах температур 20±5 °С показатели преломления воды и растворенного вещества изменяются практически на одну и ту же величину, поэтому при измерении концентрации водных растворов можно не вводить поправку для показателя преломления, если измерения выполняются при температуре 20±5 °С. В этом случае раствор, растворитель и рефрактометр должны находиться 30-40 мин в условиях одинаковой температуры.

Рефрактометрия может быть использована для идентификации веществ, установления их чистоты и количественного определения в растворах. Однако на практике рефрактометрия используется для определения концентрации растворов, если ее величина не менее 3 %. При меньших концентрациях не соблюдается линейная зависимость между показателем преломления и концентрацией.

Для большинства водных растворов, в которых содержится одно растворенное вещество, эта зависимость выражается формулой

$$n = n_0 + cF$$

откуда

$$c = \frac{n - n_0}{F}$$

где n , n_0 – показатели преломления раствора и растворителя соответственно;

F – фактор показателя преломления, показывающий величину прироста показателя преломления при увеличении концентрации раствора на 1 %.

Величины факторов для растворов, приготовленных массо-объемным или весовым способом, надежно измерены и приводятся в виде таблиц в справочной литературе. В случае необходимости фактор показателя преломления находят экспериментальным путем.

Для вычисления фактора растворов, приготовленных в массо-объемном измерении, определяют показатель преломления ряда растворов. Для этих целей используют препараты, отвечающие всем требованиям фармакопеи.

Величину прироста показателя преломления делят на концентрацию препарата, установленную методом объемного титрования, и определяют прирост показателя на каждый процент вещества в интервалах указанной концентрации.

Для нахождения среднего значения прироста показателя преломления F устанавливают величину прироста в различных концентрациях в интервалах 5 — 10 %, данные суммируют, делят на количество исследованных растворов.

Пример расчета среднего фактора показателя преломления F для растворов сульфацила натрия

№ п/п	Концентрация в массо-объемном измерении, %	Показатель преломления	Расчет прироста показателя преломления на 1 %
	1,0	1,3350	1,3350 - 1,3330 = 0,0020 : 1 = 0,00200
	5,0	1,3430	1,3430 - 1,3330 = 0,010 : 5 = 0,00200
	10,0	1,3529	1,3529 - 1,3330 = 0,0199 : 10 =

			0,00199
	15,0	1,3629	$1,3629 - 1,3330 = 0,0299 : 15 = 0,001989$
	20,0	1,3728	$1,3728 - 1,3330 = 0,0398 : 20 = 0,00199$
			$\Sigma = 0,00997$
$F = 0,00997 : 5 = 0,001994$			

Таким образом, фактор показателя преломления F для растворов сульфата натрия в пределах от 1 до 20%, изготовленных в массо-объемном измерении, составляет 0,001994.

Величина фактора в растворах некоторых веществ с увеличением концентрации изменяется на постоянную для данного препарата величину k . Тогда расчет фактора производят по формуле

$$F = F_0 - kC$$

где F – фактор показателя преломления;

F_0 – начальный фактор, полученный суммированием ряда значений F (среднего прироста показателя на 1 %) и произведения k на концентрацию препарата;

k – постоянная величина;

C – концентрация вещества.

Примеры расчета факторов F , F_0 и k для растворов хлорида кальция

Экспериментальные данные показателя преломления раствора хлорида кальция и расчет фактора F :

№ п/п	Концентрация в массо-объемном измерении, %	Показатель преломления	Расчет прироста показателя преломления на 1 %
1	5,84	1,3400	$F = (1,3400 - 1,3330) : 5,84 = 0,00120$;
2	10,08	1,3450	$F = (1,3450 - 1,3330) : 10,08 = 0,00119$;
3	14,50	1,3502	$F = (1,3502 - 1,3330) : 14,50 = 0,00119$;

Пример расчета константы k для растворов хлорида кальция

№ п/п	Разность процентов	Разность прироста показателя преломления	Прирост показателя преломления на 1%
1	$10,08 - 5,84 = 4,96$	$0,00120 - 0,00119 = 0,00001$	$0,00001 : 4,96 = 2,02 \cdot 10^{-6}$
2	$14,50 - 10,08 = 4,42$	$0,00119 - 0,00119 = 0$	$0 : 4,42 = 0$
3	$14,50 - 5,84 = 8,66$	$0,00120 - 0,00119 = 0,00001$	$0,00001 : 8,66 = 1,15 \cdot 10^{-6}$
			$\Sigma = 3,17 \cdot 10^{-6}$
$k = (3,17 \cdot 10^{-6}) : 3 = 1,06 \cdot 10^{-6}$			

Вычисление начального фактора F_0 :

$$\begin{aligned}0,00120 + 1,06 \cdot 10^{-6} \cdot 5,84 &= 0,001206; \\0,00119 + 1,06 \cdot 10^{-6} \cdot 10,08 &= 0,001201; \\0,00119 + 1,06 \cdot 10^{-6} \cdot 14,50 &= 0,001205.\end{aligned}$$

$$\hline \Sigma 0,003612$$

$$F_0 = 0,003612 : 3 = 0,001204$$

Определение значений F_0 и k дает возможность составить таблицы факторов и по ним вычислить показатели преломления препаратов различных концентраций, что значительно упрощает расчеты.

Для определения концентрации вещества в растворе измеряют показатель преломления растворителя. Для воды $n_D^{20} = 1,3330$. Призму прибора тщательно вытирают, наносят несколько капель анализируемого раствора на поверхность нижней призмы, и камеру осторожно закрывают. Находят величину показателя преломления раствора n и по полученным данным рассчитывают концентрацию раствора, используя приведенную выше формулу.

Рефрактометрия позволяет определять концентрацию вещества в многокомпонентных растворах: находят показатель преломления раствора, затем химическими методами определяют концентрацию компонентов, кроме одного, содержащегося в количестве 3 % и более, и содержание последнего рассчитывают по формуле

$$x = \frac{(n - n_0) - (F_1 c_1 + F_2 c_2 + \dots)}{F}$$

где c_1, c_2 – процентное содержание веществ, найденное химическими методами;

F_1, F_2 – факторы показателя преломления для веществ, определенных химическими методами.

Если для одного из веществ, входящих в состав раствора, фактор показателя преломления неизвестен или его незначительная концентрация не позволяет получить точных данных, то применяют контрольные растворы, содержащие это вещество в такой же концентрации, что и анализируемый раствор. При расчетах показатель преломления контрольного раствора учитывают, как показатель преломления растворителя n_0 .

Рефрактометрический анализ порошковых лекарственных смесей проводят следующим образом. Определяют массу порошка и растворяют его в определенном количестве растворителя с таким расчетом, чтобы концентрация определяемого вещества в растворе была не ниже 3-5 %. Содержание всех компонентов, кроме одного, определяют химическими методами, а содержание последнего узнают, измерив величину показателя преломления раствора, и последующим расчетом по формуле

$$x = \frac{[n - (n_0 + F_1 c)] P \cdot A}{F \cdot \alpha \cdot 100}$$

где n – показатель преломления раствора порошка;

n_0 – показатель преломления растворителя;

c – концентрация компонента, содержание которого определено химическим методом, %;

F_1 – фактор показателя преломления вещества, содержание которого определено химическим путем;

P – средняя масса порошка, г;

A – количество растворителя, взятое для растворения массы порошка, мл;
 F – фактор показателя преломления раствора определяемого компонента;
 a – масса порошка, взятая для анализа.

В Таблице 1 Приложения приведены данные пределов показателей преломления часто повторяющихся в детской практике составов порошковых лекарственных форм, которые могут служить для предварительной оценки их качества.

Таблица 2 Приложения содержит данные по приготовлению и контролю качества часто используемых водных растворов лекарственных веществ на основе их показателя преломления.

Рефрактометрический метод, в частности, позволяет определять концентрацию этилового спирта в спиртоводных растворах. В водных растворах этилового спирта линейная зависимость показателя преломления и концентрации наблюдается в пределах 50-60%. При установлении крепости спирта в более концентрированных растворах их предварительно разбавляют и при расчете концентрации учитывают разведение. Если концентрация спирта приблизительно равна 70%, разбавление водой проводят в объемных единицах 1:2; если же концентрация спирта приблизительно равна 95%, то разбавляют водой 1:3. Необходимо учитывать, что при смешивании спирта с водой происходит выделение тепла и объем раствора уменьшается. Поэтому измерение показателя преломления разбавленного раствора необходимо выполнять не ранее чем через 30 мин после сливания спирта и воды. Кроме того, определенную концентрацию разбавленного спирта умножают при смешивании 1 мл спирта с 2 мл воды на 2,98; при смешивании 1 мл спирта с 3 мл воды – на 3,93.

4. СПЕКТРОФОТОМЕТРИЯ

Методы спектрофотометрии — методы исследования и анализа веществ, основанные на поглощении молекулами вещества монохроматического электромагнитного излучения в ультрафиолетовой (УФ), видимой и инфракрасной (ИК) областях спектра. Природа полос поглощения в УФ и видимой областях спектра связана с различными электронными переходами в поглощающих молекулах и ионах (электронные спектры). в ИК-области она связана с колебательными переходами и изменением колебательных состояний ядер, входящих в молекулу поглощающего вещества (колебательные спектры). В случае поглощения веществами немонахроматического излучения выделяют фотоколориметрические (колориметрические) методы анализа.

Фотоколориметрия отличается от спектрофотометрического анализа тем, что анализируемое вещество с помощью какого-либо реагента переводят (количественно) в окрашенное соединение. вначале получают окрашенные растворы, используя растворы стандартных образцов (гсоили РСО). Затем строят градуировочный график зависимости интенсивности поглощения окрашенных растворов от концентрации стандартного раствора, по графику рассчитывают содержание вещества в испытуемых образцах.

Метод абсолютной спектрофотометрии (фотоколориметрии) основан на измерении светопоглощения анализируемого раствора относительно раствора сравнения, в качестве которого может использоваться чистый растворитель или раствор, содержащий все компоненты анализируемого раствора, кроме определяемого вещества.

Метод дифференциальной спектрофотометрии (фотоколориметрии) основан на измерении светопоглощения анализируемого раствора относительно раствора сравнения, содержащего определенное количество стандартного образца испытуемого вещества или его заменителя. Такой прием приводит к изменению рабочей области шкалы прибора и снижению относительной погрешности определения до $\pm(0,5-1) \%$, т.е. сопоставимой с титриметрическими методами.

Спектрофотометрические и фотоколориметрические методы анализа основаны на использовании объединенного закона Бугера — Ламберта — Бера:

$$A = -\lg I/I_0 = \epsilon l C,$$

где A — абсорбция или оптическая плотность, I_0 — интенсивность падающего потока излучения, I — интенсивность потока излучения после прохождения l см поглощающего слоя, C — молярная концентрация, ϵ — молярный коэффициент поглощения.

Удельный показатель поглощения является спектрофотометрической константой для каждого вещества, не зависящей от концентрации, и представляет собой величину оптической плотности раствора, содержащего 1,0 г вещества в 100 см³ раствора, измеренную в кювете с рабочей длиной 1 см:

В случае отклонений от закона Бугера — Ламберта — Бера вначале с помощью стандартных растворов устанавливают зависимость оптической плотности от концентрации и строят градуировочный график, а затем по нему определяют содержание определяемого вещества в анализируемом растворе.

Спектрофотометрия в фармацевтическом анализе. Спектрофотометрия в УФ- и видимой областях — один из наиболее широко используемых физико-химических

$$E_{1\text{см}}^{1\%} = \frac{A}{C \cdot l}$$

методов в фармацевтическом анализе (ОФС 42-0042-07 ГФ РФ XII). анализируемые ЛВ должны иметь в структуре молекулы хромофорные группы (сопряженные связи,

ароматическое ядро и др.), обуславливающие различные электронные переходы в молекулах и поглощение электромагнитного излучения.

Идентификацию ЛВ можно провести по характеру спектров поглощения в различных растворителях, положению максимумов и минимумов поглощения или по их отношению (при различных длинах волн). Спектр поглощения вещества является его специфической характеристикой и представляет собой кривую зависимости интенсивности поглощения (оптической плотности) от длины волны (λ , нм).

Для количественного спектрофотометрического анализа важен выбор аналитической полосы поглощения. последняя должна быть свободна от наложения полос поглощения других компонентов смеси и иметь достаточно высокий удельный показатель поглощения анализируемого вещества.

Одним из вариантов дифференциальной спектрофотометрии является производная УФ-спектрофотометрия. Если в дифференциальной спектрофотометрии используют разность оптических плотностей при одной и той же длине волны, то в производной — при двух длинах волн в небольшом интервале. Этот вариант позволяет выделять индивидуальные полосы в «сложном» УФ-спектре, представляющем собой сумму налагающихся полос поглощения или полос, не имеющих четко выраженного максимума. при этом на спектральных кривых в координатах производная — длина волны ($\Delta I - \lambda$) появляются полосы с отчетливо выраженными максимумами и минимумами. благодаря этому можно идентифицировать сходные по химической структуре вещества, повысить избирательность анализа и выполнять количественное определение двух-, трехкомпонентных смесей более экономично и эффективно, чем титриметрическими методами.

Другим вариантом дифференциальной спектрофотометрии является АЕ-метод, основанный на превращении одного из веществ, входящих в состав анализируемой пробы, в таутомерную (или иную) форму, отличающуюся по характеру и интенсивности поглощения. затем измеряют оптическую плотность раствора одной таутомерной формы по отношению к другой, т. е. используют в качестве раствора сравнения раствор исходного определяемого вещества.

5. ПОЛЯРИМЕТРИЯ

Поляриметрия — физический метод количественного анализа, основанный на свойстве оптически активных веществ вращать (отклонять) плоскость поляризации прямолинейно поляризованного света.

Поляризованный свет — свет, у которого колебания луча световой волны происходят только в одной плоскости. *Плоскость колебаний* — плоскость, в которой происходят колебания луча световой волны. плоскость, перпендикулярная ей, называется *плоскостью поляризации*, в ней лежат вектор напряженности электрического поля световой волны E и световой луч.

По отношению к поляризованному свету все вещества делятся на оптически активные и оптически неактивные. *Оптически активные (ОА) вещества* — вещества, способные отклонять плоскость поляризации проходящего поляризованного света на некоторый угол, называемый *углом вращения плоскости поляризации*.

ОА веществами, как правило, являются природные соединения: терпены, алкалоиды, аминокислоты, сахара, антибиотики, гормоны, витамины. оптическая активность веществ связана с асимметрией их молекул, т. е. с наличием асимметрического (хирального) атома углерода, имеющего четыре разных заместителя.

В зависимости от природы ОА вещества вращение плоскости поляризации может иметь различное направление и величину. Вращение называют *правым* и считают положительным (+), если поворот плоскости поляризации происходит по часовой стрелке, когда смотрят навстречу лучу. вращение называют *левым* и считают отрицательным (-), если поворот происходит против движения часовой стрелки. Перед названием или химической формулой правовращающего соединения обычно ставят букву D, а левовращающего — букву L. например, правовращающее ОА вещество — кортизона ацетат, левовращающее ОА вещество — ментол. Если соединения имеют одинаковую формулу, но способны вращать плоскость поляризации влево и вправо, то они являются *оптическими изомерами*, например, лево- и правовращающая камфора. оптически неактивную эквимолекулярную смесь право- и лево- вращающих изомеров называют *рацематом*, например, рацемат левомецетина — это синтомицин.

Величину отклонения плоскости поляризации от начального положения, выраженную в угловых градусах ($^{\circ}$), называют *углом вращения* и обозначают греческой буквой α (со знаком «+» или «-»). величина угла вращения зависит от природы оптически активного вещества, длины пути поляризованного света в оптически активной среде (чистом веществе или растворе) и длины волны света. Влияние температуры в большинстве случаев незначительно. Для растворов величина угла вращения зависит от природы растворителя, концентрации оптически активного вещества и прямо пропорциональна длине пути света, т. е. толщине слоя оптически активного вещества или его раствора. В основе количественных поляриметрических измерений лежит уравнение

$$\alpha = \alpha_{\text{уд}} \cdot \ell \cdot C,$$

где C — концентрация ОА вещества в растворе, г/см³; ℓ — толщина слоя раствора, дм; $\alpha_{\text{уд}}$ — удельное вращение плоскости поляризации, также выражаемое в угловых градусах ($^{\circ}$) со знаком «+» или «-».

Поляриметрию в фарманализе применяют:

- для идентификации оптически активных ЛВ. С этой целью измеряют на поляриметре угол вращения приготовленного согласно требованиям НД раствора анализируемого вещества. На основании измеренного угла вращения рассчитывают его удельное вращение $\alpha_{\text{уд}}$, которое сравнивают с интервалом значений этой характеристики, приведенном в нд, затем делают заключение о качестве ЛВ;

- в испытаниях на доброкачественность ЛВ в случае наличия примеси оптически активных веществ. Готовят растворы исследуемых веществ согласно требованиям НД и

измеряют на поляриметре угол вращения. полученное значение сравнивают с допустимым значением показателя по НД;

- в *количественном анализе*. готовят растворы анализируемых веществ согласно методикам, приведенным в НД или в руководствах по анализу ЛФ, измеряют на поляриметре угол вращения, рассчитывают содержание (C , %), используя данное в методике значение удельного вращения, и делают заключение о качестве препарата.

Достоинства поляриметрии: простота, экспрессность анализа, достаточно дешевое оборудование, возможность применения в аптечных условиях.

Ограничение поляриметрии: метод применим для анализа соединений только определенной пространственной структуры.

ПРАКТИЧЕСКИЕ ЗАНЯТИЯ

ЗАНЯТИЕ № 1

Общие принципы атомно-абсорбционного анализа. Эмиссионные спектрометрические методы анализа фармпрепаратов – 2 часа

ЦЕЛЬ ЗАНЯТИЯ: Изучить методы атомной спектроскопии, их физическую сущность, классификацию.

ПЛАН ЗАНЯТИЯ:

1. Объяснение и разбор вопросов по теме.
2. Решение типовых задач.
2. Проверка выполнения индивидуальных творческих заданий.

Ход работы

Вопросы для обсуждения на практическом занятии

1. Общие принципы атомно-абсорбционного анализа.
2. Соотношение между возбужденным и основным состояниями атома для различных элементов и температур.
3. Источники излучения в методе ААС.
4. Почему в атомно-абсорбционной спектроскопии необходимо использовать достаточно монохроматичные источники излучения?
5. Атомизация в методе ААС: пламенный и электротермический атомизаторы.
6. В чем преимущества электротермического способа атомизации перед пламенным в атомно-абсорбционной спектроскопии?
7. Приемники излучения в методе ААС.
8. Количественный анализ в методе ААС.
9. Что является аналитическим сигналом в атомно-абсорбционной спектроскопии? Как он связан с концентрацией определяемого компонента?
10. Перечислите основные узлы приборов в атомно-абсорбционной спектроскопии.
11. В каком агрегатном состоянии должна находиться проба при введении в пламя в атомно-абсорбционной спектроскопии?
12. Эмиссионные спектрометрические методы анализа.
13. Виды эмиссионной спектроскопии.
14. Принцип метода АЭС.
15. Способы возбуждения спектров атомной эмиссии.
16. Детекция аналитического сигнала в методе АЭС.
17. Количественные расчеты в методе АЭС.
18. Практическое применение АЭС.
19. Применение ААС в медицине.
20. В чем сущность метода атомно-эмиссионной спектроскопии?
21. В чем роль атомизатора в атомно-эмиссионной спектроскопии?
22. Перечислите основные типы атомизаторов в атомно- эмиссионной спектроскопии. Какие из них пригодны для анализа растворов, какие – для анализа твердых веществ?
23. Каковы достоинства и недостатки средств возбуждения: а) пламени, б) электрической дуги, в) электрической искры, г) индуктивно-связанной плазмы?
24. Перечислите основные узлы приборов в атомно- эмиссионной спектроскопии?
25. Назовите характеристики спектральной линии.
26. Что такое «последние» спектральные линии?
27. Укажите смысл параметров, входящих в уравнение Ломакина-Шайбе.
28. С какой целью в атомно-эмиссионной спектроскопии используется стилоскоп? Фотопластинка? Фотоэлемент? Квантометр?
29. Как выполняется качественный спектральный анализ?

Типовые задачи

1. При атомно-абсорбционном определении железа в растворе по методу ограничивающих растворов были приготовлены градуировочных раствора с концентрацией Fe (III) 9 мкг/мл и 14 мкг/мл, для которых значение абсорбционности составило $A=0,14$ и $0,23$, соответственно. Определите концентрацию железа в исследуемом растворе, если измеренное значение абсорбционности железа для него составило $A=0,15$.

2. При поверке атомно-абсорбционного спектрометра была проведена серия измерений стандартного раствора меди (II) и получены следующие значения абсорбционности A : 0,242; 0,244; 0,238; 0,232; 0,240; 0,246; 0,246; 0,240; 0,230; 0,242. Через полчаса повторили измерение: 0,244; 0,246; 0,250; 0,241; 0,240; 0,252; 0,254; 0,248; 0,240; 0,246. Оцените погрешность измерения сигнала. Является ли разница результатов двух измерений статистически значимой?

3. При атомно-абсорбционном определении массовой доли натрия в стандартном образце предприятия (СОП) баббита кальциевого БК2 с аттестованным содержанием натрия $0,200 \pm 0,007$ % были получены следующие результаты (%): 0,195; 0,199; 0,206; 0,204. Содержит ли методика систематическую погрешность?

4. Вычислить характеристическую массу таллия при его электротермическом определении, если при введении 20 мкл раствора таллия (I) с концентрацией 3,75 · 10⁻⁶ г/л интегральная абсорбционность составила $Q_A=0,110$.

5. Для определения примеси Na в образце методом атомно-абсорбционной спектроскопии навеску образца 1,0000 г растворили и объем довели в мерной колбе до 100,0 мл. По градуированному графику нашли 11,3 мкг/мл натрия. Рассчитайте массовую долю натрия в образце (%).

6. Два образца нефти, стандартный и анализируемый, массой по 1,000 г разбавили метилизобутилкетон и распылили в пламени атомно-абсорбционного спектрометра. Абсорбционность A линии ванадия для стандартного образца с содержанием ванадия 0,01 % составила 0,740 и для образца с неизвестным содержанием 0,520. Вычислите массовую долю ванадия в нефти (%).

7. Альдегиды можно определить косвенным атомно-абсорбционным методом по реакции окисления ионами серебра с образованием 2-х молей металлического серебра на каждый моль альдегида. Серебро затем растворяют в HNO₃ и определяют атомно-абсорбционным методом. Интервал определяемых концентраций серебра составляет 2-20 мкг/мл. Определите соответствующий ему интервал количеств альдегида (в микромолях) при условии, что объем пробы составляет 10 мл.

8. Для определения молибдена навеску стали 0,2000 г растворили по ГОСТ и объем довели в мерной колбе вместимостью 100,0 мл. При атомно-абсорбционном определении для этого раствора получена абсорбционность $A = 0,250$. Градуировочная зависимость при этом имеет вид $A = 0,020 + 99,8x$; где x – концентрация молибдена, мг/мл. Рассчитайте массовую долю молибдена в стали (%).

9. Рассчитайте массу добавки для проверки правильности результатов атомно-абсорбционного определения магния в баббите БК-2. Масса пробы 0,5000 г, объем фотометрируемого раствора 50,00 мл, массовая доля магния в сплаве 0,025 %.

ЗАНЯТИЕ № 2

Фотоколориметрический анализ фармпрепаратов — 2 часа

ЦЕЛЬ ЗАНЯТИЯ: Изучить теоретические основы фотоколориметрии, принципиальную схему фотоколориметров, получить навыки приготовления растворов, измерения оптической плотности и расчета концентрации окрашенных веществ.

ПЛАН ЗАНЯТИЯ:

1. Объяснение и разбор вопросов по теме.
2. Решение ситуационных задач.
2. Выполнение практической работы.

Ход работы

Вопросы для обсуждения на практическом занятии

1. Техника фотоколориметрических измерений.
2. Дайте определение основному закону светопоглощения.
3. Что называют пропускаемостью?
4. Принципиальная схема спектральных приборов: ФЭК.
5. Теоретические основы метода. Особенности спектрофотометрии и фотоэлектроколориметрии.
6. Аппаратурное оформление спектрофотометров и фотоэлектроколориметров различных марок.
7. Аналитические возможности спектрофотометрического метода в УФ- области для целей установления подлинности, чистоты и количественного содержания лекарственных веществ.
8. Аналитические возможности спектрофотометрического метода в видимой области и фотоэлектроколориметрии.
9. Преимущества и недостатки спектрофотометрического метода в УФ- области и фотоэлектроколориметрического метода.
10. Какие интервалы длин волн используются в спектрофотометрии в УФ-, видимой и ИК-областях?
11. Каковы энергетические характеристики электромагнитного излучения?
12. Каков механизм возникновения спектров поглощения в УФ- и видимой областях спектра?
13. Основные законы поглощения электромагнитного излучения. Закон Бугера-Ламберта-Бера, закон аддитивности поглощения.
14. Какой физический смысл понятий: оптическая плотность раствора, пропускание или прозрачность раствора, удельный коэффициент поглощения ($E^{1\%}_{1cm}$), молярный коэффициент поглощения (ϵ)?
15. Каковы причины отклонения бесцветных и окрашенных растворов от закона Бугера-Ламберта-Бера?
16. Получение окрашенных соединений и использование их в количественном фотометрическом анализе.
17. Какова принципиальная схема спектрофотометра СФ-2000?
18. Какова принципиальная схема фотоэлектроколориметров КФК-2, КФК-3?
19. Охарактеризуйте источники излучения, используемые в современных спектрофотометрах, фотоэлектроколориметрах. Что представляют собой монохроматоры в указанных приборах?
20. Какие приемники используют при регистрации УФ- и видимого излучения?
21. Каким образом готовят образцы твердых веществ для снятия спектров в УФ- и видимой областях?

22. В чем заключается принцип работы на фотоэлектроколориметрах КФК-2, КФК-3, спектрофотометре СФ-2000?
23. Какую информацию получают при интерпретации спектров в УФ- и видимой областях спектра:
- известного вещества;
 - неизвестного вещества?
24. Охарактеризуйте методы количественного спектрофотометрического и фотометрического анализов субстанций, различных лекарственных форм:
- метод сравнения (использование ГСО или РСО);
 - метод градуировочного графика;
 - определение концентраций по величине $E^{1\%}_{1cm}$.
25. Перечислите преимущества и недостатки спектрофотометрии в УФ- и видимой областях спектра.

Ситуационные задачи

Задача 1. В препарате «Фосфаден» определяют поглощающие примеси. Измеряют оптическую плотность 0,001 % раствора препарата в 0,01 моль/л растворе хлористоводородной кислоты в кювете с толщиной слоя 10 мм при длинах волн 250, 260 и 280 нм. В качестве раствора сравнения используют 0,01 моль/л раствор хлористоводородной кислоты. Отношение A^{250}/A^{260} должно быть от 0,80 до 0,87. Оптические плотности при длинах волн 250 и 260 нм равны 0,430 и 0,506 соответственно. Отношение A^{280}/A^{260} равно 0,231. Рассчитайте их соотношение и выявите, укладывается ли оно в допустимое количество. Рассчитайте величину оптической плотности при длине волны 280 нм.

Задача 2. В препарате «Кислота фолиевая» определяют поглощающие примеси: 0,001 % раствор кислоты фолиевой в 0,1 моль/л растворе натрия гидроксида имеет максимумы поглощения при длинах волн 256, 283 и 365 нм. Отношение $A^{256}/A^{365} = 2,8$. Рассчитайте, какая должна быть оптическая плотность при длине волны 256 нм, если при $\lambda = 365$ нм она равна 0,260.

Задача 3. В препарате «Феноксиметилпенициллин» определяют поглощающие примеси следующим образом: около 0,1 г препарата (точная навеска) растворяют в 4 мл 5 % раствора натрия гидрокарбоната, разводят водой в мерной колбе вместимостью 500 мл до метки и определяют оптическую плотность (А) при длинах волн 268 и 274 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. Раствором сравнения служит 4 мл 5 % раствора натрия гидрокарбоната, разведенные водой до 500 мл. Отношение $A^{268}/A^{274} = 1,22$. Оптическая плотность раствора при длине волны 268 нм равна 0,645. Рассчитайте, какая будет оптическая плотность при длине волны 274 нм.

Задача 4. В препарате «Ретинола ацетат» при оценке чистоты определяют поглощающие примеси. Измеряют оптическую плотность 0,0003 % раствора препарата в абсолютном этаноле или хлороформе при длинах волн 300; 311,5; 326; 337 и 360 нм. Отношения значения оптической плотности при 300; 311,5; 337 и 360 нм к оптической плотности при 326 нм не должны отличаться более чем на $\pm 0,03$.

Длина волны, нм	А	А / А ³²⁶
	Результаты опыта	Требования ФС
300	0,368	0,573
311,5	0,560	0,875
326	0,640	1,000
337	0,548	0,857
360	0,187	0,292

Рассчитайте отношения оптических плотностей ретинола ацетата, сравните их с

указанными выше, соответствуют ли они указаниям НД и сделайте заключение – удовлетворяет ли препарат требованиям ФСП на поглощающие примеси.

Задача 5. Определение подлинности препарата «Наркотин» осуществляют следующим образом. УФ-спектр 0,005 % раствора препарата в метаноле в области от 230 до 350 нм имеет максимумы поглощения при 292 ± 2 и 310 ± 2 нм и минимум поглощения при 263 ± 2 нм. Согласно НД отношение оптической плотности при 310 нм к оптической плотности при 292 нм должно быть не менее 1,2 и не более 1,25.

Задание: Нарисуйте примерный УФ-спектр раствора препарата в метаноле в области от 230 до 350 нм. Рассчитайте отношение оптических плотностей, если $A^{310}=0,60$, $A^{292}=0,48$, и сделайте заключение, удовлетворяет ли препарат требованиям ФС.

Задача 6. Рассчитайте $E^{1\%}_{1cm}$ метандростенолона, если оптическая плотность равна 0,520 при длине волны 245 нм, концентрация раствора 0,001 % в 95 % этаноле, толщина слоя 10 мм.

Задача 7. Рассчитайте оптическую плотность раствора метилтестостерона при длине волны 240 нм, если $E^{1\%}_{1cm}$ равен 540, концентрация исследуемого раствора 0,001 % в 95 % этаноле, толщина слоя 10 мм.

Задача 8. В препарате «Дигитоксин» рассчитайте $E^{1\%}_{1cm}$.

Методика определения. Около 0,02 г препарата (точная навеска), высушенного при температуре 100 -105°C, растворяют в 95 % этаноле в мерной колбе вместимостью 50 мл, 5 мл этого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл и доводят объем 95 % этанолом до метки. К 5 мл полученного раствора прибавляют 5 мл раствора натрия пикрата, выдерживают 20 мин при комнатной температуре. Оптическая плотность полученного раствора при длине волны 495 нм и толщине слоя 10 мм равна 0,880. Точная навеска препарата, взятая для анализа, равна 0,0200.

Задача 9. Рассчитайте величины оптических плотностей раствора препарата «Феноксиметилпенициллин» при длинах волн 268 и 274 нм.

Методика определения. 0,1000 г (точная масса) препарата помещают в мерную колбу вместимостью 500 мл, растворяют в 4 мл 5 % раствора натрия гидрокарбоната и доводят водой до метки, перемешивают. Измеряют оптическую плотность полученного раствора на спектрофотометре при длинах волн 268 и 274 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. Раствором сравнения служат 4 мл 5 % раствора натрия гидрокарбоната, разведенные водой до 500 мл. Отношение $A^{268}/A^{274} = 1,22$ при длине волны 268 нм равен 34,8.

Задача 10. Для препарата «Фурацилин» постройте график зависимости оптической плотности от концентрации при длине волны 375 нм и рассчитайте $E^{1\%}_{1cm}$, используя данные таблицы:

% фурацилина	5	6	7	8	9	10
Оптическая плотность	0,326	0,392	0,458	0,522	0,589	0,655

Рассчитайте содержание фурацилина (в процентах), используя найденное значение $E^{1\%}_{1cm}$.

Методика определения. Около 0,02 г (точная навеска) фурацилина растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 мл и доводят водой до метки. К 0,5 мл полученного раствора прибавляют 9,5 мл воды, перемешивают и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм относительно воды. Оптическая плотность полученного раствора 0,650. Точная навеска препарата 0,0200 г.

Задача 11. Рассчитайте $E^{1\%}_{1cm}$ доксициклина гидрохлорида при длине волны 349 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм, если оптическая плотность равна 0,650, точная масса равна 0,0736 г.

Методика определения. Около 0,07 г (точная навеска) Государственного стандартного образца доксициклина гидрохлорида растворяют в мерной колбе вместимостью 200 мл в смеси 1 моль/л раствора хлористоводородной кислоты и метанола (1: 99), доводят объем

раствора указанной смесью до метки и перемешивают. 5 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора той же смесью растворителей до метки и перемешивают. Измеряют оптическую плотность полученного раствора на спектрофотометре. В качестве раствора сравнения используют смесь раствора хлористоводородной кислоты и метанола (1:99). $E_{1\text{см}}^{1\%}$ ГСО доксициклина гидрохлорида должен быть не менее 280 и не более 310.

Задача 12. Рассчитайте оптическую плотность ретинола ацетата при длинах волн, указанных в таблице. Измеряют оптическую плотность 0,0003 % раствора препарата в абсолютном этаноле при длинах волн 300; 311,5; 326; 337 и 360 нм.

Длина волны, нм	A	A/A ³²⁶
300	0,515	0,573
311,5		0,875
326		1,000
337		0,857
360		0,292

Задача 13. Рассчитайте количественное содержание левомицетина стеарата в субстанции (в процентах).

Методика определения. Около 0,04 г (точная навеска) левомицетина стеарата растворяют в 95 % этаноле в мерной колбе вместимостью 100 мл и доводят объем раствора этанолом до метки (раствор А). 10 мл раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем раствора этанолом до метки (раствор Б). Определяют оптическую плотность полученного раствора Б на спектрофотометре при длине волны 272 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. Параллельно измеряют оптическую плотность 0,002 % раствора стандартного образца левомицетина стеарата при длине волны 275 нм. Оптические плотности испытуемого и стандартного растворов равны соответственно 0,360 и 0,400. Точная навеска препарата – 0,0369 г.

Задача 14. Рассчитайте количественное содержание гризеофульвина (в процентах) в пересчете на сухое вещество.

Методика определения. Около 0,1 г (точная навеска) гризеофульвина растворяют в абсолютном этаноле в мерной колбе вместимостью 200 мл, доводят объем раствора абсолютным этанолом до метки и перемешивают. 2 мл полученного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора до метки абсолютным этанолом, перемешивают и определяют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 291 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. Раствор сравнения – абсолютный этанол. Оптическая плотность испытуемого раствора – 0,657, $E_{1\text{см}}^{1\%}$ – 686, потеря в массе при высушивании – 10%, навеска препарата – 0,1000 г.

Задача 15. Рассчитайте концентрацию цианокобаламина (в процентах) в пересчете на сухое вещество.

Методика определения. Около 0,1 г (точная навеска) препарата растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 500 мл и доводят водой до метки. 25 мл этого раствора переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл и доводят объем раствора водой до метки. Определяют оптическую плотность полученного раствора на спектрофотометре при длине волны 361 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. Раствор сравнения – вода очищенная. Содержание цианокобаламина пересчитывают на сухое вещество. Содержание влаги в нем 12,0 %, оптическая плотность – 0,341, $E_{1\text{см}}^{1\%}$ – 207, точная навеска препарата – 0,1000 г.

Задача 16. Рассчитайте концентрацию фуразолидона (в процентах) в пересчете на сухое вещество.

Методика определения. Около 0,1 г (точная навеска) фуразолидона помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл, прибавляют 30 мл свежеперегнанного диметилформамида

Конец ознакомительного фрагмента.

Приобрести книгу можно

в интернет-магазине

«Электронный универс»

e-Univers.ru