



15-дәріс
Химиялық және физика-
химиялық әдістерді қолданып
терпендердің құрамын анықтау.

Дәріскер: Ph.D., доцент Сейтимова Гульназ Абсаттарқызы

Табиғи қосылыстар негізіндегі дәрілік заттарды талдау әдістері және олардың жіктелуі

Дәрілік заттарды талдауда әртүрлі зерттеу әдістері қолданысқа ие: физикалық, физика-химиялық, химиялық және биологиялық. Физикалық және физика-химиялық әдістерді қолдану барысында тиісті құралдар мен жабдықтарды қажет етеді, сондықтан бұл әдістер аспаптық немесе инструменталдық деп аталады.

Физикалық әдістерді пайдалану физикалық тұрақты мәндерді өлшеуге негізделген, мысалы, мөлдірлік немесе ластану дәрежесі, түс, ылғалдылық, балқу, қату және қайнату температурасы және т.б.

Физика-химиялық әдістердің көмегімен химиялық реакциялардың нәтижесінде өзгеретін талданып отырған жүйенің физикалық константасы өлшенеді. Бұл әдіс тобы құрамына оптикалық, электрохимиялық, хроматографиялық әдістер кіреді.

Химиялық талдау әдістері химиялық реакциялардың орындалуына негізделген.

Сонымен қатар дәрілік заттардың биологиялық бақылауы жануарларға, жеке оқшауланған мүшелерге, жасушалардың топтарына, микроағзалардың белгілі бір штаммдарына жүргізіледі. Фармакологиялық әсері немесе уыттылығын анықтайды.

Фармацевтикалық талдауда қолданылатын әдістемелер дәріхана жағдайында экспресс-талдау үшін сезімтал, нақты, таңдаулы, жылдам және жарамды болуы керек.

Методы анализа

Качественный анализ

Количественный анализ

Качественный химический анализ

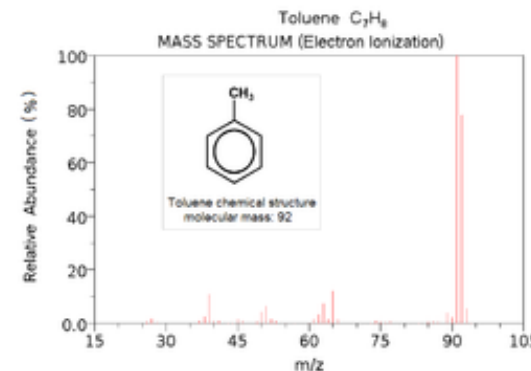
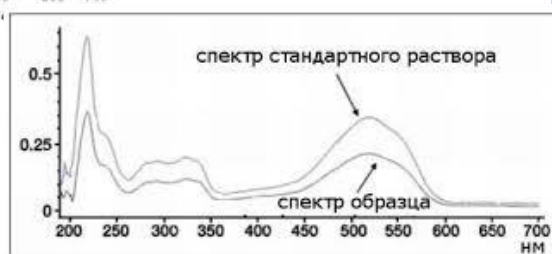
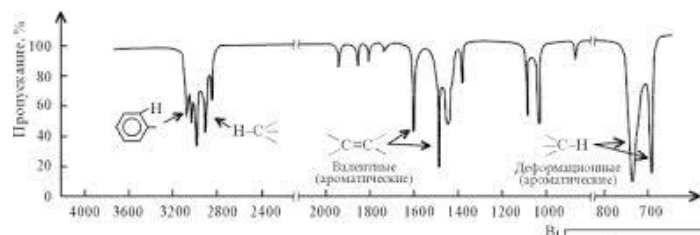
Качественные химические реакции

Определение физических констант

Структурный (молекулярный) анализ

рентгено-структурный, ГЖХ, ИК-спектроскопия, масс-спектрометрия, флуоресцентная спектроскопия, ЯМР-спектроскопия и др.

титрование, экстракция + фотометрия, фотометрия, УФ-спектроскопия, флуориметрия



NIST Chemistry WebBook (<http://webbook.nist.gov/chemistry>)



Спектрлік талдау зат құрамын сандық және сапалық жағынан анықтауда оның спектрлерін алу мен зерттеуге негізделген физикалық әдіс. Спектрлік талдаудың негізі – молекула және атомдар спектроскопиясы, оны талдау мақсаты және спектрлердің түрлері бойынша топтастырады. Атомдық спектрлік талдау үлгінің элементтік құрамын атомдық жұтылу және шағылу спектрлері бойынша; молек. Спектрлік талдау – заттың молекулалық құрамын молекулалық жұтылу спектрлері бойынша анықтайды.

Спектрлік анализ – заттың спектрін зерттеу негізінде оның *атомдық және молекулалық құрамын* анықтауға арналған физикалық тәсіл. Немесе заттың спектріне қарап, оның құрамы мен % анықтау.

Спектрлік талдау негізін атомдар мен молекулалардың спектроскопиясы құрайды және ол спектрлерді талдау мақсаты мен олардың түрлеріне қарай ажыратылады. Атомдардың (иондардың) сәуле шығару және жұтылу спектрлері бойынша заттың элементтік құрамын анықтау *атомдық спектрлік анализ (АСА) тәсілдерімен*, ал сәуленің жұтылу, люминесценция және жарықтың комбинациялық шашырау спектрлері арқылы заттың молекулалық құрамын талдау молекулалық Спектрлік анализ әдістерімен орындалады. Эмиссиялық спектрлік талдау - сәулелер мен микротолқындар алқабындағы *электромагниттік сәулелер* арқылы қоздырылған атомдардың, иондар мен молекулалардың сәуле шығару спектріне негізделген. Электромагниттік сәулелердің зерттелетін заттағы (әр түрлі агрегаттық күйдегі атомдар, молекулалар, иондар) жұтылу спектрін талдауға негізделген тәсіл *абсорбциялық спектрлік талдау* деп аталады.

Толқын ұзындығы бойынша электромагниттік сәулеленудің келесі түрлері белгілі:

№	Толқын ұзындығының интервалы	Спектр бөлігі
1	$10^{-4} - 10^{-2} \text{ нм}$	γ-сәулелену
2	$10^{-2} - 10 \text{ нм}$	Рентген сәулелері
3	$10 - 400 \text{ нм}$	Ультракүлгін сәуле
4	$400 - 760 \text{ нм}$	Көріністі жарық
5	$760 - 10^6 \text{ нм}$	Инфрақызыл сәуле
6	$10^{-3} \text{ м} - 1 \text{ м}$	Микротолықнда
7	$\lambda > 1 \text{ м}$	Радиотолқындар

Атомдық спектрлік анализ (оның ішінде әсіресе эмиссиялық АСА) тәсілі талданатын материал үлгісін алу, оны қоздыру не буландыру үшін сәуле көзіне қою, үлгінің жарқылын спектрге түрлендіру, спектрді спектрлік приборлармен тіркеу және онан алынған спектрді спектр сызықтарының кестелері мен атластары бойынша ажырату процестерінен құралады.

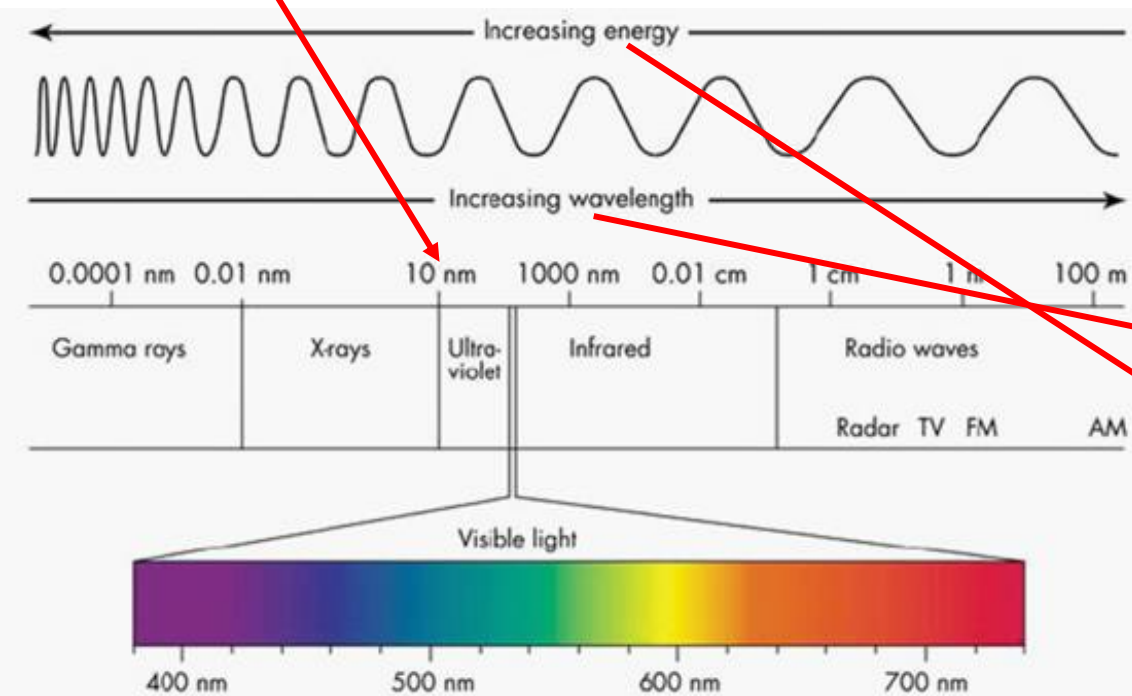
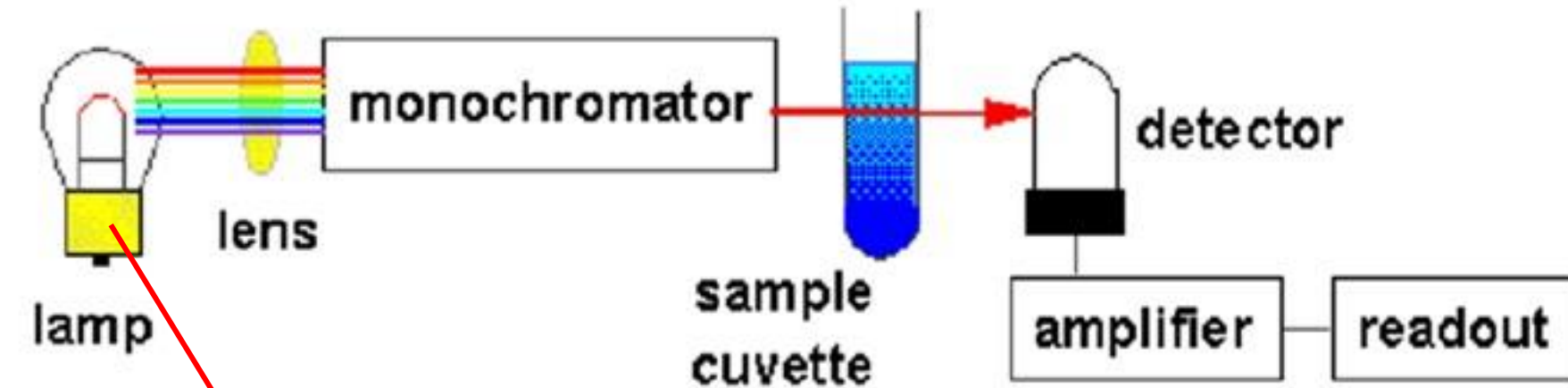
Электромагниттік толқын - электр және магнит өрісінің тербелістерінің кеңістікте таралуы.

- Екі өрістің тербелістері өзара перпендикуляр. Оның бағыты оң бұранда ережесімен анықталады. 2 өрістің тербеліс жиілігі бірдей, ол толқын жиілігіне тең болады.
- Барлық электромагниттік толқын вакуумде бірдей жылдамдықпен таралады.
- Ол $2,998 \cdot 10^8$ м/с
- Электромагниттік толқын түзу сызықпен таралады
- Электромагниттік толқындар көлденең толуын, поляризация құбылысымен дәлелдейді.

Электромагнитті толқындардың шкаласы:

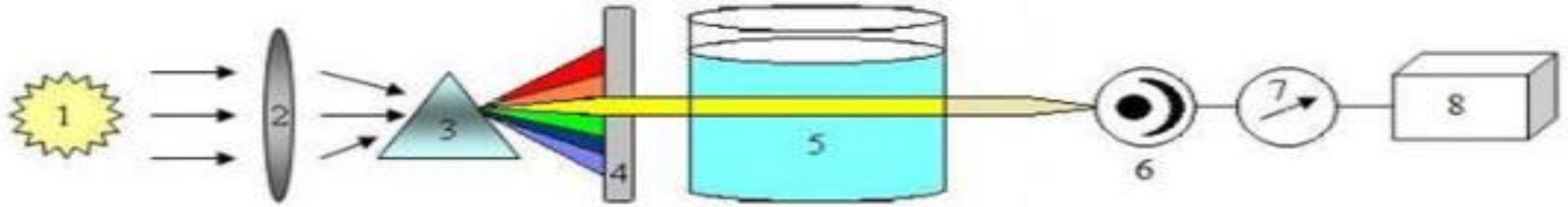
- Төменгі жиілікті тербелістер
- Радиотолқындар
- Инфрақызыл сәулелер
- Көрінетін жарық
- Ультракүлгін сәле
- Рентген сәулелері
- Гамма сәулелер

УК-спектроскопия UV-vis Spectroscopy



$$E = h\nu = h\frac{c}{\lambda}$$

Спектрофотометрдің принципіалды сызбанұсқасы

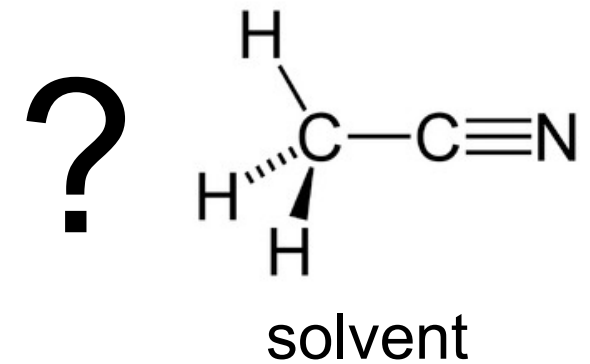
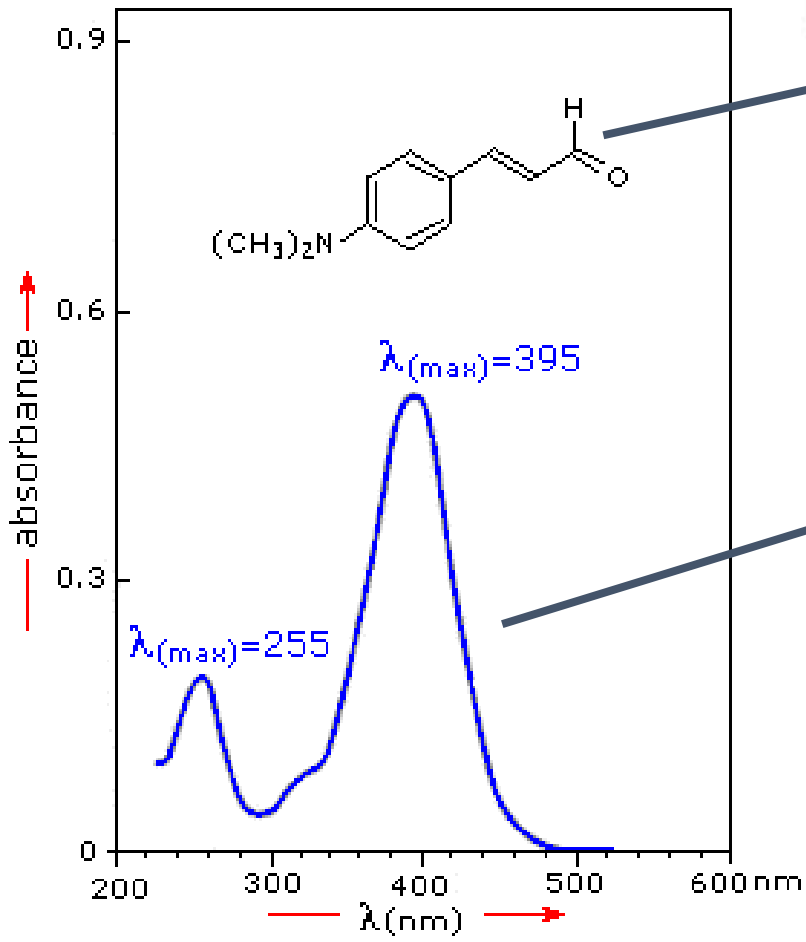
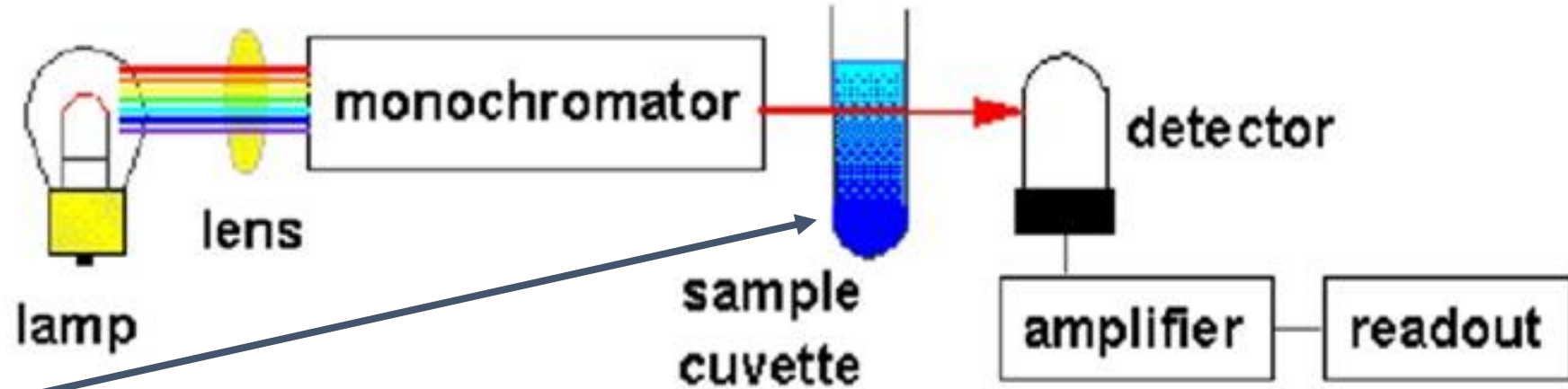


- 1) Источник света;
- 2) Линза;
- 3) Монохроматор;
- 4) Дифракционная решетка;

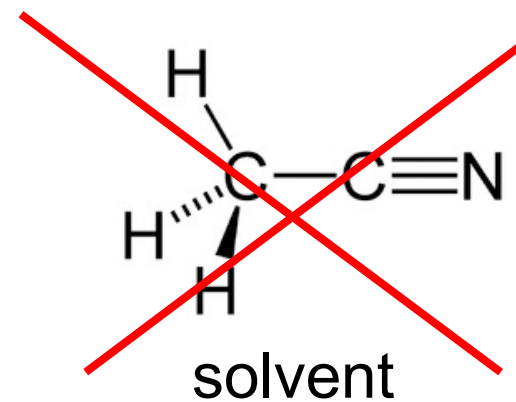
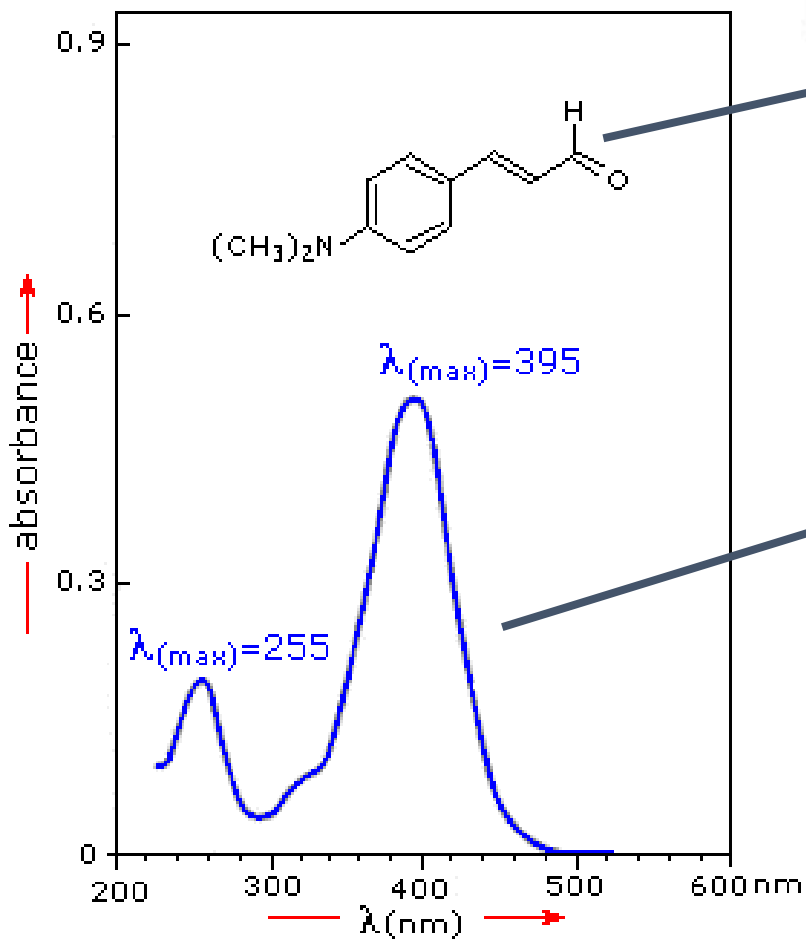
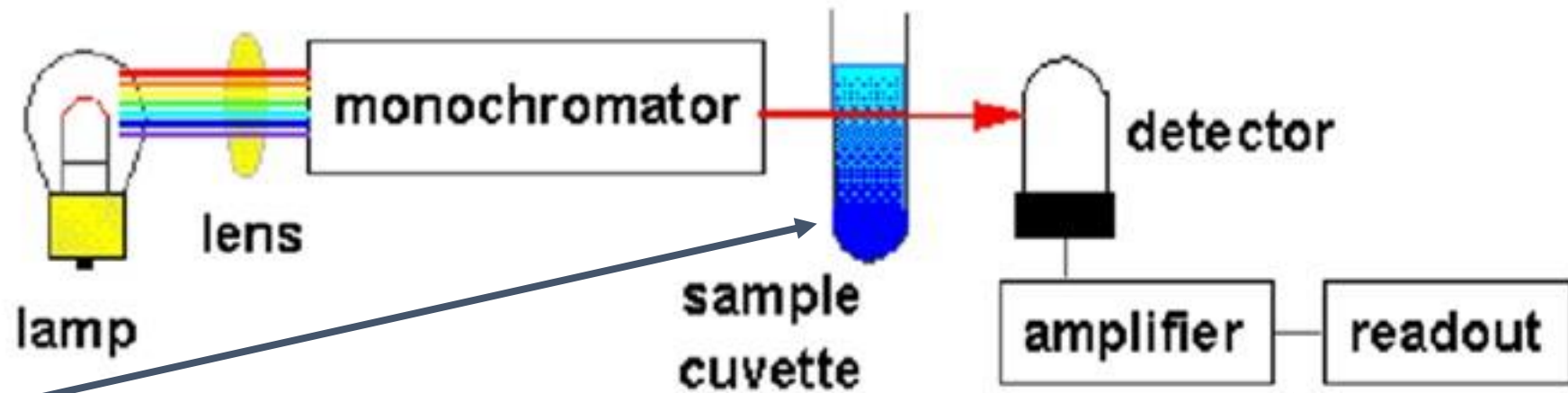
- 5) Кювета с окрашенным раствором;
- 6) Фотозлемент;
- 7) Детектор;
- 8) Дисплей показания оптической плотности.



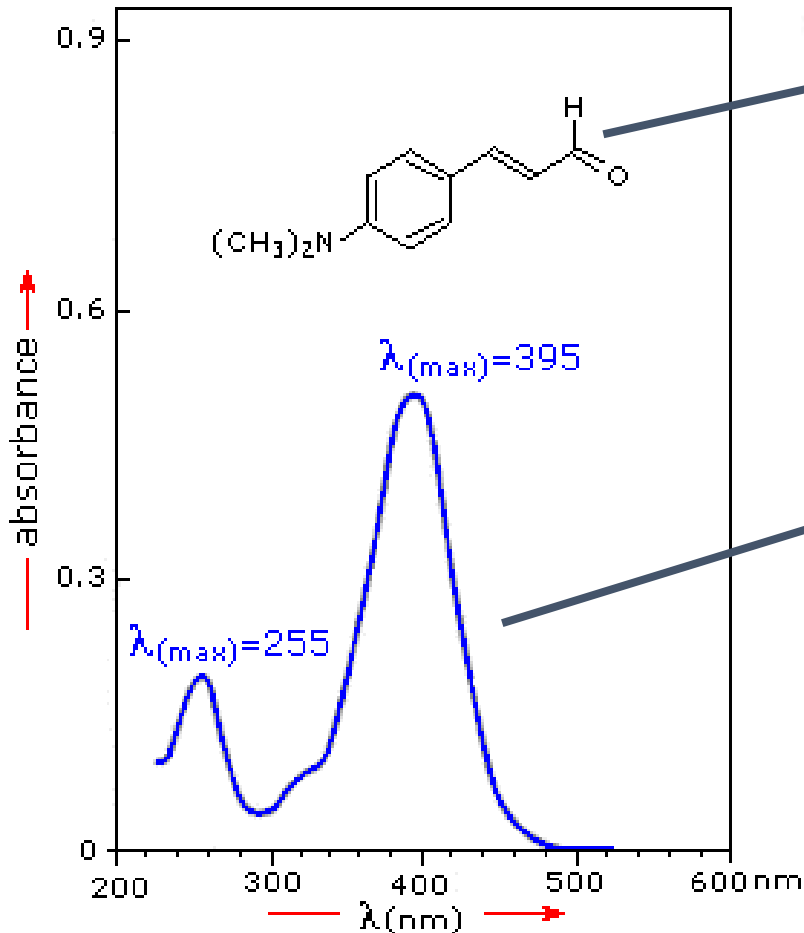
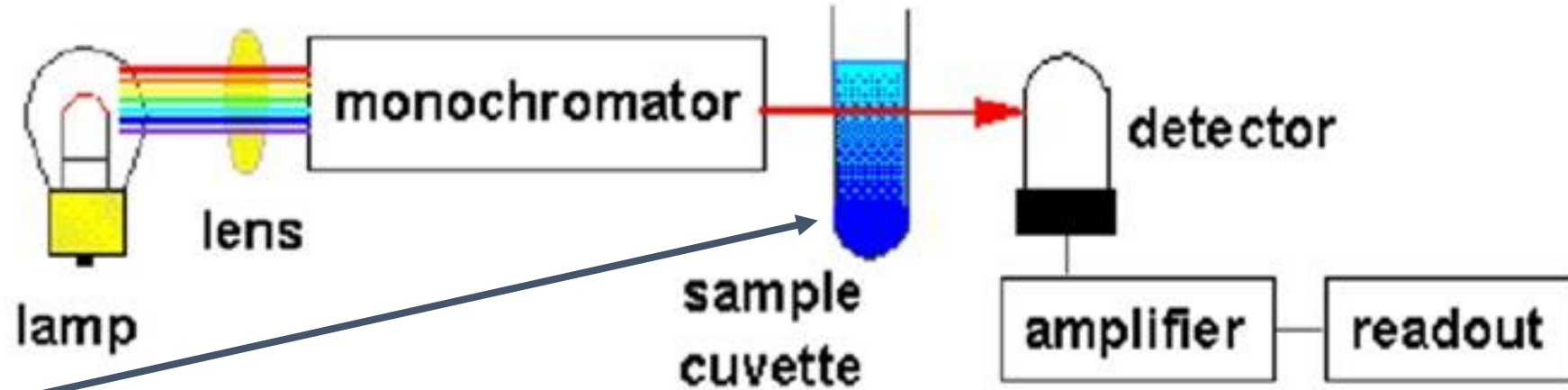
УК-спектроскопия



UV-vis Spectroscopy

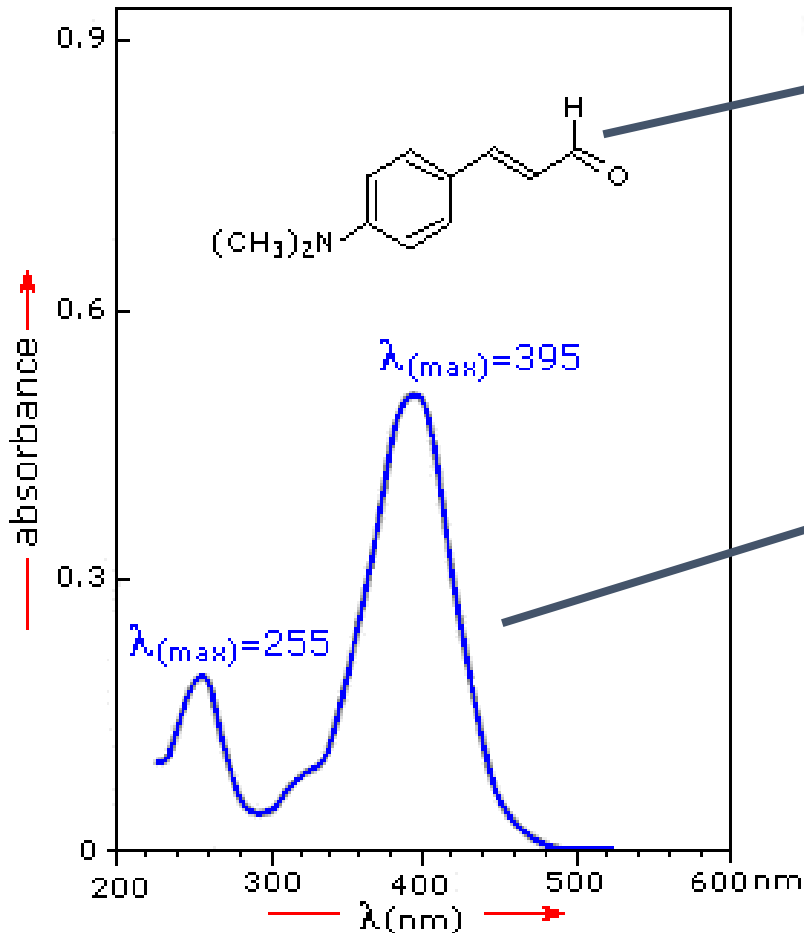
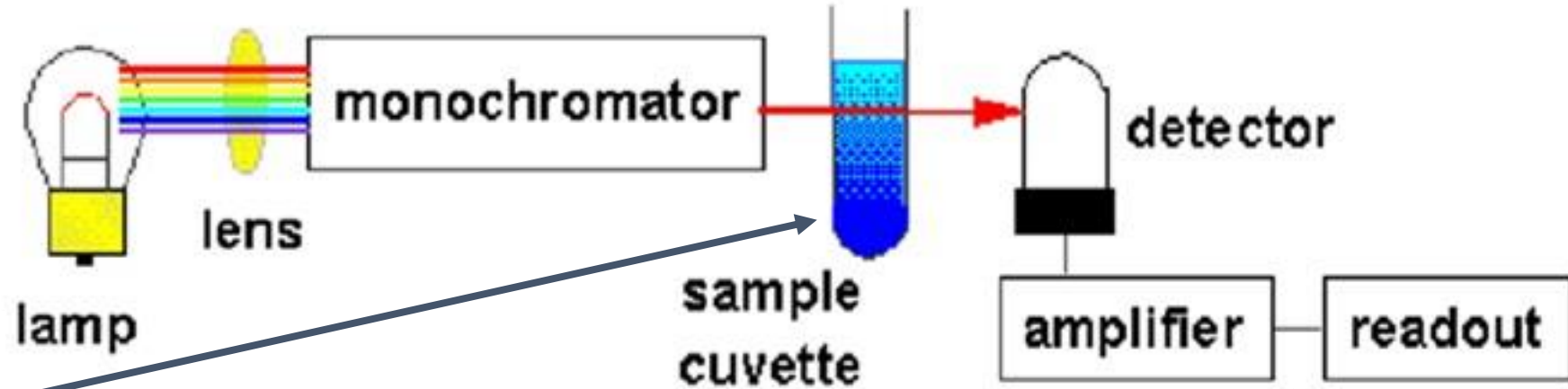


UV-vis Spectroscopy



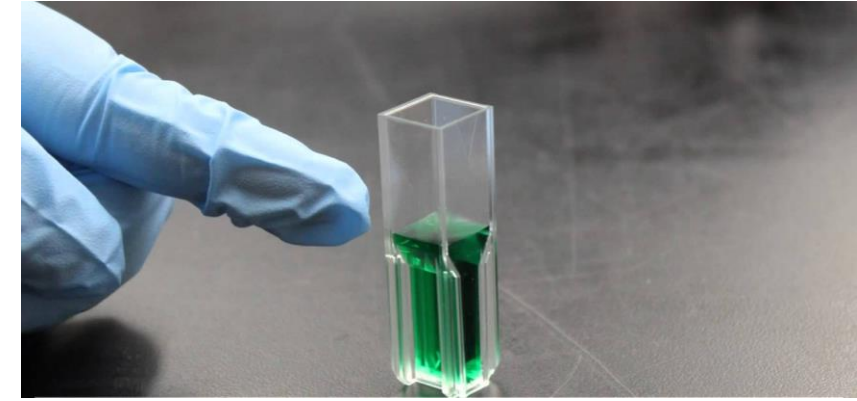
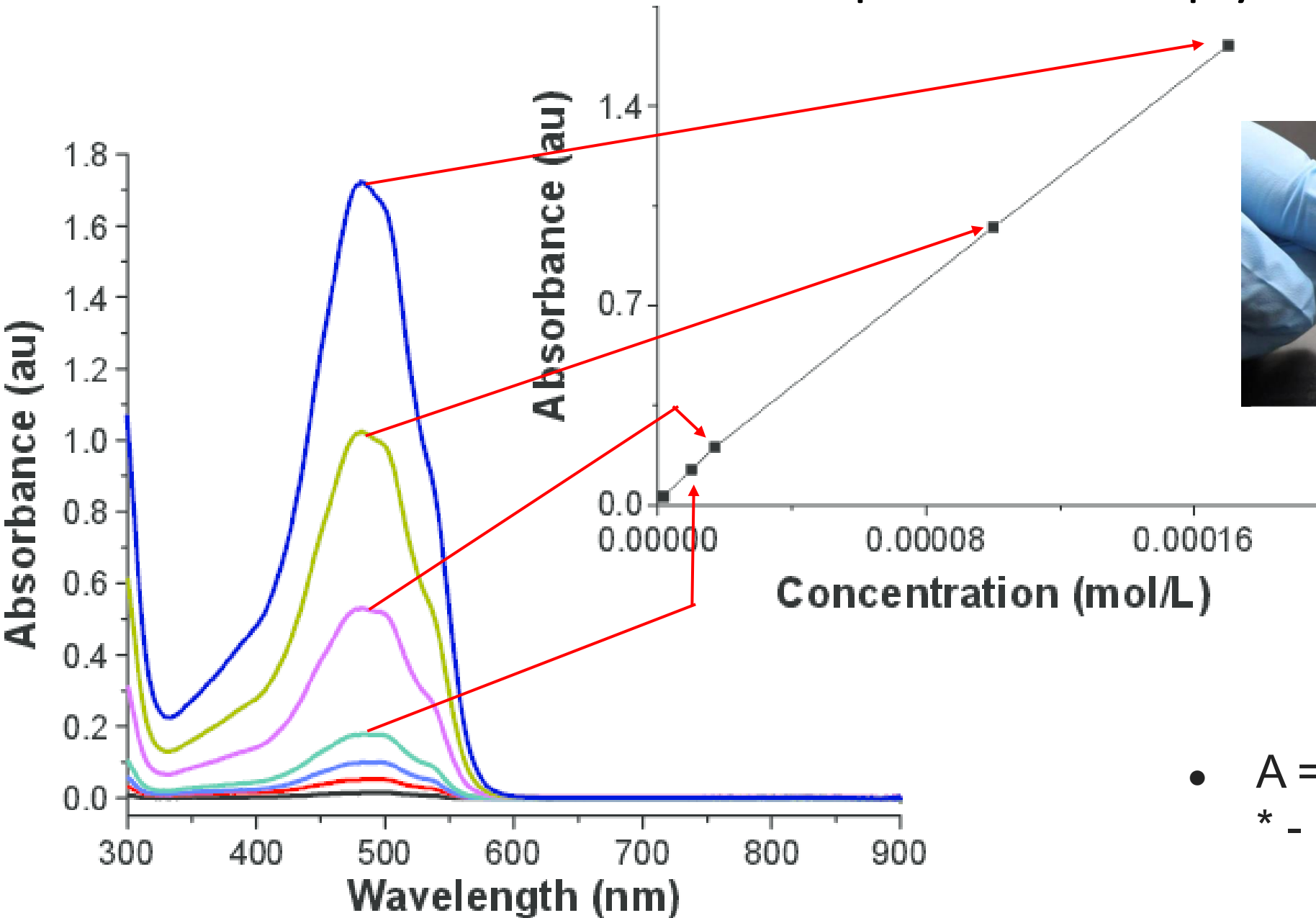
- $I/I_0 = T$ transmittance, %T
 I & I_0 - incident & transmitted light
- **Absorbance A** = $-\log(\%T/100\%)$
- $A = f(c)$, linear relationship*
* - in diluted solutions

UV-vis Spectroscopy



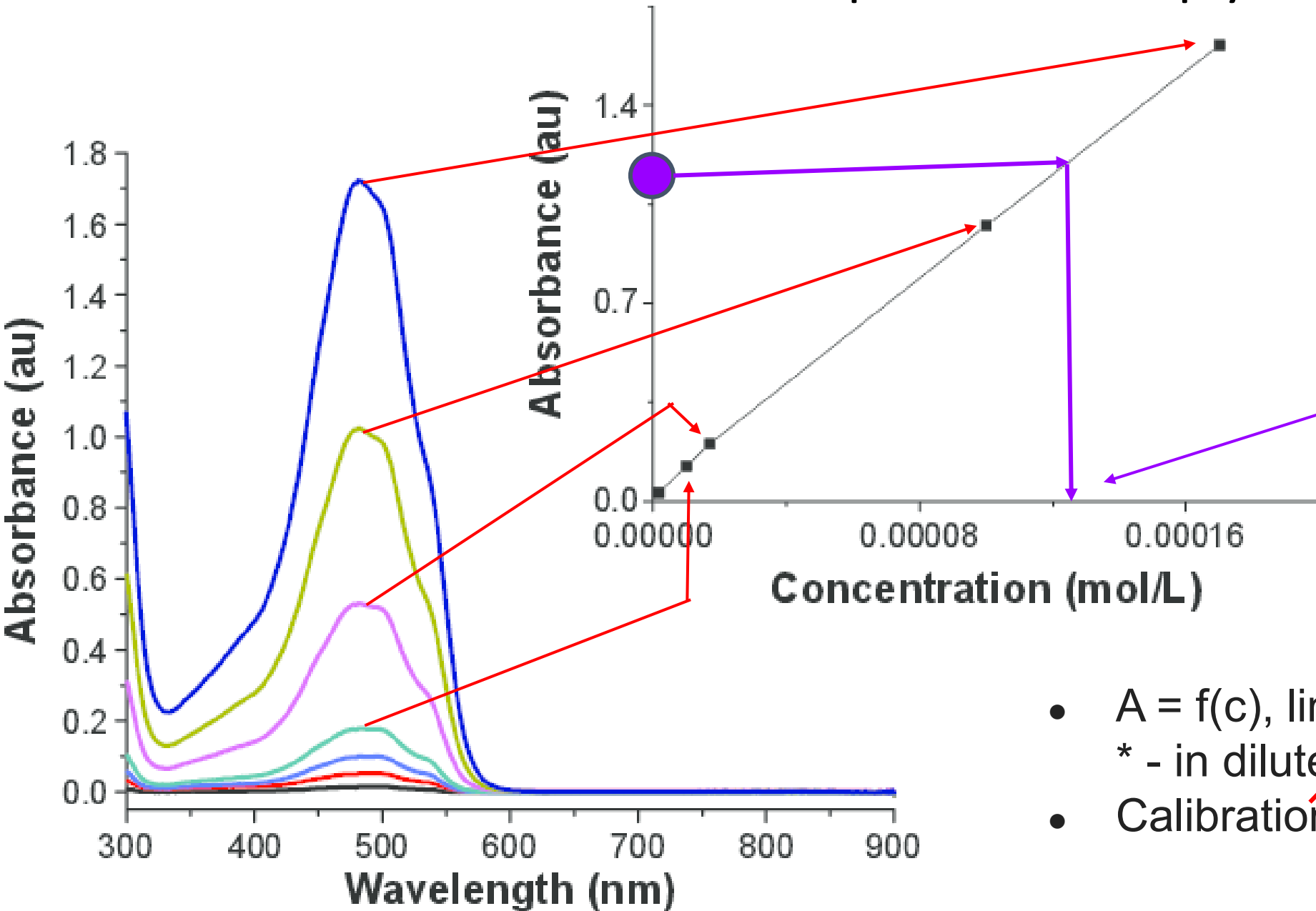
- $I / I_0 = T$ transmittance, %T
- Absorbance $A = -\log(\%T/100\%)$
- **$A = f(c)$** , linear relationship*
- * - in diluted solutions

UV-vis Spectroscopy



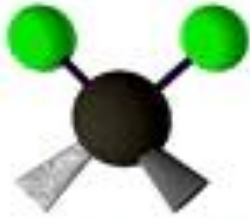
- $A = f(c)$, **linear relationship***
- * - in diluted solutions

UV-vis Spectroscopy

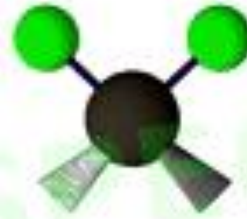


- $A = f(c)$, linear relationship*
- * - in diluted solutions
- Calibration curve → extrapolation

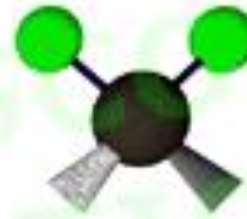
IR Spectroscopy: *atomic vibrations*



**SYMMETRIC
STRECHING**



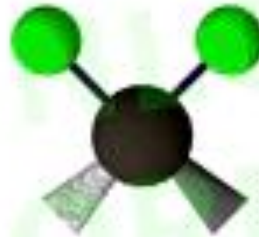
**ANTISYMMETRIC
STRECHING**



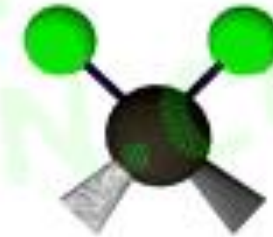
ROCKING



WAGGING



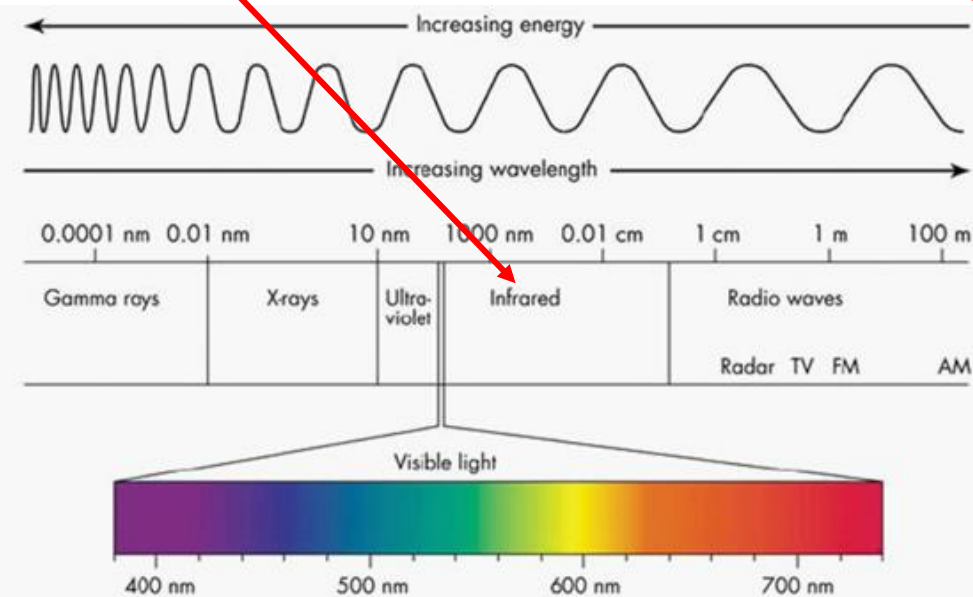
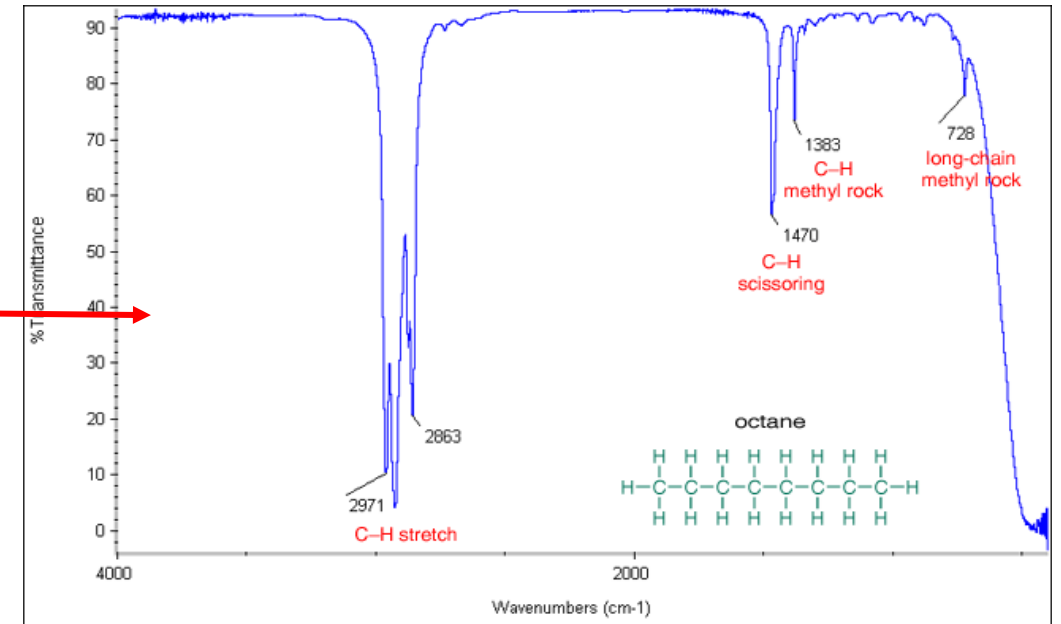
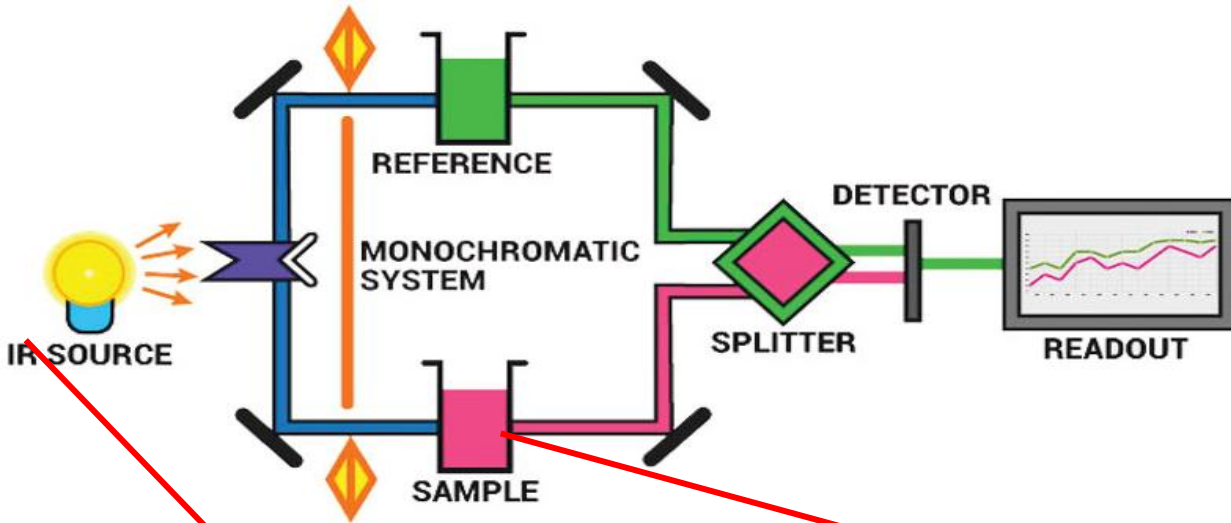
TWISTING



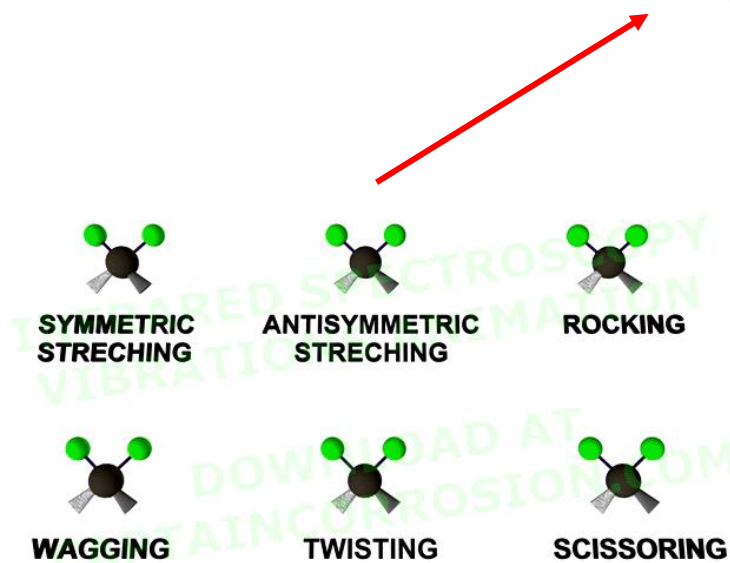
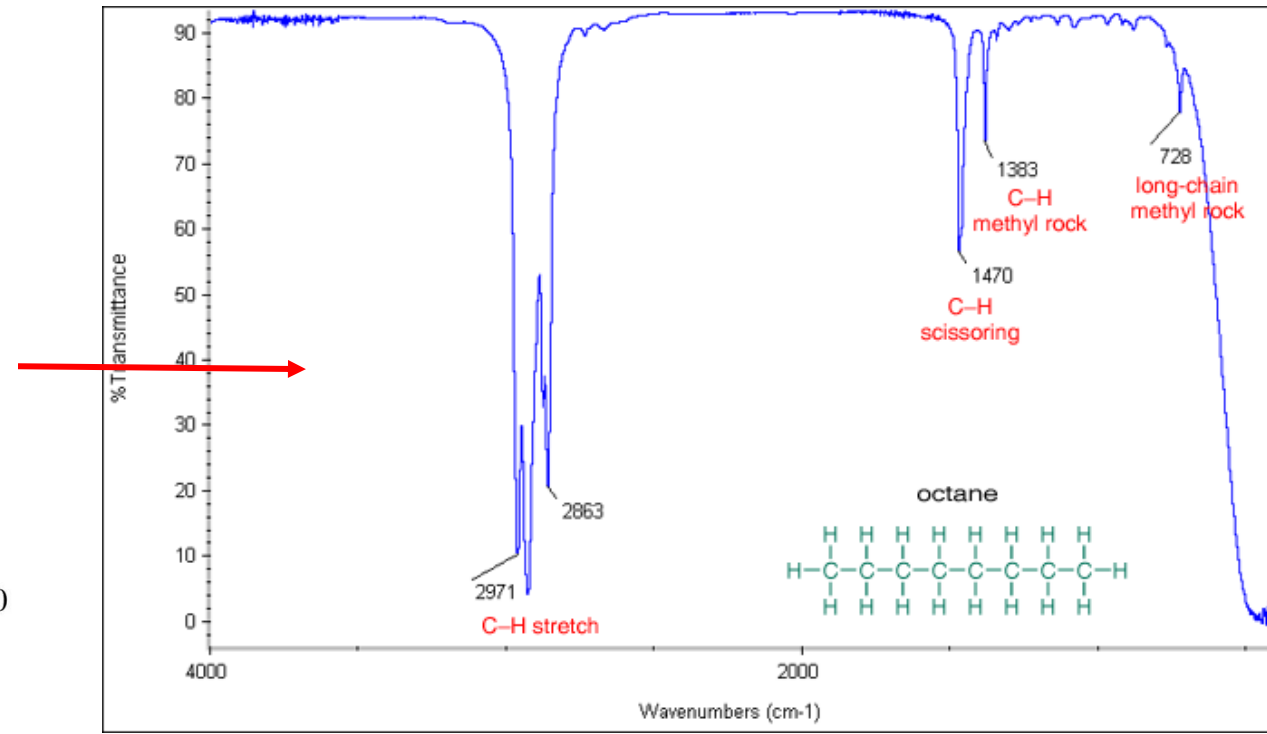
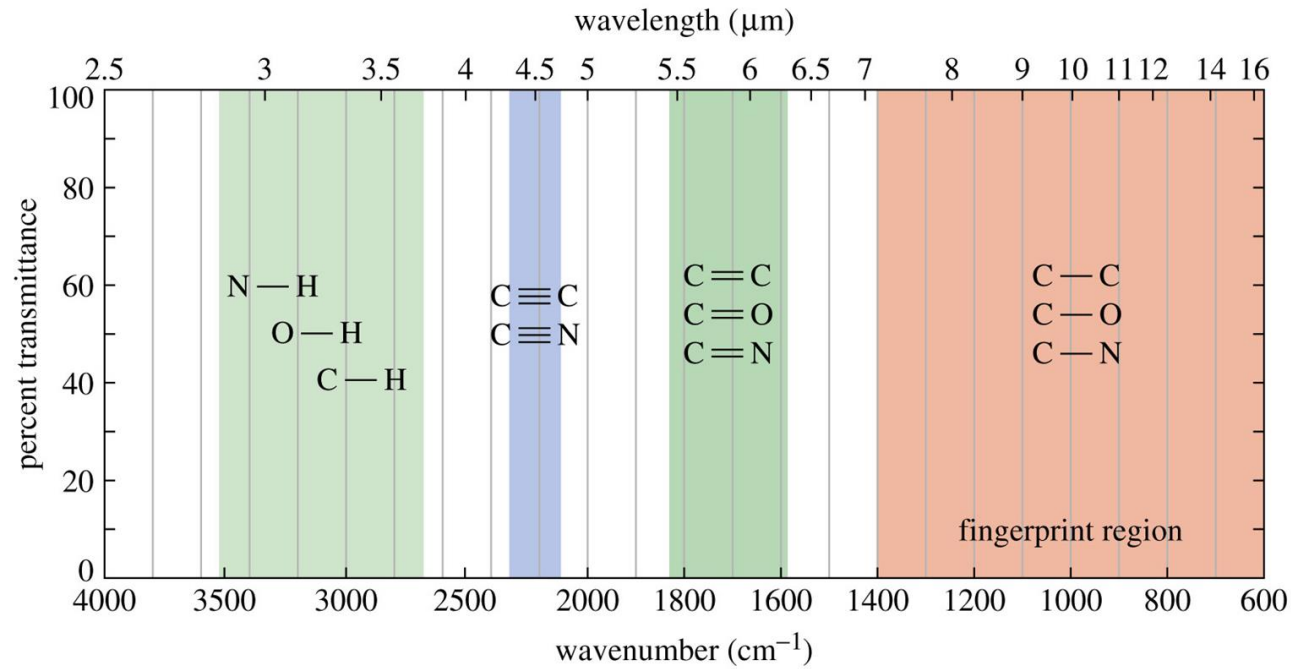
SCISSORING

ИК-спектроскопия

IR Spectroscopy

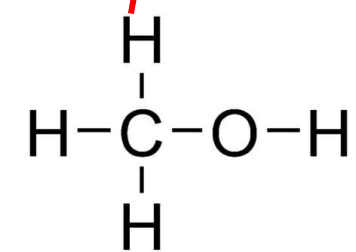
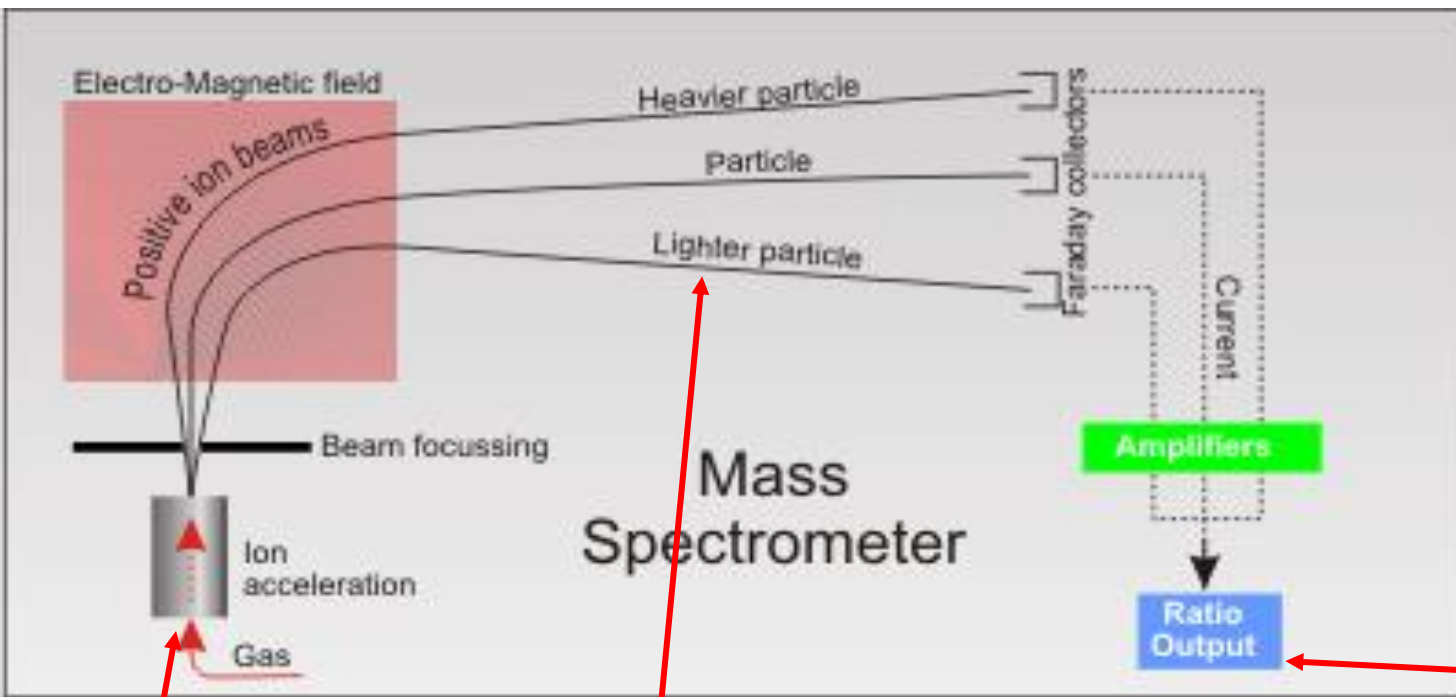


IR Spectroscopy



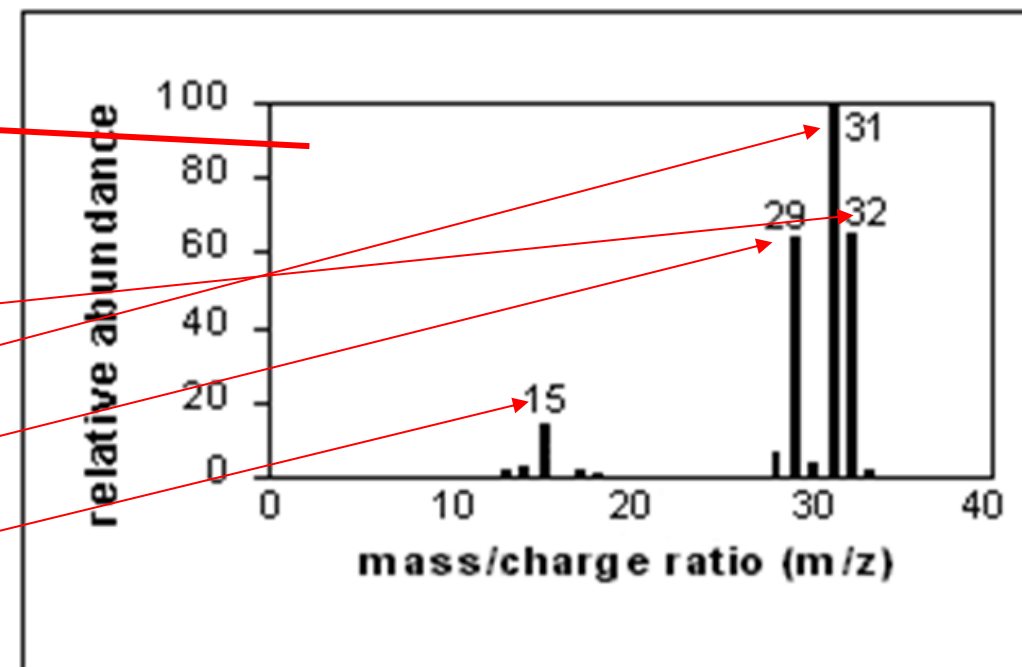
- Life Sciences (cells, tissues, micro-organisms)
- Materials Sciences (carbon and nanotechnology, semiconductors, catalysts)
- Chemical Sciences (pharmaceuticals, polymers, chemicals)
- Earth Sciences (geology, gemmology)
- Analytical Sciences (art, forensics, contaminants)

Масс-спектрометрия Mass Spectrometry



methanol

ions	m/z
$\text{CH}_3\text{OH}^{+\bullet}$	32
$\text{H}_2\text{C}=\text{OH}^+$	31
$\text{HC}\equiv\text{O}^+$	29
H_3C^+	15



Mass Spectrometry

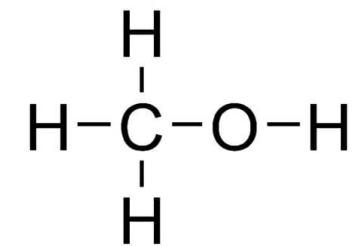
- Molecular ion

- Radical cation

- m/z

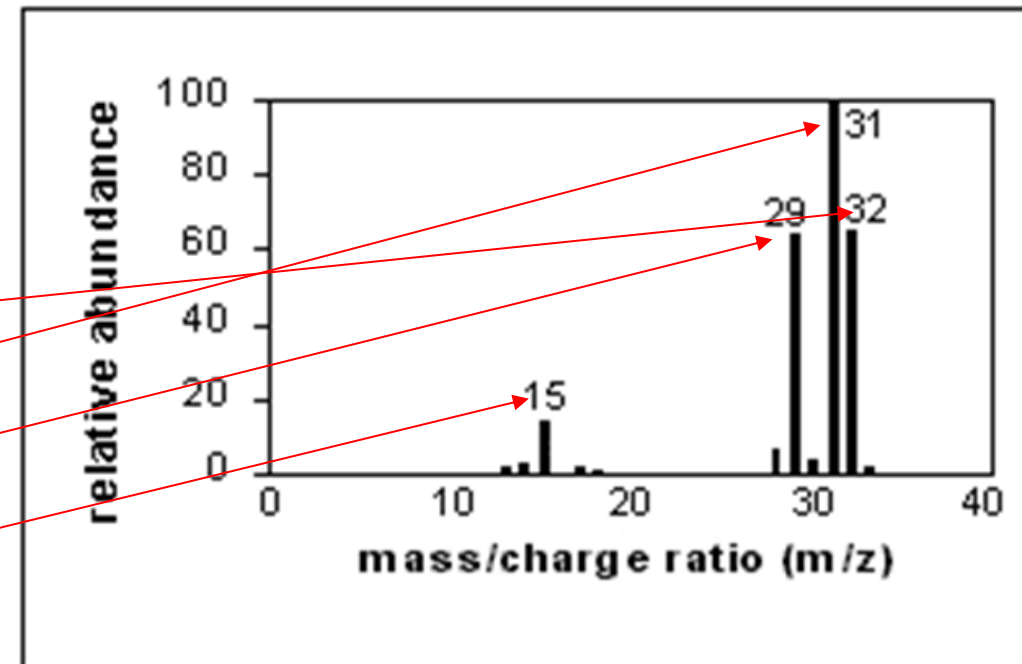
- Base peak

- Fragment ions



methanol

ions	m/z
$\text{CH}_3\text{OH}^{+\bullet}$	32
$\text{H}_2\text{C}=\text{OH}^+$	31
$\text{HC}\equiv\text{O}^+$	29
H_3C^+	15



Mass Spectrometry

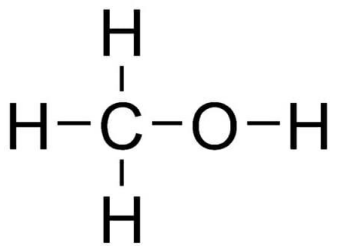
- Molecular ion

- Radical cation

- m/z

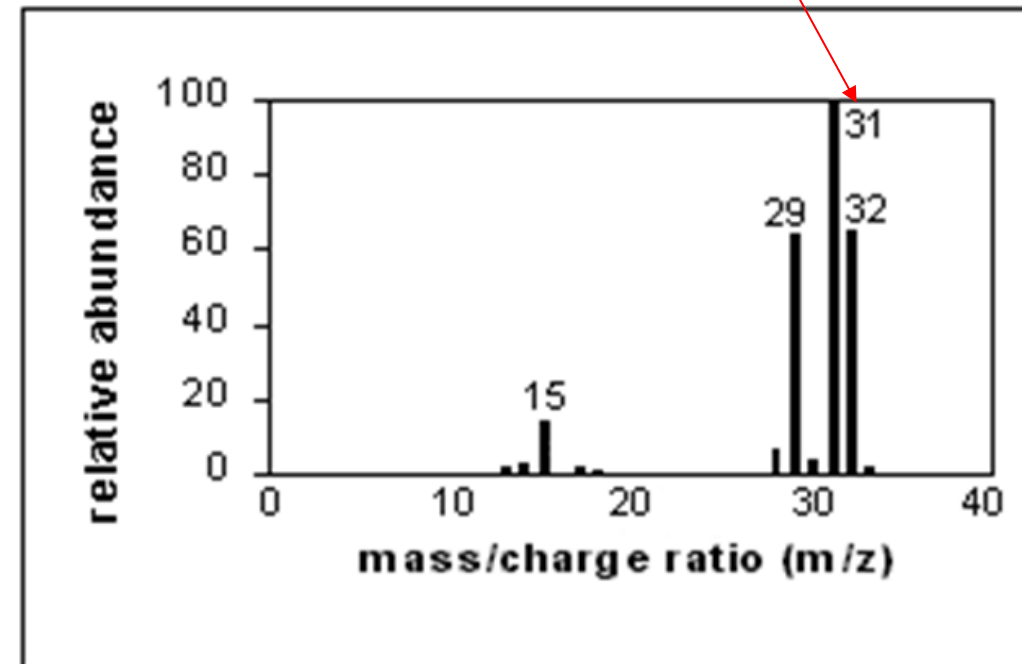
- Base peak

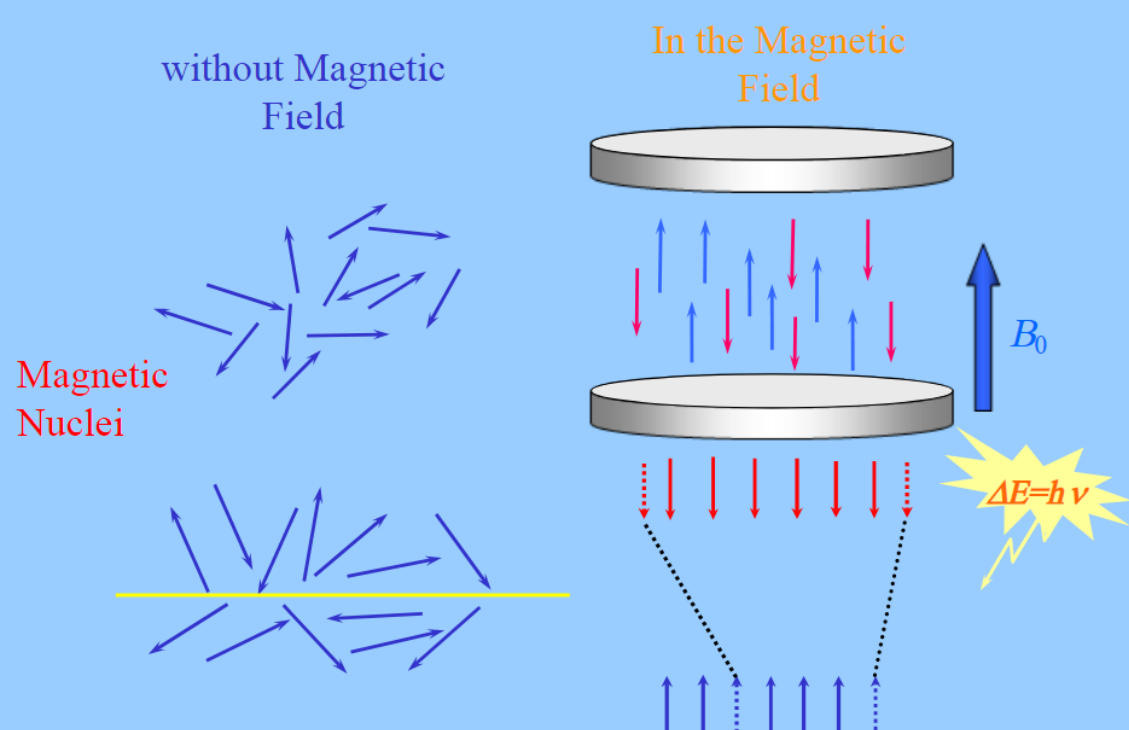
- Fragment ions



methanol

ions	m/z
$\text{CH}_3\text{OH}^{+\bullet}$	32
$\text{H}_2\text{C}=\text{OH}^+$	31
$\text{HC}\equiv\text{O}^+$	29
H_3C^+	15





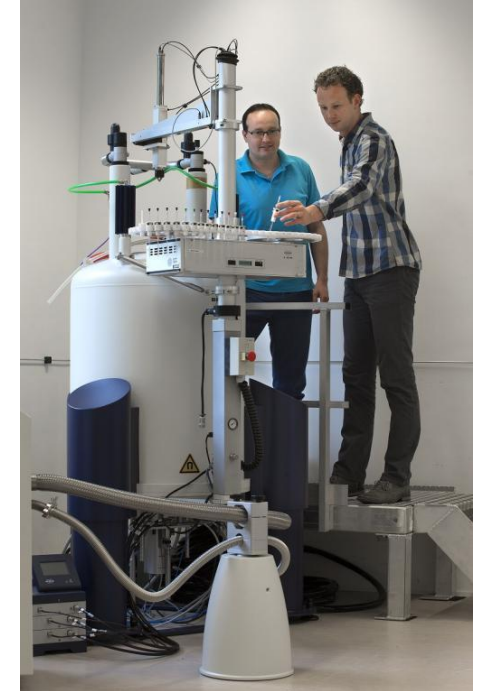
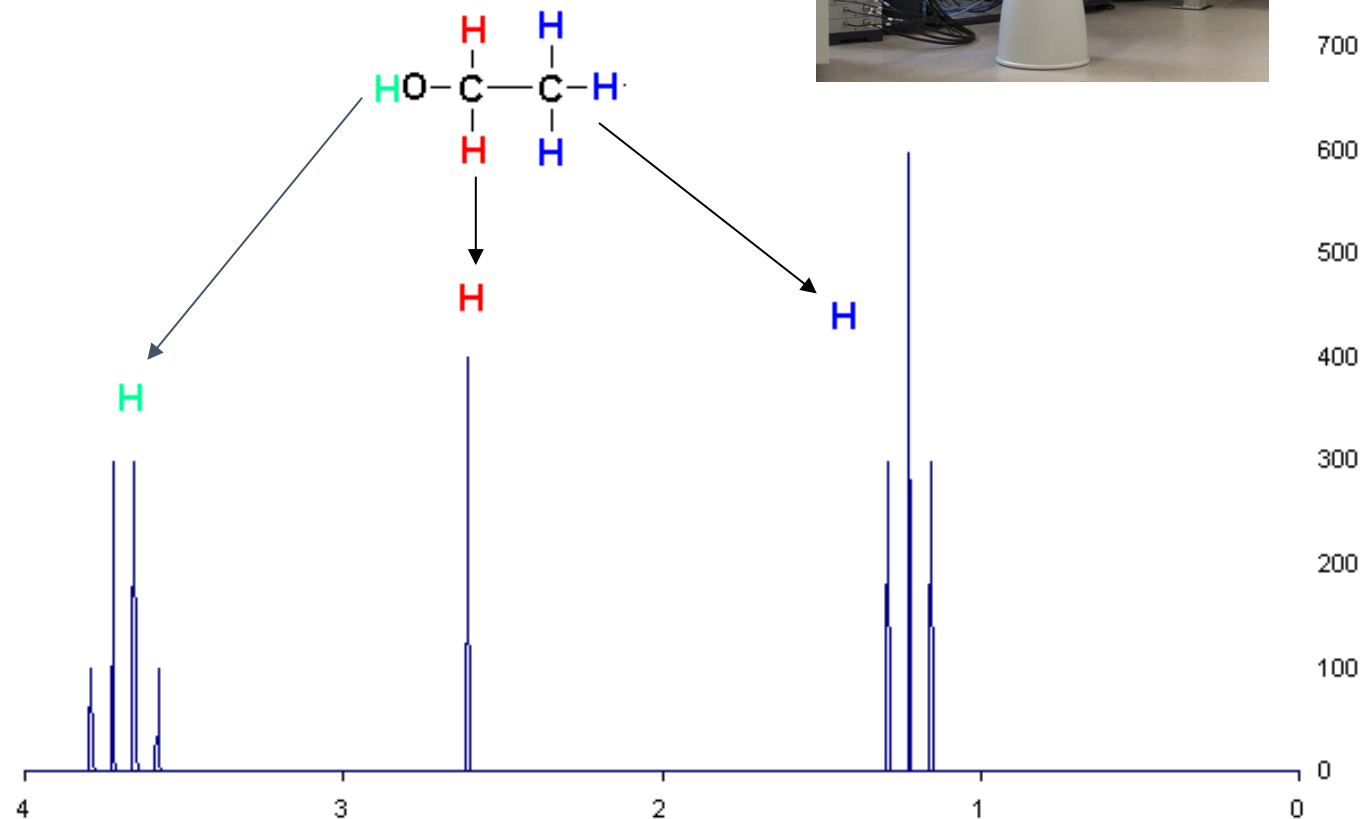
NMR active nuclei:

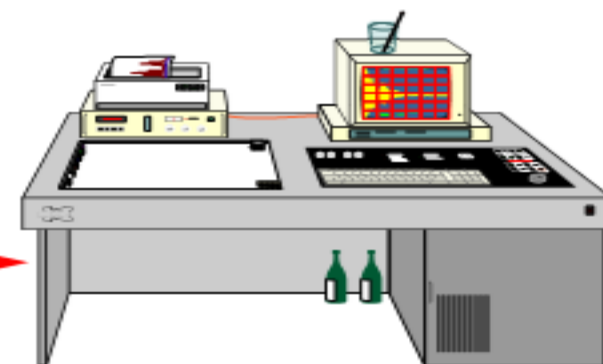
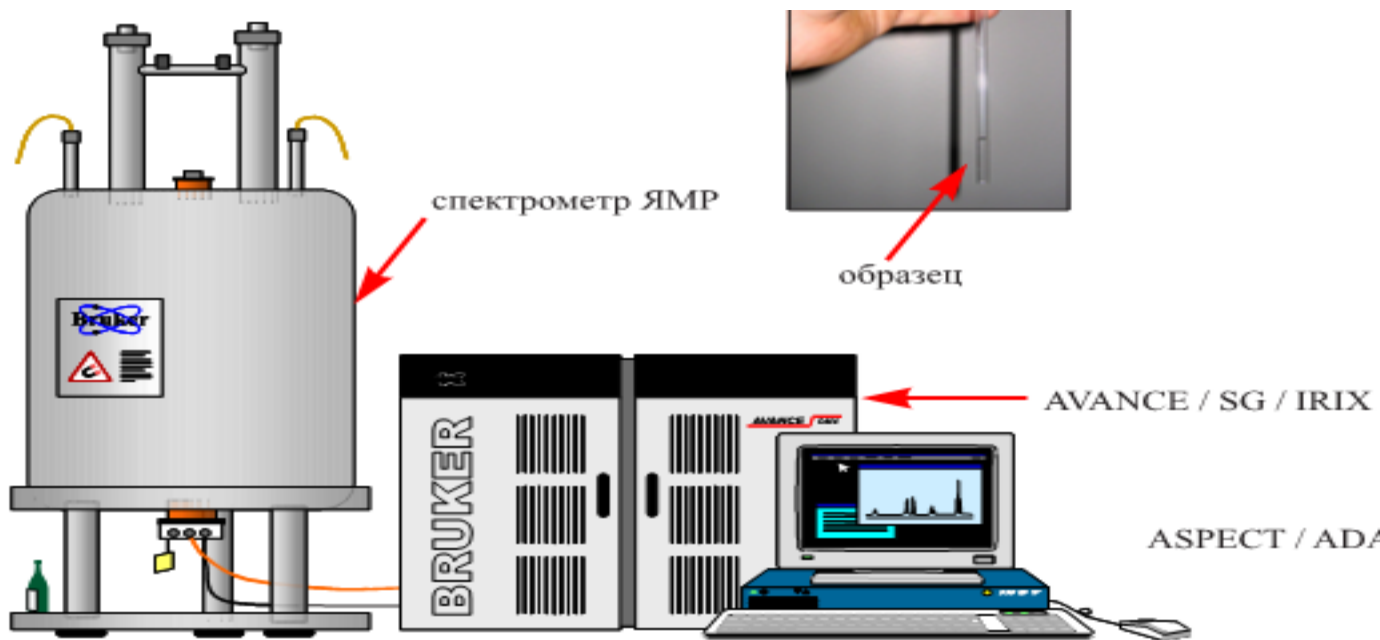
- ^1H
- ^{13}C
- ^{15}N
- ^{19}F
- ^{29}Si
- ^{11}B
- ^{17}O
- ^{31}P
- ^{23}Na

^1H -NMR solvents:

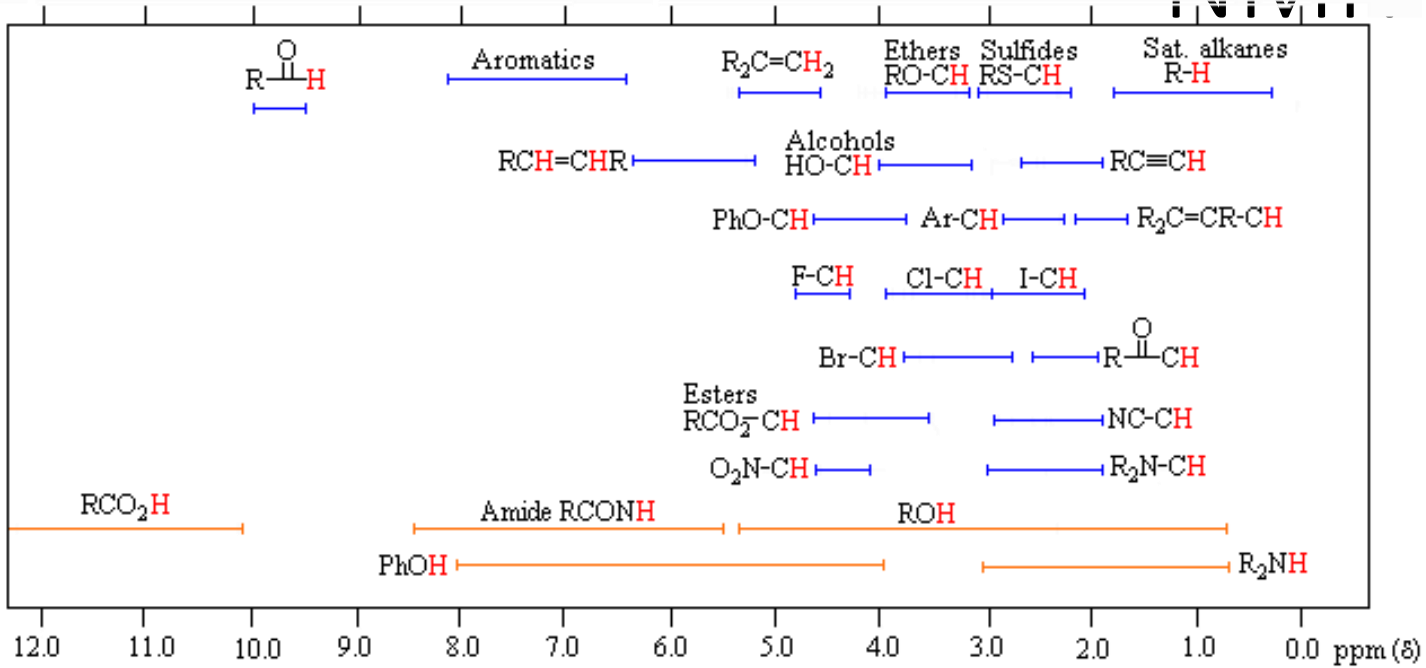
- D_2O
- CDCl_3
- DMSO-d_6

ЯMP NMR

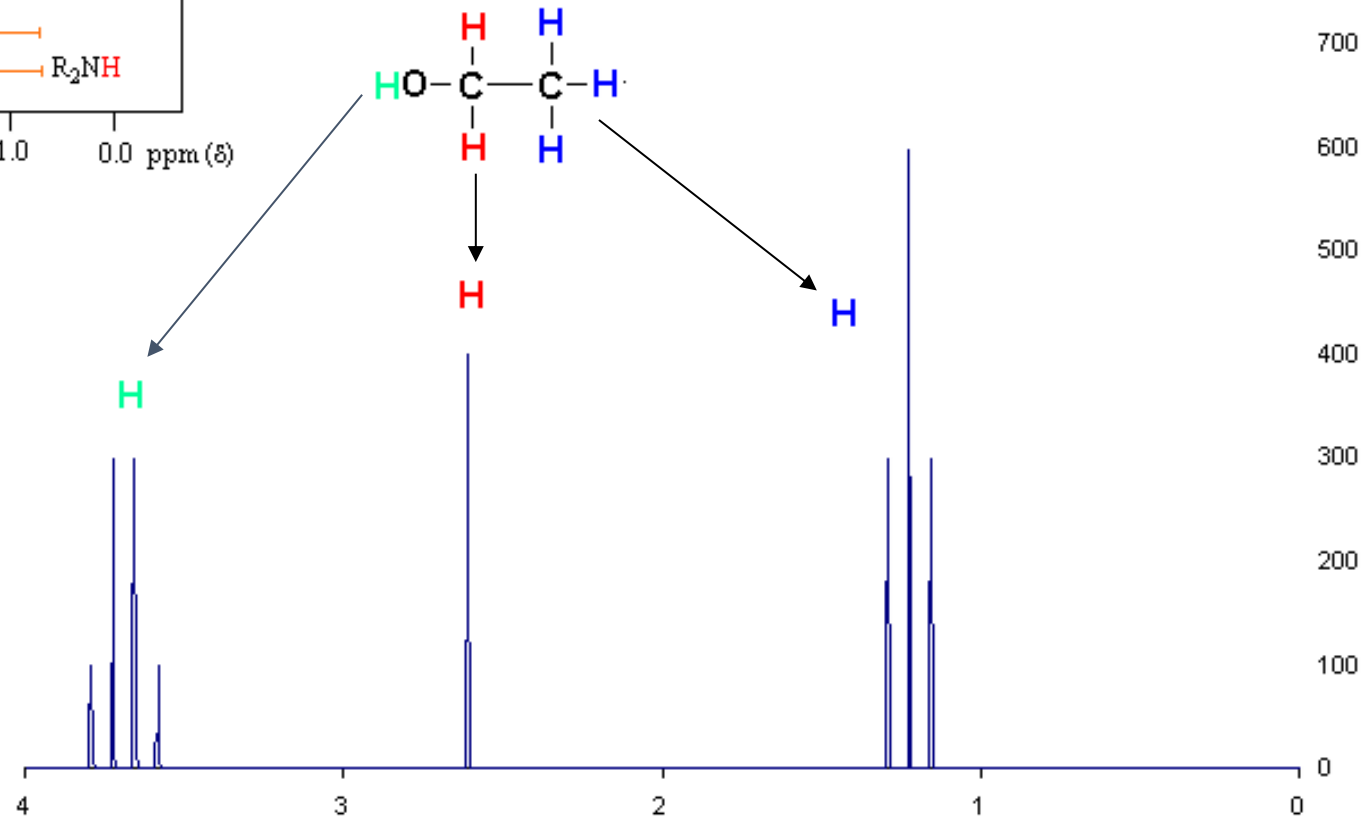




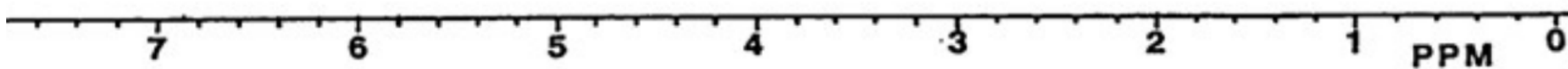
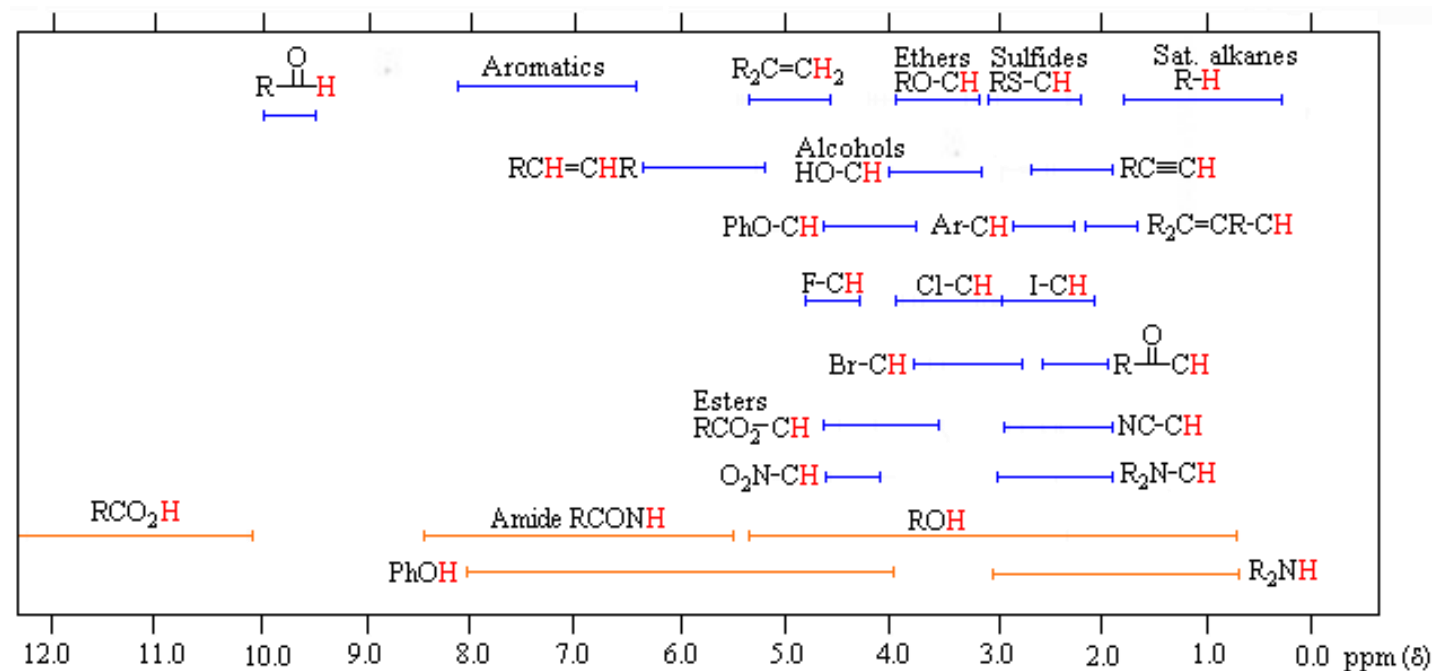
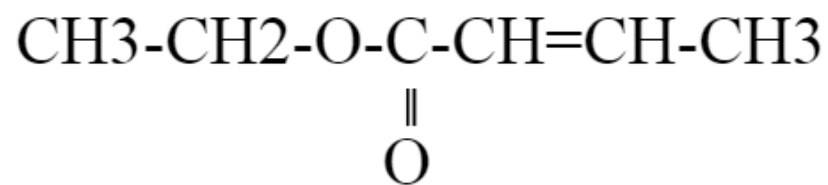
NMR



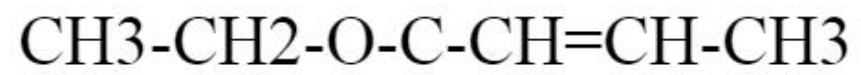
- Different magnetic environment $\rightarrow$ different peaks
- NMR chart/software helps to determine the structure



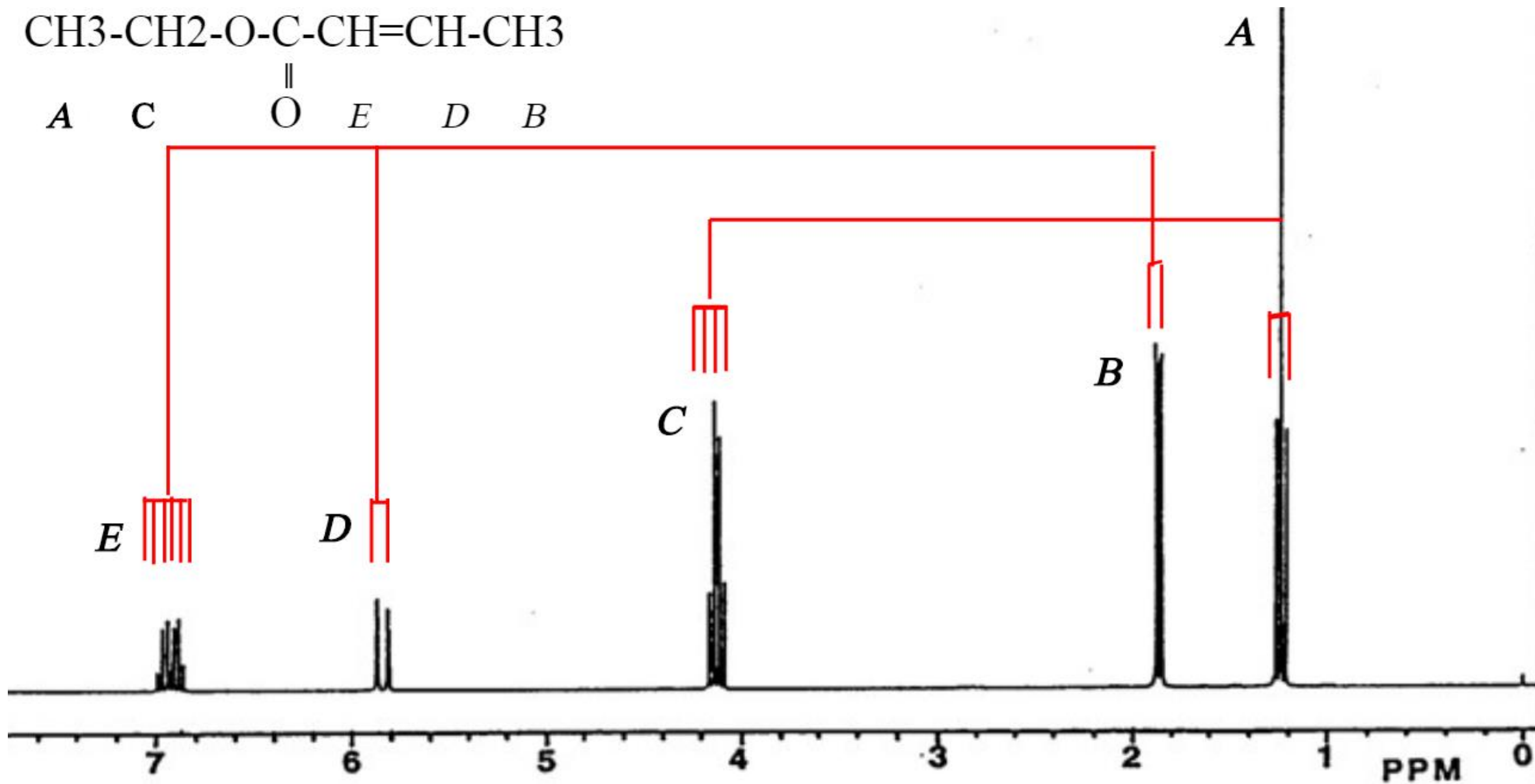
NMR



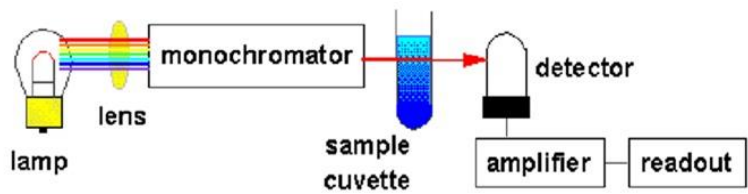
NMR



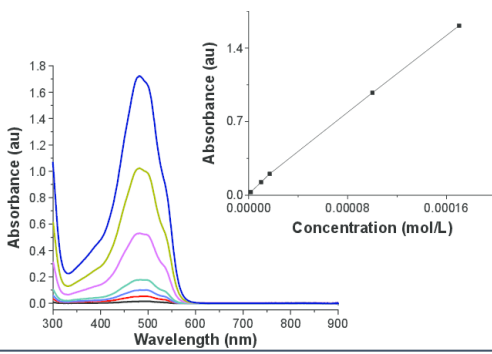
A *C* O *E* *D* *B*



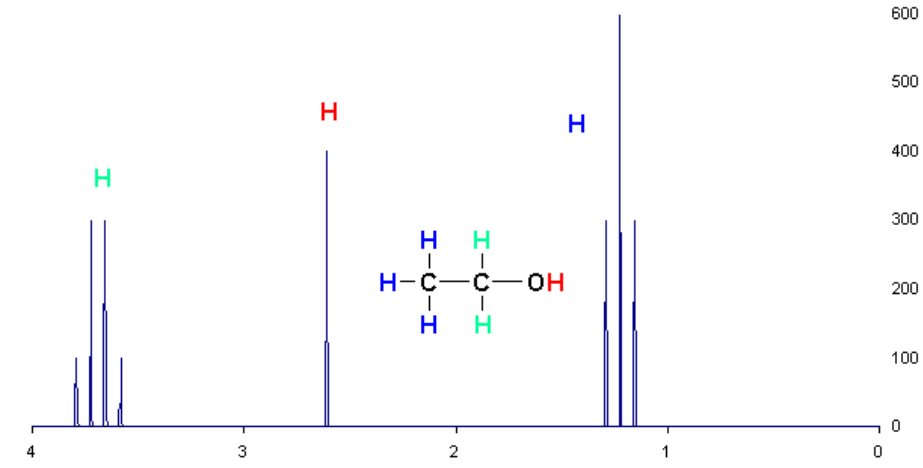
UV-vis



- Unsaturated organic compounds have specific absorption in UV-vis region (10-740 nm).
- Abs. = linear f(conc.), → calibration curve → extrapolation → determine unknown conc.
- Use dilute solutions + not absorbing solvent



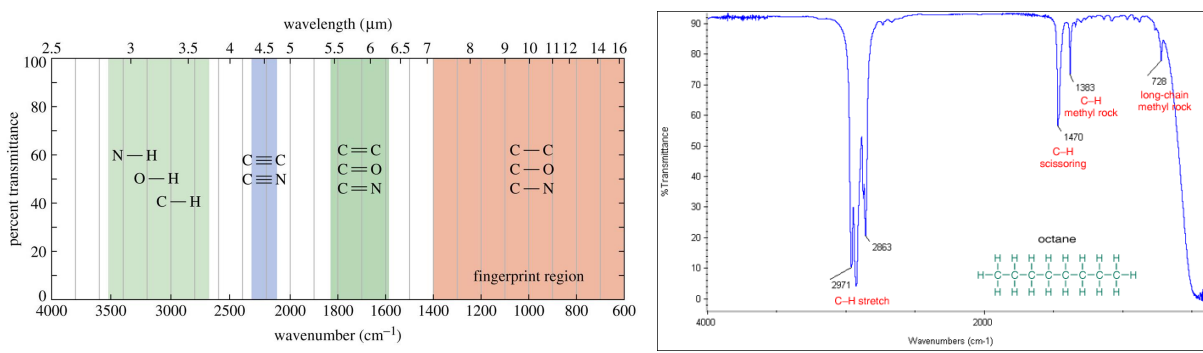
NMR



- Different magnetic environment → different peaks
- NMR chart/software helps to determine the structure
- Use NMR inactive solvents

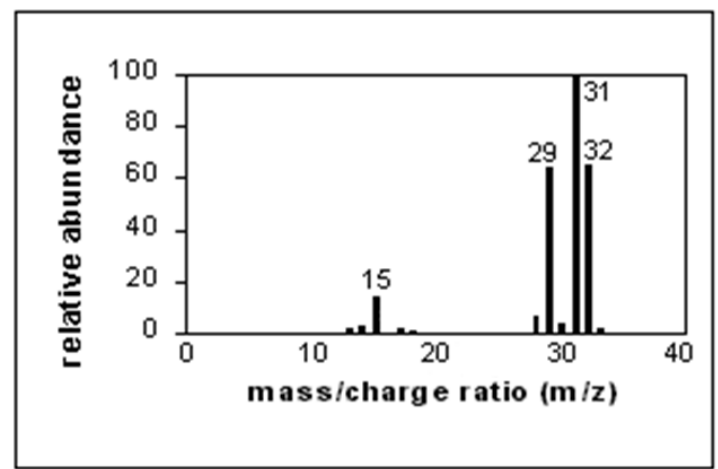
IR

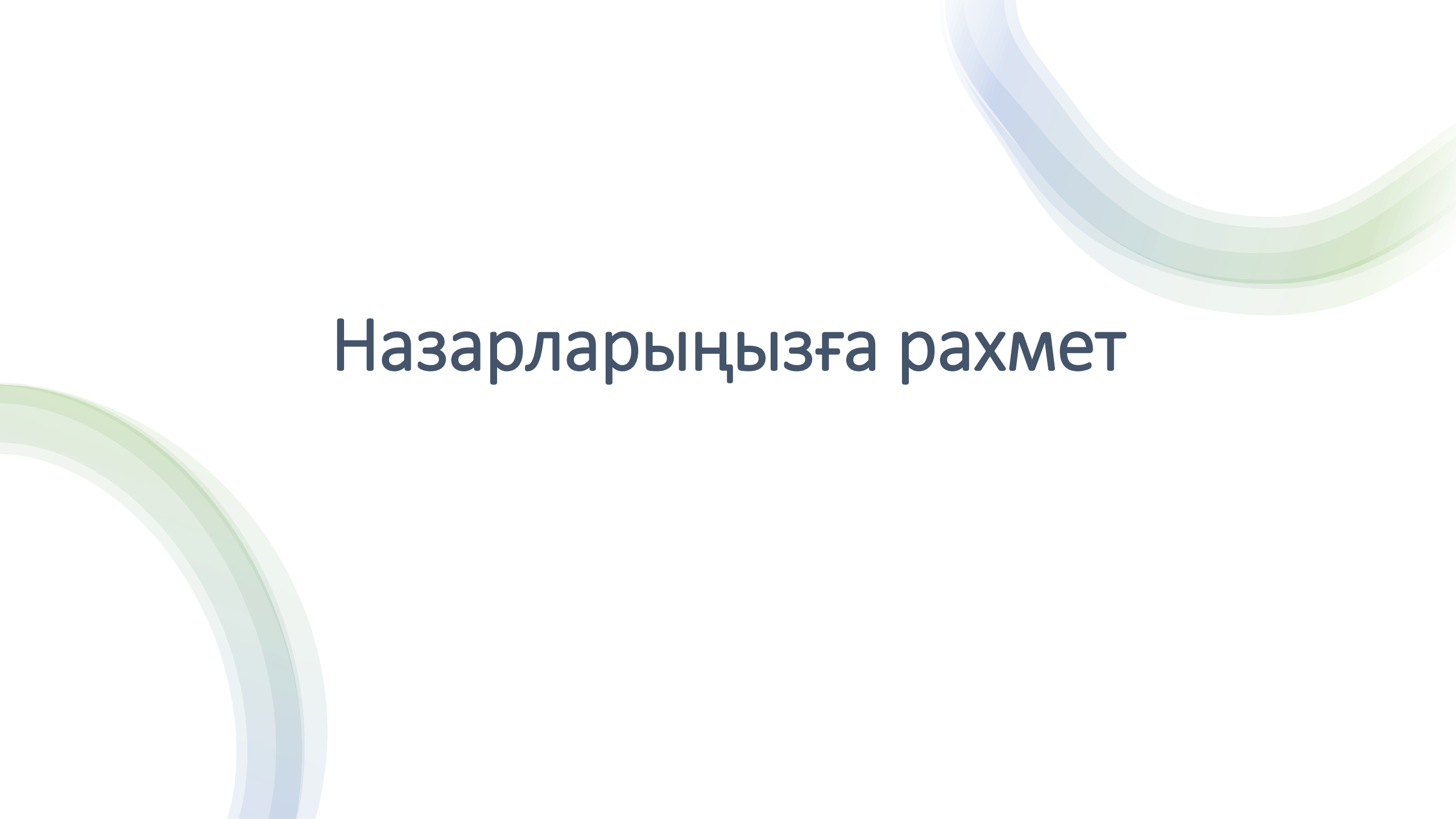
- Absorptions occur at resonant frequencies of vibrations (6 types)
- Functional groups → characteristic bands: intensity + frequency
- KBr, NaCl, NaBr, LiF, BaF₂, CaF₂ etc. - sample sells



MS

- Ionisation → separation → detection (counts)
- Glossary:
 - Molecular ion → m⁺
 - Base peak → 100%
 - Radical cation → R⁺
 - Fragment ions → R^{•+}
 - m/z
- Robust method (good for BioMed)



The image features a white background with decorative curved lines in the corners. In the top-right corner, there is a thick, multi-layered arc transitioning from light blue to light green. In the bottom-left corner, there is a similar thick, multi-layered arc transitioning from light green to light blue. Centered between these arcs is the text "Назарларыңызға рахмет" in a dark blue, sans-serif font.

Назарларыңызға рахмет