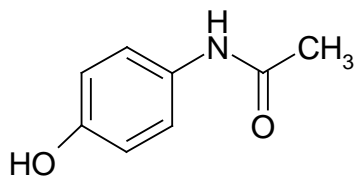
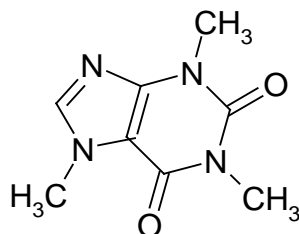


Oznaczanie ilościowe trzech substancji leczniczych obok siebie w wybranych preparatach farmaceutycznych metodą HPLC.



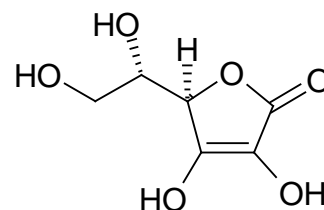
Paracetamol

Nazwa chemiczna: N-(4-hydroksyfenilo)acetamid



Kofeina

Nazwa chemiczna: 1,3,7-trimetylo-1H-puryno-2,6(3H,7H)-dion



Witamina C

Nazwa chemiczna: (R)-3,4-dihydroksy-5-((S)-1,2-dihydroksyetylo)furan-2(5H)-on

Opracowano warunki oznaczania paracetamolu w złożonych preparatach farmaceutycznych o działaniu przeciwbólowym i przeciwgorączkowym z wykorzystaniem metody HPLC-DAD. W terapii wykorzystuje się kombinację paracetamolu z kodeiną, kofeiną, kwasem acetylosalicylowym, ibuprofenem, difenhydraminą, dekstrometorfanem, fenylefryną, tramadolem czy witaminą C.

1. Przygotowanie roztworów badanych leków do analizy

- Tabletki lub saszetki musujące rozpuścić w niewielkiej ilości wody destylowanej w zlewkach i przenieść ilościowo do kolb miarowych o pojemności 100 ml, dopełnić wodą do kreski, dokładnie wymieszać i w razie potrzeby rozcieńczyć.

- Na wadze analitycznej zważyć 5 tabletek niemusujących i obliczyć średnią masę jednej tabletki. Tabletkę rozetrzeć w moździerzu i dokładnie wymieszać. Odważyć odpowiednią ilość masy tabletkowej i wyekstrahować metanolem lub wodą i oddzielić ekstrakt od stałej pozostałości.

2. Aparatura

Chromatograf cieczowy LaChrom Elite wyposażony w pompę tłokową, degazer, autosampler, kolumnę ACE C18 100A, Advanced Chromatography Technologies (**Aberdeen**, Scotland) – o

średnicy ziaren 5 μm , długości 250 mm i średnicy wewnętrznej 4,6 mm wyposażoną w prekolumnę, detektor DAD, komputerowy system rejestracji i przetwarzania danych.

3. Warunki rozdziału i detekcji:

- faza ruchoma: metanol-woda (40 : 60 v/v)
- szybkość przepływu fazy ruchomej: 1,0 ml/min
- temperatura kolumny – 25°C
- ciśnienie na wlocie kolumny do 225 bar
- objętość próbki dozowanej na kolumnę 10 μl
- detekcja spektrofotometryczna przy 230 nm

4. Analiza jakościowa i ilościowa

Po zarejestrowaniu chromatogramu badanej próbki, porównać wartości czasów t_R oraz widma absorpcji z danymi uzyskanymi dla roztworów wzorcowych w celu identyfikacji składu badanego preparatu farmaceutycznego.

Na podstawie wielkości pól powierzchni składników badanej próbki obliczyć ich stężenie stosując metodę krzywej wzorcowej. Uwzględniając sposób przygotowania próbki (rozcieńczenie) obliczyć zawartość badanych substancji w mg w jednej tabletkie (saszetce).

5. Korzystając z poniższych wzorów dla związków zidentyfikowanych w próbce obliczyć:

- a) współczynnik retencji k
- b) liczbę pól teoretycznych N (przy założeniu, że piki są symetryczne)
- c) dla każdej pary związków obliczyć:
 - współczynnik rozdzielania α
 - rozdzielczość pików R_s

t_R – czas retencji

w_b – szerokość przy podstawie piku

t_M – czas retencji substancji nie zatrzymywanej wyrażony w minutach

$$t_M = \frac{L}{u}$$

L – długość kolumny w cm

u – prędkość liniowa fazy ruchomej 0,17 cm/s

$$k = \frac{t_R - t_M}{t_M}$$

$$N = 16 \left(\frac{t_R}{w_b} \right)^2$$

$$\alpha = \frac{k_2}{k_1}$$

k_2 – współczynnik retencji związku silniej zatrzymywanego w kolumnie

$$R_s = 2 \frac{t_{R2} - t_{R1}}{w_{b1} + w_{b2}}$$

t_{R1} – czas retencji substancji słabiej zatrzymywanej w kolumnie

t_{R2} – czas retencji substancji silniej zatrzymywanej w kolumnie

w_{b1} – szerokość przy podstawie piku 1 w minutach

w_{b2} – szerokość przy podstawie piku 2 w minutach