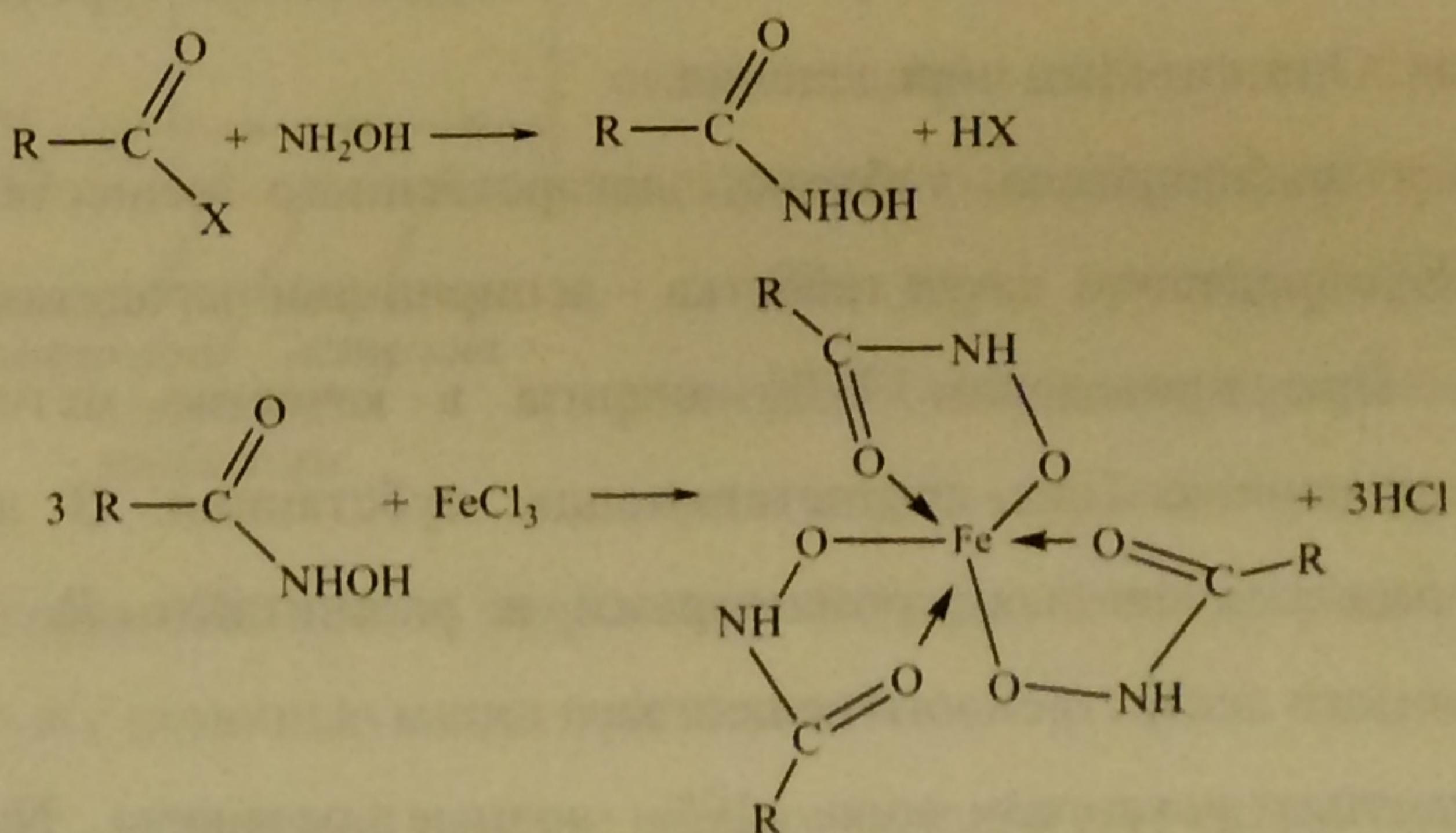


## Одиннадцатый класс

Ароматические соединения, содержащие различные функциональные группы, широко используются в медицинской практике в качестве антисептиков, анальгетиков, противовоспалительных и жаропонижающих средств.

В фармацевтическом анализе оценка подлинности органических лекарственных препаратов в большинстве случаев сводится к проведению качественных реакций функциональных групп. Среди них можно выделить реакции, основанные на образовании окрашенных хелатных комплексов с катионами некоторых металлов (чаще всего  $\text{Cu}^{2+}$  и  $\text{Fe}^{3+}$ ). Одной из таких реакций является гидроксамовая проба, применяемая для идентификации производных карбоновых кислот: в щелочной среде гидроксиламин, реагируя с амидами, сложными эфирами и другими производными, образует гидроксамовые кислоты, которые после подкисления минеральной кислотой и последующего прибавления хлорида железа (III) образуют красные или красно-коричневые хелатные комплексы:



Вам выданы десять пронумерованных склянок, содержащих субстанции лекарственных средств или их предшественников:

- *пара*-аминосалициловая (2-гидрокси-4-аминобензойная) кислота,
- сульфаниловая (4-амиnobензолсульфоновая) кислота,
- салициловая (2-гидроксибензойная) кислота,

- тимол (2-изопропил-5-метилфенол),
- аспирин (2-ацетоксибензойная кислота),
- парацетамол (*пара*-ацетаминофенол),
- фенацетин (*N*-(4-этоксифенил)ацетамид),
- бензойная кислота,
- анестезин (этил-4-аминобензоат),
- *пара*-аминофенол.



### Задания

- Изобразите структурные формулы всех определяемых веществ.
- Какие из препаратов нельзя хранить в условиях повышенной влажности? Ответ аргументируйте и подтвердите уравнениями химических реакций.
- Предложите план определения данных веществ с использованием имеющихся на рабочих столах реагентов. Запишите уравнения реакций обнаружения функциональных групп в общем виде.
- Используя находящиеся на столе реагенты и оборудование, определите вещества в пробирках. Опишите ход определения.
- Получите у наблюдателя таблетку лекарственного вещества и, используя метод ТСХ, определите, какая таблетка – аспирин или парацетамол – была Вам выдана. При проведении ТСХ анализа в качестве метчиков используйте ранее выданные Вам соответствующие субстанции. В листе ответов зарисуйте вид полученных хроматограмм и рассчитайте  $R_f$  для метчиков и определяемого лекарственного вещества.

**Реактивы:** дистилированная вода, 10% водные растворы NaOH, NaHCO<sub>3</sub>, HCl, 1% водный раствор FeCl<sub>3</sub>, свежеприготовленный щелочной раствор NH<sub>2</sub>OH в 96% этаноле, этанол.

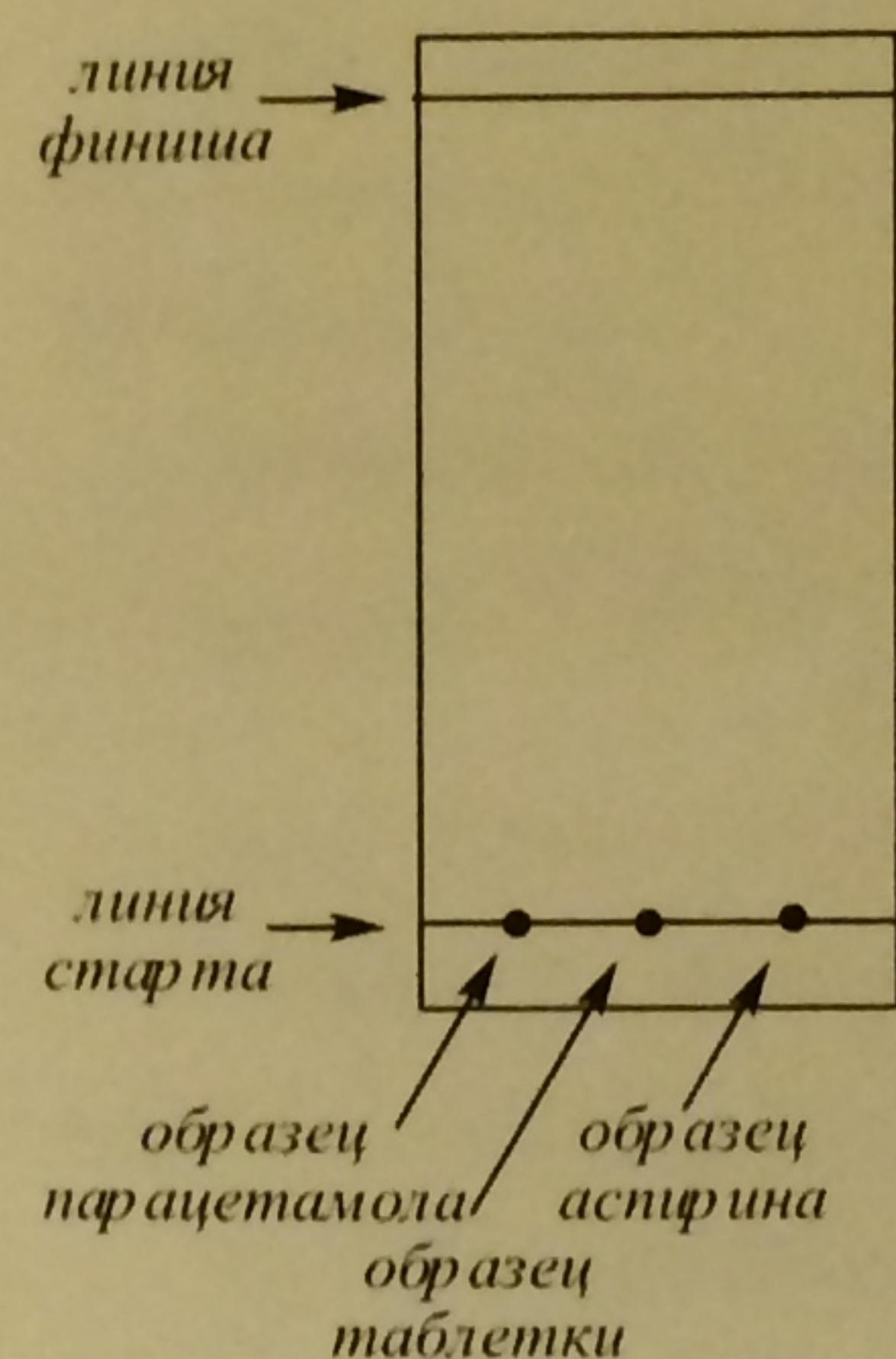
**Оборудование:** штатив с пробирками (15 шт.), капельницы с растворами реагентов (6 шт.), шпатель, водяная баня.

**Для ТСХ:** ступка с пестиком для измельчения таблетки, этанол для

растворения образцов, три короткие пробирки, пластины Silufol или Sorbfil, элюенты (хлороформ : этанол (99 : 1), хлороформ : аммиак : пропанол-2 (9 : 2 : 9)), хроматографическая камера (2 шт.), капилляры, проявитель – 5% водный раствор FeCl<sub>3</sub>.

### Методика проведения ТСХ анализа

Выданную таблетку измельчите в ступке при помощи пестика. В короткую пробирку поместите несколько миллиграммов полученного порошка и растворите примерно в 1 мл этанола. В две другие короткие пробирки поместите такие же количества ранее распознанных образцов аспирина и парацетамола, соответственно, и растворите их примерно в 1 мл этанола.



В первую хроматографическую камеру (стакан, накрытый чашкой Петри) поместите элюент №1 – хлороформ : этанол (99 : 1), во вторую камеру – элюент №2 – хлороформ : аммиак : пропанол-2 (9 : 2 : 9). Высота элюентов в стаканах не должна быть больше 0,5 см. Камеры накройте и оставьте на некоторое время (15–20 мин) насыщаться парами растворителей.

На двух хроматографических пластинах размером 4×10 см карандашом аккуратно отметьте линию старта на расстоянии примерно 1 см от края пластиинки. На линии старта отметьте три точки на расстоянии 1 см друг от друга и с помощью капилляра нанесите:

- 1 – спиртовой раствор первого метчика (парацетамола),
- 2 – спиртовой раствор анализируемого лекарственного вещества,
- 3 – спиртовой раствор второго метчика (аспирина).

Первую пластину поместите в камеру с элюентом №1, вторую – в камеру с элюентом №2 и выдерживайте до тех пор, пока элюенты не поднимутся практически до верха пластиинки. Пластиинки извлеките из камер, зафиксируйте

карандашом линию финиша элюента.

После высушивания пластиинки обрызгайте проявителем – 5% раствором хлорида железа (III). Обведите карандашом проявившиеся сине-фиолетовые пятна. Для всех пятен рассчитайте  $R_f$ .

$R_f$  – это отношение длины пробега вещества (расстояние от линии старта до центра пятна) к длине пробега растворителя (расстояние от линии старта до линии финиша).

Сравнивая значения  $R_f$ , сделайте вывод о том, таблетка какого лекарственного вещества Вам была выдана.

