ДӘРІС №1

ДӘРІС ТАҚЫРЫБЫ

Кіріспе. Дәрілік заттарды талдау әдістерінің классификациясы. Спектроскопиялық әдістердің маңызы.



Толқын ұзындығы

Сызбалық спектр

UV–Vis FT-IR Raman

Пән: Дәрілік заттарды талдаудың заманауи спектрлік әдістері

Дәріскер: PhD, Қауымдастырылған профессор
Кудайбергенова Батес Маликовна

ДӘРІС ЖОСПАРЫ

Кіріспе және спектрлік әдістердің жіктелуі

Дәріс №1 • Теориялық негіздер және спектрлік әдістердің классификациясы

01

Фармацевтикалық талдау

Дәрілік заттарды сапалық және сандық талдаудың негізгі міндеттері.

02

Талдау әдістерінің жіктелуі

Химиялық, физикалық, физика-химиялық және биологиялық әдістер.

03

Спектроскопия негіздері

Электромагниттік сәулелену, энергетикалық деңгейлер және спектрлік сигнал.

04

Спектрлік әдістер және қолданылуы

UV–Vis, FT-IR, Раман, атомдық спектроскопия және ЯМР әдістері.

Дәріс құрылымы: теориялық негіздер → жіктелуі → әдістерді салыстыру → қорытынды.

Дәріскер: PhD, Қауымдастырылған профессор Кудайбергенова Батес Маликовна

Фармацевтикалық талдаудың негізгі бағыттары

Сапаны бағалау – препараттың белгіленген талаптарға сәйкестігін дәлелдеу.

СӘЙКЕСТЕНДІРУ

Сәйкестендіру

Белсенді заттың химиялық сәйкестігін тексеру.

САНДЫҚ ҚҰРАМ

Сандық анықтау

Белсенді фармацевтикалық субстанция мөлшерін есептеу.

ТАЗАЛЫҒЫН БАҚЫЛАУ

Қоспаларды бақылау

Ыдырау өнімдері мен технологиялық қоспаларды анықтау.

ҚҰРЫЛЫМ ЖӘНЕ КҮЙ

Құрылым мен күйі

Полиморфизм, функционалдық топтар, құрылымдық ерекшеліктер.

Нәтижесі Қауіпсіздік • Тиімділік • Тұрақтылық • Нормативтік сәйкестік

ЖАЛПЫ КЛАССИФИКАЦИЯ

Талдау әдістерінің негізгі топтары

Жіктеу әдістің қандай құбылысты немесе реакцияны қолданатынына негізделеді.

Химиялық әдістер

Химиялық реакцияға сүйенеді

- Титриметриялық талдау
- Гравиметриялық талдау

Физика-химиялық әдістер

Өлшенетін физикалық сигнал

- Спектрлік әдістер
- Хроматография
- Электрохимиялық әдістер
- Термиялық талдау

Биологиялық әдістер

Биологиялық жауап немесе әсер

- Микробиологиялық сынақтар
- Биологиялық белсенділікті бағалау

Мысалы: ЖЭХ–UV жүйесінде хроматография компоненттерді бөледі, ал UV-детектор оларды тіркейді.

Аналитикалық әдісті таңдау критерийлері

Талдау міндеті, сынама ерекшелігі және әдістің метрологиялық қасиеттері есепке алынады.

1 Таңдамалылық

Кедергі келтіретін құрамдастардан ажырату

2 Сезімталдық

Сигналдың концентрация өзгерісіне жауабы

3 Дұрыстық

Өлшенген мәннің шынайы мәнге жақындығы

4 Дәлдік

Қайталап өлшеу нәтижелерінің жақындығы

5 Жылдамдық

Бір сынамаға кететін уақыт пен еңбек

6 Үлгіге әсері

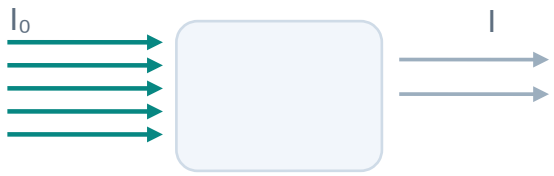
Үлгіні бүлдірмей өлшеу мүмкіндігі

Назар аударыңыз: әдістің қолданылуы нақты препаратқа арналған рәсіммен және валидациямен расталады.

Спектроскопияның анықтамасы

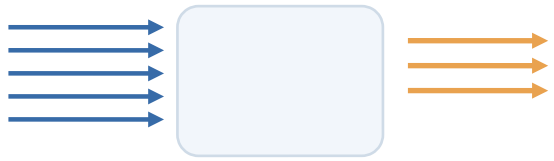
Зат пен электромагниттік сәулеленудің өзара әсерлесуін зерттейтін әдістер жиынтығы.

ЖҰТЫЛУ



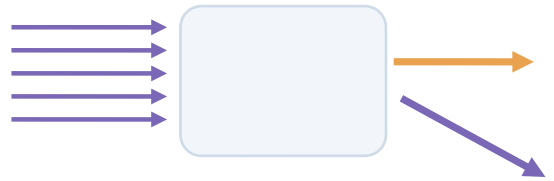
Түскен жарықтың бір бөлігі затқа жұтылады.

СӘУЛЕ ШЫҒАРУ



Қозған күйден өткенде зат сәуле шығарады.

ШАШЫРАУ



Сәуле бағыты немесе энергиясы өзгеруі мүмкін.

Өлшеу нәтижесі – спектр: сигналдың толқын ұзындығына, жиілікке немесе толқын санына тәуелділігі.

Толқын диапазоны және алынатын ақпарат

Қысқа толқын – жоғары энергия; ұзын толқын – төмен энергия.

Ультракүлгін	Көрінетін	Жақын ИҚ	Орта ИҚ	Радиожиілік
200–400 нм	400–780 нм	780–2500 нм	2,5–25 мкм	ЯМР аймағы
Электрондық ауысулар	Электрондық ауысулар	Тербелістік обертондар	Негізгі тербелістер	Ядролық спин күйлері

Толқын ұзындығы өседі →

← Фотон энергиясы өседі

Диапазон сызбасы масштабпен берілмеген. Раман спектрі көбіне тербелістер туралы ақпарат береді.

Спектрдің пайда болу механизмі

Энергетикалық деңгейлер арасындағы ауысулар және сәуле өзгерісінің тіркелуі.

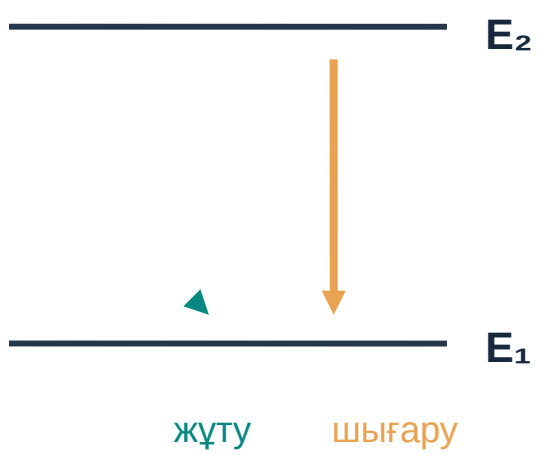
Фотон энергиясы

$$\Delta E = h\nu = hc/\lambda$$

h – Планк тұрақтысы; ν – жиілік; c – жарық жылдамдығы; λ – толқын ұзындығы.

λ азайса → энергия артады

Қарапайым энергетикалық деңгейлер сызбасы



UV–Vis: электрондық ауысулар | FT-IR: тербелістер | ЯМР: ядролық спин ауысулары

СПЕКТРЛІК КЛАССИФИКАЦИЯ

Сигнал табиғатына қарай жіктеу

Әдістің атауы көбіне қандай құбылыс өлшенетінін көрсетеді.

ЖҰТЫЛУ

UV–Vis · FT-IR · AAC

Сәуле қарқындылығының үлгіден өткендегі азаюы.

ШЫҒАРУ

Флуориметрия · АЭС

Заттан шығарылған жарықтың тіркелуі.

ШАШЫРАУ

Раман спектроскопиясы

Түскен сәуленің шашырауы және жиілік ығысуы.

РЕЗОНАНС

Ядролық магниттік резонанс

Магнит өрісіндегі ядролық спиндердің жауабы.

Ескерту: масс-спектрометрия m/z қатынасын өлшейді; ол сәуленің жұтылуы/шығаруына негізделген спектроскопия емес.

UV–Vis: сәуленің жұтылуын өлшеу

Әдетте 200–780 нм аймағында молекуланың электрондық ауысулары зерттеледі.

Бугер–Ламберт–Бер заңы

$$A = \lg(I_0/I) = \varepsilon l c$$

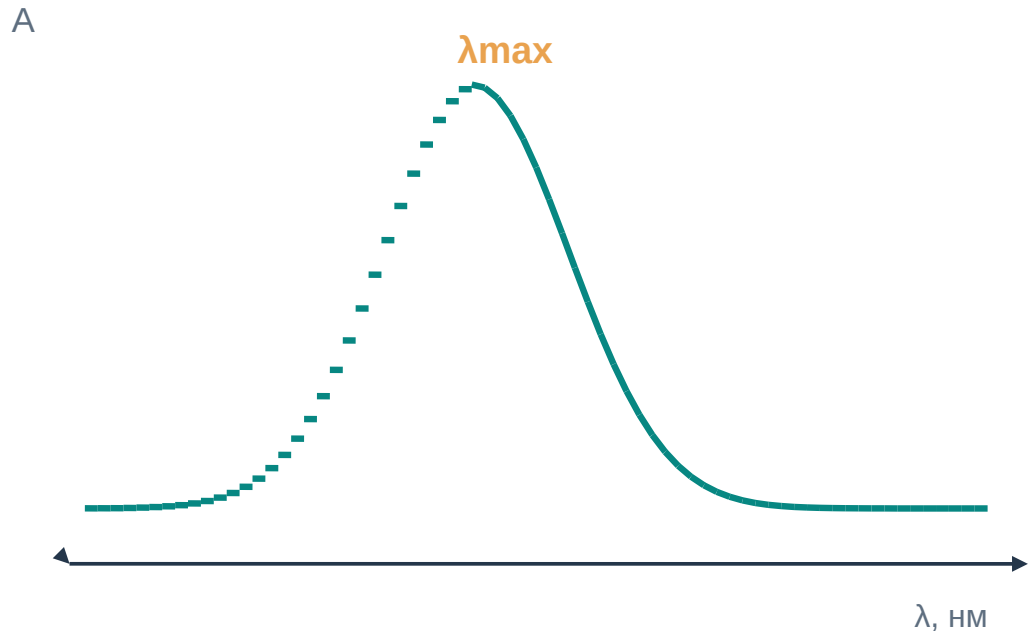
A – оптикалық тығыздық

ε – молярлық жұту коэффициенті

l – кювета жолының ұзындығы

c – ерітінді концентрациясы

Жұтылу спектрі (сызбалық)

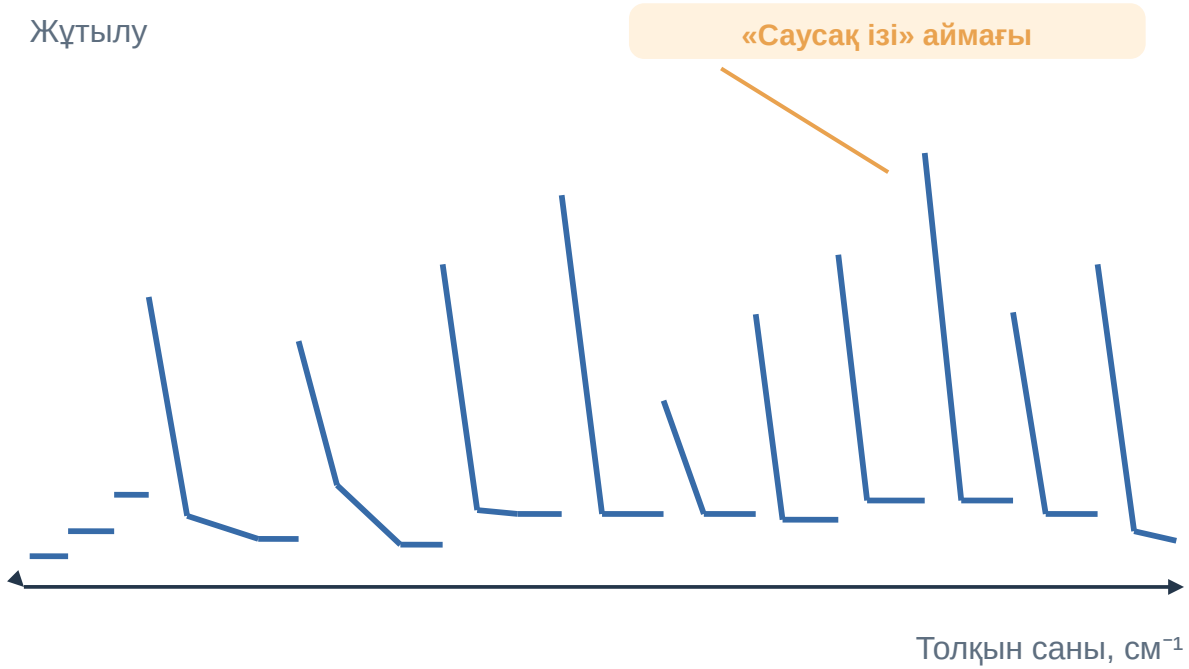


Қолданылуы: концентрацияны анықтау, талдаудағы салыстырмалы өлшеулер, дәрілік нысандарды бақылау.

FT-IR: молекуланың «саусақ ізі»

Инфрақызыл сәуленің жұтылуы молекуладағы байланыстардың тербелісіне тәуелді.

Орта инфрақызыл аймақ: 4000–400 см⁻¹



Сызбалық спектр, нақты препарат дерегі емес.

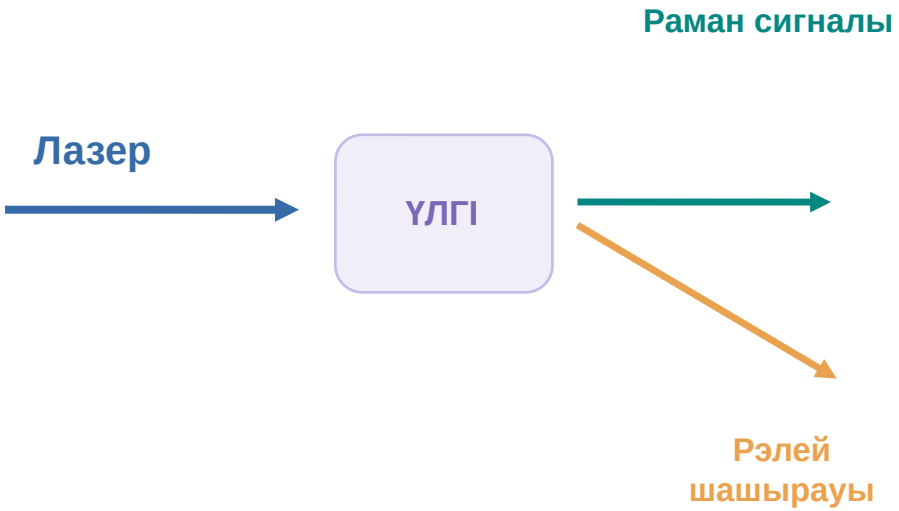
Аналитикалық ақпарат

- **Сәйкестендіру**
  Эталон спектрмен салыстыру
- **Топтарды ажырату**
  C=O, O–H, N–H сияқты жолақтар
- **Тез өлшеу**
  ATR арқылы қатты үлгілерді талдау

Раман: шашырау арқылы құрылымды талдау

Раман құбылысы – түскен жарықтың серпімсіз шашырауы.

Сәуленің үлгімен әрекеттесуі



Нәтиже: Раман ығысуы (см⁻¹)

Фармацевтикалық талдауда

Артықшылығы	Үлгіні аз дайындау, тез әрі кейде бұзбай өлшеу.
Маңызы	Затты сәйкестендіру, полиморфтарды салыстыру, технологияны бақылау.
Шектеуі	Флуоресценциялық фон және лазер әсерінен қызу болуы мүмкін.

Басқа спектрлік әдістер және олардың орны

Талдау нысанына байланысты атомдық немесе молекулалық деңгейдегі ақпарат таңдалады.

ААС / АЭС

Атомдық спектроскопия

Атомдардың жұтуы немесе сәуле шығаруы тіркеледі.

Қолданылуы: кейбір элементтер мен металл қоспаларын анықтау.

Флуориметрия

Люминесценттік әдіс

Қоздырылған молекула сәуле шығарады.

Қолданылуы: флуоресценция беретін аналиттерді сезімтал анықтау.

ЯМР (NMR)

Магниттік резонанс

Магнит өрісіндегі ядролық спиндер сигналы өлшенеді.

Қолданылуы: молекула құрылысы мен сәйкестігін зерттеу.

Әдістер бірін-бірі толықтырады: біреуі құрамды, екіншісі құрылымды, үшіншісі элементтерді анықтауға ыңғайлы.

Спектрлік әдістердің қолданылу салалары

Төмендегі кесте – дәрілік заттарды талдауда жиі кездесетін міндеттерге арналған қысқаша бағдар.

Әдіс	Негізгі ақпарат	Типтік қолданылуы	Сигнал
UV–Vis	Электрондық жұтылу	Концентрацияны анықтау	A(λ)
FT-IR	Молекулалық тербелістер	Затты сәйкестендіру	$см^{-1}$
Раман	Тербелістік шашырау	Полиморфтарды салыстыру	$см^{-1}$
ААС	Элементтік құрам	Металл элементтерін анықтау	Жұтылу
ЯМР	Молекула құрылысы	Құрылымды растау	Хим. ығысу

Мысал: таблетканың субстанциясын FT-IR арқылы сәйкестендіру; белсенді затын валидтелген UV–Vis әдісімен сандық анықтау.

ҚОРЫТЫНДЫ

Негізгі тұжырымдар

Спектрлік әдістер фармацевтикалық сапа бақылаудың маңызды бөлігі болып табылады.

1 Әдістердің мақсаты әртүрлі

Сәйкестендіру, сандық анықтау, құрылымды түсіндіру.

2 Сигнал түрі маңызды

Жұтылу, шығару, шашырау және резонанс ажыратылады.

3 Дұрыс таңдау қажет

Әдіс міндетке, үлгіге және валидацияға сай болуы тиіс.

Спектрлік әдістердің практикалық маңызы

Спектрлік сигнал заттың құрамын, құрылымын және қасиеттерін сипаттайды.

Әдістер бірін-бірі толықтырып, талдау нәтижесінің сенімділігін арттырады.

Сапаны бақылауда әдісті таңдау нормативтік талаптарға негізделеді.

Негізгі дереккөздер: IUPAC Gold Book «Spectroscopy» (2025); USP–NF ⟨857⟩ UV–Vis, ⟨854⟩ Mid-IR, ⟨858⟩ Raman.