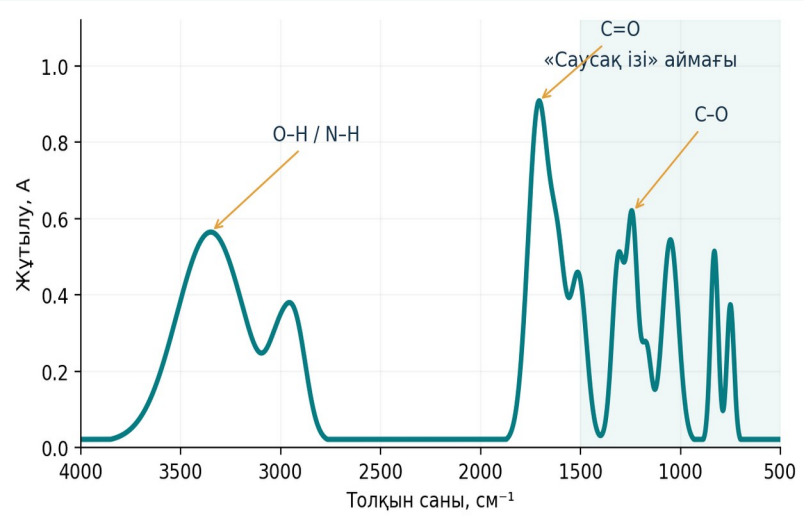
ДӘРІС №6

ДӘРІС ТАҚЫРЫБЫ

Дәрілік заттарды талдаудағы ИҚ-спектроскопия (IR, FT-IR). Инфрақызыл аймақтағы жұтылу спектрлерін өлшеу талаптары.



Спектрдің жұтылу жолақтары функционалдық топтарды сипаттайды

Дәріскер: PhD, Қауымдастырылған профессор
Кудайбергенова Батес Маликовна

Дәріс жоспары

01 **ИҚ-спектроскопияның физикалық негізі**

02 **Молекулалық тербелістер және спектр аймақтары**

03 **IR және FT-IR аспаптарының жұмыс принципі**

04 **Үлгіні дайындау және өлшеу әдістері**

05 **Спектрді тіркеу және сапа талаптары**

06 **Дәрілік заттарды идентификациялау**

Мақсаты: дәрілік заттарды талдауда ИҚ-спектроскопияның теориясы мен қолданылуын түсіндіру.

Міндеті: үлгіні дайындау, спектрді тіркеу және нәтижені эталонмен салыстыруды сипаттау.

Дәріскер: PhD, Қауымдастырылған профессор Кудайбергенова Батес Маликовна

ИҚ-спектроскопияның физикалық негізі

Негізгі құбылыс

Молекула ИҚ сәулені жұтқанда оның тербеліс энергиясы өзгереді. ИҚ-белсенділік үшін диполь моменті өзгеруі қажет.

Өлшенетін шама

Жұтылу жиілігі немесе толқын саны, $см^{-1}$

Электромагниттік спектрдегі аймақтар

Жақын ИҚ (NIR)

12 800–4 000 $см^{-1}$

Орта ИҚ (MIR)

4 000–400 $см^{-1}$

Алыс ИҚ (FIR)

400–10 $см^{-1}$

Фармацевтикалық сәйкестендіруде, әдетте, орта инфрақызыл аймақ пайдаланылады.

Молекулалық тербелістер және ИҚ-белсенділік

Негізгі түрлері: байланыс ұзындығының өзгеруі (созылу) және байланыс бұрышының өзгеруі (деформация).



Созылу тербелістері

Симметриялық және асимметриялық

Деформациялық тербелістер

Жазықтық ішіндегі және жазықтықтан тыс

FT-IR спектрометрінің жұмыс принципі

ИҚ көзі
Кең диапазон

Интерферометр
Микельсон жүйесі

Үлгі
Сәуле–зат әсері

Детектор
Интерферограмма

Компьютер
Фурье түрлендіруі

FT-IR
Интерферограмма → математикалық түрлендіру → спектр

Артықшылығы

Жылдам тіркеу, сигналды жинақтау және жоғары қайталанымдылық

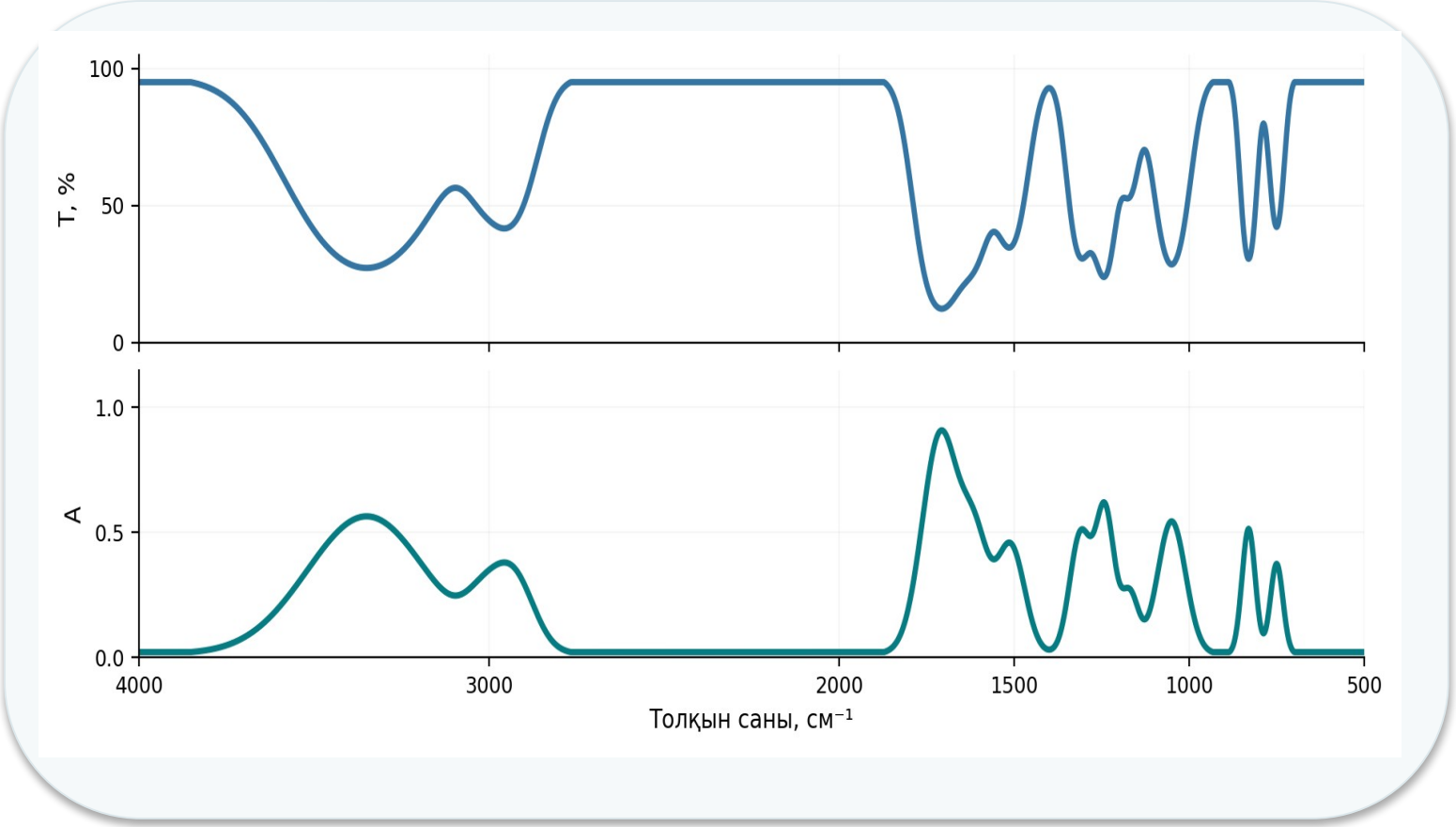
Ескерту: FT-IR — ИҚ-спектроскопияның интерферометрге негізделген түрі.

Дисперсиялық IR және FT-IR: салыстыру

Көрсеткіш	Дисперсиялық IR	FT-IR
Сәулені бөлу	Монохроматор	Интерферометр
Ақпаратты жинау	Толқын сандары кезекпен	Диапазон бірге тіркеледі
Өлшеу жылдамдығы	Әдетте баяуырақ	Әдетте жылдамырақ
Сигнал/шу қатынасы	Сканерлеуге тәуелді	Скан жинақтау арқылы жақсарады
Деректерді өңдеу	Оптикалық сканерлеу	Фурье түрлендіруі
Фарм. зертхана	Қазіргі кезде сирегірек	Сәйкестендіруде кең таралған

Екі аспап та молекулалардың ИҚ сәулені жұтуын өлшейді; айырмасы — спектрді алу тәсілінде.

ИҚ-спектрді оқу: осьтер және көрсеткіштер



Толқын саны

$\tilde{\nu} = 1 / \lambda$ (см$^{-1}$)

Өткізу

$T = I / I_0$

Жұтылу

$A = \log_{10}(1 / T)$

Спектрде толқын саны әдетте солдан оңға қарай кемиді. %T-де жұтылу жолақтары төмен, A-да жоғары көрінеді.

Функционалдық топтардың сипаттамалық жолақтары

Функционалдық топ	ν̃, см⁻¹ (шамамен)	Түсіндірме
O–H	3 600–3 200	Көп жағдайда кең жолақ
N–H	3 500–3 300	Созылу тербелісі
C–H (sp³)	3 000–2 850	Алкил топтары
C≡N	2 260–2 220	Нитрилдерге тән
C=O	1 800–1 650	Карбонилдің күшті жолағы
C=C (аромат.)	1 600–1 450	Ароматтық сақина
C–O	1 300–1 000	Спирттер, эфирлер, фенолдар
C–H (аром. тыс)	900–650	Орынбасу типін бағалау

Диапазондар анықтамалық: нақты орны химиялық ортаға, сутектік байланысқа және өлшеу әдісіне тәуелді.

Үлгіні дайындау және өлшеу тәсілдері

ATR (ішкі шағылу)

Ұнтақ, таблетка, сұйықтық

Артықшылығы

Жылдам, KBr қажет емес

Шектеуі

Кристалға жеткілікті жанасу керек

KBr таблеткасы

Құрғақ ұнтақ + ИҚ-мөлдір KBr

Артықшылығы

Өткізу спектрі анық көрінеді

Шектеуі

Ылғал және ұнтақтау әсер етеді

Сұйық үлгі / ерітінді

Жұқа қабық, ИҚ-мөлдір ұяшық

Артықшылығы

Сұйық заттарға қолайлы

Шектеуі

Еріткіш жұтылуы ескеріледі

Талдау әдісін таңдауда фармакопеялық монографиядағы нұсқау басымдыққа ие.

Өлшеуге дейінгі дайындық және үлгі сапасы

1 Үлгінің сәйкестігі

Атауы, сериясы, сақталу жағдайы, талдау мақсаты тіркеледі.

2 Біркелкілік және ылғал

Ұнтақтың біркелкілігі мен ылғалдың ықпалы бағаланады.

3 ATR бетінің тазалығы

Кристалл тазартылады; қатты үлгі біркелкі жанастырылады.

4 Стандартпен бірдей шарт

Үлгі мен салыстыру үлгісі бір әдіспен және бірдей режимде өлшенеді.

Нәтижеге әсер ететін факторлар: бөлшек өлшемі, қалыңдық, қысым, ылғал, еріткіш және полиморфтық түр.

Спектрді тіркеу параметрлері

Параметр	Практикалық талап
Спектрлік диапазон	Талдау әдістемесі/монографияға сәйкес; орта ИҚ жиі 4 000–400 $см^{-1}$.
Ажырату қабілеті	Мысал: 4 $см^{-1}$; жолақтарды бөлуге жеткілікті болуы тиіс.
Скан саны	Мысал: 16–64 скан; шу деңгейі мен уақытқа сәйкес таңдалады.
Фон (background)	Алғашқы өлшеуге дейін және жағдай өзгергенде жаңартылады.
Атмосфералық әсер	H_2O, CO_2 сигналдарын фон, құрғақ ауа/үрлеу арқылы азайтады.
Сигнал сапасы	Қанығу, артық шу, қисық базалық сызық болмауы тиіс.
Құжаттау	Құрал ID, әдіс, рұқсат, скан, оператор, файл, уақыт сақталады.

4 $см^{-1}$ және 16–64 скан — жиі қолданылатын мысалдар, әмбебап міндетті фармакопеялық норма емес.

Аспаптың жарамдылығы және спектр сапасы

Толқын санының дұрыстығы

Полистирол үлгісінің белгілі жолақтарымен тексеріледі; рұқсат шектері әдістемеде беріледі.

Ажырату қабілеті

Жақын жолақтарды ажырату және құрылғының күйін бағалау.

Қайталанымдылық және шу

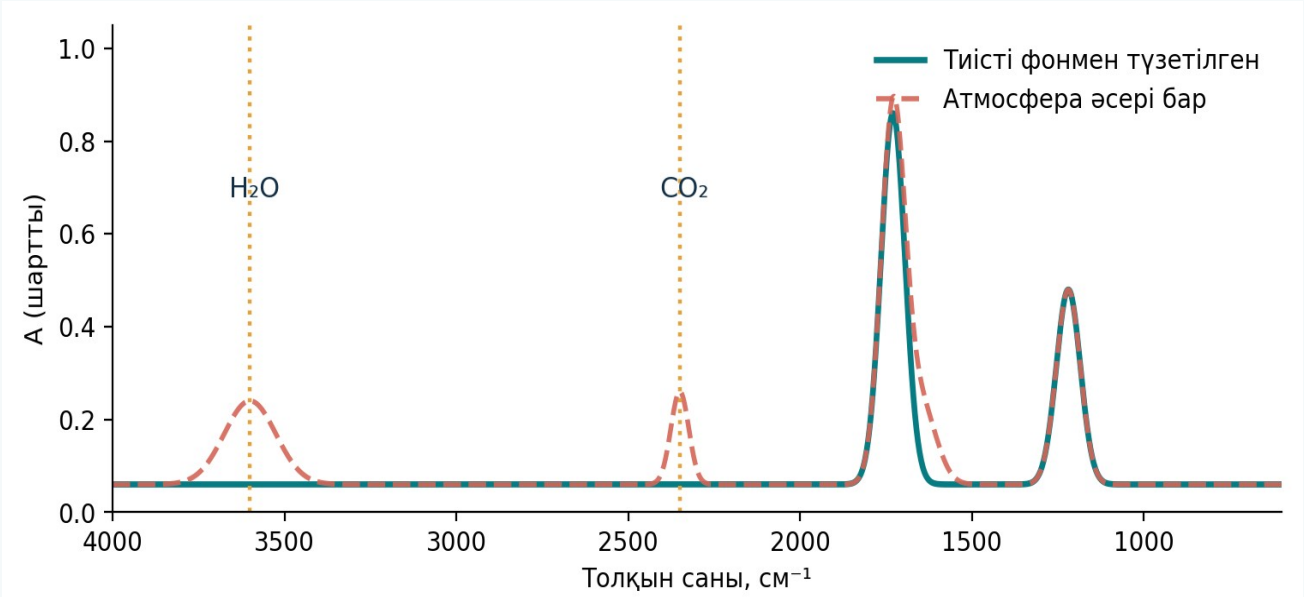
Бір үлгінің қайталама спектрлері, базалық сызық пен сигнал/шу деңгейі тексеріледі.

Бақылау құжаттары

Калибрлеу, техникалық қызмет, жүйенің жарамдылығы және өлшеу хаттамасы тіркеледі.

Фармакопеялық идентификацияда тек жолақтардың орны ғана емес, олардың салыстырмалы қарқындылығы мен жалпы спектрлік сәйкестігі бағаланады.

Өлшеу қателіктері және атмосфера ықпалы



Су буы (H_2O)

Жіңішке, өзгермелі жолақтар

Көмірқышқыл газы (CO_2)

≈2 350 $см^{-1}$ аймағындағы белгі

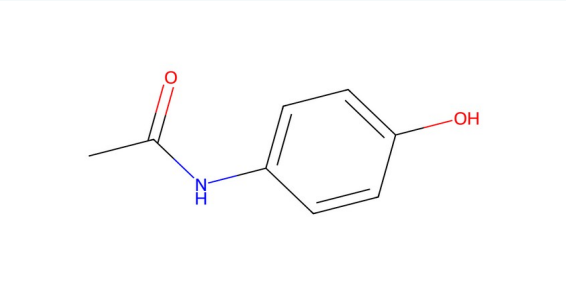
Басқа ақаулар

ATR ластануы, қалың қабат, нашар фон

Алдын алу: үлгіні таза дайындау → жаңа фон жазу → атмосфераны тұрақтандыру → қайта өлшеу.

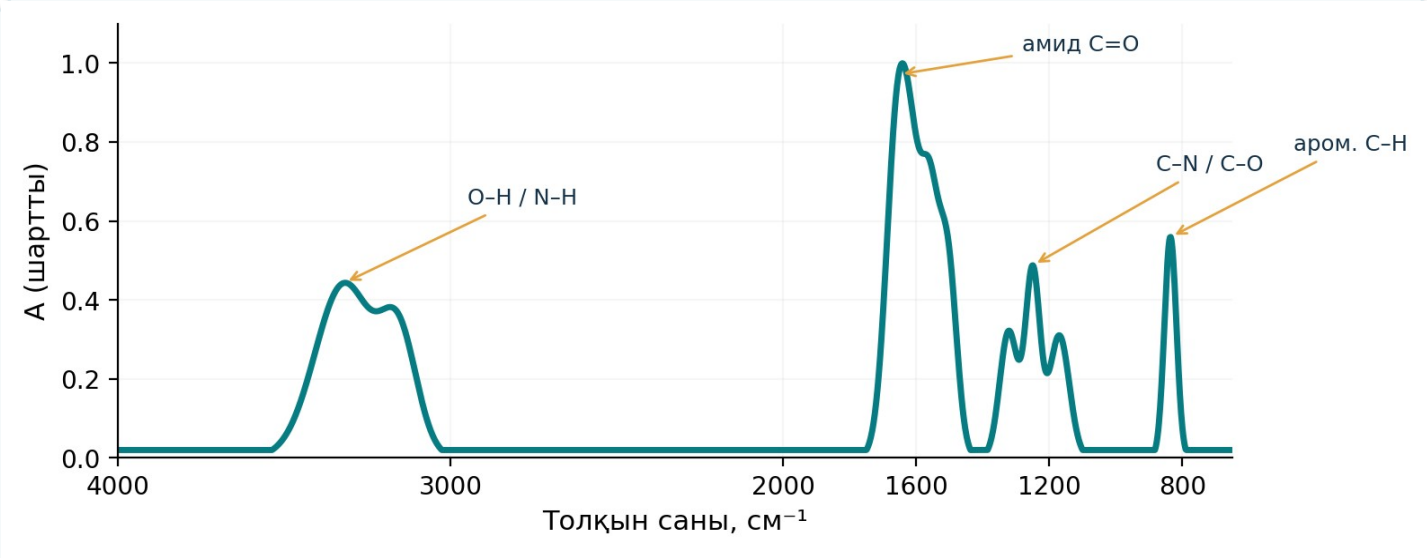
Дәрілік зат мысалы: парацетамолды сәйкестендіру

Парацетамол



$C_8H_9NO_2$

Функционалдық топтар:
фенолдық –OH, амид –NH–C=O,
ароматтық сақина



Қолдану: зерттелетін үлгінің спектрін сәйкес эталон спектрімен салыстыру.

Сызба — оқу мақсатына арналған модель, эксперименттік өлшенген спектр емес; нақты мәндерге әдістеме мен үлгінің күйі әсер етеді.

Қорытынды және негізгі әдебиеттер

ИҚ-спектр

Тербелістерді көрсетеді; функционалдық топтар мен «саусақ ізі» аймағы маңызды.

FT-IR

Интерферограмма Фурье түрлендіруімен өңделеді; өлшеу жылдам әрі қайталамалы.

Өлшеу сапасы

Үлгі дайындау, фон, аспап тексеруі, әдістеме шарттары нәтижені анықтайды.

Фармацевтика

Негізгі қолданылуы — түпнұсқалықты растау және салыстырмалы талдау.

Пайдаланылған негізгі дереккөздер

1. USP–NF. <197> Spectroscopic Identification Tests; <854> Mid-Infrared Spectroscopy.

2. European Pharmacopoeia. 2.2.24. Absorption spectrophotometry, infrared.

3. ICH Q2(R2). Validation of Analytical Procedures (2023/2024).

4. Shimadzu. FTIR Measurement Method; Resolution and Aperture (оқыту материалдары).