

Методика

При анализе твердых лекарственных средств их предварительно тщательно растирают в агатовой ступке.

В качестве стандартных образцов используют ацетанилид, цистеин, метионин с установленным содержанием элементов – стандартные образцы для микроанализа.

Точные навески (от 0,5 до 1,5 мг стандартного образца или субстанции или от 1,0 до 5,0 мг препарата), взятые на ультрамикровесах с точностью до 0,001 мг, помещают в предварительно взвешенные пустые оловянные контейнеры. Запечатывают контейнеры с помощью специального устройства, взвешивают капсулированные образцы и помещают в кассету автодозатора. При увеличении объемов катализаторов окисления и восстановления навеска может быть увеличена в 5 – 10 раз, при этом точность взвешивания может составлять 0,01 мг.

Проводят контрольный опыт, для чего с помощью автодозатора в реактор вбрасывают пустые оловянные контейнеры (количество проб не больше трех); при этом регистрируется содержание определяемого элемента для каждой из них. Затем последовательно сжигают по 3 – 4 навески капсулированных образцов (стандартного и испытуемого).

По полученным значениям площадей пиков стандартных образцов с учетом значения контрольного опыта автоматически строится градуировочный график и рассчитывается поправочный коэффициент K к площади пика определяемого элемента по формуле:

$$K = \frac{y \cdot a_0}{(S_0 - S_k) \cdot 100},$$

где y – содержание определяемого элемента в стандартном образце, %;
 S_0 – площадь пика на хроматограмме стандартного образца;
 S_k – площадь пика на хроматограмме контрольного опыта;
 a_0 – навеска стандартного образца, мг.