

Εργαστηριακές ασκήσεις μεταπτυχιακών

Αίθουσες/εργαστήρια ασκούμενων

-**Εργαστήριο Φαρμακευτικής Ανάλυσης:** αίθουσα 201, 2ος όροφος κτιρίου Φαρμακευτικής /Βιολογίας, τηλ. εργαστηρίου 2310-997565

- **Εργαστήρια άσκησης μεταπτυχιακών φοιτητών :** αίθουσα απέναντι από την κεντρική είσοδο Τομέα τεχνολογίας,, τηλ. εργαστηρίου 2310-997543

Επικοινωνία

-Η κ. Μαρκοπούλου δέχεται φοιτητές στο γραφείο της κάθε Τετάρτη και Πέμπτη 12-1π.μ, τηλ. γραφείου 2310-997665.

Ασκήσεις

-Άσκηση 1 (2 ώρες)

Ενημέρωση πάνω στις αρχές της φασματοφωτομετρίας υπεριώδους, προετοιμασίας δειγμάτων για καμπύλη αναφοράς και παραγώγους.

-Άσκηση 2 (3 ώρες)

α) Ζύγιση ουσιών και παρασκευή διαλυμάτων των προσδιοριζόμενων δειγμάτων σε μεθανόλη, νερό, 0.1N HCl, 0.1N NaOH (μέτρηση δειγμάτων για μελέτη σταθερότητας, 0 h).

β) Υπολογισμός τελικών συγκεντρώσεων των δειγμάτων

- Άσκηση 3 (2 ώρες)

Έλεγχος σταθερότητας των προσδιοριζόμενων ουσιών σε 48 ώρες (μέτρηση δειγμάτων σε 12 h, 48h).

-Άσκηση 4 (4 ώρες)

Προετοιμασία προτύπων διαλυμάτων των προσδιοριζόμενων ουσιών, λήψη φασμάτων με φασματοφωτομετρία UV..

-Άσκηση 5 (3 ώρες)

α) Εξομάλυνση και επεξεργασία φασμάτων και δημιουργία μεικτών δειγμάτων
β) Υπολογισμός τελικών συγκεντρώσεων προτύπων διαλυμάτων και χάραξη καμπύλης αναφοράς

-Άσκηση 6 (3 ώρες)

Ανάπτυξη τεχνικής φασματικών λόγων για ταυτόχρονο προσδιορισμό δύο ή τριών δραστικών, έλεγχος αξιοπιστίας της μεθόδου με εφαρμογή της σε μεικτά δείγματα.

Σημείωση: Εφόσον ολοκληρωθεί ο κύκλος των εργαστηριακών ασκήσεων οι ασκούμενοι πρέπει με την ομάδα τους να παραδώσουν μια

εργασία η οποία θα περιγράφει πλήρως το πειραματικό τους σύμφωνα με το ακόλουθο παράδειγμα:

Υπόδειγμα συγγραφής εργαστηριακής άσκησης μεταπτυχιακών

ΤΙΤΛΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

ΕΙΣΑΓΩΓΗ,

Φαρμακολογικές ιδιότητες, αναφορά σκευάσματος, βιβλιογραφική αναφορά για ποσοτικούς προσδιορισμούς των εν λόγω δραστικών με διάφορες μεθόδους ανάλυσης.

Γενικά αναφορά στη φασματοφωτομετρία υπεριώδους και στις τεχνικές παραγώγων

ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

Οργανολογία

Για τις μετρήσεις χρησιμοποιήθηκε ένα φασματοφωτόμετρο Shimadzu UV-VIS διπλής δέσμης, τύπου UV – 2501 PC με πηγή εκπομπής της ακτινοβολίας λάμπα 50Watt αλογόνου και δευτερίου. Οι ιδανικές συνθήκες λειτουργίας για τις φασματοφωτομετρικές μετρήσεις για την D¹ παράγωγο ήταν: ταχύτητα σάρωσης 210 nm/min, εύρος σχισμής μονοχρωμάτορα 1.0 nm και διάστημα δειγματοληψίας 0.1 nm . Το όλο σύστημα ήταν συνδεδεμένο με έναν υπολογιστή τύπου Pentium 3, εξοπλισμένο με το πρόγραμμα UV – PC Personal Spectroscopy Software.

Στα φάσματα εφαρμόστηκε η διαδικασία της εξομάλυνσης θορύβου (smoothing), με 17 πειραματικά σημεία, dl.(Delta Wavelength) = 4 nm και scaling factor = 1.0

Αντιδραστήρια, διαλύτες

Παρασκευή προτύπων διαλυμάτων-Μελέτη σταθερότητάς τους

Εφαρμογή της μεθόδου «derivative ratio» με την χρήση πρώτης παραγώγου

Η τεχνική «παραγώγισης φασματικών λόγων» βασίζεται στην εφαρμογή του νόμου του Beer's για μίγμα δύο ουσιών (X, Ψ), σύμφωνα με τον οποίον έχουμε την εξίσωση:

$$A_{\lambda_i} = \alpha_{X,\lambda_i} C_X + \beta_{\Psi,\lambda_i} C_{\Psi} \quad (1)$$

Όπου A_{λ_i} είναι η απορρόφηση του μίγματος σε μήκος κύματος λ_i , και α_{X,λ_i} , β_{Ψ,λ_i} είναι η απορροφητικότητα (absorptivity) των X, Ψ αντίστοιχα. Διαιρώντας κατά μέλη την εξίσωση (1) με τον όρο $\alpha_{X,\lambda_i} C_X^0$, και παραγωγίζοντας το αποτέλεσμα προκύπτει η εξίσωση:

$$\frac{d}{d\lambda} \left[\frac{A_{\lambda_i}}{\alpha_{X,\lambda_i} C_X^0} \right] = \frac{d}{d\lambda} \left[\frac{\beta_{\Psi,\lambda_i}}{\alpha_{X,\lambda_i}} \right] \frac{C_{\Psi}}{C_X^0} \quad (2)$$

Η εξίσωση (2) είναι η θεμελιώδης μαθηματική εξίσωση για ανάλυση πολλαπλών δειγμάτων η οποία επιτρέπει τον προσδιορισμό της

συγκέντρωσης καθενός από τα συστατικά του μίγματος στο διάλυμα χωρίς την παρεμβολή των υπολοίπων.

ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ

ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ