

## SEPARAREA ȘI IDENTIFICAREA SUBSTANȚELOR ANALGETICE PRIN CROMATOGRAFIE ÎN STRAT SUBȚIRE

I. Formanek, L. Fülöp, I. Veréph

În munca de receptură se întilnesc frecvent prescripțiile magistrale care se folosesc în tratamentul bolii reumatismale în caz de poliartrite, sciatică etc. În aceste formule figurează de obicei amidopirina, antipirina, fenacetina, aspirina, salicilamida etc.

Dat fiind numărul mare al componentelor, de multe ori se impune identificarea substanțelor din aceste medicamente. Rezolvarea acestei probleme prin metodele clasice este destul de laborioasă și necesită aparatură specială.

Dintre metodele microanalitice, cromatografia în strat subțire este o metodă analitică modernă care se aplică pe scară largă în ultimii ani. Cromatografia în strat subțire este o metodă a cromatografiei de adsorbție.

I. FORMANEK ŞI COLAB.: SEPARAREA ŞI IDENTIFICAREA SUBSTANŢELOR  
ANALGETICE..

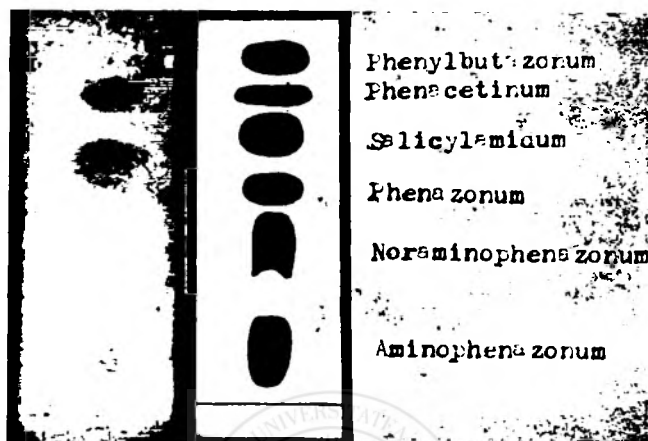


Fig. nr. 1.

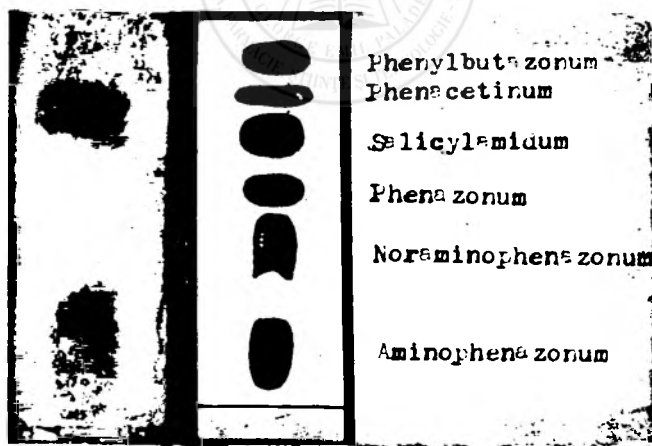


Fig. nr. 2.

I. FORMANEK ŞI COLAB.: SEPARAREA ŞI IDENTIFICAREA SUBSTANTELOR  
ANALGETICE...

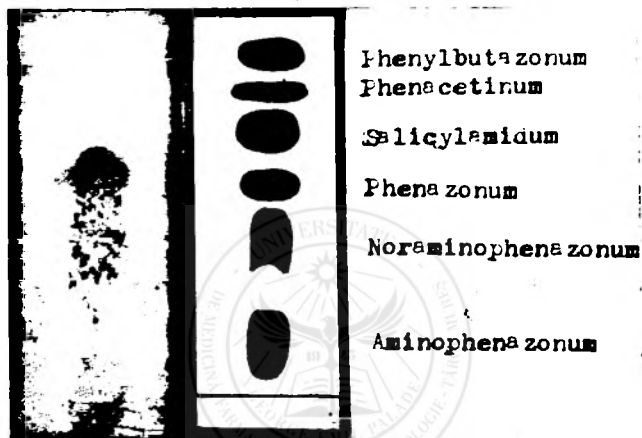


Fig. nr. 3.

Metoda această se poate aplica cu succes la separarea medicamentelor și prezintă multe avantaje față de cromatografia pe coloană și față de cromatografia pe hirtie. Aceste avantaje sînt următoarele:

- migrarea substanțelor este mai promptă față de cromatografia pe hirtie;
- la dezvoltarea spoturilor cromatogramei se pot folosi reactivi caustici (acizi minerali, alcalii);
- metoda de cromatografie necesită vase mici, care prezintă avantajul că saturarea cu vaporii soluției de migrare este ușoară;
- fiindcă timpul de migrare este scurt, oscilările temperaturii nu influențează valorile Rf.

Despre aplicarea metodei — cromatografia în strat subțire — au apărut în literatura de specialitate mai multe publicații, dintre care monografia lui E. Stahl (1) este cea mai cuprinzătoare.

Pe baza datelor din literatura de specialitate colectivul nostru a studiat controlul calitativ al medicamentelor magistrale cu conținut de antipiretice și analgetice, substanțe care se folosesc des în munca zilnică a farmacistului (4, 5, 6, 7, 8); în literatura de specialitate am găsit și publicații recapitulative referitoare la identificarea medicamentelor magistrale prin metoda de cromatografie în strat subțire, ca de exemplu lucrările lui M. Sarsunova-V. Schwartz, I. Zarnac-S. Pfeifer (2, 3).

Între obiectivele experiențelor noastre a figurat alegerea unei metode care prin aplicabilitatea ei să se poată utiliza în farmacie, la masă de analiză. În acest scop am reușit să micșorăm dimensiunea obișnuită a cromatogramelor în strat subțire, la dimensiunea lamei de microscop. Avantajul acestei dimensiuni constă în faptul că stratul de adsorbție s-a uniformizat, iar timpul migrării s-a scurtat. Pe de altă parte am reușit să preparăm straturi corespunzătoare din materii prime indigene, ușor procurabile.

În cadrul cercetărilor preliminare am ajuns la concluzia că una dintre materiile cele mai adecvate pentru prepararea straturilor subțiri este suspensia alcoolică de silicogel (10 g silicogel cernut prin sită cu lățimea ochiurilor de 0,125 mm + 40 g alcool concentrat, care servesc pentru prepararea a aprox. 28 de iame).

Prepararea straturilor subțiri s-a făcut prin metoda de vărsare. În scopul activării stratului subțire, lamelele s-au pus după evaporarea alcoolului într-o etuvă la temperatura de 110—120° C, timp de 10 minute.

Pe straturile subțiri astfel pregătite am cercetat separarea următoarelor substanțe prescrise în diferite formule magistrale cu trei componente: fenacetină, fenazonă, aminofenazonă, noraminofenazonă, fenilbutazonă, salicilamidă. În afara rețetelor magistrale examinarea derivaților pirazolonici ai injecției Antidoren a format un alt obiect al cercetărilor noastre.

#### Descrierea metodei

S-au luat cca. 3—5 ctg din amestecul de analizat, s-a dizolvat în 2 ml solvent format dintr-un amestec de alcool metilic, cloroform (1:1) din care s-a aplicat pe strat subțire o picătură (care conținea 50—100 micrograme).

Soluția de migrare a fost preparată din acetat de butil, cloroform și acid formic 85% (6:4:2).

Migrarea cromatogramelor s-a executat într-o cutie de port-vată cu o capacitate de 1000 ml.

Pentru dezvoltarea spoturilor am aplicat următorii reactivi propuși de noi: clorură de fier (III) 5%, dizolvată în acetone și soluție alcoolică de o-fenantrolină 1% (9).

După dezvoltarea spoturilor, componenții au apărut în culoarea roșie, respectiv violetă-albăstruie pe fond galben. Spoturile se separă bine și cromatogramele astfel obținute corespund pentru calcularea Rf-ului.

Spoturile sînt stabile, distingîndu-se bine limitele de separare și după 15 zile.

Identificarea spoturilor s-a verificat cu ajutorul cromatogramei de control a fiecărui component.

Rezultatele noastre le ilustrăm prin figurile nr. 1, 2 și 3.

*Sosit la redacție: 10 iunie 1966.*

### Bibliografie

1. STAHL E.: Dünnschicht-cromatografie. Springer-Verlag. Berlin (1962);
2. SARSUNOVA M., SCHWARTZ V.: Die Pharmazie (1963), 207, 3;
3. ZARNACK I., PFEIFER S.: Die Pharmazie (1964), 216, 3;
4. BAUMLER I., RIPPSTEIN S.: Pharmac. Acta Helvetiae (1961), 382, 36;
5. HERMANEK S., SCHWARTZ V., CEKAN Z.: Die Pharmazie (1961), 366, 16;
6. LÜDY-TENGER F.: Pharmac. Acta Helvetiae (1962), 37, 770;
7. POETHKE W., KINZE W.: Pharmaz. Z. Halle Deutschland (1962), 685, 101;
8. HÁZNAGY A., SZENDRÓ K., TÓTH L.: Gyógyszerészet (1965), 126, 4;
9. FÜLÖP L., FORMANEK GY., VERÉPH I.: Orvosi Szemle (1966), 3.