

ПРОГРАММА ОРГАНИЗАЦИИ ОБЪЕДИНЕННЫХ НАЦИЙ  
ПО МЕЖДУНАРОДНОМУ КОНТРОЛЮ НАД НАРКОТИКАМИ

Вена

РЕКОМЕНДУЕМЫЕ  
МЕТОДЫ  
АНАЛИЗА  
БАРБИТУРАТНЫХ  
ПРОИЗВОДНЫХ,  
НАХОДЯЩИХСЯ  
ПОД  
МЕЖДУНАРОДНЫМ  
КОНТРОЛЕМ

РУКОВОДСТВО  
ДЛЯ НАЦИОНАЛЬНЫХ ЛАБОРАТОРИЙ  
ЭКСПЕРТИЗЫ НАРКОТИКОВ



ОРГАНИЗАЦИЯ ОБЪЕДИНЕННЫХ НАЦИЙ  
Нью-Йорк, 2000 год

ST/NAR/18

## СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
ВВЕДЕНИЕ .....	1
I. ОПИСАНИЕ ЧИСТЫХ СОЕДИНЕНИЙ .....	4
II. ИЗГОТОВЛЕНИЕ, ФИЗИЧЕСКИЕ И ХИМИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ БАРБИТУРАТНЫХ ПРОИЗВОДНЫХ, НАХОДЯЩИХСЯ ПОД МЕЖДУНАРОДНЫМ КОНТРОЛЕМ.....	10
III. АНАЛИЗ МАТЕРИАЛОВ, СОДЕРЖАЩИХ БАРБИТУРАТНЫЕ ПРОИЗВОДНЫЕ .....	11
A. Отбор проб.....	11
1. Порошки .....	11
a) Отбор проб объектов, состоящих из одной упаковки.....	11
b) Отбор проб объектов, состоящих из нескольких упаковок.....	12
2. Таблетки и капсулы – промышленные, или законные, препараты ..	13
a) Один контейнер.....	13
b) Несколько контейнеров.....	13
3. Остатки из шприцев.....	13
B. Методы экстракции .....	14
1. Для качественного анализа.....	14
2. Для количественного анализа .....	14
C. Презумптивные анализы .....	15
1. Указания по идентификации таблеток и капсул.....	15
2. Цветовые реакции .....	15
3. Определение соли .....	16
D. Тонкослойная хроматография .....	17
E. Газожидкостная хроматография .....	19
1. Метод насадочной колонны .....	19
2. Метод капиллярной колонны.....	20

	Стр.
F. Высокоэффективная жидкостная хроматография .....	22
1. Обратная фаза.....	22
G. Спектроскопические методы.....	24
1. Ультрафиолетовая спектроскопия.....	24
2. Масс-спектроскопия .....	24
3. Спектроскопия ядерного магнитного резонанса.....	25
4. Инфракрасная спектроскопия .....	25

## ВВЕДЕНИЕ

### История вопроса

За последние несколько лет произошло значительное увеличение числа контролируемых веществ, находящихся под международным контролем. Вместе с тем в ряде регионов наблюдается тревожное беспрецедентное увеличение количества изъятых наркотиков, находящихся под контролем. Эта новая ситуация, характеризующаяся увеличением как количества случаев изъятий, так и объема конфискованных материалов, представляет проблему не только для национальных правоохранительных органов, но и для технического и научного персонала лабораторий судебной экспертизы.

Химики-аналитики должны работать с большим числом веществ и препаратов и использовать более быстрые, точные и специфические методы идентификации и анализа. Кроме того, международный характер торговли наркотиками требует быстрого обмена данными анализов между лабораториями и правоохранительными органами как на национальном, так и на международном уровнях.

На своей десятой специальной сессии в феврале 1988 года Комиссия по наркотическим средствам рассмотрела программу научно-технической помощи, осуществляемую Отделом по наркотическим средствам, обратив особое внимание на разработку методологии лабораторных исследований. Было с удовлетворением отмечено, что энергично выполняются согласование методов лабораторных исследований и программа внедрения рекомендуемых методов анализа в национальных лабораториях судебной экспертизы и что такие методы уже разработаны для героина, кокаина, продуктов каннабиса, опия/неочищенного морфина, амфетамина/метамфетамина, замещенных по циклу производных амфетамина, метаквалона/меклоквалона, ЛСД и производных бензодиазепина.

Подчеркнув важность организуемых Отделом по наркотическим средствам совещаний групп экспертов по различным научным и техническим аспектам контроля над наркотиками и большое практическое значение для национальных правоохранительных органов и лабораторий технических руководств, разрабатываемых по результатам совещаний экспертов, Комиссия на своей очередной 33-й сессии настоятельно рекомендовала, чтобы такие совещания и публикации руководств для лабораторий продолжали проводиться на регулярной основе. Она предложила разработать руководство по анализу барбитуратных производных.

### Назначение руководства

В соответствии с рекомендацией Комиссии по наркотическим средствам Отдел по наркотическим средствам при сотрудничестве и финансовом содействии со стороны правительства Федеративной Республики Германии через Фонд Организации Объединенных Наций по борьбе со злоупотреблением наркотическими средствами (ЮНФДАК) собрал в июне 1989 года в Висбадене, Федеративная Республика Германия, группу из пятнадцати экспертов. Настоящее руководство, подготовленное Отделом по наркотическим средствам Организации Объединенных Наций, отражает заключения группы экспертов и разработано с целью оказания практической помощи национальным органам путем изложения рекомендуемых методов для использования в лабораториях судебной экспертизы для идентификации и анализа барбитуратных производных, находящихся под международным контролем. Настоящее издание также может служить практическим руководством для национальных органов при оценке имеющихся методов, используемых в их государственных и университетских лабораториях.

Настоящее руководство является одним из серии аналогичных публикаций, посвященных идентификации и анализу различных групп наркотических средств, находящихся под международным контролем; ранее вышли руководства по анализу героина (ST/NAR/6), кокаина (ST/NAR/7), каннабиса (ST/NAR/8), амфетамина/метамфетамина (ST/NAR/9), опия/неочищенного морфина (ST/NAR/11), замещенных по циклу производных амфетамина (ST/NAR/12), метаквалона/меклоквалона (ST/NAR/15), производных бензодиазепина (ST/NAR/16) и ЛСД (ST/NAR/17). Готовится руководство по галлюциногенным растительным продуктам.

В этих руководствах излагаются подходы, которые могут помочь судебному химику-аналитику выбрать метод, подходящий для исследуемой им пробы. Затем химик-аналитик может выбрать любой из методов, описанных в руководстве, поскольку, как полагается, каждый метод обеспечивает надежную аналитическую информацию по образцам, к которым он был применен. Каждый метод применялся в течение нескольких лет в пользуемых признанием лабораториях судебной экспертизы и описан в научной литературе. При отборе этих методов группа экспертов знала, что в мире есть много других полезных и приемлемых методов проведения анализов и обеспечения информации судебным химикам-аналитикам и что в научной литературе по судебной экспертизе описан целый ряд других приемлемых вариантов.

### Применение руководства

Лишь немногие методы являются безупречными, и прежде всего это можно сказать в отношении анализа наркотических средств в лабораториях судебной экспертизы, когда исследуемые материалы с большой вероятностью сильно различаются как по физической форме, так и по химическому составу. Выбор методологии и подхода к проведению анализа остается за химиком-аналитиком, работающим в условиях своей страны. Химик-аналитик непосредственно видит подозрительный материал и лучше всего может выбрать правильный подход к решению стоящей перед ним задачи. Кроме того, выбор методов будет неизбежно зависеть от наличия эталонных материалов и оборудования.

Не все перечисленные здесь методы нужно применять ко всем пробам, предположительно содержащим барбитуратные производные. Требования могут меняться, например в зависимости от местных тенденций в характеристиках проб, типа имеющейся аппаратуры и стандартов для доказательств, принятых в системе судебного преследования, с которыми имеет дело химик-аналитик. Более сложные методы необходимы только для некоторых случаев экспертизы, таких как сравнение проб или установление источников поступления.

Для установления идентичности любого контролируемого наркотического средства предполагается, что критериями должны являться, по крайней мере, два независимых аналитических параметра. Выбор этих параметров в каждом конкретном случае будет зависеть от вида наркотического средства и имеющихся у химика-аналитика лабораторных ресурсов. Например, две некоррелирующие системы ТСХ (тонкослойной хроматографии) считаются двумя параметрами. В таком контексте понятие "некоррелирующие системы ТСХ" означает, что либо используемые растворители, либо покрытия пластинок являются абсолютно различными. По мере возможности следует использовать три совершенно различные аналитические методики, например цветовую реакцию, хроматографию [ТСХ, ГЖХ (газожидкостную хроматографию) или ВЭЖХ (высокоэффективную жидкостную хроматографию)] и спектроскопию [ИК (инфракрасную) или УФ (ультрафиолетовую)]. Выбор используемых параметров остается за химиком-аналитиком.

Также обращено внимание на особую важность наличия учебной литературы по наркотикам, являющимся предметом злоупотребления, и методам анализа. Кроме того, химик-аналитик должен быть в курсе последних тенденций развития методов анализа, постоянно следить за современной аналитической и научной литературой по судебной экспертизе. В связи с этим обращается внимание на Многоязычный словарь по наркотическим средствам и психотропным веществам, находящимся под международным контролем (ST/NAR/1), и на Руководство по требованиям, предъявляемым к квалификации персонала и основному оборудованию лабораторий экспертизы наркотиков (ST/NAR/2); оба издания опубликованы Отделом по наркотическим средствам. В последнем издании приведены список литературы и подборка известных в этой области журналов. Для ознакомления с общим описанием методов анализа, включенных в настоящее руководство, химик-аналитик должен обращаться к этим и предыдущим руководствам данной серии.

Не менее важным вопросом является быстрое распространение новейшей информации об изменениях в наркотических средствах, находящихся в незаконном обороте. Зачастую такая информация необходима еще до ее публикации в специализированных периодических изданиях, посвященных судебному и иному химическому анализу, поскольку такие публикации становятся доступными для судебных органов примерно через два-три года после того, как об этих изменениях становится известно. Невозможно переоценить значение часто публикуемых национальных докладов с последней информацией о таких изменениях в наркотических средствах, а также о предпринятых действиях и результатах анализов, полученных в отдельных лабораториях.

Отдел по наркотическим средствам приветствует замечания по содержанию и практической полезности настоящего руководства. Комментарии и предложения направлять по адресу:

United Nations International Drug Control Programme  
Division for Operations and Analysis  
Scientific Section  
Vienna International Centre  
P.O. Box 500  
A-1400 Vienna, Austria

## I. ОПИСАНИЕ ЧИСТЫХ СОЕДИНЕНИЙ

### АЛЛОБАРБИТАЛ

5,5-диаллилбарбитуровая кислота

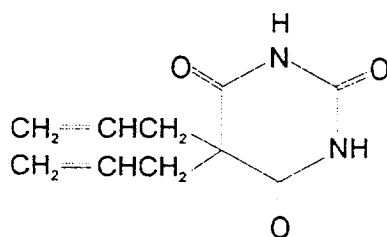
5,5-ди-2-пропенил-2,4,6(1H, 3H, 5H)-пиримидинтрион

аллобарбитон

Включено в списки Конвенции о психотропных веществах 1971 года

Аллобарбитал

Список IV



$C_{10}H_{12}N_2O_3$

Молекулярная масса = 208,2

Температура плавления = 171–173°C

### АМОБАРБИТАЛ

5-этил-5-изопентилбарбитуровая кислота

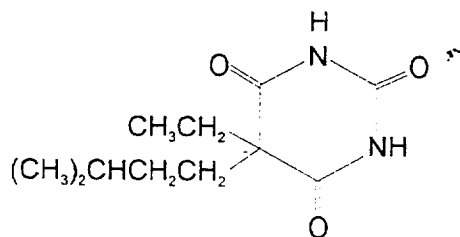
5-этил-5-(3-метилбутил)-2,4,6(1H, 3H, 5H)-пиримидинтрион

амилобарбитон

Включено в списки Конвенции о психотропных веществах 1971 года

Амобарбитал

Список III



$C_{11}H_{18}N_2O_3$

Молекулярная масса = 226,3

Температура плавления = 155–161°C

### АМОБАРБИТАЛ-НАТРИЙ

$C_{11}H_{17}N_2NaO_3$

Молекулярная масса = 248,3

Температура плавления = около 156°C



БАРБИТАЛ

5,5-диэтилбарбитуровая кислота

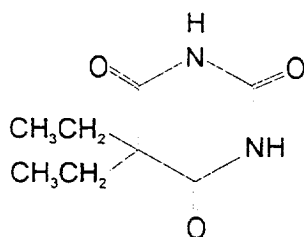
5,5-диэтил-2,4,6(1H, 3H, 5H)-пиримидинтрион

барбитон

Включено в списки Конвенции о психотропных веществах 1971 года

Барбитал

Список IV



$C_8H_{12}N_2O_3$

Молекулярная масса = 184,2

Температура плавления = 188–192°C

БАРБИТАЛ-НАТРИЙ

$C_8H_{11}N_2NaO_3$

Молекулярная масса = 206,2

Температура плавления = около 190°C

БУТАЛБИТАЛ

5-аллил-5-изобутилбарбитуровая кислота

5-(2-метилпропил)-5-(2-пропенил)-2,4,6(1H, 3H, 5H)-пиримидинтрион

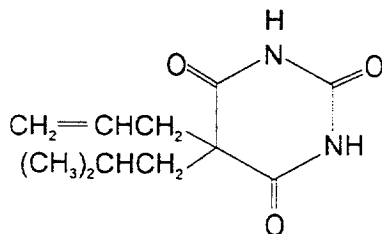
аллилбарбитуровая кислота

аллилбарбитал

Включено в списки Конвенции о психотропных веществах 1971 года

Буталбитал

Список III



$C_{11}H_{16}N_2O_3$

Молекулярная масса = 224,3

Температура плавления = 138–141°C

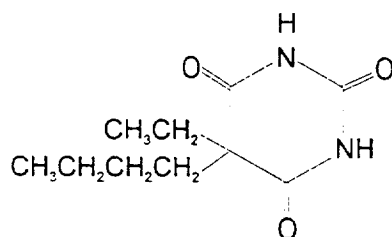
БУТОБАРБИТАЛ

5-бутил-5-этилбарбитуровая кислота  
5-бутил-5-этил-2,4,6(1*H*, 3*H*, 5*H*)-пиримидинтрион  
бутетал  
бутобарбитон

Включено в списки Конвенции о психотропных веществах 1971 года

Бутобарбитал

Список IV



$C_{10}H_{16}N_2O_3$

Молекулярная масса = 212,2

Температура плавления = 122–127°C

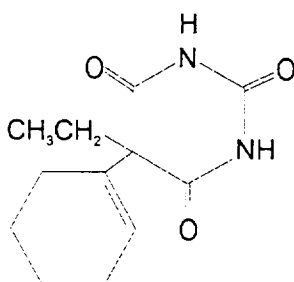
ЦИКЛОБАРБИТАЛ

5-(1-циклогексен-1-ил)-5-этилбарбитуровая кислота  
5-(1-циклогексен-1-ил)-5-этил-2,4,6(1*H*, 3*H*, 5*H*)-пиримидинтрион  
циклобарбитон

Включено в списки Конвенции о психотропных веществах 1971 года

Циклобарбитал

Список III



$C_{12}H_{16}N_2O_3$

Молекулярная масса = 236,3

Температура плавления = 171–175°C

ЦИКЛОБАРБИТАЛ-КАЛЬЦИЙ

$C_{24}H_{30}CaN_4O_6$

Молекулярная масса = 510,6

Температура плавления = более 300°C

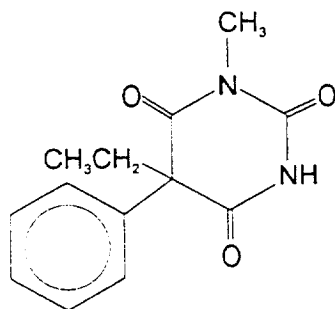
МЕТИЛФЕНОБАРБИТАЛ

5-этил-1-метил-5-фенилбарбитуровая кислота  
5-этил-1-метил-5-фенил-2,4,6(1*H*, 3*H*, 5*H*)-пиримидинтрион  
мепобарбитал  
метилфенобарбитон

Включено в списки Конвенции о психотропных веществах 1971 года

Метилфенобарбитал

Список IV



$C_{13}H_{14}N_2O_3$

Молекулярная масса = 246,3

Температура плавления = 176–181°C

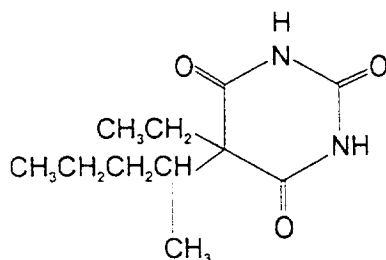
ПЕНТОБАРБИТАЛ

5-этил-5-(1-метилбутил)барбитуровая кислота  
5-этил-5-(1-метилбутил)-2,4,6(1*H*, 3*H*, 5*H*)-пиримидинтрион  
пентобарбитон

Включено в списки Конвенции о психотропных веществах 1971 года

Пентобарбитал

Список III



$C_{11}H_{18}N_2O_3$

Молекулярная масса = 226,3

Температура плавления = 127–133°C

ПЕНТОБАРБИТАЛ-НАТРИЙ

$C_{11}H_{17}N_2NaO_3$

Молекулярная масса = 248,3

Температура плавления = 127°C  
(с разложением)

ФЕНОБАРБИТАЛ

5-этил-5-фенилбарбитуровая кислота

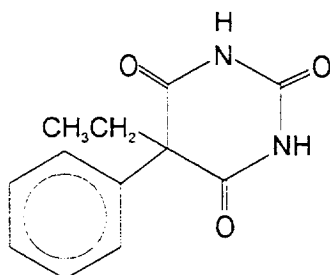
5-этил-5-фенил-2,4,6(1H, 3H, 5H)-пиримидинтрион

фенобарбитон

Включено в списки Конвенции о психотропных веществах 1971 года

Фенобарбитал

Список IV



$C_{12}H_{12}N_2O_3$

Молекулярная масса = 232,2

Температура плавления = 174–178°C

ФЕНОБАРБИТАЛ-НАТРИЙ

$C_{12}H_{11}N_2NaO_3$

Молекулярная масса = 254,2

Температура плавления = около 175°C

СЕКБУТАБАРБИТАЛ

5-sec-бутил-5-этилбарбитуровая кислота

5-этил-5-(1-метилпропил)-2,4,6(1H, 3H, 5H)-пиримидинтрион

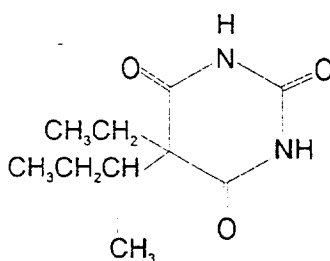
секбутобарбитон

бутабарбитал

Включено в списки Конвенции о психотропных веществах 1971 года

Секбутабарбитал

Список IV



$C_{10}H_{16}N_2O_3$

Молекулярная масса = 212,2

Температура плавления = 165–168°C

СЕКБУТАБАРБИТАЛ-НАТРИЙ

$C_{10}H_{15}N_2NaO_3$

Молекулярная масса = 234,2

СЕКОБАРБИТАЛ

5-аллил-5-(1-метилбутил)барбитуровая кислота

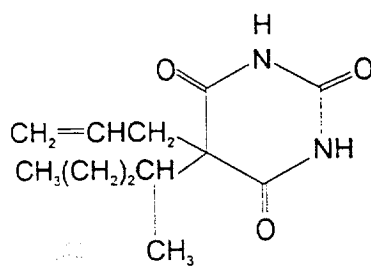
5-(1-метилбутил)-5-(2-пропенил)-2,4,6(1H, 3H, 5H)-пиримидинтрион

хиалбарбитон

Включено в списки Конвенции о психотропных веществах 1971 года

Секобарбитал

Список II



$C_{12}H_{18}N_2O_3$

Молекулярная масса = 238,3

Температура плавления = 100°C

СЕКОБАРБИТАЛ-НАТРИЙ

$C_{12}H_{17}N_2NaO_3$

Молекулярная масса = 260,3

ВИНИЛБИТАЛ

5-(1-метилбутил)-5-винилбарбитуровая кислота

5-этинил-5-(1-метилбутил)-2,4,6(1H, 3H, 5H)-пиримидинтрион

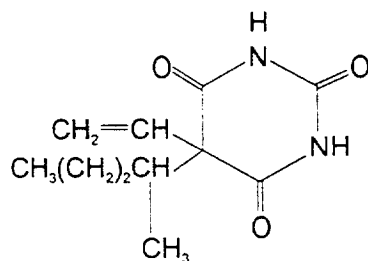
бутилвинал

винилбитон

Включено в списки Конвенции о психотропных веществах 1971 года

Винилбитал

Список IV



$C_{11}H_{16}N_2O_3$

Молекулярная масса = 224,3

Температура плавления = 90–92°C

## II. ИЗГОТОВЛЕНИЕ, ФИЗИЧЕСКИЕ И ХИМИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ БАРБИТУРАТНЫХ ПРОИЗВОДНЫХ, НАХОДЯЩИХСЯ ПОД МЕЖДУНАРОДНЫМ КОНТРОЛЕМ

Барбитураты, используемые в лечебных целях в качестве седативных, гипнотических, анестезирующих и противосудорожных средств, представляют собой класс наркотических средств – производных барбитуровой кислоты, синтезированного продукта конденсации малоновой кислоты и мочевины. В основном они различаются по типам заместителей в положении 5, а некоторые содержат *N*-метильную группу в положении *N*-1. Их обычно подразделяют в соответствии с длительностью клинического эффекта на соединения "длительного", "промежуточного", "кратковременного" и "сверхкратковременного" действия.

По имеющимся сообщениям, синтезировано более 2500 барбитуратов; более 50 из них в настоящее время продаются во всем мире для лечебного применения. Под международным контролем в рамках Конвенции о психотропных веществах 1971 года находятся следующие двенадцать из них:

секобарбитал в Списке II; амобарбитал, буталбитал, циклобарбитал и пентобарбитал в Списке III; аллобарбитал, барбитал, бутобарбитал, метилфенобарбитал, фенобарбитал, секбутабарбитал и винилбитал в Списке IV.

Употребление барбитуратов в качестве наркотических средств широко распространено, и вследствие международного характера незаконной торговли любая лаборатория судебной экспертизы может столкнуться с самыми различными соединениями этого типа. Однако практически все барбитураты, находящиеся в незаконном обороте, поступают путем утечки из законных источников и нет данных об их подпольном изготовлении.

Двенадцать контролируемых барбитуратных производных появляются в основном в виде капсул и таблеток; однако иногда они продаются в виде других фармацевтических форм, таких как эликсиры, растворы для инъекций и стерильные порошки для инъекций. Пентобарбитал-натрий в некоторых странах встречается в виде ректальных суппозиториях, а барбитал-натрий обычно продается в порошкообразной форме, предназначенной для использования в качестве буферного реагента. Барбитураты часто встречаются в виде смесей с другими барбитуратами (амобарбитал/секобарбитал), с другими лекарственными препаратами (кофеином, аспирином, эфедрином, теофиллином, кодеином) и другими инертными фармацевтическими наполнителями. Это делает выделение и идентификацию конкретного барбитурата довольно сложной аналитической задачей.

Химики-аналитики должны знать, какие именно барбитураты обычно встречаются в их местности, а также знать характеристики и методологии их идентификации и анализа. За информацией для предварительного скрининга следует обращаться к национальным справочникам по фармакопее и руководствам по идентификации таблеток и капсул лекарственных препаратов. Многоязычный словарь по наркотическим средствам и психотропным веществам, находящимся под международным контролем (ST/NAR/1), опубликованный Отделом по наркотическим средствам Организации Объединенных Наций, содержит список многих торговых наименований для шести из этих барбитуратных производных. Планируемое в будущем издание этого словаря будет включать данные по всем контролируемым барбитуратам.

В виде свободной кислоты барбитураты растворимы в большинстве органических растворителей, таких как эфир, этилацетат, хлороформ и метанол, но нерастворимы в воде. Амобарбитал, пентобарбитал, фенобарбитал, секбутабарбитал и секобарбитал также встречаются в виде натриевых солей, а циклобарбитал – в виде кальциевой соли. Эти соли обычно нерастворимы в эфире, этилацетате и хлороформе, но растворимы в метаноле и воде.

## **III. АНАЛИЗ МАТЕРИАЛОВ, СОДЕРЖАЩИХ БАРБИТУРАТНЫЕ ПРОИЗВОДНЫЕ**

### **A. ОТБОР ПРОБ**

Главная задача процедуры отбора проб – обеспечить осуществление правильного и достоверного химического анализа. Поскольку большинство методов – качественных и количественных, – используемых в судебных научных лабораториях для изучения наркотиков, требует весьма небольших аликвот материала, чрезвычайно важно, чтобы эти небольшие аликвоты являлись полностью репрезентативными для большого количества материала, из которого они отбираются. Отбор проб следует проводить в соответствии с принципами аналитической химии, как это описано, в частности, в национальных справочниках по фармакопее или в материалах таких организаций, как Ассоциация официальных химиков-аналитиков.

Могут возникнуть ситуации, когда по юридическим соображениям нельзя выполнить обычные правила отбора проб и гомогенизации, например если химик-аналитик хочет сохранить некоторую часть вещественного доказательства в качестве визуального доказательства. С другой стороны, может оказаться необходимым провести отдельные анализы двух образцов порошка, а не комбинировать порошки перед проведением одного анализа смеси, поскольку каждый из них был по отдельности получен проводившим изъятие сотрудником, а правовая система, в рамках которой работает химик-аналитик, требует получения отдельных результатов для каждого вещественного доказательства, представляемого в суде.

С целью экономии ресурсов и времени судебный химик-аналитик по мере возможности должен выбирать утвержденную систему отбора проб и тем самым сокращать число количественных определений, необходимых для получения статистически значимых результатов. Для облегчения такого подхода судебному химику-аналитику может понадобиться обсуждение конкретной ситуации как с проводившим изъятие сотрудником, так и с персоналом, ответственным за юридические вопросы, с которым он работает.

Вещественные доказательства для барбитуратных производных встречаются преимущественно в виде капсул и таблеток, что является результатом их утечки с законного рынка. В некоторых странах большая часть порошкообразного наркотика может поступать из мест, где он применяется законным образом.

### **1. ПОРОШКИ**

#### **а) Отбор проб объектов, состоящих из одной упаковки**

Наиболее простой случай отбора проб – когда предоставленный объект состоит из одной упаковки материала. Материал следует извлечь из упаковки или обертки, поместить в чистый прозрачный пластиковый пакет и записать массу нетто. Перед проведением последовательных химических анализов материал следует тщательно гомогенизировать, хотя на этой стадии можно провести презумптивные анализы, если предполагается, что процесс отбора проб или гомогенизации окажется продолжительным, и если все еще имеются определенные сомнения относительно идентичности материала. Простейший способ гомогенизации порошка заключается в его тщательном встряхивании в чистом пластиковом пакете, в который он был помещен. Если порошок содержит агрегаты, их можно разрушить, просеивая через несколько все более мелких сит, или растирая пестиком в ступке, или размалывая с помощью специально приспособленного миксера либо кухонного комбайна.

В качестве альтернативного метода можно использовать метод кольца и конуса и квартования, который состоит в следующем: пробу перемешивают путем встряхивания или размешивания. Крупные фрагменты при необходимости измельчают; затем материал высыпает на плоскую поверхность, так чтобы образовался конус. "Конус" расплющивают, и затем материал делят под прямыми углами на четыре равные части – четверти. В качестве пробы берут противоположные четверти; оставшуюся часть материала возвращают в емкость, из которой его отбирали. Если для уменьшения объема пробы требуется еще раз применить метод кольца и конуса и квартования, то дополнительно уменьшают размер частиц, тщательно перемешивают материал, высыпает на плоскую поверхность и делят, как это указано выше.

#### **б) Отбор проб объектов, состоящих из нескольких упаковок**

Химик-аналитик должен визуально изучить содержимое всех упаковок и, возможно, провести простую цветовую реакцию или ТСХ для установления следующего:

- 1) все ли упаковки содержат подозрительный материал; и/или
- 2) содержит ли одна или несколько упаковок материал, отличающийся от материала, содержащегося в большинстве упаковок. Простейшим индикатором являются физические характеристики порошка. Если содержимое одной или нескольких упаковок существенно различается, их следует выделить и провести отдельный анализ.

Составление пробы для объектов, состоящих из нескольких упаковок, выполняется следующим образом:

- a) если имеется менее 10 упаковок – пробы следует взять из всех упаковок;
- b) если имеется 10–100 упаковок – сделать случайную выборку 10 упаковок;
- c) если имеется более 100 упаковок – сделать случайную выборку количества упаковок, равного квадратному корню из общего числа упаковок, округленному до следующего целого числа.

Если обнаружено, что все порошки одинаковы, то содержимое ряда упаковок можно объединить; затем весь скомбинированный материал можно гомогенизировать, например в специально приспособленном для этого кухонном комбайне. В качестве альтернативы к материалу можно применить метод кольца и конуса и квартования.

Если в разных упаковках обнаружены различные виды материала, то отбор проб для каждой подгруппы следует выполнить так же, как это описано выше.

Для количественных методов погрешность выборочного обследования уменьшается, если большие аликвоты материала подвергают последовательному разбавлению растворителем. Такой подход можно использовать при значительном общем размере пробы. Однако если для первого растворения используют большое количество материала, то для предотвращения погрешности, обусловленной наличием нерастворимых материалов, может оказаться необходимым добавлять растворитель с помощью пипетки.



## **2. ТАБЛЕТКИ И КАПСУЛЫ – ПРОМЫШЛЕННЫЕ, ИЛИ ЗАКОННЫЕ, ПРЕПАРАТЫ**

Предварительное установление промышленного происхождения является субъективным. Явными примерами продуктов промышленного происхождения будут дозировочные единицы, описание которых полностью соответствует описаниям, приведенным в национальных справочниках по фармацевтическим препаратам. Промышленные препараты обычно проходят контроль качества у производителя; поэтому скрининг большого числа единиц из каждой упаковки даст мало полезной информации. Количество ингредиента, определенное для одной таблетки или капсулы, будет статистически значимым для всей партии.

### **а) Один контейнер**

1. 1–50 дозировочных единиц: сделать случайную выборку  $1/2$  от общего количества единиц, но не более 20. Определить среднюю массу, измельчить в порошок, так чтобы он проходил через сито 20 меш, и тщательно перемешать.
2. 51–100 дозировочных единиц: сделать случайную выборку 20 единиц; действовать, как описано выше.
3. 101–1000 дозировочных единиц: сделать случайную выборку 30 единиц; действовать, как описано выше.
4. Более 1000 дозировочных единиц: сделать случайную выборку количества единиц, равного квадратному корню из общего имеющегося числа единиц, округленному до следующего целого числа; действовать, как описано выше.

### **б) Несколько контейнеров**

Распределить контейнеры по номерам партий и каждую группу обработать так, как описано в разделе 1.б, выше. Представить результаты отдельно по каждой группе.

Для каждой группы вычислить квадратный корень из общего числа упаковок. Сделать случайную выборку количества упаковок, равного квадратному корню из имеющегося числа упаковок, округленному до следующего целого числа.

Для каждой выбранной упаковки сделать случайную выборку количества дозировочных единиц, равного квадратному корню из общего числа дозировочных единиц, деленному на квадратный корень из числа упаковок, округленному до следующего целого числа.

Приготовить смесь путем размолва, просеивания через сито 20 меш и тщательного перемешивания. Провести анализ смеси.

## **3. ОСТАТКИ ИЗ ШПРИЦЕВ**

Поскольку шприцы для подкожных вливаний, изъятые у отдельных лиц, обычно содержат остатки наркотического средства, позволяющие его идентифицировать, химик-аналитик должен переходить непосредственно к доказательным методам анализа, а не стараться выполнить презумптивные анализы.

Промыть шприц минимальным количеством метанола и выпарить его досуха в токе азота. Проводить выбранные анализы.

## **В. МЕТОДЫ ЭКСТРАКЦИИ**

Практически все барбитураты, встречающиеся в незаконном обороте, находятся в виде таблеток, капсул и сыпучего порошка, полученного из легальных источников. Они представляют собой свободную кислоту или натриевую либо кальциевую соль.

### **1. ДЛЯ КАЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА**

Как свободные кислоты, так и соли растворимы в метаноле, и именно этот растворитель выбирают для приготовления проб, предназначенных для проведения презумптивного или качественного анализа.

#### *МЕТОДИКА*

Растереть с небольшим количеством метанола такое количество измельченной в мелкий порошок таблетки, или содержимого капсулы, или порошкообразного наркотика, чтобы получился раствор, содержащий приблизительно от 1 до 20 мг барбитурата в 1 миллилитре. Этот экстракт можно использовать непосредственно или выпаренным досуха в токе азота после фильтрования.

### **2. ДЛЯ КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА**

#### **а) Капсулы или таблетки, содержащие барбитураты в виде свободной кислоты**

#### *МЕТОДИКА*

Объединить содержимое репрезентативного количества капсул или таблеток, определенного в процедуре отбора проб, описанной выше. Перенести точно отвешенное количество содержимого капсул или таблеток, равное полной массе одной или более таблеток или капсул, в мерную колбу подходящего объема и разбавить до необходимого объема этилацетатом. Экстракт можно использовать непосредственно или в виде отобранной, профильтрованной и выпаренной досуха аликвоты.

#### **б) Капсулы или таблетки, содержащие барбитураты в виде соли**

#### *МЕТОДИКА*

Растворить или суспендировать в делительной воронке в соответствующем объеме воды (10 мл) точно отвешенное количество репрезентативной пробы барбитурата, определенное в процедуре отбора проб, описанной выше. Для подкисления раствора добавить 3 н. раствор HCl. Экстрагировать несколькими порциями этилацетата объемом по 10 мл. Объединить этилацетатные экстракты и профильтровать их через стеклянную вату. Разбавить профильтрованный экстракт этилацетатом до определенного известного объема. Экстракт можно использовать непосредственно или в виде отобранной, профильтрованной и выпаренной досуха аликвоты.

## С. ПРЕЗУМПТИВНЫЕ АНАЛИЗЫ

### 1. УКАЗАНИЯ ПО ИДЕНТИФИКАЦИИ ТАБЛЕТОК И КАПСУЛ

В качестве первого теста для проведения презумптивной идентификации барбитуратных продуктов, обычно имеющихся в его стране, химик-аналитик должен свериться с национальными руководствами по идентификации.

Некоторые полезные руководства, такие как приведенные ниже, содержат иллюстрации легальных форм в виде капсул и таблеток, что поможет при идентификации.

#### Литература:

1. "Physicians' Desk Reference", 43rd edition, Medical Economics Company (Oradell, N.J.), 1988.
2. "Compendium of Pharmaceuticals and Specialties", 23rd edition, Canadian Pharmaceutical Association (Ottawa), 1988.
3. "Tablident, EBL Guide", 2 volumes, EBL Publications (Buckinghamshire, U.K.), 1988.
4. "ITAKA 88, Identifiering av Tabletter och Kapslar", Apoteksbolaget AB, (Stockholm), 1988.
5. "The Logo Index for Tablets and Capsules", 1st edition, U.S. Department of Justice, Drug Enforcement Agency (Washington), 1988.

### 2. ЦВЕТОВЫЕ РЕАКЦИИ

Необходимо подчеркнуть, что положительные результаты цветовых реакций являются только презумптивным указанием на возможное присутствие барбитуратного производного. Тем не менее предложенная ниже цветовая реакция является весьма полезной, поскольку все соединения класса барбитуратов реагируют сходным образом и очень немногие другие наркотические средства дают с аналитическими реагентами такую же окраску. Однако с помощью этой цветовой реакции нельзя получить информацию о том, какой конкретно барбитурат присутствует.

#### Тест Дилле-Копаньи

- Раствор K<sub>1</sub>: Растворить 0,1 г тетрагидрата ацетата кобальта в 100 мл абсолютного метилового спирта, затем добавить 0,2 мл ледяной уксусной кислоты.
- Раствор K<sub>2</sub>: Смешать 5 мл изопропиламина с 95 мл абсолютного метилового спирта.

#### Литература:

1. Методы экспресс-анализа наркотиков, являющихся предметом злоупотребления. Руководство для сотрудников национальных правоохранительных органов и лабораторий экспертизы наркотиков. ST/NAR/13, Организация Объединенных Наций (Нью-Йорк), 1988.

## *МЕТОДИКА*

Небольшое количество подозрительного материала поместить на пластинку с лункой. Добавить три капли раствора  $K_1$  и три капли раствора  $K_2$ . Пурпурная окраска указывает на возможное присутствие барбитуратов.

### **3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОЛИ**

Для проведения количественного определения необходимо знать, присутствует барбитурат в виде свободной кислоты или соли. Тест (а) в основном используется для сыпучего порошка. Поскольку инертные наполнители в таблетках и капсулах могут мешать определению, для этих препаратов более подходящим может оказаться тест (b).

#### **а) Растворимость**

Поместить небольшое количество подозрительного материала в две пробирки. В первую пробирку добавить несколько капель воды, а во вторую – несколько капель этилацетата. Выяснить, в каком растворителе материал растворяется. Свободные кислоты растворимы в органических растворителях, таких как этилацетат, но нерастворимы в воде. Соли барбитуратов хорошо растворимы в воде, но нерастворимы в этилацетате. Этилацетат можно заменить другими органическими растворителями, такими как эфир или хлороформ.

#### **б) Определение pH**

Поместить небольшое количество (около 10–20 мг) предполагаемого барбитурата в пробирку и добавить 1 мл воды. Определить уровень pH. Значение pH, большее 8,0, показывает, что барбитурат присутствует в виде натриевой или кальциевой соли.

## D. ТОНКОСЛОЙНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ

### ПЛАСТИНКИ

Активированный силикагель G на высушенных стеклянных пластинках; покрытие (толщина 0,25 мм) содержит флуоресцентную добавку, которая флуоресцирует при длине волны 254 нм.

### ПРОЯВЛЯЮЩИЕ РАСТВОРИТЕЛИ

СИСТЕМА А:	Этилацетат	85
	Метанол	10
	25% аммиак	5
СИСТЕМА В:	Хлороформ	80
	Ацетон	20

### Приготовление растворов, наносимых на пластинку для ТСХ

Проба: Прокстагировать материал, используя методику, описанную в главе III.В; приготовить раствор в метаноле, содержащий эквивалент приблизительно 5 мг/мл.

Растворы стандартов: Все они готовятся в метаноле при концентрации 5 мг/мл.

Наносить на пластинку от 1 до 2 мкл растворов пробы и стандарта.

### ПРИДАНИЕ ВИДИМОЙ ФОРМЫ

Перед приданием видимой формы пластинки необходимо высушить. Это можно сделать при температуре 120°C в течение 5 минут в печи или, что быстрее, с обдувом горячим воздухом.

### Методы придания видимой формы

1. УФ-излучение при длине волны 254 нм до и после обработки парами аммиака.
2. Реагент двухлористая ртуть–дифенилкарбазон (см. Примечание).

### Распыляемый реагент

- а) растворить 0,1 г дифенилкарбазона в 50 мл этанола;
- б) растворить 1 г двухлористой ртути в 50 мл этанола.  
Готовить раствор ежедневно; смешивать растворы (а) и (б) непосредственно перед распылением.

### Примечание

Двухлористая ртуть-дифенилкарбазон является наиболее чувствительным распыляемым реагентом из числа многих реагентов, испытанных для обнаружения барбитуратов. Однако применение солей ртути не может быть рекомендовано по природоохранным соображениям. Обнаружение методом 1 придания видимой формы является достаточным, но если все же требуется применение этого реагента, процедуру опрыскивания следует выполнять с особой осторожностью, предохраняясь от воздействия вредных паров ртути.

### МЕТОДИКА

Сначала изучить пластинку под коротковолновым УФ-излучением (254 нм). Обработать пластинку парами концентрированного раствора аммиака и опять изучить пластинку под УФ-излучением с той же длиной волны. При необходимости опрыскать реагентом двухлористая ртуть-дифенилкарбазон. Барбитураты дают сине-фиолетовые пятна на розовом фоне. Предел обнаружения составляет около 1-5 мкг.

### РЕЗУЛЬТАТЫ

Значения  $R_f \times 100$ :

СОЕДИНЕНИЕ	ПРОЯВЛЯЮЩАЯ СИСТЕМА	
	A	B
Аллобарбитал	31	50
Амобарбитал	40	52
Барбитал	33	41
Буталбитал	44	54
Бутобарбитал	39	50
Циклобарбитал	35	50
Метилфенобарбитал	41	70
Пентобарбитал	44	55
Фенобарбитал	29	47
Секбутабарбитал	44	50
Секобарбитал	42	55
Винилбитал	40	38

### Литература:

1. "Thin-layer Chromatographic  $R_f$  Values of Toxicologically Relevant Substances on Standardized Systems" DFG/TIAFT, VCH Verlagsgesellschaft, (Weinheim), 1987.
2. "Clarke's Isolation and Identification of Drugs." 2nd edition, The Pharmaceutical Press (London), 1986.

## Е. ГАЗОЖИДКОСТНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ

### 1. МЕТОД НАСАДОЧНОЙ КОЛОННЫ

#### а) Без образования производных

Использование метода насадочной колонны для анализа барбитуратов без образования производных не рекомендуется.

#### б) С образованием производных

Рабочие условия

Детектор	ПИД (пламенный ионизационный детектор).
Колонна	6 футов (или 2 м), внутренний диаметр от 2 до 4 мм, стеклянная.
Насадка	3% SE-30 на 80–100 меш, Хромосорб G HP.
Газ-носитель	Азот со скоростью потока 45–50 мл/мин.
Температура колонны	190–200°C.
Температура инжектора/детектора	220°C.
Внутренние стандарты	<i>n</i> -алканы.
Реагент, образующий производные	Раствор гидроксида триметиланилина в метаноле концентрации 0,2M (Meth Elute).

### МЕТОДИКА

#### Приготовление раствора внутреннего стандарта

Растворить подходящий *n*-алкан в этилацетате, так чтобы получить раствор концентрации 1 мг/мл.

#### Приготовление раствора стандарта

К точно отвешенному количеству стандарта барбитурата (свободной кислоты) добавить раствор внутреннего стандарта, так чтобы получить концентрацию барбитурата, равную 1 мг/мл.

#### Приготовление раствора пробы

К точно отвешенному количеству экстракта пробы, полученному в соответствии с указаниями, приведенными в разделе III.B, выше, добавить раствор внутреннего стандарта. Концентрации барбитурата и внутреннего стандарта должны быть примерно равными концентрации раствора стандарта (1 мг/мл).

Инжектировать в колонну 1 мкл раствора стандарта вместе с 1 мкл раствора реагента, образующего производные, используя методику получения производного в колонне. Затем перейти к такому же одновременному инжектированию растворов пробы и реагента, образующего производные, и рассчитать содержание барбитурата (в %) в пробе по общей формуле:

$$C_x\% = \frac{C_{r. \text{ std.}}}{C_{\text{sam.}}} \times \frac{A_x / A_{\text{int. std. in sam. chrom.}}}{A_{r. \text{ std.}} / A_{\text{int. std. in std. chrom.}}} \times 100,$$

где:

$C_x\%$  = содержание компонента x в пробе (в отношении масса/масса %);

$C_{r. \text{ std.}}$  = концентрация вещества x в эталонном растворе стандарта (в отношении масса/объем %);

$C_{\text{sam.}}$  = концентрация пробы (в отношении масса/объем %);

$A_x$  = пиковая область для вещества x, полученная во время хроматографирования пробы;

$A_{r. \text{ std.}}$  = пиковая область для стандарта, полученная во время хроматографирования стандарта;

$A_{\text{int. std. in sam. chrom.}}$  = пиковая область внутреннего стандарта, полученная во время хроматографирования пробы.

## 2. МЕТОД КАПИЛЛЯРНОЙ КОЛОННЫ

### а) Без образования производных

Рабочие условия

Детектор	ПИД (пламенный ионизационный детектор).
Колонна	Плавленный диоксид кремния, химически связанный и поперечно связанный метилсиликон или метилфенилсиликон, такой как OV-1, SE-30, SE-54 или эквивалентный.
Толщина пленки	0,52 мкм.
Длина	25 м, внутренний диаметр 0,35 мм.
Газ-носитель	Азот со скоростью 1 мл/мин.
Температура колонны	Изотермический режим при 200°C или программируемая от 200°C до 260°C со скоростью 4°C/мин.
Коэффициент разделения	20 : 1.
Температура инжектора/детектора	275°C.
Внутренний стандарт	n-алканы.



## МЕТОДИКА

Приготовить растворы внутреннего стандарта, стандарта наркотика и пробы с концентрацией 1 мг/мл, как описано выше. Инжектировать в газовый хроматограф последовательно 1 мкл пробы и растворов стандарта.

## РЕЗУЛЬТАТЫ

Соединение	Коэффициенты удерживания		
	С насадкой SE-30 с образованием производных	SE-30 капиллярная	SE-54 капиллярная
Аллобарбитал	1491	1575	1629
Амобарбитал	1600	1695	1751
Барбитал	1415	1465	1519
Буталбитал	1553	1642	1698
Бутобарбитал	1557	1642	1695
Циклобарбитал	1850	1946	2026
Метилфенобарбитал	1832	1875	1950
Пентобарбитал	1632	1719	1778
Фенобарбитал	1831	1934	2012
Секбутабарбитал	1564	1635	1692
Секобарбитал	1670	1770	1827
Винилбитал	1629	1712	1774

### Литература:

1. J. Chromatography 204 (1981), pp. 271-284.
2. J. Chromatography 192 (1980), pp. 363-374.

## Г. ВЫСОКОЭФФЕКТИВНАЯ ЖИДКОСТНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ

### 1. ОБРАТНАЯ ФАЗА

#### МЕТОД 1

Колонна	250 мм при внутреннем диаметре 4,6 мм.	
Материал насадки	Октадецилдиоксид кремния для ВЭЖХ, диаметр частиц 5 мкм (Сферисорб 5 ODS-2 или эквивалентный).	
Подвижная фаза	Ацетонитрил	30
	Вода	70
Скорость потока	0,9 мл/мин.	
Детектирование	УФ при 220 нм.	
Растворы пробы и стандарта	Растворить точно отвешенное количество стандарта в метаноле с получением раствора концентрации 1 мг/мл. Таким же образом растворить в метаноле точно отвешенное количество порошкообразной пробы, полученной с помощью одной из процедур экстракции, описанных в главе III.B, выше, получив раствор с приблизительной концентрацией барбитурата 1 мг/мл.	
Инжектируемый объем	1–5 мкл с помощью шприца или петлевого инжектора.	
Количественное определение	По пиковым областям методом внешнего стандарта.	

#### МЕТОД 2

Колонна	150 мм при внутреннем диаметре 4,6 мм.	
Материал насадки	Октадецилдиоксид кремния для ВЭЖХ, диаметр частиц 5 мкм (ODS-Гиперсил или эквивалентный).	
Подвижная фаза А	Буферный раствор – 0,1 М дигидрофосфат натрия	60
	Метанол	40
	С помощью фосфорной кислоты довести значение рН до 3,5.	
Подвижная фаза В	Буферный раствор – 0,1 М дигидрофосфат натрия	60
	Метанол	40
	С помощью раствора гидроксида натрия довести значение рН до 8,5.	
Скорость потока	2,0 мл/мин.	
Детектирование	УФ при 216 нм.	

Растворы пробы и стандарта	1 мг/мл в метаноле, полученные как описано выше.
Инжектируемый объем	1–5 мкл с помощью шприца или петлевого инжектора.
Количественное определение	По пиковым областям методом внешнего стандарта.

### РЕЗУЛЬТАТЫ

Коэффициенты емкости (значения  $k'$ ) являются следующими:

СОЕДИНЕНИЕ	МЕТОД 1		МЕТОД 2	
		Подвижная фаза А	Подвижная фаза В	
Аллобарбитал	1,35	2,46		1,33
Амобарбитал	4,86	10,91		7,05
Барбитал	0,60	1,11		0,63
Буталбитал	2,90	6,17		3,48
Бутобарбитал	2,56	5,43		3,42
Циклобарбитал	2,56	5,25		2,61
Метилфенобарбитал	5,72	7,27		3,84
Пентобарбитал	4,63	10,96		8,07
Фенобарбитал	1,94	3,09		1,23
Секбутабарбитал	2,24	4,89		3,32
Секобарбитал	6,81	16,28		11,47
Винилбитал	4,86	10,40		7,05

### Литература:

1. J. Chromatography 427 (1988), pp. 172-180 (modified).
2. J. Chromatography 204 (1981), pp. 275-284.

## Г. СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ

В некоторых странах требуется подтверждение идентичности с помощью спектроскопических методов.

### 1. УЛЬТРАФИОЛЕТОВАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ

Ультрафиолетовая спектроскопия (УФ-спектроскопия) используется для анализа барбитуратов вследствие ее простоты и доступности надежной и относительно недорогой аппаратуры. Однако, поскольку этот метод не обеспечивает специфичность и максимумы поглощения большинства барбитуратов расположены в коротковолновой области, УФ-спектроскопию не рекомендуется применять в целях идентификации. Если ее используют для количественного анализа, УФ-спектроскопию следует применять совместно с хроматографическими методами для обеспечения того, чтобы измерялось поглощение только анализируемого барбитурата.

#### *МЕТОДИКА*

Буферный раствор тетраборнокислого натрия (0.05 М): растворить 19,07 г тетраборнокислого натрия в количестве воды, достаточном для получения 1000 мл. Приготовить растворы, содержащие от 1 до 2,5 мг барбитурата в 100 мл буферного раствора тетраборнокислого натрия. Измерения следует проводить относительно соответствующего чистого растворителя. Количество барбитурата, присутствующего в пробе, рассчитывается путем сравнения с поглощением стандарта, обработанного таким же образом.

Максимумы поглощения барбитуратов приведены в следующей публикации.

#### Литература:

1. "Clarke's Isolation and Identification of Drugs". 2nd edition, The Pharmaceutical Press (London), 1986.

### 2. МАСС-СПЕКТРОСКОПИЯ

Вследствие сходства многих барбитуратов масс-спектроскопия не очень подходит для установления различий между ними. Если не образованы производные барбитуратов, получают очень слабые сигналы молекулярных ионов.

#### Литература:

1. Anal. Chem. 45 (3) 1973, pp. 574-576.
2. Microgram 6 (12) 1973, pp. 188-193.
3. Beitr. Gerichtl. Med. 37 1979, pp. 337-345.

### 3. СПЕКТРОСКОПИЯ ЯДЕРНОГО МАГНИТНОГО РЕЗОНАНСА (ЯМР)

ЯМР дает химику-аналитику возможность однозначно установить различие между конкретными барбитуратами даже в присутствии разбавителей и других примесей. Вследствие большой стоимости и требуемой высокой квалификации персонала ЯМР не рекомендуется использовать для рутинных анализов проб.

#### Литература:

1. T. Mills and J.C. Roberson. "Instrumental Data for Drug Analysis", 2nd edition, volumes 1-4, Elsevier (New York), 1987.
2. United Nations Scientific and Technical Notes, UNDND, SCITEC/7, November 1989.

### 4. ИНФРАКРАСНАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ

Теоретически каждое вещество обладает уникальным инфракрасным спектром, и этот метод должен обеспечить однозначную идентификацию любого барбитурата.

В случае порошков, которые по данным проведенного ранее хроматографического анализа являются достаточно чистыми, инфракрасный спектр для сопоставления со спектрами свободных барбитуровых кислот и солей, включенными в настоящее руководство, можно снимать непосредственно на таблетке из КВг. Однако в случае законных лечебных таблеток и капсул важно отделить сами барбитураты от инертных наполнителей и выделить их в чистом виде. В случае таблеток, капсул и порошков, предположительно являющихся смесями, для выделения барбитурата в виде свободной кислоты можно использовать процедуры экстракции, описанные в главе III.В, выше.

Дополнительное затруднение, возникающее при сопоставлении инфракрасных спектров, обусловлено тем, что некоторые барбитураты существуют в более чем одной кристаллической форме. Это явление, известное под названием полиморфизм, приводит к тому, что инфракрасные спектры, полученные для одной кристаллической формы, отличаются от спектров, полученных для другой.

Для преодоления этого затруднения химик-аналитик должен провести со стандартным барбитуратом те же операции, что и с пробой. Эта процедура должна превратить стандарт в ту же кристаллическую форму, что и пробу, и привести к получению хорошо сравнимых инфракрасных спектров.

#### *МЕТОДИКА*

Описание стандартной методики (методов галогенидной таблетки, галогенидной микротаблетки, размола в нуйоле и тонкой пленки) см. в предыдущих руководствах серии.

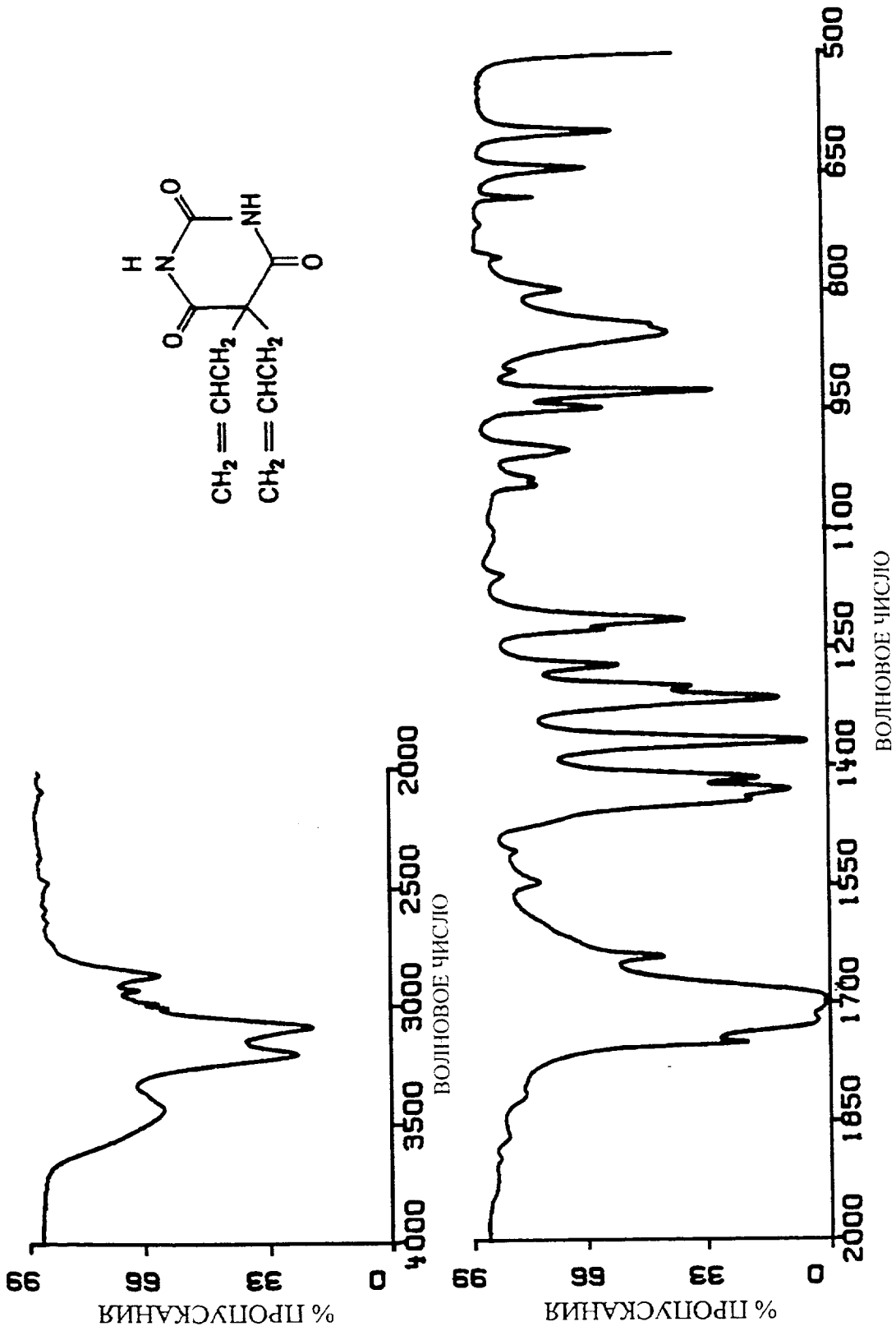
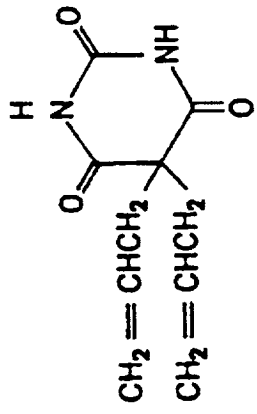
## *РЕЗУЛЬТАТЫ*

Приведенные ниже спектры эталонных стандартов барбитуратов сняты с разрешением  $2 \text{ см}^{-1}$  на приборе с преобразованием Фурье с использованием проб, приготовленных методом галогенидной таблетки. Другие подборки спектральных данных приведены в следующих работах.

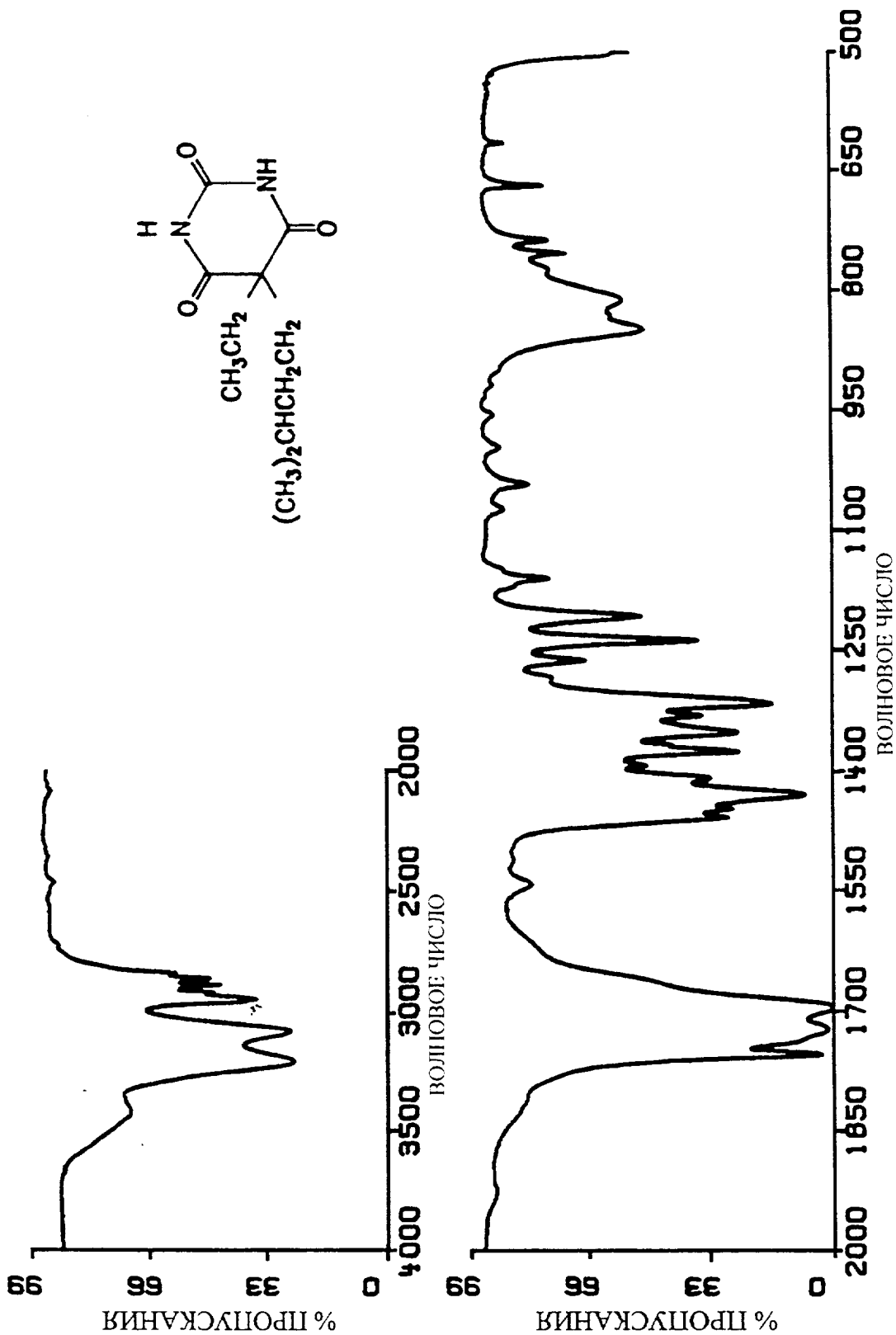
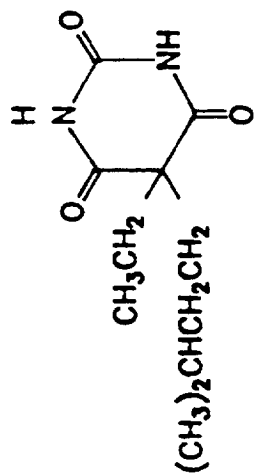
### Литература:

1. "Clarke's Isolation and Identification of Drugs." 2nd edition, The Pharmaceutical Press (London), 1986.
2. T. Mills and J.C. Roberson. "Instrumental Data for Drug Analysis", 2nd edition, volumes 1-4, Elsevier (New York), 1987.

АЛЛОБАРБИТАЛ

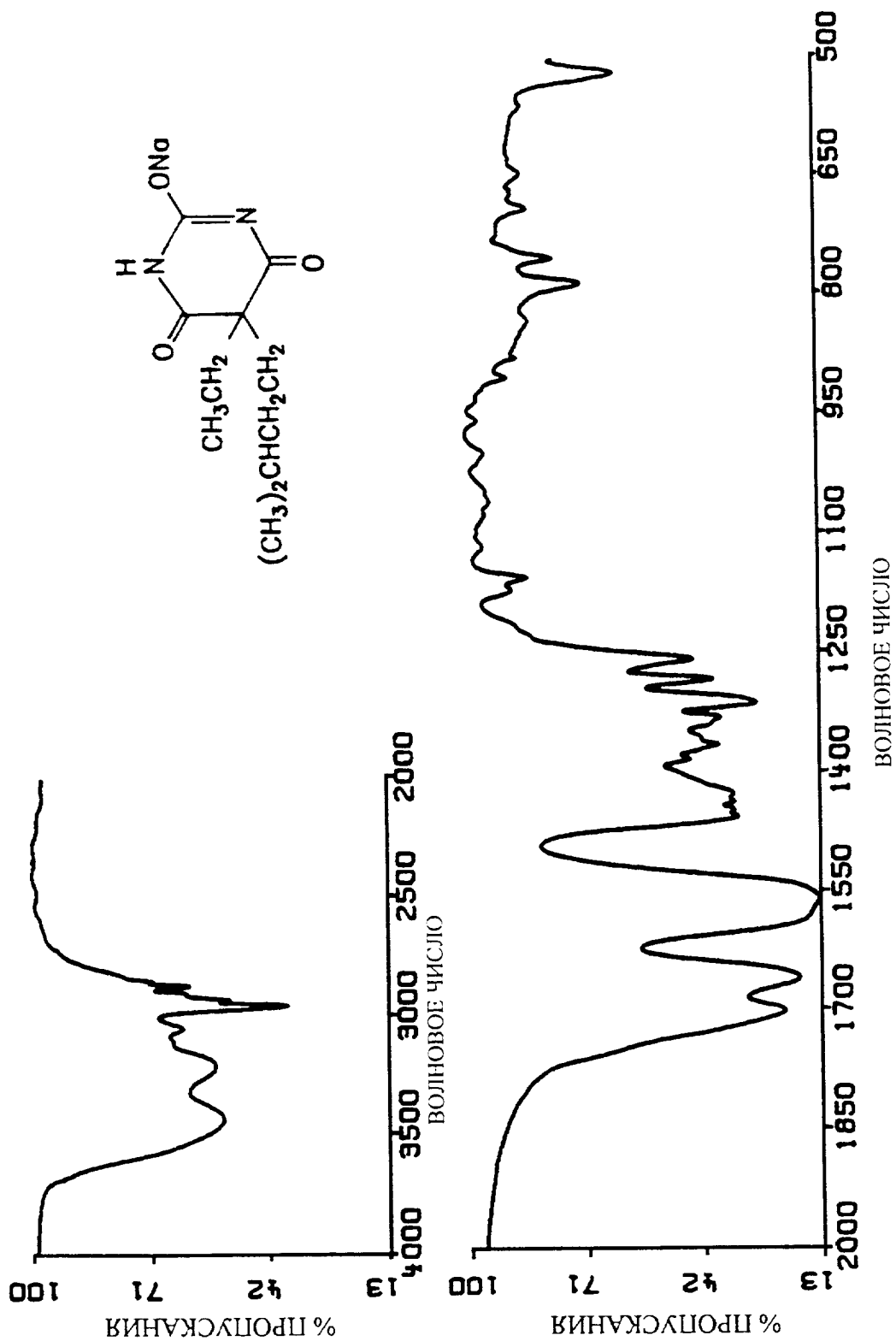
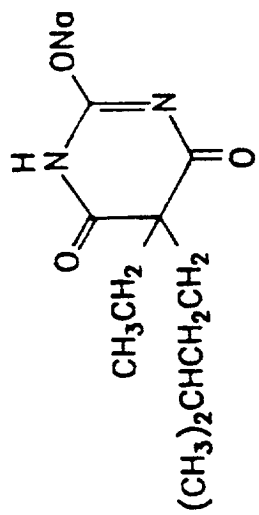


АМОБАРИТАЛІ

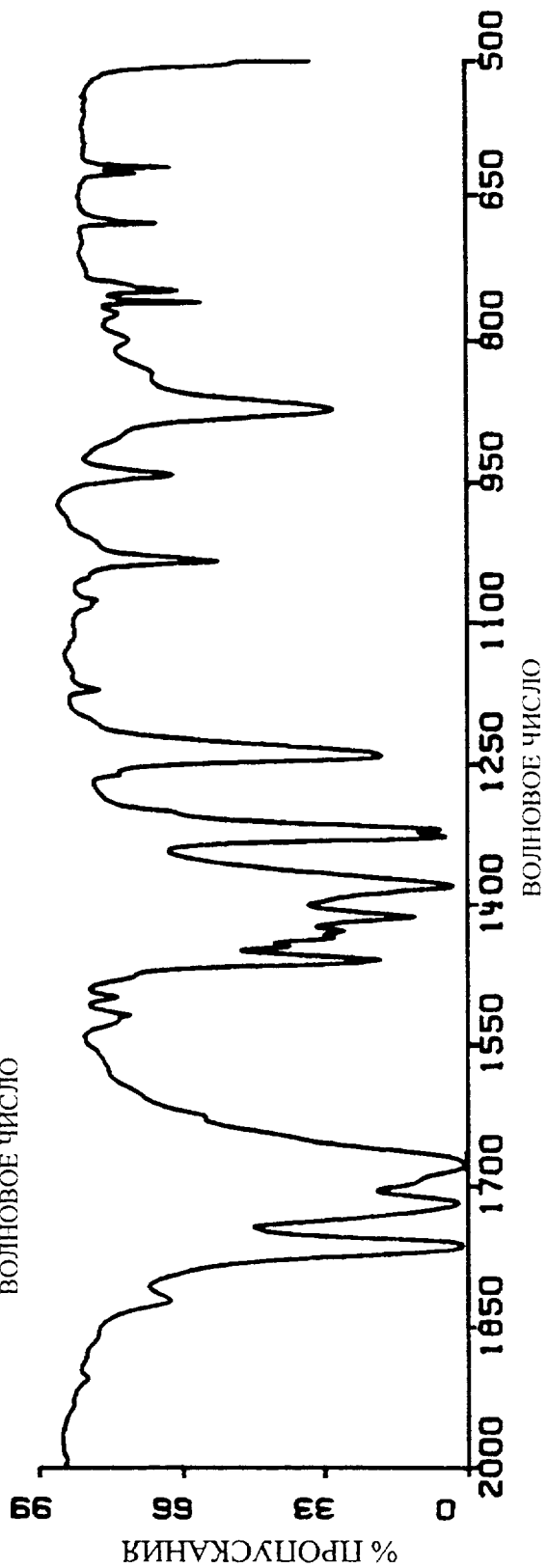
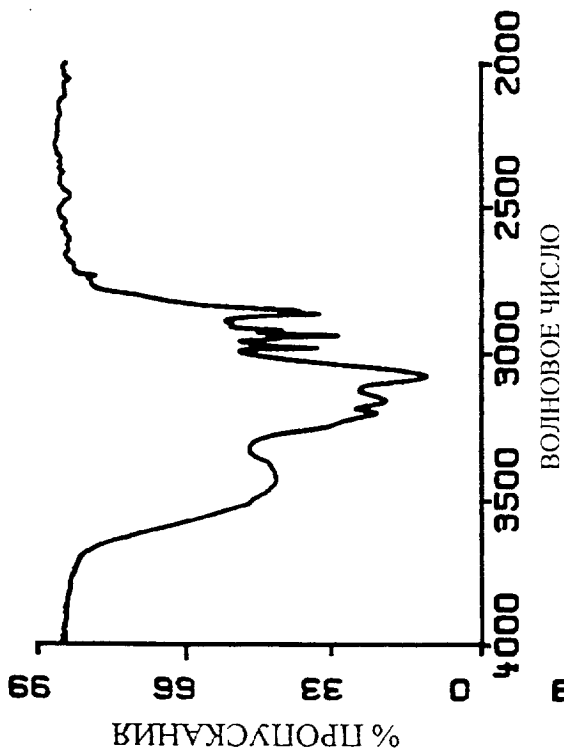
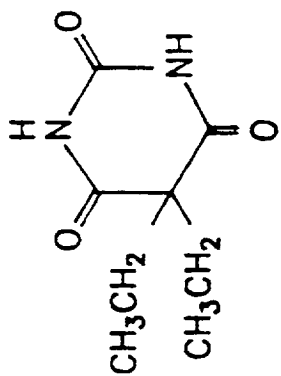




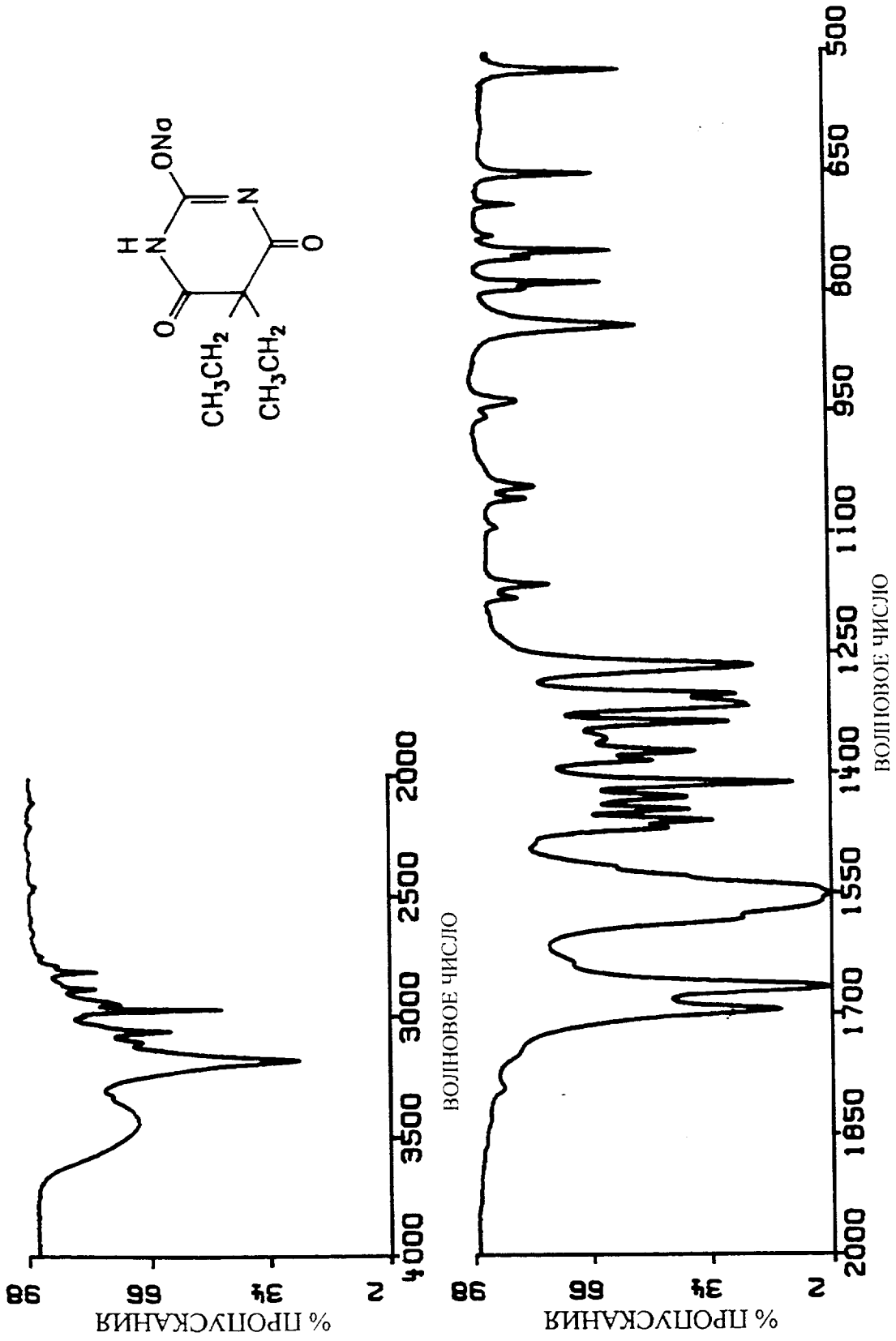
АМОБАРБИТАЛІ НАТРИЄВАЯ СОЛЬ



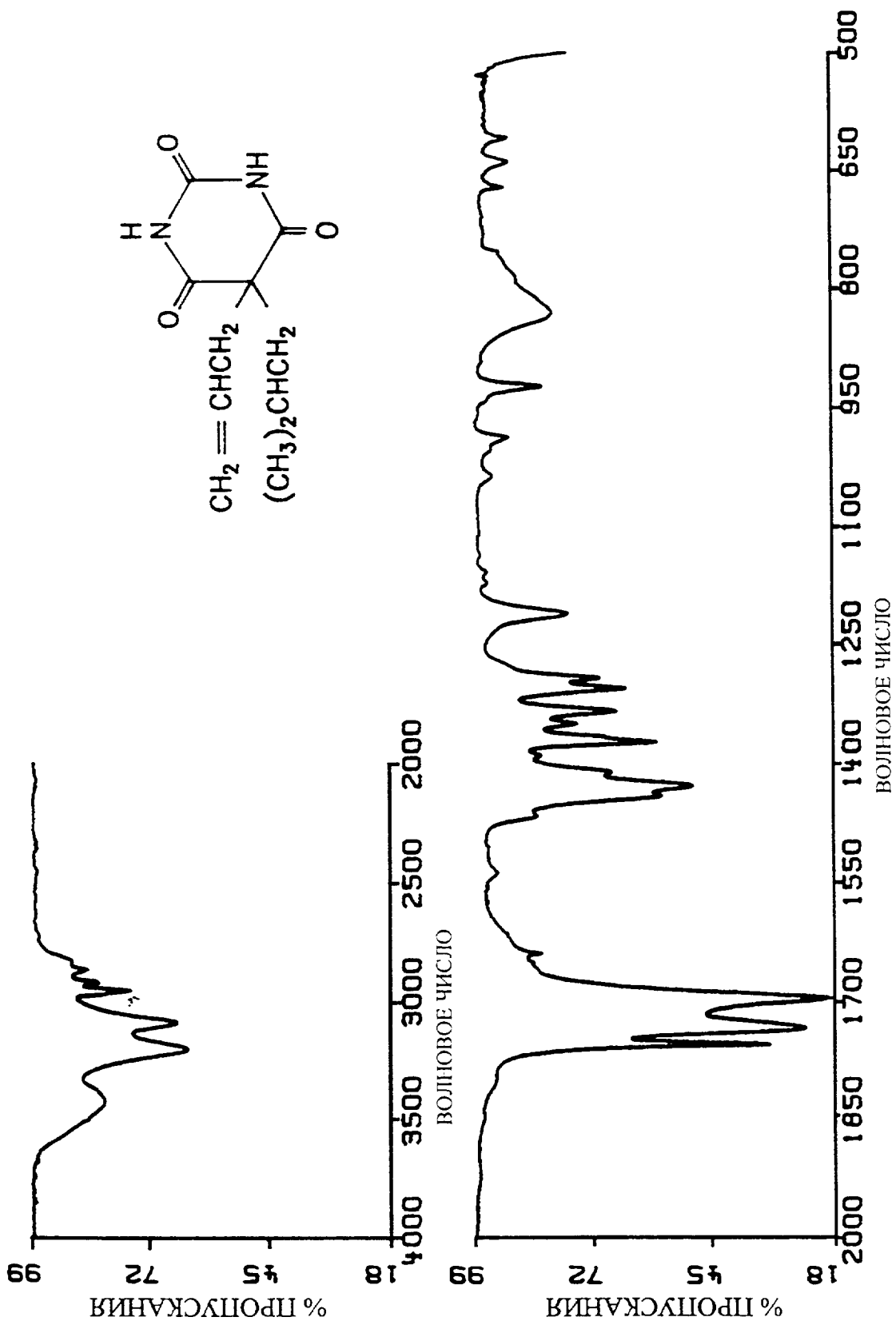
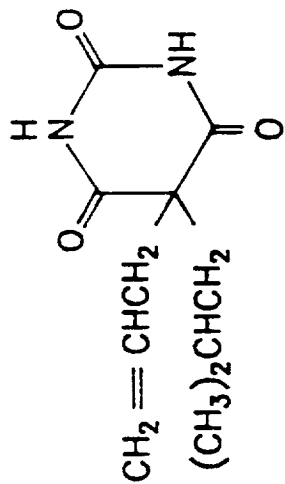
БАРБИТАЛІ



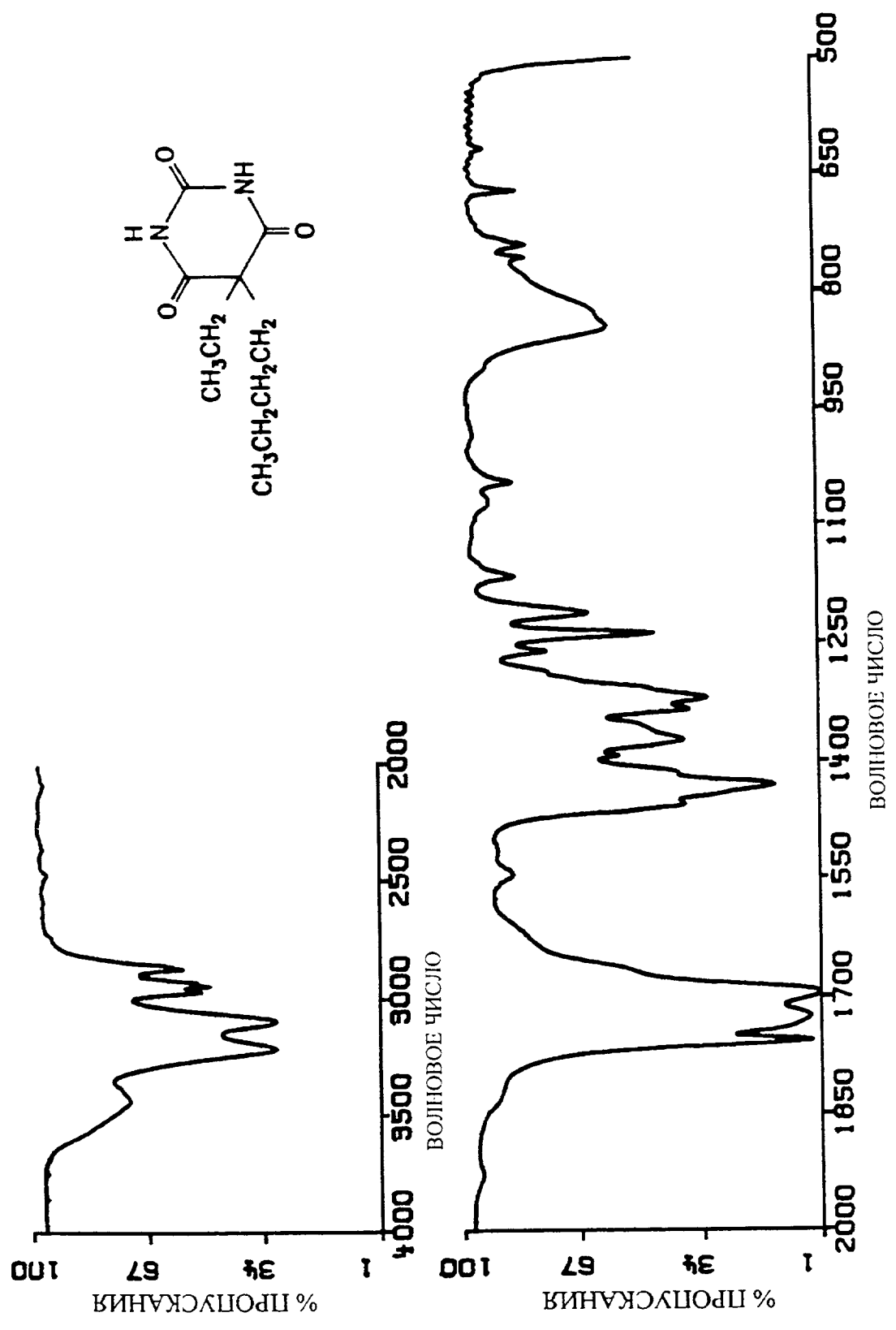
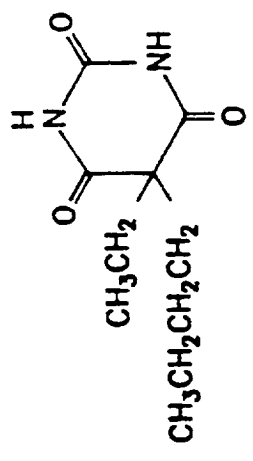
БАРЕЙТАЛІ-НАТРИЄВАЯ СОЛІЬ



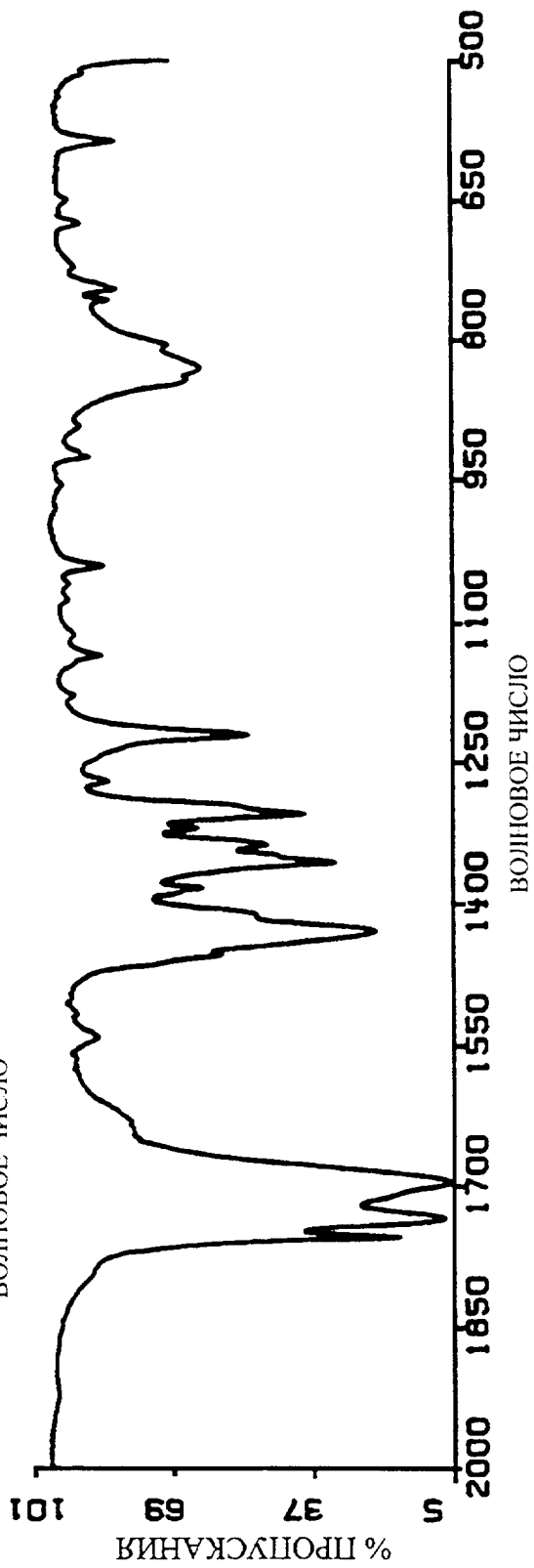
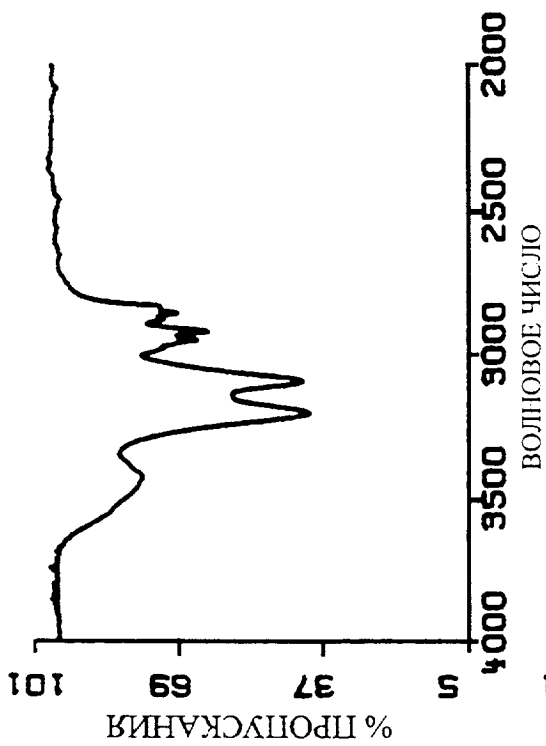
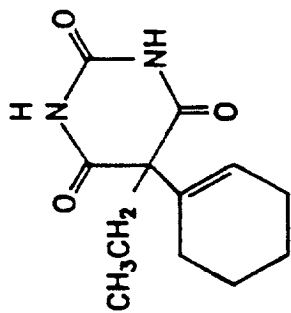
БУТАЛБИТАЛІ



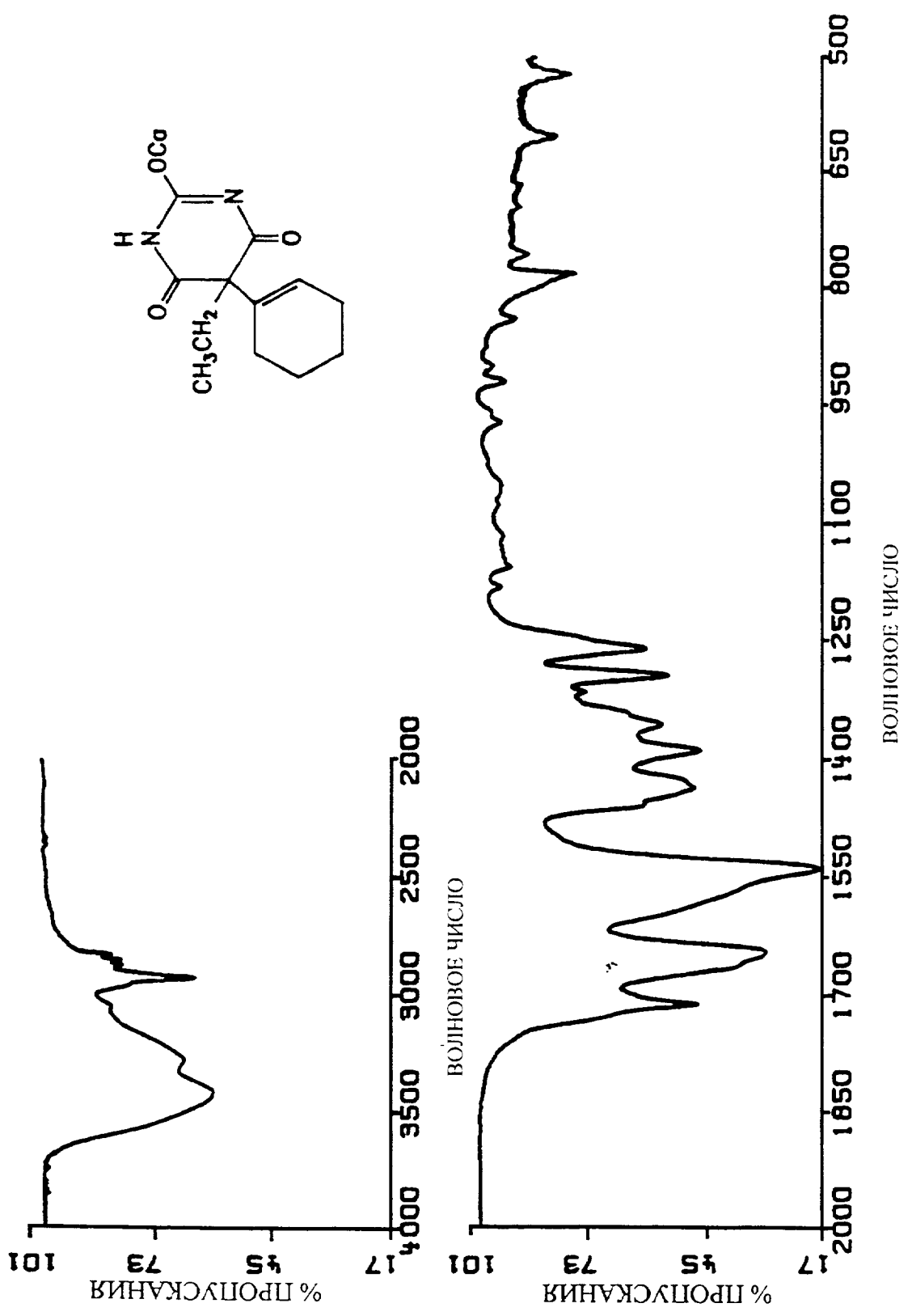
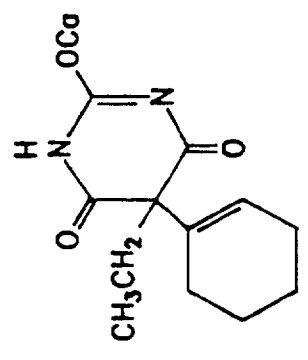
БУТОБАРБИТАЛІ



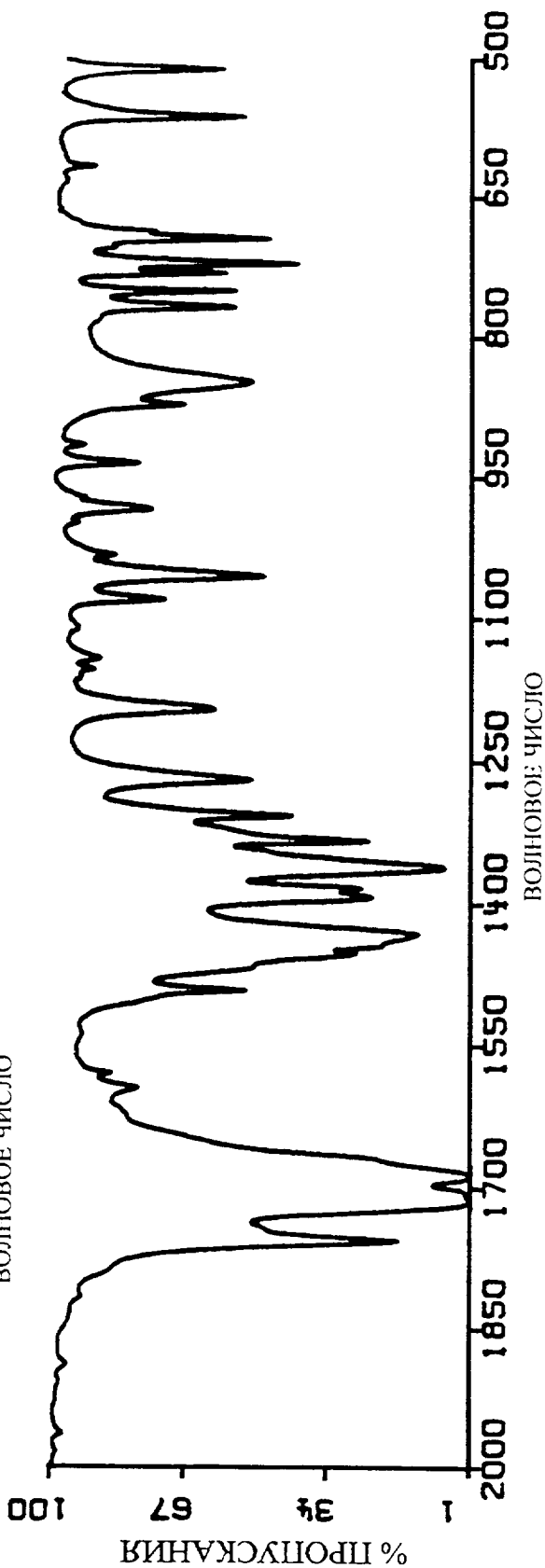
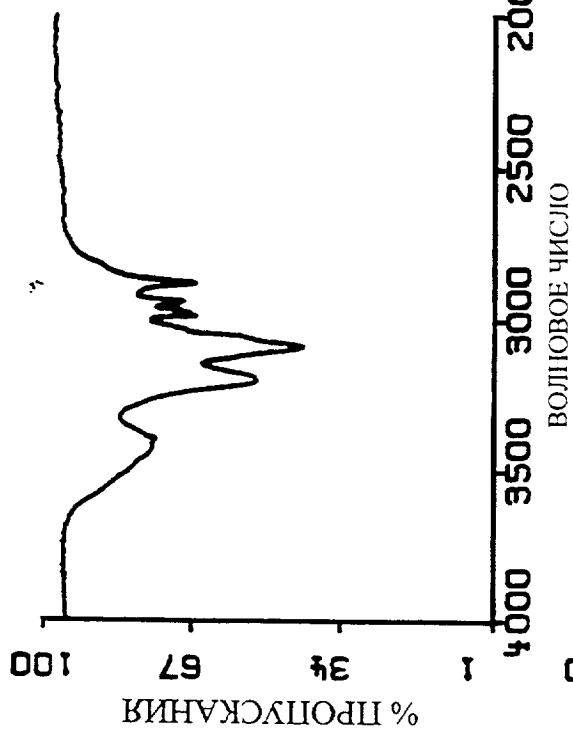
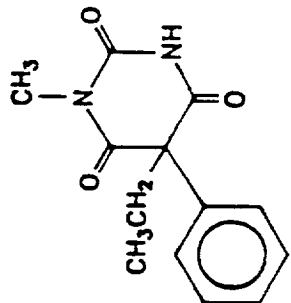
ЦИКЛОБАРБИТАЛ



ЦИКЛОБАРБИТАЛ-КАЛЬЦИЕВАЯ СОЛЬ

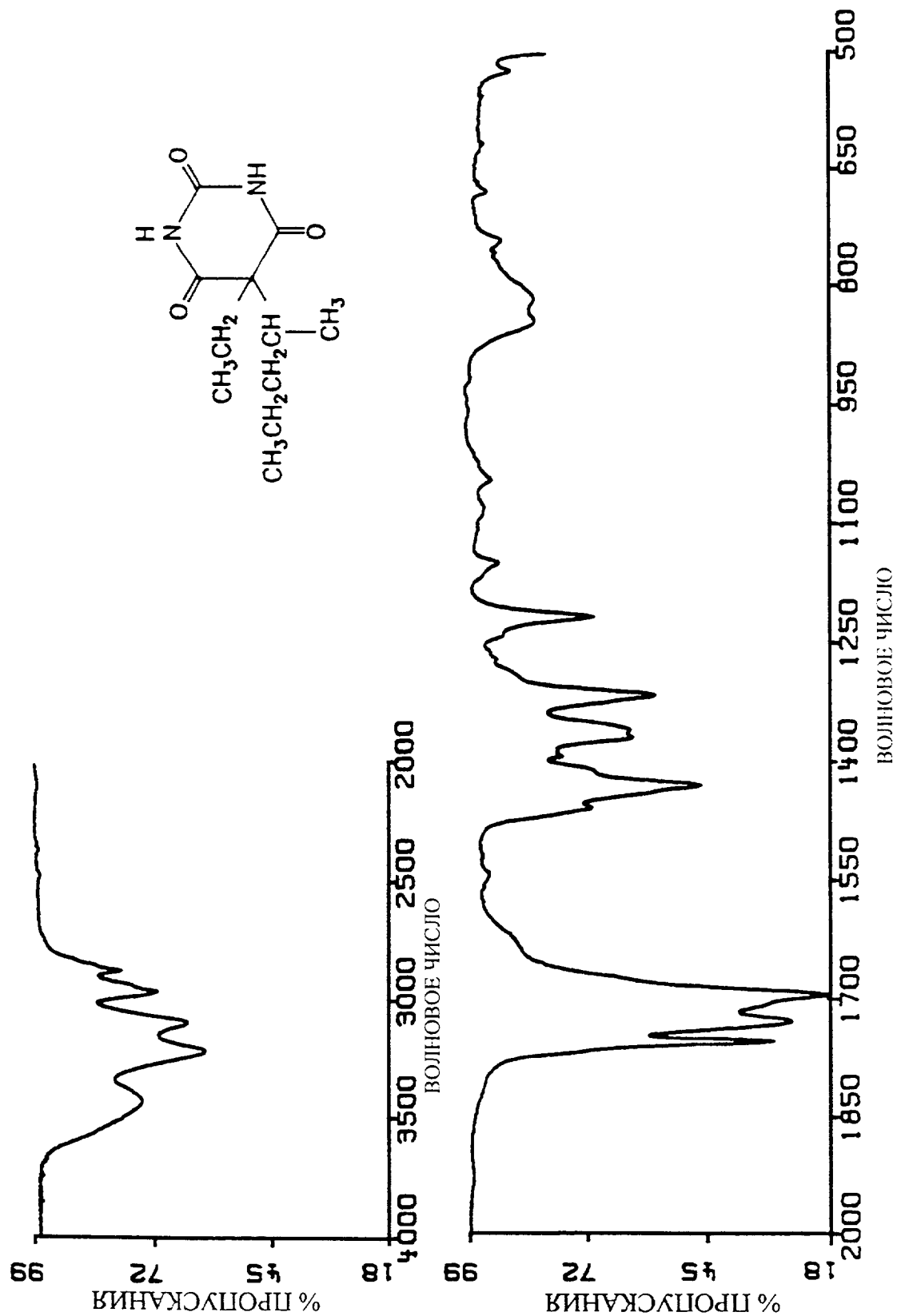
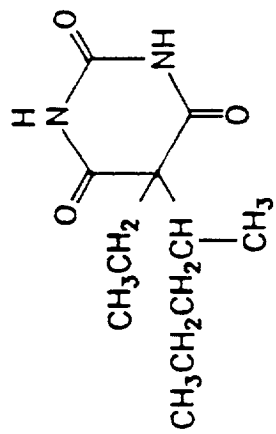


МЕТИЛФЕНОБАРБИТАЛ

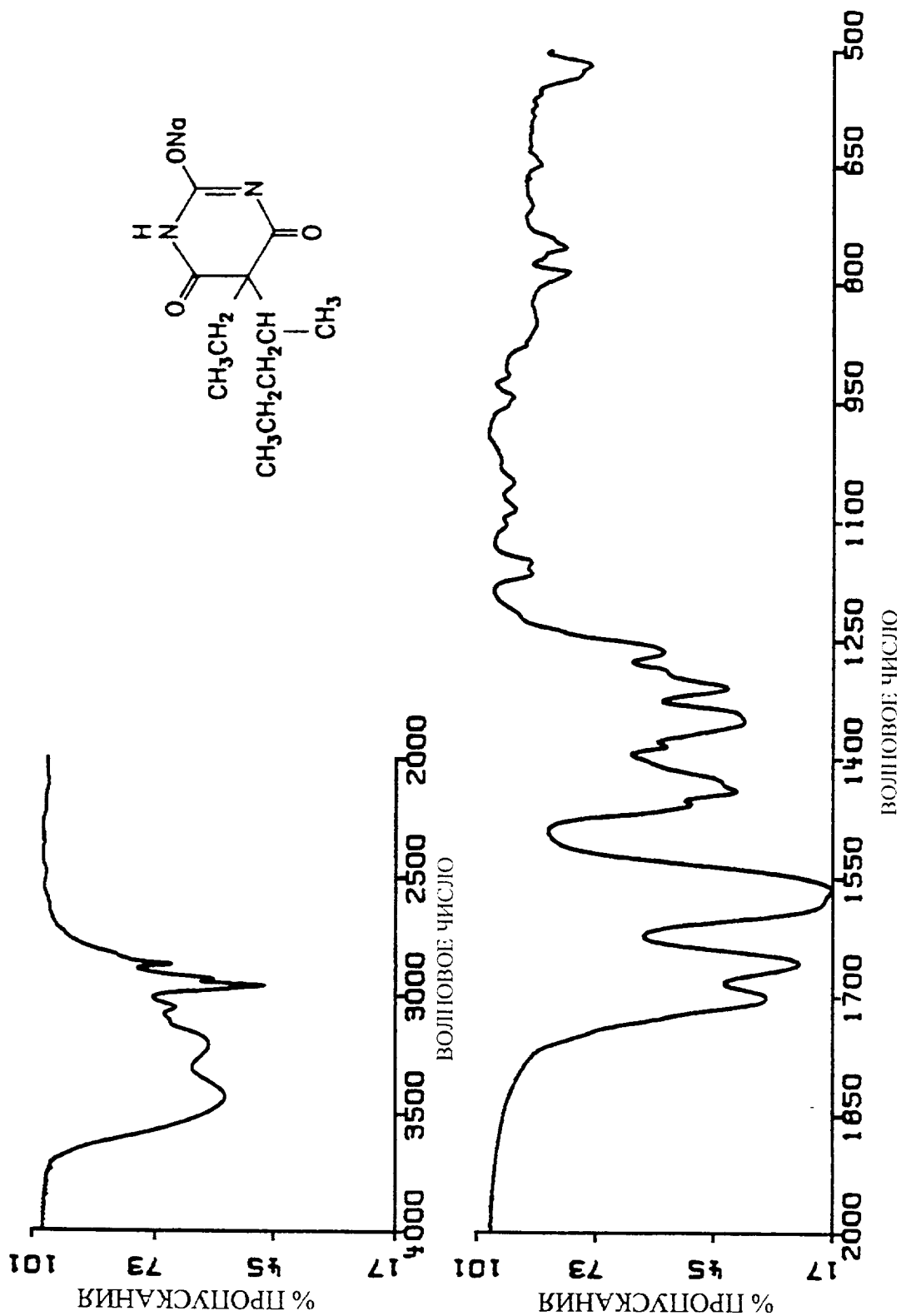
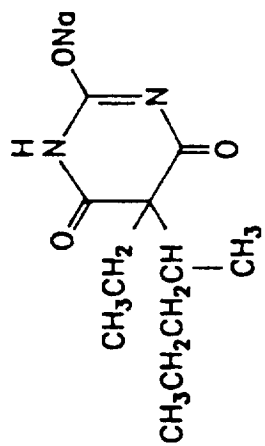




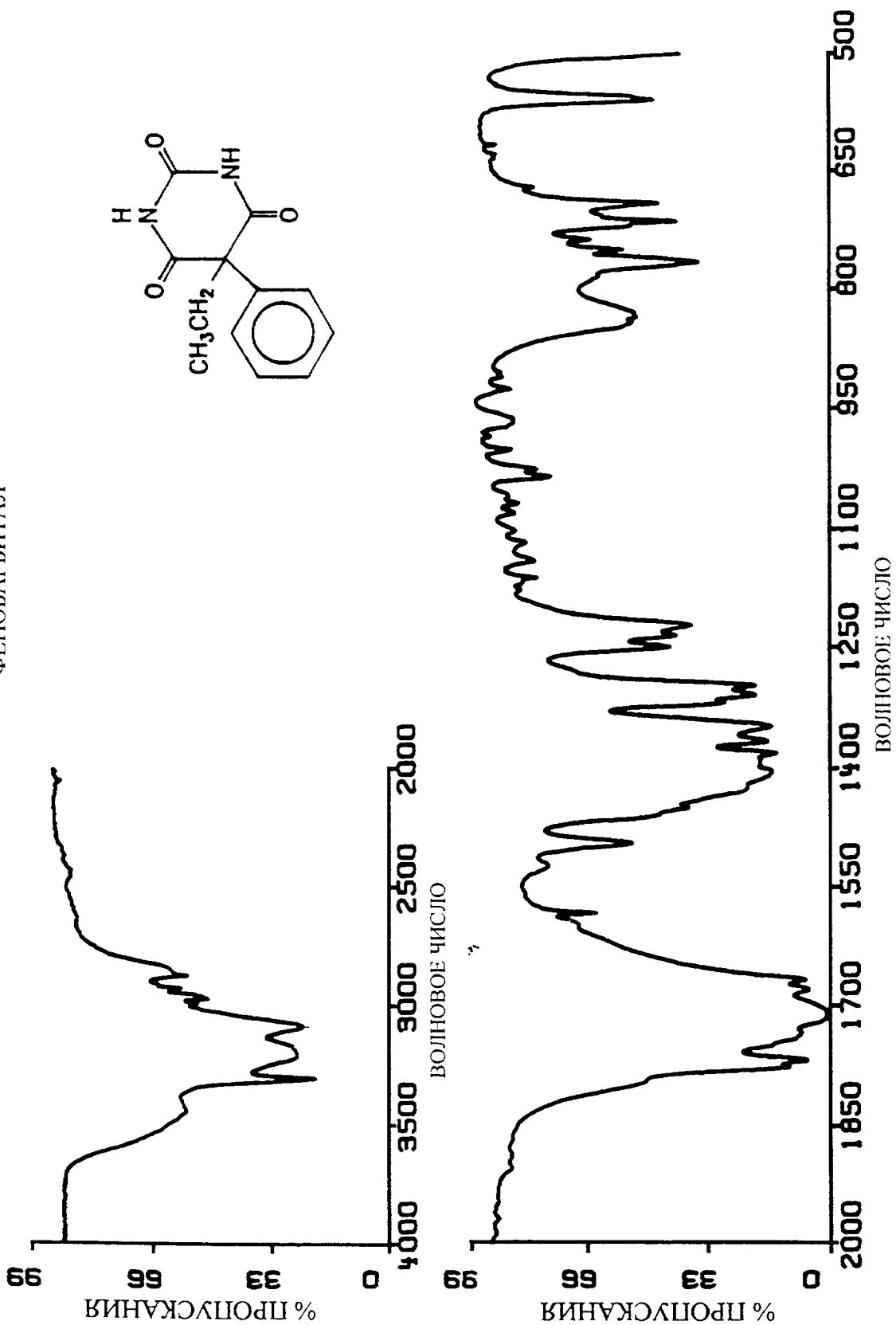
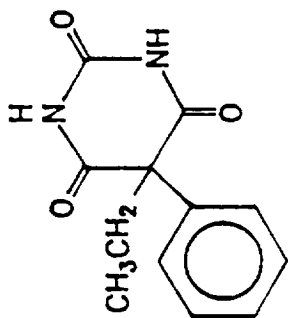
ПЕНТОБАРБИТАЛ



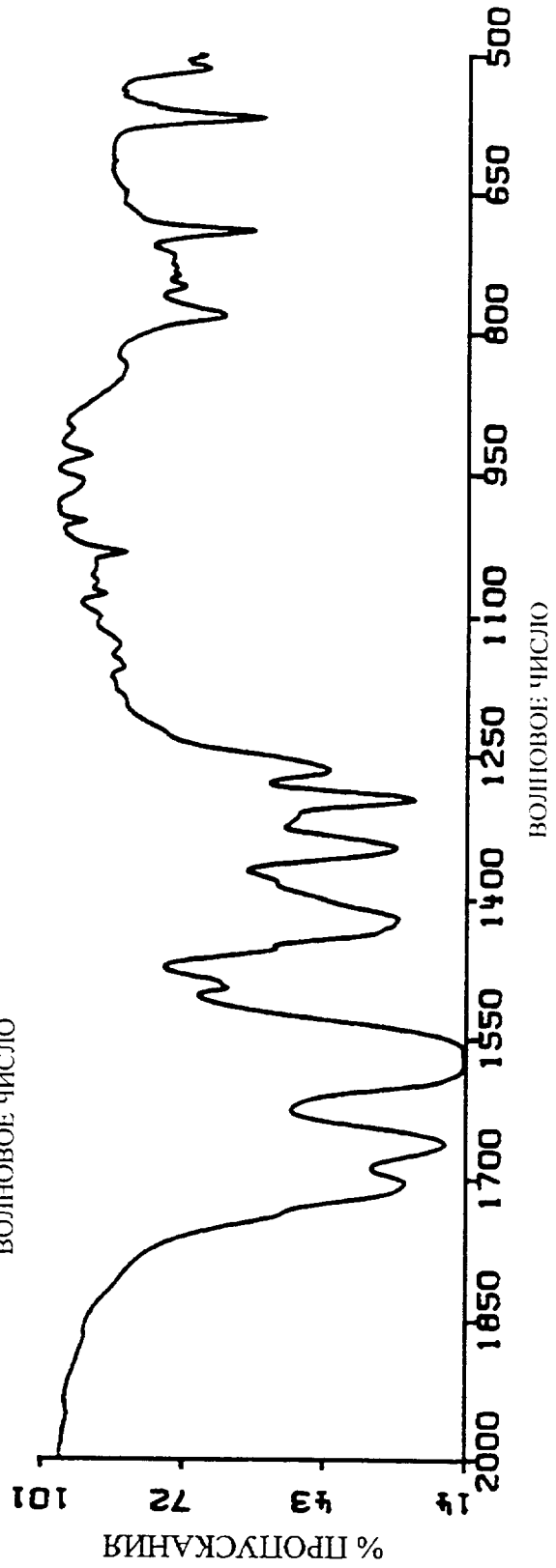
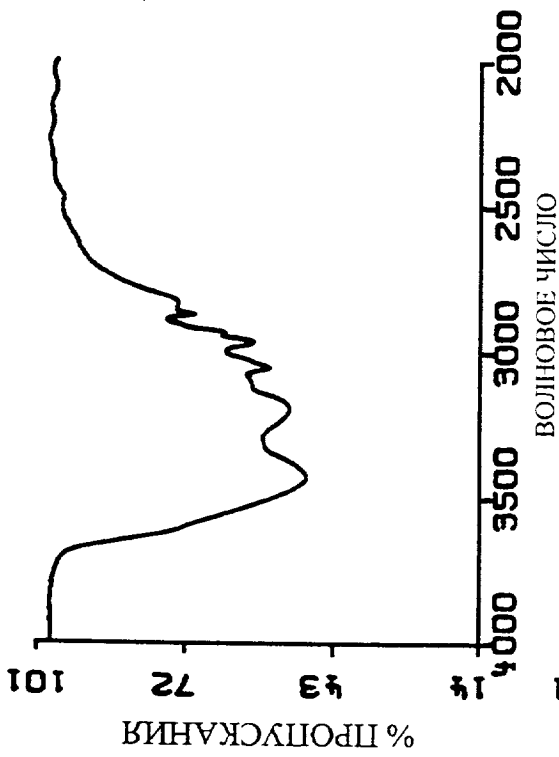
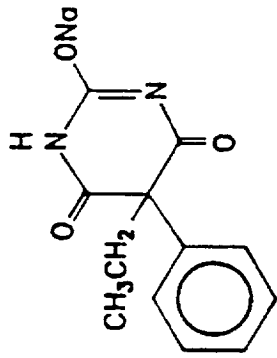
ПЕНТОБАРБИТАЛ-НАТРИЕВАЯ СОЛЬ



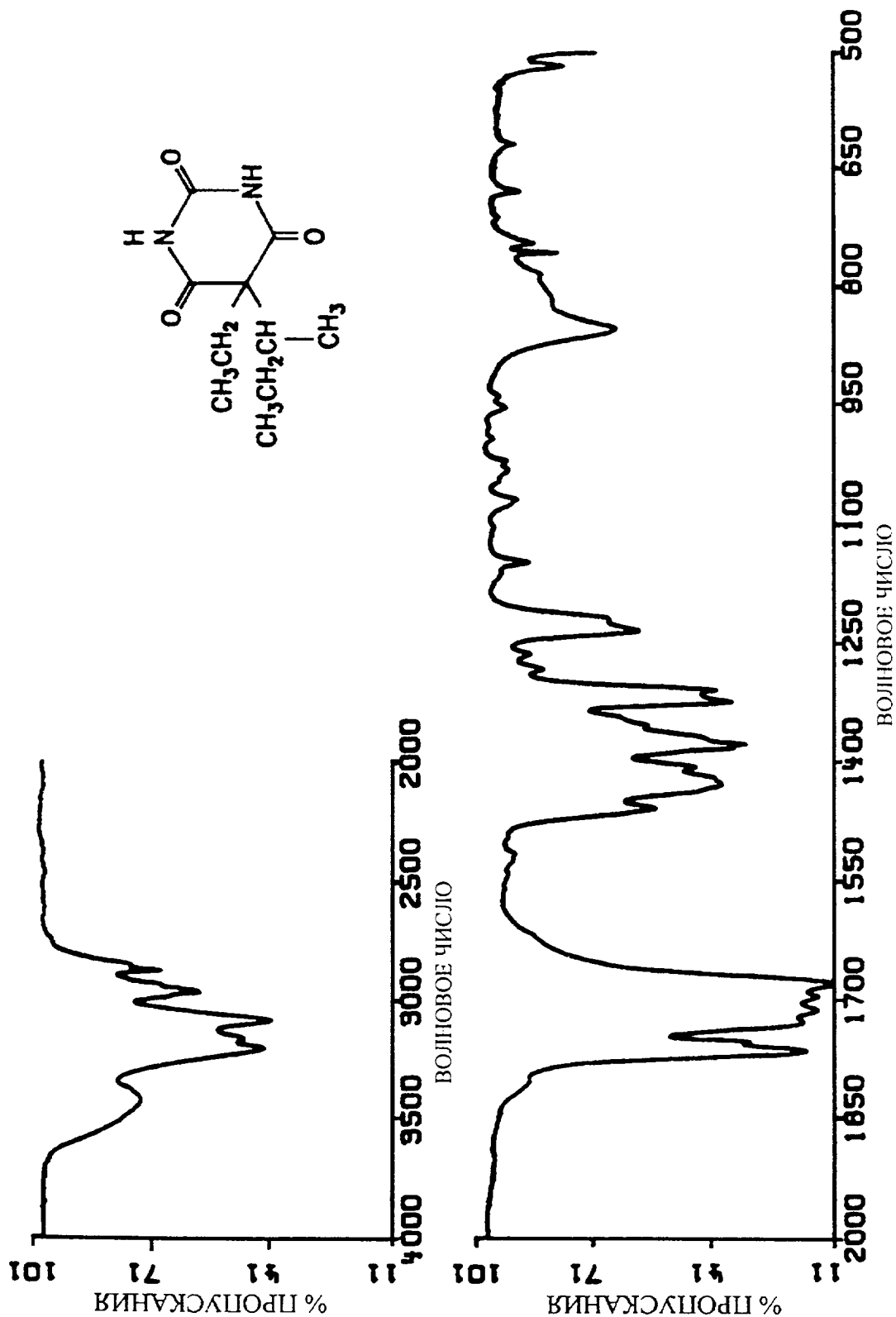
ФЕНОБАРБИТАЛ



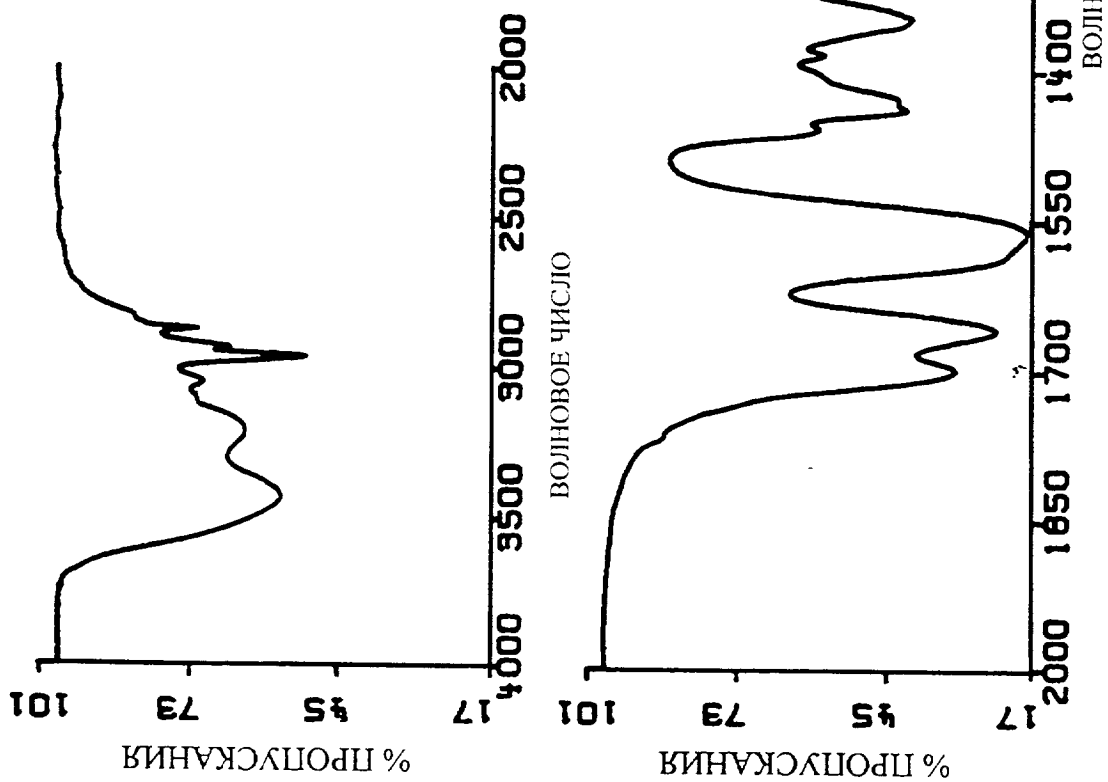
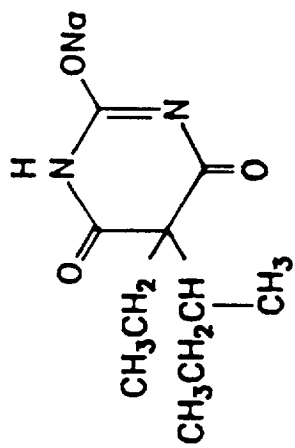
ФЕНОБАРБИТАЛ-НАТРИЕВАЯ СОЛЬ



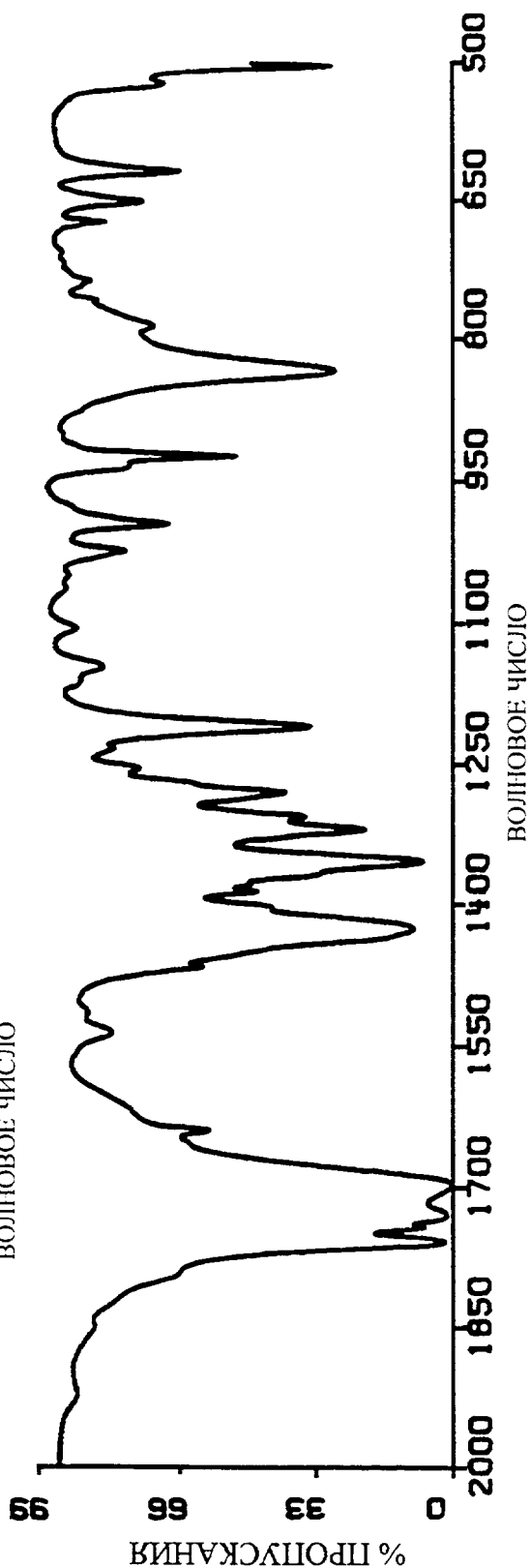
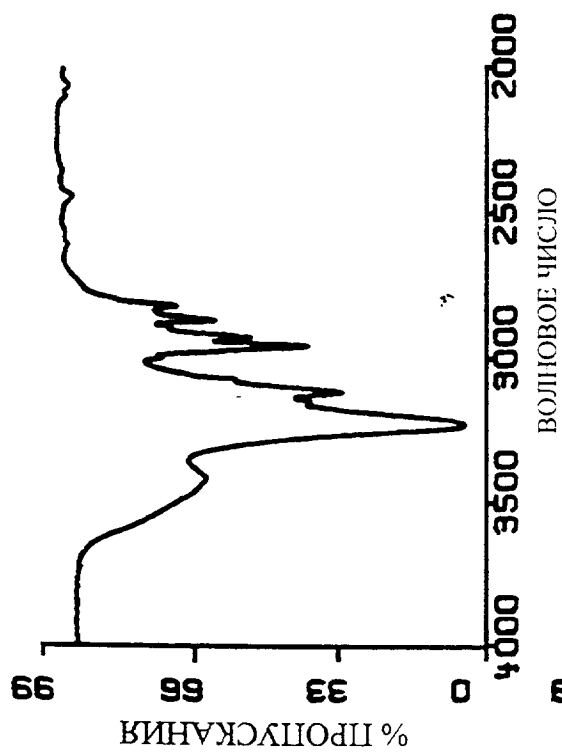
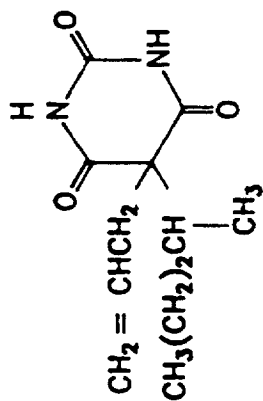
СЕКБУТЛАБАРБИТАЛ



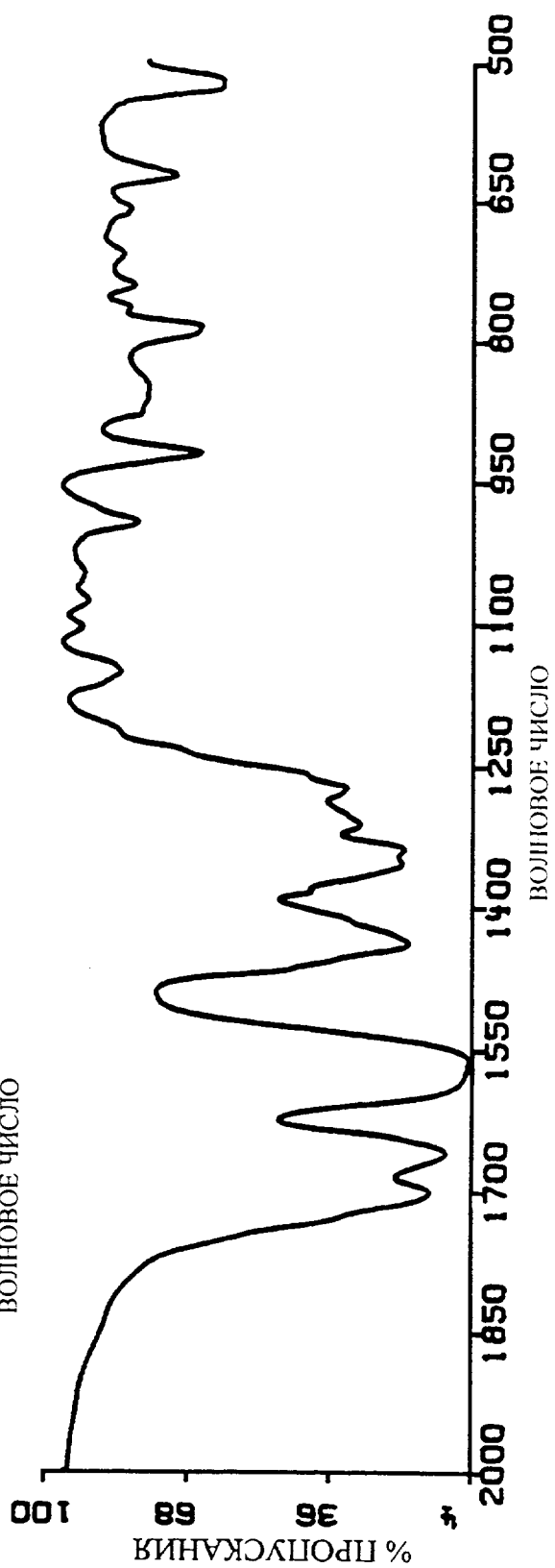
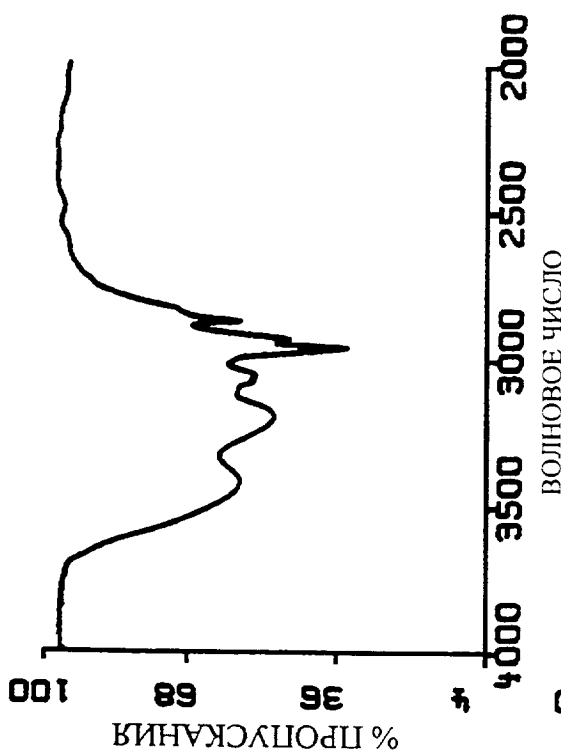
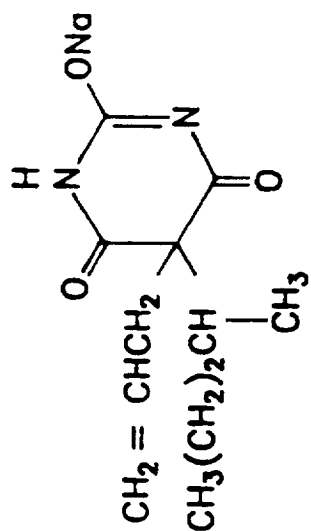
СЕКБУТАБАРБИТАЛ-НАТРИЕВАЯ СОЛЬ



СЕКОБАРБИТАЛ



СЕКОБАРБИТАЛ-НАТРИЕВАЯ СОЛЬ





ВИНИЛБИТАЛІ

