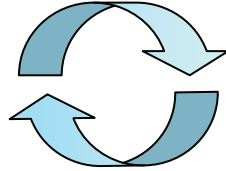


Analyse einer Thomapyrin – Tablette mittels HPLC

Betrieb

Ausbildungsrahmenplan WQ II.8 c

[Instrumentelle Analytik](#)



Berufsschule

Rahmenlehrplan Lernfeld 13

[Gehaltskontrollen und
Qualitätsprüfungen durchführen](#)

1. Aufgabe

Die Konzentration von Paracetamol, Coffein und Acetylsalicylsäure in einer Thomapyrin - Tablette soll mit Hilfe der Hochleistungs-Dünnschichtchromatografie (HPLC) bestimmt werden.

2. Geräte und Chemikalien

Merck HPLC Anlage mit chromatographischer Pumpe L6200, Rheodyne-Injektor, UV/VIS-Detektor L4250 und Integrator D2500,
Trennsäule: Nucleosil 100-10-C18; 10 µm; 125*4,0 mm

8 x 100 mL Messkolben

Vollpipetten (10 und 50 mL)

Brand Transferpette 1000 µL mit geeigneter Spitze

zur Probenvorbereitung:

Trichter mit dazu passendem Faltenfilter

Einmalspritze mit 0,45 µm Membranfilteraufsatz

Coffein, Paracetamol, Acetylsalicylsäure als Referenzsubstanzen

Reinst-Wasser, Methanol, Phosphorsäure, Ethanol 96% rein

Chromatographische Bedingungen:

Fließmittelzusammensetzung: 42% Methanol, 58% Reinst-Wasser, angesäuert mit 1 Tropfen Phosphorsäure

Fluss: 1,2 mL/min

Injektionsvolumen: 20 µL

Detektionswellenlänge: 272 nm

Datenaufnahme: Channel 1

Parameter-File: 1

3. Durchführung

3.1. Herstellung der Kalibrierlösungen

- ca. 50,0 mg Paracetamol werden zu 100,0 mL in EtOH gelöst (Einwaage genau ablesen)
- ca. 50,0 mg Coffein werden in 50 mL H₂O gelöst und mit EtOH auf 100,0 mL ergänzt (Einwaage genau ablesen) (Achtung! Volumenkontraktion)
- ca. 50,0 mg Acetylsalicylsäure werden zu 100,0 mL in EtOH gelöst (Einwaage genau ablesen)

Aus diesen Lösungen werden je 10,0 mL in *einen* gemeinsamen 100 mL-Messkolben pipettiert und dieser mit H₂O zur Messmarke aufgefüllt. → *Vergleichslösung B*

50,0 mL aus Vergleichslösung B werden in *einen* 100 mL-Messkolben pipettiert und mit H₂O zur Messmarke aufgefüllt → *Vergleichslösung A*

3.2. Vorbereitung der Analysenprobe

Eine Thomapyrin Schmerztablette wird in einem 100 mL Messkolben in Reinst-Wasser aufgelöst (ggf. unter Zuhilfenahme von Ultraschall). Die entstehende Suspension wird zunächst über zwei Faltenfilter und anschließend über einen Membranfilter jeweils in einen Erlenmeyerkolben filtriert.

- Zur Bestimmung von Coffein wird die membranfiltrierte Lösung in einem 100 mL Messkolben 1/10 mit Reinst-Wasser verdünnt → *Messlösung Coffein*
- Zur Bestimmung von Paracetamol und von ASS wird die membranfiltrierte Lösung in einem 100 mL Messkolben 1/50 mit Reinst-Wasser verdünnt → *Messlösung Paracetamol/ASS*

3.3. Durchführung der HPLC-Analyse

Zunächst wird die *Vergleichslösung A* zweimal injiziert, dann wird die *Vergleichslösung B* zweimal injiziert. → Die Erstellung der Calibrationsfunktion erfolgt automatisch durch den Integrator.

Anschließend wird zweimal die *Messlösung Coffein* und dann zweimal die *Messlösung Paracetamol/ASS* injiziert.

3.4. Auswertung/Dokumentation

- Mit der durch den Integrator erstellten Calibration wird die jeweilige Konzentration der Arzneiwirkstoffe pro 100 mL Analysenlösung errechnet (Ergebnisausgabe in mg/100 mL). Die einzelnen Verdünnungsschritte müssen noch berücksichtigt werden. Als Ergebnis anzugeben ist der Gehalt an Paracetamol, Coffein und Acetylsalicylsäure in mg pro Tablette.
- Weiterhin soll mit Hilfe der „Roten Liste“ der Soll-Gehalt der Wirkstoffe herausgefunden werden und die prozentuale Wiederfindung durch die HPLC-Analyse angegeben werden.
- Bei der Dokumentation die Hinweise Pharmakant und Sicherheitsmaßnahmen nicht vergessen!
- Anzugeben sind auch die Strukturformeln der Arzneiwirkstoffe.