

ՀԱՅԱՍՏԱՆԻ ՀԱՆՐԱՊԵՏՈՒԹՅԱՆ ԳԻՏՈՒԹՅՈՒՆՆԵՐԻ
ԱԶԳԱՅԻՆ ԱԿԱԴԵՄԻԱ
НАЦИОНАЛЬНАЯ АКАДЕМИЯ НАУК РЕСПУБЛИКИ
АРМЕНИЯ

Հայաստանի քիմիական հանդես 57, №4, 2004 Химический журнал Армении

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

543.4+547.94+547.972

ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АНАЛЬГИНА
САФРАНИНОМ Т

Ж. М. АРСТАМЯН

Ереванский государственный университет

Поступило 3 IX 2003

Исследовано взаимодействие анальгина с основным красителем диазинового ряда - сафранином Т. Установлены оптимальные условия образования и экстракции ионного ассоциата: кислотность водной фазы, концентрация красителя, подчиняемость основному закону фотометрии, состав ионного ассоциата и т.д. Разработанная методика применена для определения анальгина в амидопирине, пенталгине, спазмалгоне и баралгине.

Табл. 1, библиограф. ссылок 6.

Анальгин(1-фенил,2,3-диметил-4-метиламинопиразолон-5-N-метансульфонат натрия) является производным пирозолона. Он обладает противовоспалительным и жаропонижающим свойствами, легко всасывается. Однако при длительном применении анальгина возможно угнетение процессов кроветворения. Описаны также случаи аллергических реакций после приема анальгина. В последние годы в медицине часто обращают внимание на всевозможные побочные эффекты, связанные с применением различных лекарственных препаратов. С этой целью требуется разработка чувствительных методов определения малых количеств этих препаратов.

Описанные в литературе методы определения анальгина ограничены [1-3]. Так, для определения анальгина применяется иодометрический метод титрования. Однако метод малочувствителен и имеет лишь небольшое практическое применение [3]. Методы определения микрограммовых количеств анальгина практически отсутствуют[4].

В настоящей работе исследованы возможности применения основного красителя диазинового ряда – сафранина Т (СТ) в качестве реагента для экстракционно-фотометрического определения анальгина. Высокая чувствительность и избирательность, простота применяемых приборов, быстрота проведения операций и другие достоинства метода делают его особенно ценным для применения лекарственных веществ.

Экспериментальная часть

Раствор анальгина готовили из лекарственного препарата серии 310493 (содержащего 95,8% анальгина) согласно прописи [5]. Рабочие растворы получали разбавлением запасного раствора водой.

Раствор реагента красителя СТ готовили растворением навески препарата марки “для микроскопии” в воде и отфильтровали. Оптическую плотность (ОП) экстрактов измеряли на спектрофотометре “СФ-16”, а рН растворов – на потенциометре “ЛПУ-01” со стеклянным электродом.

Предварительно было установлено, что анальгин с катионом красителя СТ образует ионный ассоциат розового цвета.

Для установления оптимальных условий образования и извлечения ионного ассоциата экстракцию проводили в зависимости от основных факторов. В качестве растворителя применяли ароматические углеводороды, хлорпроизводные предельных углеводородов, сложные эфиры, а также их бинарные смеси. Максимальное значение ОП ионного ассоциата и минимальное значение ОП “холостого опыта” получается при применении дихлорэтана. Максимум светопоглощения экстрактов ионного ассоциата наблюдается при длинах волн $\lambda=523-530$ нм. Далее измерения проводили при $\lambda=526$ нм.

Анальгин практически полностью извлекается из 1-2 М HCl растворов в присутствии $7,15 \times 10^{-4}$ – $9,85 \times 10^{-4}$ М красителя, однократной экстракцией. Так как ОП холостого опыта равняется нулю, далее измерения ОП экстрактов ионного ассоциата проводили по отношению растворителя. Методом повторной экстракции определен фактор извлечения $R=0,98$. Экстракционное равновесие создается за 0,5 мин, ОП ионного ассоциата сохраняется в течение 24 ч. Подчиняемость основному закону фотометрии наблюдается при концентрациях анальгина 2,0–21 мкг/мл ($4,98 \cdot 10^{-6}$ – $5,98 \cdot 10^{-5}$ л). Методами Асмуса и сдвига равновесия установлено, что мольное отношение анальгина к катиону красителя в ионном ассоциате равно 1:1.

На основании полученных данных разработанная методика применена для определения анальгина в некоторых лекарственных препаратах.

Определение анальгина в амидопирине, спазмалгоне, пенталгине, баралгине

В мерную колбу емкостью 100 мл помещают точную навеску (0,1 г) порошка растертых таблеток перечисленных выше лекарственных препаратов, растворяют в небольшом количестве воды, энергично встряхивают в течение 10 мин, объем мерной колбы доводят водой до метки и фильтруют через сухой фильтр в другую колбу (раствор А). 1 мл раствора А переносят в мерную колбу на 25 мл, объем доводят водой до метки (раствор Б).

В делительной воронке к аликвотной части раствора Б (0,5 мл) приливают 2,0 мл 1,0 М НСl, 0,5 мл 0,05% раствора СТ, 3 мл дихлорэтана. После минутного встряхивания разделяют и измеряют ОП экстракта на спектрофотометре "СФ-16" при длине волны $\lambda=526$ нм, $b=0,3$ см.

Так как лекарственные препараты по ГОСТ содержат также другие органические вещества, влияние которых не установлено, правильность результатов анализа проверена методом добавок. Результаты приведены в таблице.

Таблица

Определение анальгина в лекарственных препаратах
($P=0.95$; $n=5$; $t_{\alpha}=2.78$)

Лекарственный препарат, серия	А (ОП)		$\bar{\Delta} A$	$Sr \cdot 10^{-2}$	$\bar{\Delta} A \pm t_{\alpha} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}} t_{\alpha}$	Найдено анальгина, г в 1 табл.	
	введено	найденно				по ГОСТ	Эф.
Амидопирин 220989	— 0,32	0,095 0,42	0,325	2,15	$0,325 \pm 0,009$	0,2468	0,2461
Спазмалгон 650263	— 0,32	0,18 0,51	0,33	2,03	$0,33 \pm 0,008$	0,4734	0,4725
Пенталгин 100343/01	— 0,32	0,09 0,38	0,29	3,70	$0,29 \pm 0,014$	0,2967	0,2363
Медебаралгин 1238-OSP	— 0,32	— 0,325	0,325	1,95	$0,325 \pm 0,008$	— —	— —

Из таблицы следует, что присутствие в рассматриваемых лекарственных препаратах органических веществ практически не влияет на определение анальгина, за исключением пенталгина, в котором получают заниженные результаты.

Постоянное значение ОП экстрактов ионных ассоциатов чистого анальгина и в присутствии баралгина доказывает отсутствие анальгина в медебаралгине. Заменяющий анальгетик ацетаминофен не взаимодействует с СТ.

Содержание анальгина в лекарственных препаратах находят по калибровочному графику, построенному по фармакопейному анальгину.

Содержание анальгина в одной таблетке определяют по формуле $x = \frac{a \cdot V \cdot g}{V_1 g_1}$,

где a – количество анальгина, найденного по калибровочному графику; V – общий объем лекарственного препарата, $мл$ (с учетом разбавления); V_1 – аликвотная часть раствора; $мл$, g – навеска порошка 1 таблетки, $г$; g_1 – навеска порошка, взятая для анализа, $г$.

Разработанный нами метод чувствителен, прост и доступен для применения в лабораториях.

ԱՆԱԼԳԻՆԻ ԷՔՍՏՐԱԿՑԻՈՆ-ՖՈՏՈՄԵՏՐԻԿ ՈՐՈՇՈՒՄԸ ՍԱՖՐԱՆԻՆ Տ-ՈՎ

Ժ. Մ. ԱՌՏԱՄՅԱՆ

Հետազոտված է անալգինի փոխազդեցությունը դիազինային շարքի հիմնային ներկանյութ սաֆրանին Տ-ով: Հաստատված են իոնական ասոցիատի առաջացման և լուծահանման օպտիմալ պայմանները՝ միջավայրի թթվությունը, ներկանյութի կոնցենտրացիան, լուսակլանման հիմնական օրենքին ենթարկվելու սահմանները, իոնական ասոցիատի բաղադրությունը և այլն: Մշակված մեթոդիկան կիրառվել է անալգինը ամփոփարինում, սպազմալգոնում, պենտալգինում և բառալգինում որոշելու համար:

EXTRACTION-PHOTOMETRIC DETERMINATION OF ANALGINUM BY SAPRANIN T

Zh. M. ARSTAMYAN

In interaction of analginum anion with dye of diasine raw sapranin T has been studied. Formed ionic associate could be extracted once through by dichloretane. Under optimal acidity conditions (1-2 M HCl) analginum is extracted practically quantitatively ($R=0.98$) during 0.5 min shaking. Maximal extinction for dye aqueous solutions and for extracts of compound at the some value of wavelength $\lambda = 523-530 \text{ nm}$. The range of determined concentration of analginum is 2.0–21 mcg/ml ($4.98 \cdot 10^{-6}$ – $5.98 \cdot 10^{-5}$ M). The method was used for the determination of small amounts of analginum in amidopyrinum, spasmalgonum, pentalgine and medebalargin.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] Машковский М.Д. Лекарственные средства. Харьков, Торсинг, 1997, ч. I, с. 144, 159.
- [2] Харкевач Д.П. // Фармакология, 1993, №4, с. 168.
- [3] Белова А.В. Руководство к практическим занятиям по токсикологической химии, М., Медицина, 1976, с. 115.
- [4] Кольтгоф И.М., Белчер Р., Стенгер В.А., Матсуяма Дж. Объемный анализ, М., 1961, т. 3, с. 489.
- [5] Сиракян М.А., Хуршудян К.Л. // Хим. ж. Армении, 2002, т. 55, №3, с. 79.
- [6] Государственная фармакопея СССР, М., Медицина, 1968, с. 94.