

РОЗРОБКА МЕТОДИКИ ОДНОЧАСНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ЕНІСАМІУМУ ЙОДИДУ ТА ТІЛОРОНУ МЕТОДОМ ВЕРХ

Белікова А.Г., Матерієнко А.С., Георгіянц В.А., Сидоренко Л.В.
Національний фармацевтичний університет, Харків, Україна
belikovainsarder@gmail.com

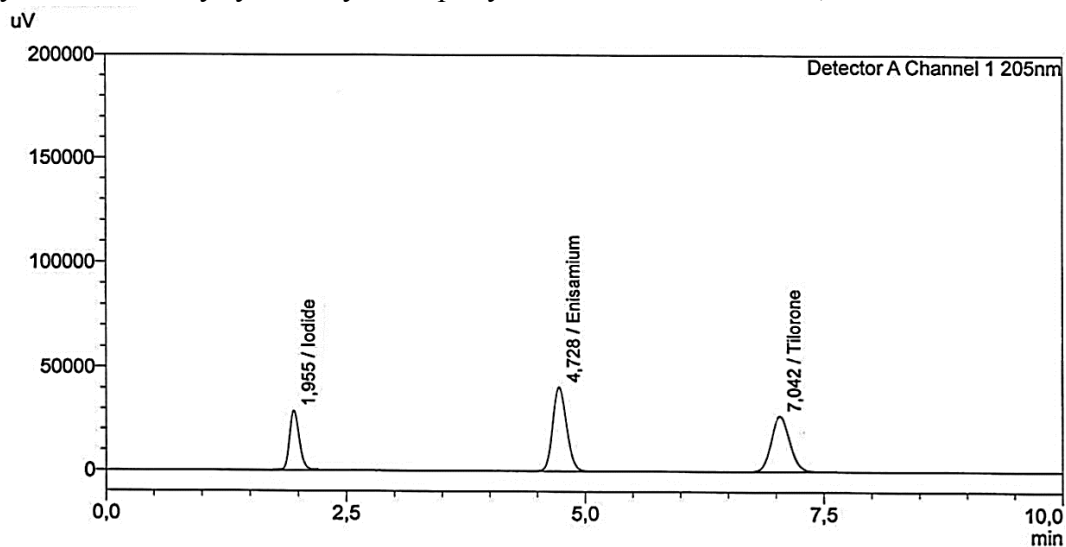
Актуальність. З метою забезпечення здоров'я населення та екобезпеки є необхідність у визначенні лікарських відходів в об'єктах навколишнього середовища. Існуюча методика кількісного визначення противірусних засобів енісаміуму йодиду (амізону) та тілорону (аміксину) методом вискоєфективної рідинної хроматографії (ВЕРХ) не може бути застосована для їх аналізу в навколишньому середовищі через малу універсальність. Крім того, логічно аналізувати дані речовини спільно під час одного аналізу, оскільки застосування цих препаратів передбачає певну сезонність. На даний час немає розроблених методик одночасного визначення амізону та аміксину методом ВЕРХ з ультрафіолетовим детектуванням на гідрофільній колонці.

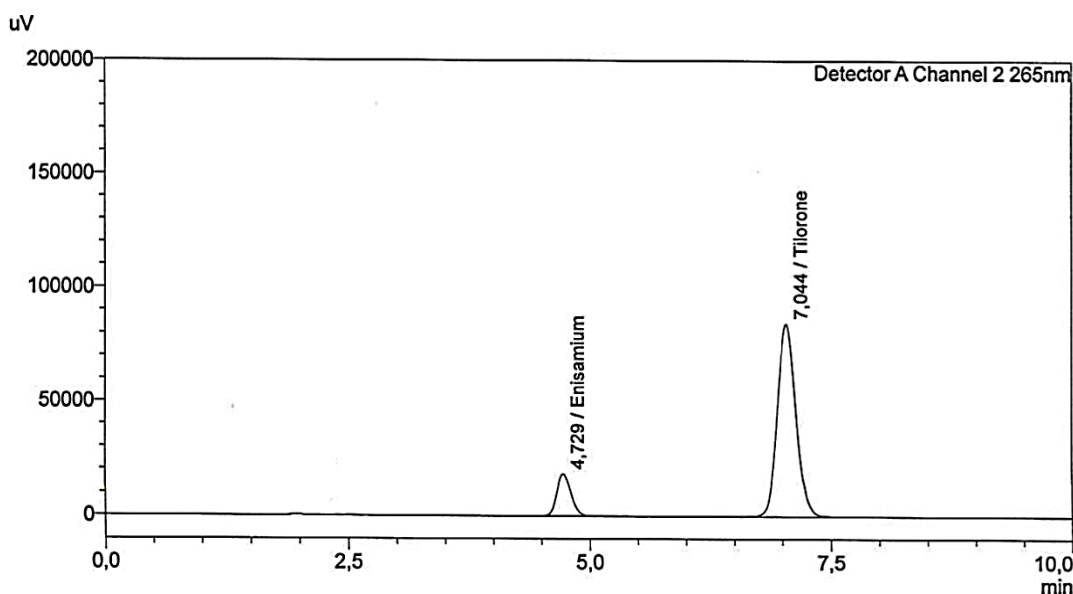
Мета роботи. Розробка уніфікованої методики спільного визначення енісаміуму йодиду та тілорону з використанням методу вискоєфективної рідинної хроматографії.

Матеріали та методи. Об'єктами дослідження є субстанції енісаміуму йодиду і тілорону вітчизняних виробників. Дослідження проводили методом ВЕРХ на рідинному на хроматографі з діодно-матричним детектором SPD-M20A, насосом LC-20AD, термостатом колонок СТО20АС і автоматичним дозатором проб SIL-20А «Shimadzu», Японія).

Отримані результати. В якості сорбенту була обрана колонка SunFire C18, розміром 150×4.6 мм або 150×3.9 мм (розмір часток 5 мкм) з оберненою фазою. Колонка, що використана, є гідрофільною, а досліджувані речовини гідрофобними, тому дана колонка забезпечує симетричні піки на хроматограмі у системі з рН 2.5, що містить елюент А (натрію перхлорат-кислота хлорна-вода) та елюент Б (ацетонітрил) у співвідношенні 75:25. Досліджувані речовини в обраній системі хроматографування мають вигляд симетричних піків, що доведено розрахованими значеннями коефіцієнтів асиметрії, які для зазначених сполук не перевищують 1.5. Це свідчить про відсутність іонообмінних взаємодій у системі, що використовується. При аналізі застосовували ізократичний режим елюювання.

Реєстрацію спектрів розчинів енісаміуму йодиду і тілорону в ацетонітрилі в концентрації 6 мг/л проводили при довжинах хвиль 205 і 265 нм. Запропонована система розчинників привела до зниження часу утримування досліджуваних речовин до 10 хв. Час утримування енісаміуму йодиду і тілорону становить 4.7 та 7.0 хв, відповідно:





Додаткові піки на хроматограмах не з'являлися навіть при аналізі зразків через більш тривалий проміжок часу, що свідчить про відсутність неактивних інгредієнтів або продуктів розкладання.

Лінійність та відтворюваність методики оцінювали шляхом паралельних аналізів зразків, що містять енісаміуму йодид та тілорону в діапазоні концентрацій 0,05-1,0 мг/мл. Значення відносних стандартних відхилень, отримані у зазначеному інтервалі концентрацій, вказують на високу відтворюваність методики.

Розроблена методика використовувалася для кількісного визначення енісаміума йодиду і тілорону.

Проведена валідаційна оцінка розробленої методики за показниками прецизійність (збіжність, відтворюваність), правильність, специфічність, лінійність (таблиця 1).

Параметри	Критерії	Результати дослідження	
		Енісаміум йодид Методики специфічна	Тілорон Методики специфічна
Придатність хроматографічної системи			
Ефективність колонки	$N \geq 1000$	4445	5724
Коефіцієнт асиметрії піка	$T \leq 2,0$	1,16	1,1
Збіжність			
Відтворюваність	$RSD < 2,0$	0,6	0,96
Правильність	$t \leq 5,0$	2,67	2,68
Лінійність	$r \geq 0,990$	0,9985	0,9996

Результати, представлені в таблиці 1, підтверджують придатність розробленої методики для аналізу.

Висновки. Розроблена уніфікована методика спільного кількісного визначення субстанцій енісаміуму йодиду та тілорону методом ВЕРХ на гідрофільних колонках з УФ-детекцією, яка характеризується селективністю, швидкістю виконання і правильністю.