

систематической ошибки методики). Систематическая ошибка составила 0.286 % и удовлетворяет требованиям практической незначимости (≤ 0.512 %).

Выполняются требования к параметрам линейной зависимости (a , SD_0/b , r) методики определения ТМ. Высокое значение коэффициента корреляции $r=0,99972$ удовлетворяет требованиям критерия приемлемости ($r=0,99810$) и подтверждает линейность зависимости между взятым и найденным количеством ТМ во всем диапазоне концентраций от 80 % до 120 % от номинального содержания в препарате ($b=1.00508$, $S_b=0.00902$, $a=-0.77937$, $S_a=0.90976$, $SD_0=0.34857$, $SD_0/b=0,3317$, $r=0.99972$).

Для подтверждения корректности методики при воспроизведении в других лабораториях проведен прогноз полной неопределенности методики количественного определения ТМ, которая составила $\Delta_{As}=1.27\%$, в том числе неопределенность пробоподготовки $\Delta_{SP}=0.825\%$ и неопределенность конечной аналитической операции $\Delta_{FAO}=0.977\%$.

Таким образом, доказана специфичность, правильность, прецизионность (сходимость) и линейность методики количественного определения ТМ в комбинированных глазных каплях методом ВЭЖХ в диапазоне применения методики (80 % - 120 % от номинального содержания в препарате). Для подтверждения корректности методики при воспроизведении в других лабораториях показано, что полная прогнозируемая неопределенность результатов анализов не превышает критическое значение неопределенности методики.

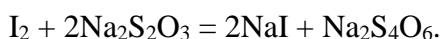
ЙОДОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИМЕТИЛСУЛЬФОКСИДА ПО РЕАКЦИИ С ГИДРОПЕРОКСОМОНОСУЛЬФАТОМ КАЛИЯ

Блажеевский Н.Е., Ахмедов Э.Ю., Коретник О.И.

Национальный фармацевтический университет

Диметилсульфоксид (ДМСО) – противовоспалительное средство для наружного применения, инактивирует гидроксильные радикалы, улучшает протекание метаболических процессов в очаге воспаления. Оказывает также местноанестезирующее и противомикробное действие, обладает умеренно выраженной фибринолитической активностью. *Целью данного исследования* было разработка новой методики количественного определения содержания основного вещества в субстанции ДМСО и лекарственных формах (раствор для наружного применения и гель), которая основана на количественной реакции окисления ДМСО до диметилсульфона избытком гидропероксомоносульфата калия при pH 8,5. Остаток окислителя определяли методом йодометрического титрования с использованием 0,02 моль/л тиосульфата натрия, объем которого измеряли микробюреткой с точностью до $\pm 0,01$ мл:





Как окислитель-реагент использовали тройную калийную соль кислоты Каро, $2KHSO_5 \cdot KHSO_4 \cdot K_2SO_4$ (*Оксон*) (Sigma-Aldrich), активное действующим веществом которой является гидропероксомоносульфат калия ($KHSO_5$).

Методика количественного определения ДМСО в субстанции и в растворе для наружного применения. В мерную колбу на 100 мл добавляли 25 мл 0,2 моль/л фосфатного буферного розчину (рН 8,5) та 1 мл 0,2 моль/л раствора NaOH. Около 0,078 г (точная навеска) субстанции или лекарственной формы растворяли в 50 мл дистиллированной воды в мерной колбе на 100 мл и доводили объем этой водой до метки. Отбирали 10,00 мл раствора, переносили в мерную колбу на 100 мл, последовательно добавляли буферный раствор, 10,00 мл 0,04 моль/л раствора $KHSO_5$ и доводили объем колбы дистиллированной водой до 100 мл и тщательно перемешивали. Через 15 минут отбирали 10,00 мл раствора, переносили в коническую колбу для титрования, подкисляли 4 мл 0,1 моль/л раствором H_2SO_4 , добавляли 2 мл 5% раствора KI. Выделившийся йод оттитровывали 0,02 моль/л раствором $Na_2S_2O_3$. Параллельно проводили контрольный опыт. Содержание ДМСО в растворе для наружного применения (субстанции) X , %, рассчитывали по формуле:

$$X = \frac{(V_0 - V) \cdot K \cdot T \cdot 10 \cdot 10}{m_n} \cdot 100\%$$

где, V_0 и V – объемы стандартного 0,02 моль/л раствора $Na_2S_2O_3$, израсходованного на титрование в контрольном и в рабочем опытах соответственно, мл; K – коэффициент поправки концентрации стандартного раствора $Na_2S_2O_3$ до 0,0200 моль/л; T – количество ДМСО, которое соответствует 1 мл стандартного 0,0200 моль/л раствора $Na_2S_2O_3$, г/мл; 10, 10 – коэффициенты разбавления; m_n – масса навески лекарственной формы (субстанции), г. 1 мл стандартного 0,0200 моль/л раствора $Na_2S_2O_3$ соответствует 0,0007813 г ДМСО (C_2H_6OS), которого в растворе для наружного применения должно быть не менее 99,0 %.

Результаты количественного определения содержания ДМСО в субстанции, растворе и геле для наружного применения свидетельствуют о том, что разработанные методики позволяют количественно определять ДМСО в субстанции и в лекарственных формах. $RSD \leq 0,90$ ($\delta = -0,25 \dots 0,4\%$). $LOQ (C_n) = 0,01$ мг.