

Матеріали та методи. Для проведення аналізу застосували рідинний хроматограф Agilent 1290. В якості детектуючої системи застосували мас-селективний детектор Agilent 6300 Triple Quad LC / MS. Аналітичні ваги, лабораторний посуд та реактиви використовували у необхідній кількості.

Отримані результати. Готові лікарські препарати є досить складною матрицею, що містить велику кількість компонентів, що заважають аналізу. Застосування методу високоефективної рідинної хроматографії у тандемі з мас-селективним детектором дозволило ефективно розділити нітрозаміни від активного фармацевтичного інгредієнта. Вимірювання проводили за допомогою системи ВЕРХ Agilent 1290, що обладнана автосамплером. Дослідження проводили за такими хроматографічними умовами: колонка ZORBAX Eclipse C18, 3,5 мкм, 150 x 4,6 мм, при температурі 30 °, швидкості потоку 1,0 мл / хв. Рухома фаза: А - 0,1% мурашина кислота кислота у воді; В - 0,1% мурашина кислота у метанолі (90: 10). Система детекції Agilent 6300 Triple Quad LC / MS із джерелом іонізації – ESI+.

За даних умов отримали хроматограми повного іонного струму та мас-спектри для випробуваного розчину, на яких спостерігається пік з масою молекулярного іону, що відповідає N-нітрозодиметиламіну. Кількісне визначення N-нітрозодиметиламіну проводили за методом зовнішнього стандарту.

Висновки. Розроблена нова методика контролю вмісту N-нітрозодиметиламіну у препаратах, що містять метформін методом ВЕРХ-МС із застосуванням електроспрею у якості системи іонізації зразку. Застосування методу хроматомаспектрометрії дозволило з високою чутливістю та специфічністю ідентифікувати та провести кількісне визначення домішки.

РОЗРОБКА ЕКСТРАКЦІЙНО-СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНОГО МЕТОДУ ВИЗНАЧЕННЯ ВОРТІОКСЕТИНУ ЗА РЕАКЦІЄЮ З АЗОБАРВНИКОМ – ПОХІДНИМ ТЕОФІЛІДИНУ

Шмалій Є. І., Карпушина С. А.

Науковий керівник: Баюрка С. В.

Національний фармацевтичний університет, Харків, Україна

serhii.baiurka@gmail.com

Актуальність. Описано чисельні випадки гострих та летальних отруєнь новим препаратом антидепресивної дії вортіоксетином.

Мета роботи. Розробка та валідація методики кількісного визначення вортіоксетину з використанням методу екстракційної спектрофотометрії у видимій ділянці спектру за реакцією утворення іонного асоціату з азобарвником – похідним теофілідину, придатної для хіміко-токсикологічних досліджень.

Матеріали і методи. Для побудови калібрувального графіку готували стандартний розчин вортіоксетину (100 мкг/мл). Як реагент використовували 0,1 % розчин азобарвника у воді. З досліджуваним препаратом азобарвник утворював іонні асоціати, які максимально екстрагувались хлороформом при рН 3,0. Оскільки інтенсивність забарвлених у жовтий колір розчинів іонних асоціатів у хлороформі була невисокою, для збільшення чутливості методики іонні асоціати руйнували додаванням 0,1 % розчину меркурій (II) хлориду в середовищі ацетатного буферу з рН 6,0. При цьому водний шар набував інтенсивного червоного забарвлення, обумовленого реекстракцією азобарвника до водного шару та

наступним комплексоутворенням з іонами ртуті (II). Значення рН ацетатного буферного розчину відповідало максимуму комплексоутворення. Світлопоглинання вимірювали на спектрофотометрі СФ-46 (довжина хвилі 540 нм, товщина кювети 20 мм) на фоні «сліпого» дослідження.

Отримані результати. Калібрувальний графік описувався рівнянням: $y=0,00518x+0,04$; лінійність 2,5–100,0 мкг в пробі; *LOD* та *LOQ* становили, відповідно, 1,3 мкг та 2,1 мкг в пробі. Правильність та прецизійність (*intra-day*) склали 100,5% (RSD=2,1%) в області низьких концентрацій аналіту, 100,2% (RSD=1,6%) в області середніх концентрацій, 99,6% (RSD=1,1%) в області високих концентрацій, що відповідає вимогам до методів, які використовуються при хіміко-токсикологічних дослідженнях.

Висновки. Розроблено чутливу методику кількісного визначення вортиоксетину методом екстракційної спектрофотометрії за реакцією з азобарвником – похідним теофілідину – 4-(4'-метиламіно-5'-метилкарбамоїл-2'-імідазолазо)бензолсульфокислотою.