Рекомендована д.х.н., професором І.С.Гриценком

УДК 543.42.062:615.012.8

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ВОЛЬТАРЕНУ В ІН'ЄКЦІЙНИХ РОЗЧИНАХ

Т.В.Жукова, О.М.Гайдукевич, С.Г.Леонова, І.А.Сокуренко, С.А.Бардакова

Українська фармацевтична академія

Запропонований простий у виконанні і точний за результатами фотометричний спосіб кількісного визначення вольтарену на основі його хромогенної реакції окислення гексаціанферат (III)-іонами в лужному середовищі.

Раніше [2, 3] нами були представлені результати досліджень по вивченню оптимальних умов проведення фотометричної реакції окислення похідних дифеніламіну і фенілантранілової кислоти гексаціанферат (III)-іонами в лужному середовищі. Ці дослідження були покладені в основу аналітичного застосування сульфамоїльних похідних фенілантранілової кислоти як редокс-індикаторів при кількісному визначенні ряду лікарських сполук [1, 3]. В продовження цих робіт нами була розглянута можливість кількісного визначення вольтарену на основі хромогенної реакції з гексаціанфератом (III) калію. Відомі методи аналізу вольтарену трудомісткі [6] і потребують використання дефіцитних реагентів [6] або попередніх операцій з отримання ІСЕ [4].

Вольтарен — О-[(2,6-дихлорофеніл)-аміно] ацетат натрію, як похідне дифеніламіну, здатний окислюватись сильними окисниками з утворенням забарвлених продуктів. Так автори [6] запропонували фотометричне визначення вольтарену на основі його окислення перйодатом натрію в кислому середовищі. Інтенсивність фіолетово-синього забарвлення виміряли на ФЕК-Zal з використанням світлофільтра з максимумом вбирання 550 нм. Недоліком цього методу є використання метанольних розчинів, які попередньо випарюють у киплячому водяному огрівнику, що подовжує тривалість аналізу. Нами запропонований дещо простіший у виконанні спосіб. В основу спектрофотометричного визначення вольтарену покладено фотометричну реакцію його окислення $K_3[Fe(CN)_6]$ в лужному середовищі. Ця реакція покладена в основу феріціамідного способу аналізу вольтарену в біологічному матеріалі і авторами [5]. Вивчення умов проведення реакції показало, що найбільш інтенсивне і стійке забарвлення спостерігається при дотриманні співвідношення молярних концентрацій водних розчинів аналізуємої речовини і реагенту, яке становить 1:2. Реакцію проводили у 4М розчині лугу. За цих умов оптична густина забарвленого розчину досягає максимуму через 10 хвилин і залишається стабільною при кімнатній температурі протягом години. Для кількісного визначення вольтарену використовували метод градуйованого графіка. Стандартні розчини готували у відповідності з даними табл. 1.

Таблиця 1

Приготування серії стандартних розчинів для кількісного визначення вольтарену

№ п/п	С вольтарену, М	V $5\cdot10^{-4}$М розчину вольтарену, мл	V $5\cdot10^{-3}$М розчину $K_3[Fe(CN)_6]$, мл	V 10М розчину NaOH (KOH), мл	V загальний, мл
1	$0,25\cdot10^{-4}$	2,50	0,50	20,00	50,00
2	$0,50\cdot10^{-4}$	5,00	1,00	-	-
3	$0,75\cdot10^{-4}$	7,50	1,50	-	-
4	$1,00\cdot10^{-4}$	10,00	2,00	-	-
5	$1,50\cdot10^{-4}$	15,00	3,00	-	-
6	$2,00\cdot10^{-4}$	20,00	4,00	-	-
7	$2,50\cdot10^{-4}$	25,00	5,00	-	-

Об'єм сумішей доводили водою до загального об'єму 50 мл в мірній колбі. Для приготування $5\cdot10^{-4}$М розчину вольтарену його точну наважку (0,08 г) розчиняли у воді в мірній колбі на 500 мл. Оптичну густину визначали через 10 хв. після перемішування на СФ-46 при $\lambda_{max}=450\pm1$ нм у кюветах з товщиною шару 1 см. Для порівняння використовували 4М розчин лугу. Підпорядкування закону Бера спостерігалось в межах концентрацій $2,5\cdot10^{-5}$-$2,5\cdot10^{-4}$М з високим коефіцієнтом кореляції. Границя визначення становила 4 мкг в мл.

Аналогічна методика була застосована для кількісного визначення вольтарену в ін'єкційних розчинах. Для аналізу в мірну колбу на 50 мл поміщають 0,30 мл лікарської форми (75 mg/3 ml) і доводять водою до мітки (розчин А). До 5 мл отриманого розчину А додають реагенти у відповідності зі стандартним розчином №2 (табл. 1). Оптичну густину вимірюють за зазначених умов. Концентрацію вольтарену в лікарській формі (г/мл) розраховують за формулою:

$$a = \frac{C_x \cdot M \cdot V_{M.K} \cdot V_з}{1000 \cdot V_A \cdot V_{л.ф}},$$

де C_x — концентрація вольтарену за градуйованим графіком, М/л;

М — маса Молю вольтарену, г/моль;

$V_{л.ф}$ — об'єм лікарської форми, що взяли для аналізу, мл;

V_A — об'єм розчину А, який приготували для аналізу, мл;

$V_{м.к.}$ — об'єм мірної колби, взятий для приготування розчину А, мл;

$V_з$ — загальний об'єм суміші, одержаний для фотометрування, мл.

Результати запропонованого аналізу (5 паралельних вимірювань) представлені в табл. 2 у порівнянні з фармакопейним. Наведені дані вказують на високу точність і відтворюваність результатів. Помилка визначення не перевищує допустимої, передбаченої нормативно-технічною документацією.

Таблиця 2

Результати аналізу вольтарену в ін'єкційних розчинах

Знайдено	
Фармакопейним методом	Спектрофотометричним методом
0,027 г/мл	0,024 г/мл
Метрологічні характеристики (n=5;P=0,5%)	
$S=3,81 \cdot 10^{-4}$	$S=2,55 \cdot 10^{-4}$
$\varepsilon=1,06 \cdot 10^{-3}$	$\varepsilon=7,09 \cdot 10^{-4}$
$\Delta=\pm 3,92\%$	$\Delta=\pm 2,95\%$

ВИСНОВОК

На основі реакції гексаціанофератy (III) калію з вольтареном методом спектрофотометрії у видимій області спектру розроблений простий, високочутливий спосіб кількісного визначення вольтарену як в субстанції, так і в його ін'єкційних розчинах.

ЛІТЕРАТУРА

1. *Гайдукевич А.Н., Еремина З.И., Зареченский М.А.// Хим.-фарм. журн. – 1985. – Т. 19. – №2. – С. 249-251.*
2. *Гайдукевич О.М., Жукова Т.В., Голик М.Ю. та ін.// В.Ф. – 1994. – №3-4. – С. 60-63.*
3. *Гайдукевич О.М., Жукова Т.В., Зареченський М.А.// Фармац. журн. – 1988. – №1. – С. 49-51.*
4. *Зареченський М.А., Кизим О.Г.// Вісник фармації. – 1995. – №1-2. – С. 35-37.*
5. *Станиславчук Н.А., Пентюк А.А., Луцюк Н.Р.// Хим.-фарм. журн. –1989. –№9.–С. 1131-1133.*
6. *Фартужний А.Ф., Мужановський Є.Б., Сєдов А.І.// Фармац. журн. – 1983. – №1. – С. 52-54.*

УДК 543.42.062:615.012.8

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОЛЬТАРЕНА В ИНЪЕКЦИОННЫХ РАСТВОРАХ

Т.В.Жукова, А.Н.Гайдукевич, С.Г.Леонова, И.А.Сокуренко, С.А.Бардакова

Предложен простой в исполнении и точный фотометрический способ количественного определения вольтарена на основе его хромогенной реакции окисления гексацианоферрат (III)-ионами в щелочной среде.

UDC 543.42.062:615.012.8

SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION OF VOLTAREN IN INJECTION SOLUTIONS

T.V.Zhukova, A.N.Gajdukevich, S.G.Leonova, I.A.Sokurenko, S.A.Bardakova

It is proposed an easy and exact photometrical method of quantitativ determination of voltaren on the basis of his chromogeneous reaction of oxidazing by hexazianoferrat (III)-ions in alkaline solution.