

Химия

УДК 543.4+547.94+547.972

Ж. М. АРСТАМЯН, М. А. МКРТЧЯН, А. В. ДАНИЕЛЯН

ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АНАЛЬГИНА РОДАМИНОМ С В ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПРЕПАРАТАХ

Исследовано взаимодействие аналгина с основным красителем диаминоксантенового ряда – родамином С. Образовавшийся ионный ассоциат извлекается однократной экстракцией ($R=0,975$) смесью дихлорэтана с амилацетатом (1:4) из растворов с кислотностью от рН 1 до 1,0N по HCl. Установлены также подчиняемость основному закону фотометрии, состав ионного ассоциата и т.д.

Разработанная методика применена для определения аналгина в спазмалгоне, пенталгине, баралгине.

Анальгин (1-фенил2,3-диметил-4-метиламинопиразолон-5-N-метансульфонат натрия) является производным пиразолона. Он обладает противовоспалительным и жаропонижающим свойствами. Однако при длительном применении аналгина возможны угнетение процессов кроветворения, случаи аллергических реакций. В последние годы в медицине обращают внимание на побочные эффекты, связанные с применением различных лекарственных препаратов. Поэтому требуется разработка чувствительных методов определения малых количеств этих препаратов. Существующие в литературе методы определения аналгина ограничены и малочувствительны [1, 2].

Ранее нами была разработана методика экстракционно-фотометрического определения аналгина красителем диазинового ряда сафранином Т [3].

Настоящая работа посвящена исследованию возможности применения красителя диаминоксантенового ряда – родамина С (РС) в качестве реагента для определения аналгина.

Экспериментальная часть. Раствор аналгина готовили из лекарственного препарата серии 310493, содержащего 95,8% аналгина, согласно прописи [2]. Рабочие растворы получали разбавлением запасного раствора водой.

Раствор РС готовили растворением навески препарата марки «для микроскопии» в воде, затем его отфильтровывали. Оптическую плотность (ОП) экстрактов измеряли на спектрофотометре СФ-16, а рН растворов – на потенциометре ЛПУ-01 со стеклянным электродом. Для установления оптимальных условий образования и экстракции ионного ассоциата (ИА) опыты

проводили в зависимости от ряда факторов. Так, в качестве растворителя применяли хлорпроизводные предельных углеводородов, сложные эфиры уксусной кислоты, ароматические углеводороды, а также их бинарные смеси. Наиболее пригодной оказалась смесь дихлорэтана (при необходимости следует очистить перегонкой) с амилацетатом (1:4). Анальгин с катионом РС образует ИА розового цвета.

Максимум светопоглощения водных растворов красителя и экстрактов ИА наблюдается при длине волны $\lambda=560-565\text{нм}$. Совпадение максимумов подтверждает факт образования ИА. Анальгин практически полностью извлекается однократной экстракцией из растворов с кислотностью от рН 1 до 1,0N по HCl в присутствии $3,7 \cdot 10^{-4} - 4,6 \cdot 10^{-4} M$ РС. Экстракционное равновесие создается за 30сек. Методом повторной экстракции был определен фактор извлечения: $R=0,975$. Подчиняемость основному закону фотометрии наблюдается при концентрации $2,4 \cdot 10^{-5} - 1,44 \cdot 10^{-4} M$. Кажущийся молярный коэффициент погашения определен по калибровочному графику: $\bar{\epsilon}_{565} = 4,2 \cdot 10^4 \text{ л} \cdot \text{моль}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$. Методами прямой линии Асмуса и сдвига равновесия установлено молярное соотношение аниона анальгина к катиону красителя в ИА, равное 1:1.

Разработанная нами методика применена для определения анальгина в лекарственных препаратах.

Определение анальгина в спазмалгоне, баралгине, пенталгине. В стакан емкостью 50мл помещают точную навеску порошка растертых таблеток (1 шт.) перечисленных лекарственных препаратов, растворяют в 35-40мл воды, фильтруют через сухой фильтр в мерную колбу емкостью 50мл, доводят до метки водой (раствор I). 1мл раствора I переносят в мерную колбу емкостью 50мл, снова доводят до метки водой (раствор II). В делительной воронке к аликвотной части раствора II (0,3-0,6мл) приливают 2мл 0,5N HCl, 0,5мл 0,02%-го раствора РС и 2мл смеси дихлорэтана с амилацетатом (1:4). Встряхивают 1мин после разделения фаз, измеряют ОП органического слоя при $\lambda=562\text{нм}$, $v=0,1\text{см}$. Правильность результатов анализа проверена методом добавок. Результаты приведены в таблице.

Определение анальгина в лекарственных препаратах. (P=0,95; n=5; $t_u=2,78$)

Препарат (серия)	А (ОП)		$\Delta \bar{A}$	$Sr \cdot 10^{-2}$	$\Delta \bar{A} \pm t_{\alpha} \frac{S}{\sqrt{n}}$
	введено	найдено			
Спазмалгон (650263)	- 0,175	0,185 0,355	0,17	1,47	$0,17 \pm 0,003$
Медобаралгин (1238-OSP)	- 0,34	- 0,345	0,345	1,50	$0,345 \pm 0,002$
Пенталгин (100343/01)	- 0,23	0,20 0,425	0,225	1,09	$0,225 \pm 0,003$

Содержание анальгина в лекарственных препаратах находят по калибровочному графику, построенному по фармакопейному анальгину. Содержание анальгина в одной таблетке определяют по формуле $X = \frac{aV}{V_1 g_1}$, где a -

количество анальгина, найденного по калибровочному графику, V – общий объем лекарственного препарата (с учетом разбавления), V_1 – аликвотная часть раствора, g_1 – навеска одной таблетки.

Разработанный нами метод отличается чувствительностью, простотой и доступен для применения в лабораториях.

Кафедра аналитической химии

Поступило 06.07.2005

ЛИТЕРАТУРА

1. Машковский М.Д. Лекарственные средства. Ч. 1. Харьков: Торсинг, 1997, с. 144, 159.
2. Государственная фармакопея СССР. М.: Медицина, 1968, с. 94.
3. Арстамян Ж.М. – Хим. ж. Армении, 2004, т. 57, № 4, с. 53.

Ժ. Մ. ԱՌՍՏԱՄՅԱՆ, Մ. Ա. ՄԿՐՏՉՅԱՆ, Ա. Վ. ԴԱՆԻԵԼՅԱՆ

ԱՆԱԼԳԻՆԻ ԷՔՍՏՐԱԿՑԻՈՆ-ԼՈՒՄԱՉԱՓԱԿԱՆ ՈՐՈՇՈՒՄԸ ՈՌԴԱՄԻՆ Ց-ՈՎ ԴԵՂԱՆՅՈՒԹԵՐՈՒՄ

Ամփոփում

Հետազոտված է անալգինի փոխազդեցությունը դիամինաքսանտենային շարքի ներկանյութ ռոդամին Ց-ի հետ: Առաջացած իոնական ասոցիատը միանվագ լուծահանվում է դիքլորէթանի և ամիլացետատի (1:4) խառնուրդով pH 1–1,0N աղաթթվային լուծույթներից: Հաստատված են ֆոտոմետրիայի հիմնական օրենքին ենթարկվելու սահմանները, իոնական ասոցիատի բաղադրությունը և այլն:

Մշակված մեթոդիկան կիրառվել է անալգինը սպազմալզոնում, պենտալգինում և բառալգինում որոշելու համար:

Zh. M. ARSTAMYAN, M. A. MKRTCHYAN, A. V. DANIELYAN

EXTRACTION-PHOTOMETRIC DETERMINATION OF ANALGINUM BY RHODAMINE C IN PHARMACENTICALS

Summary

The interaction of analginum anion with dye of diaminoksantene raw rhodamine C has been studied. Formed ionic associate could be extracted once trough ($R=0,975$) by dichlorethane–amilacetate (1:4) binary mixture from solutions pH 1 to 1,0N HCl and rhodamine C is $3,7 \cdot 10^{-4} - 4,6 \cdot 10^{-4} M$. The range of determined concentration of analginum is $2,4 \cdot 10^{-5} - 1,44 \cdot 10^{-4} M$. The molar coefficient of extraction $\bar{\epsilon}_{565} = 4,2 \cdot 10^4 l \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$.

The method was used for determining small amounts of analginum in spazmalgonum, baralginum and pentalgium.