

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

УДК 541.134

ИОНОСЕЛЕКТИВНЫЙ ЭЛЕКТРОД ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКОТИНОВОЙ КИСЛОТЫ В ФАРМАЦЕВТИЧЕСКИХ ПРЕПАРАТАХ

Г. И. Мантров, М. А. Феофанова, С.С Рясенский

Тверской государственной университет
Кафедра неорганической и аналитической химии

Описана конструкция и электроаналитические характеристики ионселективного электрода (ИСЭ) для количественного определения никотиновой кислоты. В качестве электродноактивных соединений в ИСЭ были использованы ионные ассоциаты никотиновой кислоты с фосфорновольфрамовой кислотой (ФВК). Проведено потенциометрическое определение никотиновой кислоты в фармацевтических препаратах.

Ключевые слова: электрод, потенциометрия, мембрана, электродная функция.

DOI 10.26456/vtchem2019.2.8

Никотиновая кислота 3-пиридинкарбоновая кислота - витаминное, гипополипидемическое и специфическое противопеллагрическое средство. В организме никотиновая кислота превращается в никотинамид, который связывается с коферментами кодегидрогеназы I и II (НАД и НАДФ), переносящими водород, участвует в метаболизме жиров, белков, аминокислот, пуринов, тканевом дыхании, гликогенолизе, процессах биосинтеза.

Для качественного и количественного анализа многих лекарственных веществ описано использование методов: УФ-спектроскопии [1; 2], микробиологического [4]. Эти методы требуют значительного времени для подготовки пробы к анализу, а также использования дорогостоящего оборудования. В настоящее время для анализа многих лекарственных веществ предложены надёжные ионселективные электроды (ИСЭ), которые наряду со значительным упрощением аналитической процедуры позволяют получить достаточно высокую чувствительность и низкую погрешность измерений. Целью нашей работы явилось создание твердотельного ИСЭ с откликом на ион никотиновой кислоты и изучение его характеристик.

Использовали никотиновую кислоту фармакопейной чистоты. В силу амфотерности никотиновой кислоты для синтеза электродактивного вещества применяли фосфорновольфрамовую кислоту квалификации ч.д.а., поливинилхлорид (ПВХ) использовали марки С-70, диоктилфталат (ДОФ) и циклогексанон – квалификации ч.д.а.

В качестве электродактивного вещества (ЭАВ) использовали ионный ассоциат никотиновой кислоты и фосфорновольфрамовой кислоты, который был получен сливанием водных растворов, содержащих эквимолярные количества никотиновой кислоты и фосфорновольфрамовой кислоты. При этом ЭАВ выпадало в виде осадка, который отделяли фильтрованием, многократно промывали дистиллированной водой и высушивали при комнатной температуре. Полученный таким образом ЭАВ использовали для изготовления ионоселективной мембраны по методике описанной ранее [5]. Состав использованной ионоселективной мембраны (% по массе): 5 - ЭАВ, 40 - ПВХ, 55 - ДОФ.

Для изготовления ИСЭ в цилиндрический корпус из ПВХ помещали платиновый токоотвод, который имел гибкий металлический вывод для присоединения к иономеру. (рис. 1)

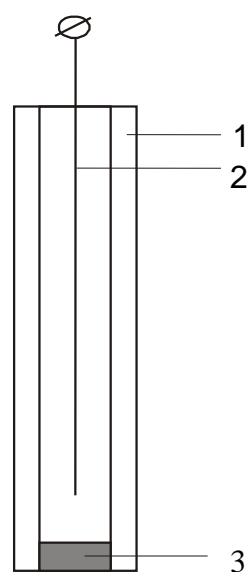
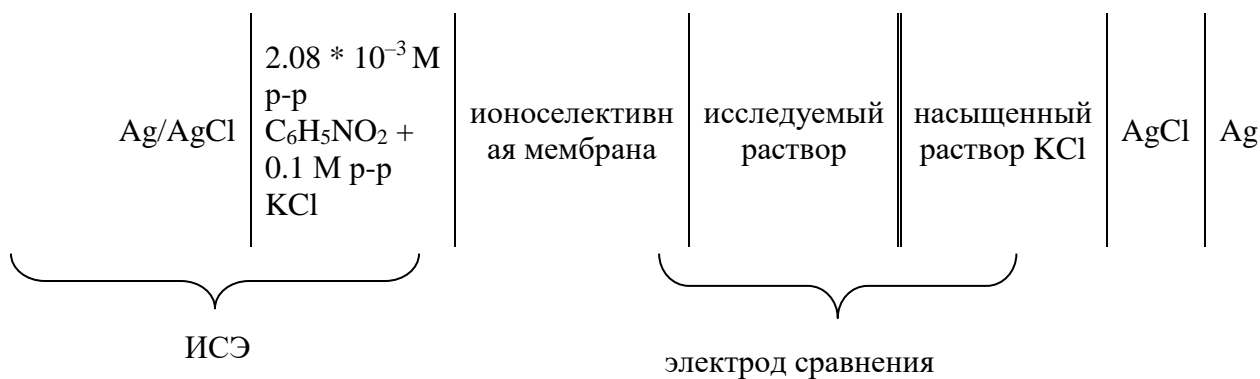


Рис. 1. Схема ИСЭ с откликом на ион доксициклина
1– корпус из ПВХ
2– токоотвод
3– ионоселективная мембрана

Для определения электродных характеристик изготовленного ИСЭ использовался иономер И-130 и электрохимическая ячейка, изображённая на схеме.

Схема электрохимической ячейки



Результаты и их обсуждения

Электродная функция ИСЭ представлена на рис. 2.

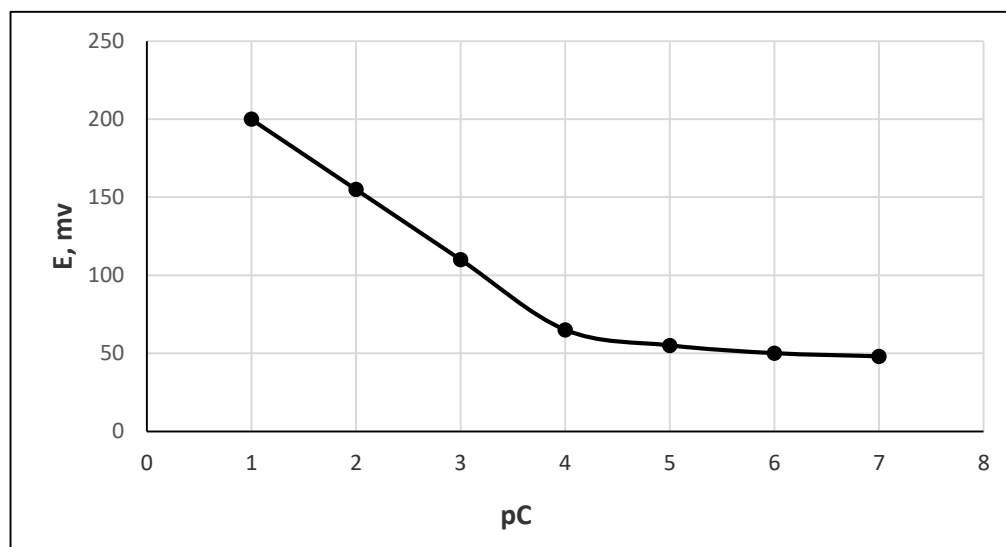


Рис. 2. Зависимость потенциала ИСЭ (E) от концентрации (pC) водного раствора никотиновой кислоты

Методом математической статистики с использованием критерия Фишера было показано, что в интервале pC 1–4 экспериментальные

точки описываются уравнением прямой. Линейный участок электродной функции наряду с близкой к нернстовской величиной её крутизны свидетельствует о возможности практического использования ИСЭ для определения никотиновой кислоты. Основные метрологические характеристики ИСЭ представлены в табл. 1.

Таблица 1
Основные метрологические характеристики ИСЭ для определения
никотиновой кислоты

Крутизна электродной функции, мВ/рС	Диапазон линейности рС	Нижний предел Обнаружения, М	Рабочий диапазон рН	Время отклика, с
46	1-4	$8,1 \cdot 10^{-4}$	4-7	20-30

На рис. 3 представлена зависимость потенциала ИСЭ от рН среды при постоянной концентрации никотиновой кислоты.

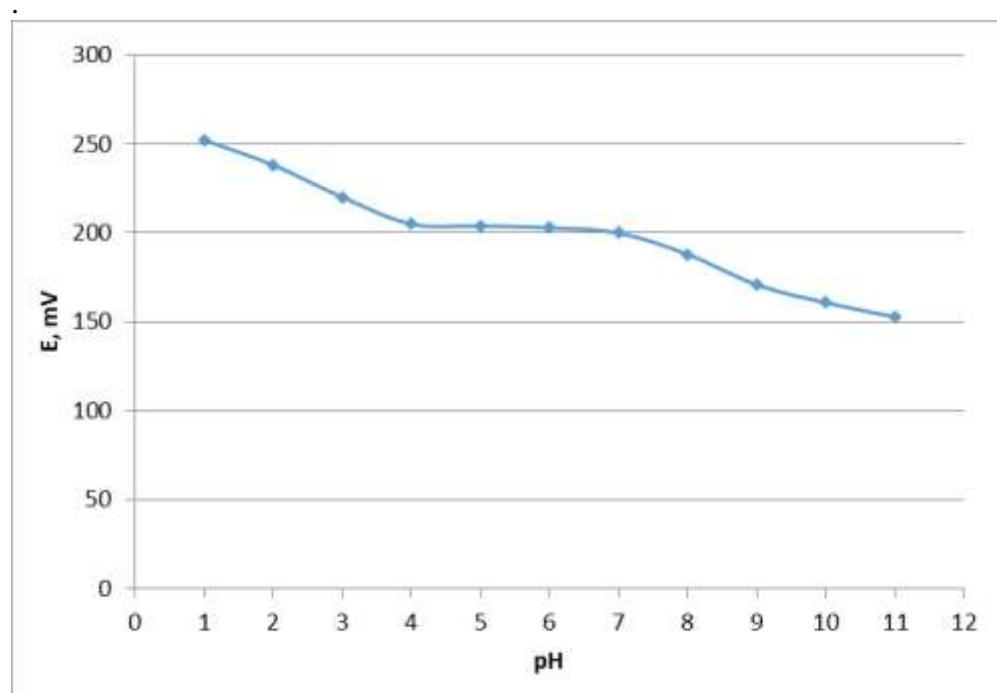


Рис. 3. Зависимость потенциала ИСЭ от рН. $C_{\text{(никотиновая кислота)}} = 10^{-1} \text{ М}$

Как видно, рабочий диапазон рН, в котором величина потенциала практически не изменяется, составляет рН 4 – 7.

Известно, что во многих биологических жидкостях могут присутствовать в значительных количествах катионы биометаллов,

которые могут исказить отклик ИСЭ. Поэтому мы определили коэффициенты селективности ИСЭ к некоторым катионам методом смешанных растворов [6]. Коэффициенты селективности представлены в табл. 2, из которой видно, что Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} практически не влияют на работу ИСЭ.

Таблица 2
Коэффициенты селективности ИСЭ к некоторым катионам

	Na^+	K^+	Ca^{2+}	Mg^{2+}
k	$1,9 \cdot 10^{-3}$	$1,7 \cdot 10^{-3}$	$8,1 \cdot 10^{-4}$	$8,5 \cdot 10^{-4}$

Для оценки возможности практического использования изготовленного ИСЭ было проведено определение содержания никотиновой кислоты в готовой лекарственной форме «Никотиновая кислота» (Производство ОАО «Фармстандарт», Россия).

Все измерения проводились в среде буферного раствора $\text{pH}=4,01$ (бифталат калия). Результаты представлены в табл. 3. Из нее видно, что взятые и найденные значения находятся в хорошем соответствии, а доверительный интервал имеет величину, обычную для метода прямой потенциометрии.

Таблица 3
Результаты определения содержания никотиновой кислоты методом прямой ионометрии в препарате «Никотиновая кислота»

Взято, г	Найдено $x_{\text{ср}}$, г	Дисперсия S^2 , г ²	Доверительный интервал $\Delta x_{\text{ср}}$, г
0,100	0,101	$2,16 \cdot 10^{-6}$	$\pm 0,006$

Список литературы

1. Государственная фармакопея Российской Федерации. 12-е изд. М.: Научный центр экспертизы средств медицинского применения, 2008.
2. Государственная фармакопея СССР: 11-е изд. М.: Медицина, 1987.
3. Патент 2471184 (2012).
4. Захаренко А.Г., Данюшенкова Н.М., Окулич В.К.//Иммунопатология, аллергология, инфектология. 2007. № 1. С. 42–47.
5. Холошенко Н.М., Рясенский С.С., Горелов И.П.//Хим.-фарм. журн. 2005. № 40(5). С. 54–56.
6. Корица И., Штулик Й. Ионоселективные электроды. М.: Мир, 1989.

ION-SELECTIVE ELECTRODE FOR DETERMINATION OF NICOTINIC ACID

G. I. Mantrov, M. A. Feofanova, S. S. Ryasenskii

Tver State University
Chair of inorganic and analytical chemistry

The construction and electroanalytical characteristics of ion-selective electrode (ISE) for nicotinic acid are described. Ion association complexes of the drug were tested as electroactive materials for ionometric sensor controls. The ISE was used for direct potentiometry of nicotinic acid.

Keywords: *ion-selective electrode, complexes, sensor, potentiometry*

Об авторах:

МАНТРОВ Геннадий Иванович – кандидат химических наук, доцент, кафедра неорганической и аналитической химии Тверского государственного университета, e-mail: geman28@mail.ru

ФЕОФАНОВА Марианна Александровна - кандидат химических наук, доцент, кафедра неорганической и аналитической химии Тверского государственного университета, e-mail: m000371@mail.ru

РЯСЕНСКИЙ Сергей Станиславович – кандидат химических наук, доцент, кафедра неорганической и аналитической химии Тверского государственного университета, e-mail: p000199@mail.ru

Поступила в редакцию 11 февраля 2019 года.