

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

УДК 543.421:615.28

DOI: 10.26456/vtchem2024.2.14

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ СОРБЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУЛЬФАЦИЛ-НАТРИЯ И НОРСУЛЬФАЗОЛА

Л.В. Омариева¹, Ф.М. Гусейханова², Ф.О. Исмаилова²,
З.И. Гашимов¹, А.М. Капизова³

¹ ФГБОУ ВО «Дагестанский государственный аграрный университет имени М.М. Джамбулатова», Махачкала

² ФГБОУ ВО «Дагестанский государственный университет», Махачкала

³ ГАУ АО ВО «Астраханский государственный архитектурно-строительный университет», г. Астрахань

Разработан метод сорбционно-фотометрического определения препаратов сульфацил-натрия и норсульфазола из класса сульфаниламидов с применением ново модифицированного сорбента СВ-1-М, полученного из опок Астраханской области путем несложной обработки.

Ключевые слова: норсульфазола и сульфацил-натрия, сорбент, опоки, краситель, ионный ассоциат.

Одной из проблем известной человечеству уже как минимум две тысячи лет является проблема фальсификации лекарственных средств. Однако в глобальную проблему фальсификация медикаментов превратилась только лишь в конце XX столетия. Ввиду этого одной из важнейших забот государства является контролирование качества и безопасности лекарственных средств, попадающих на рынок.

Для предотвращения фальсификации лекарственных препаратов необходимо иметь определенную базу нормативных документов, соответствующих мировым стандартам, а также организации, осуществляющие проведение контроля качества продукции.

Сульфаниламиды получили широкое применение в медицине [1]. Несмотря на то, что сульфаниламиды используются уже длительное время, их определение в основном опираются на титриметрические методы. Рекомендованные методы являются длительными, трудоемкими, токсичными [2, 3]. Целью работы является разработка новой методики определения сульфаниламидных препаратов с использованием опок астраханской области в качестве сорбента.

Работа проводилась с препаратами сульфацил-натрий и норсульфазол.

Функциональные группы, имеющиеся у данных препаратов, способны образовывать с сорбентами различных классов и групп адсорбционные комплексы. В последние десятилетия среди таких сорбентов нашли применение и сорбенты, получаемые из природного ресурса Астраханской области – опок [4,5]. Данные сорбенты способны поглощать многие органические и неорганические соединения, среди которых тяжелые токсичные ионы металлов, калий, рубидий, цезий, стронций, фенолы, ароматические углеводороды и др. [6, 7].

Сорбент СВ-1-М, используемый нами в работе, ранее был получен в АГУ из опок [8], и были установлены его основные физико-химические параметры, которые представлены в табл. 1.

Обрабатывая концентрированной соляной кислотой сорбент СВ-1-М, растворяли входящие в структуру опок оксиды металлов и карбонаты, чтобы использовать выщелоченные опоки в качестве улучшенных адсорбентов. При этом сохраняется каркас диоксида кремния и формируется сильно развитая пористая структура.

Таблица 1.

Основные физико-химические параметры сорбента СВ-1-М

Физико-химические показатели	Сорбент СВ-1-М
Фракция 10^3 , мм	0,01 – 0,1
Содержание влаги, %	2,0
Плотность, кг/дм ³	2,31
Насыпная плотность, кажущая, кг/дм ³	0,92
Суммарный объем пор по воде, см ³ /г	19,20
Пористость по ацетону, %	65,50

Для сорбента СВ-1-М характерна большая удельная поверхность, благодаря чему, он имеет высокую поглотительную способность соединений различной природы, в том числе и сульфаниламидов.

Астраханские опоки являются природными алюмосиликатами, состав которых складывается из следующих компонентов: SiO₂ – 75-80%; Al₂O₃ – 22-18%; Fe₂O₃ – 0,5-1%; H₂O – 0,2-0,5%; CaSO₄ – 0,3-0,5%; CaCO₃ – 0,12-0,8%.

В работах Алыкова Н.М. и Алыковой Т.В. отмечено наличие различных кластеров в опоках [9].

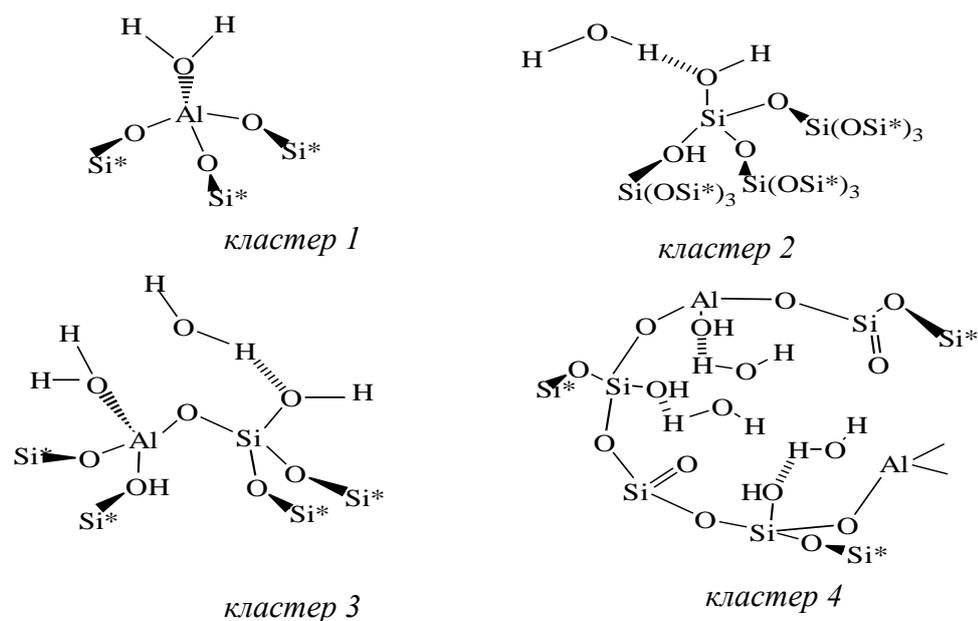
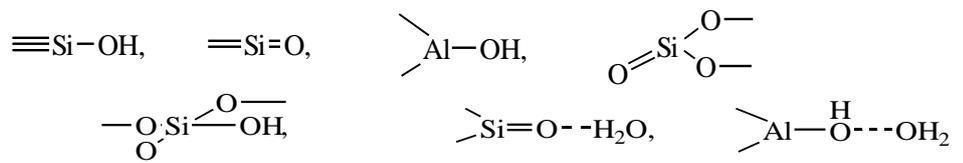


Рис. 1. Структуры кластеров сорбентов

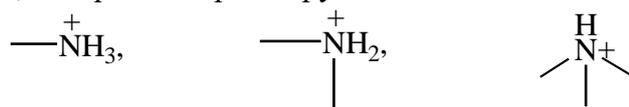
Кластер 4 - природный неорганический ионофор, входящий в состав микропор опок.

Кластеры 1 – 4 выстроены аналогично, все они содержат такие группы как



являющиеся активными центрами.

Сорбенты, получаемые из опок, способны поглощать необратимо те соединения, которые содержат группы



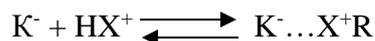
Данные группы характерны для различных групп лекарственных препараты, в том числе и сульфаниламидов.

Также установлено, что красители, содержащие в своей структуре азот, адсорбируются на сорбенте СВ-1-М не вымываясь с него широко используемыми органическими растворителями, а также водными растворами кислот и щелочей [10].

Данные результаты подтверждают, что азотсодержащие сорбаты сорбируются по схеме образования водородных связей, π-комплексов и при участии Ван-дер-Ваальсовых сил, а положительно заряженный азот

захватывается окружением групп –O– и >Si=O. Адсорбция органических азотсодержащих соединений определяется участием в сорбционном процессе акцептора электронных пар – положительно заряженного азота, и доноров электронных пар – кислорода силанольных, силоксановых и мостиковых групп кластеров сорбентов СВ.

При исследовании способа определения изучаемых препаратов из группы сульфаниламидов отбирали те красители, которые имели только одну кислотную группу [11]. Ионный ассоциат (ИА) образуется по схеме:



Следовательно, чем меньше имеется в структуре красителя кислотных групп, тем элементарнее состав образующегося ИА. Считают, что при образовании ИА краситель не меняет своей окраски, и соответственно не происходит смещение максимума полосы поглощения красителя.

Обсуждение результатов

Изучались спектры поглощения некоторых красителей и образованных ими ИА с изучаемыми препаратами. Самым чувствительным оказался феноловый красный. Он имеет высокий молярный коэффициент светопоглощения и является одним из доступных индикаторов в аналитической химии.

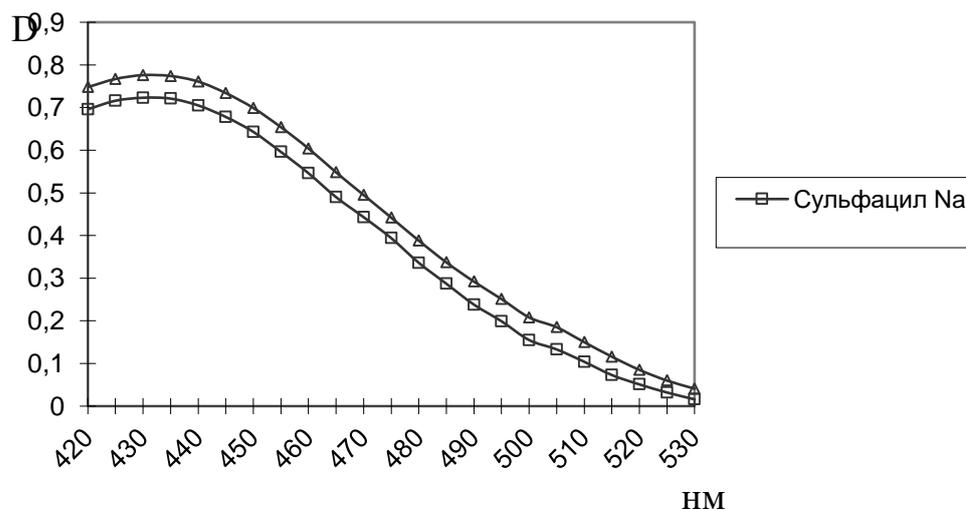


Рис. 2. Оптические спектры фенолового красного и ИА фенолового красного с сульфацилом натрия при pH = 3

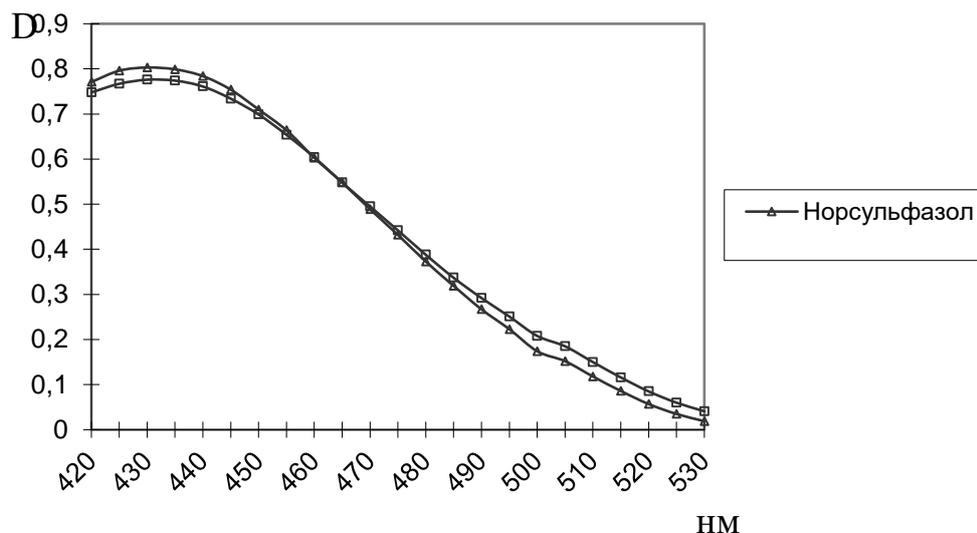
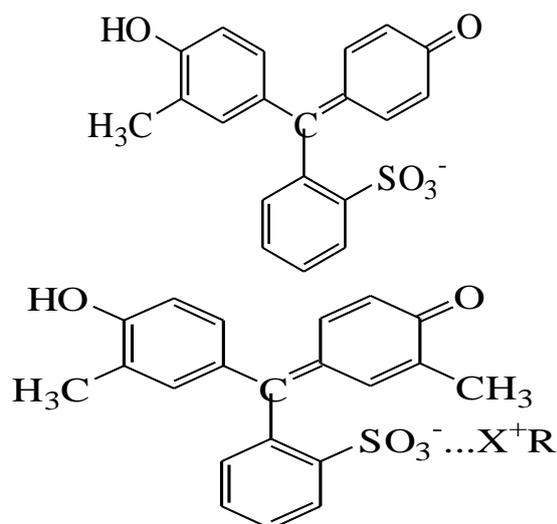


Рис. 3. Оптические спектры фенолового красного и ИА фенолового красного с норсульфазолом при pH = 3

Образование ИА с красителями происходит по следующей схеме:



Феноловый красный

ИА

где X^+ – это положительно заряженный атом азота сульфаниламидного препарата.

Представленная схема указывает на формирование ИА присоединением к положительно заряженному атому азота сульфаниламида отрицательно заряженной сульфогруппы красителя, что является основой того, что краситель образует с сульфаниламидами ионные ассоциаты на сорбенте. После вымывания с сорбента избытка красителя и дальнейшего разрушения ионного ассоциата, по количеству

высвободившегося красителя можно судить о количестве определяемого препарата.

Следовательно, в надлежащих условиях разрушение ионного ассоциата приводит к высвобождению всего связанного красителя, а это означает, что в отличие от экстракции, сорбционная фотометрия дает возможность создавать высокочувствительные методы определения сульфаниламидов.

Расчет содержания изучаемых препаратов в лекарственных формах проводили с применением градуировочных графиков [Рис. 4, 5], построенных с использованием стандартных растворов препаратов с точно известным содержанием основных компонентов.

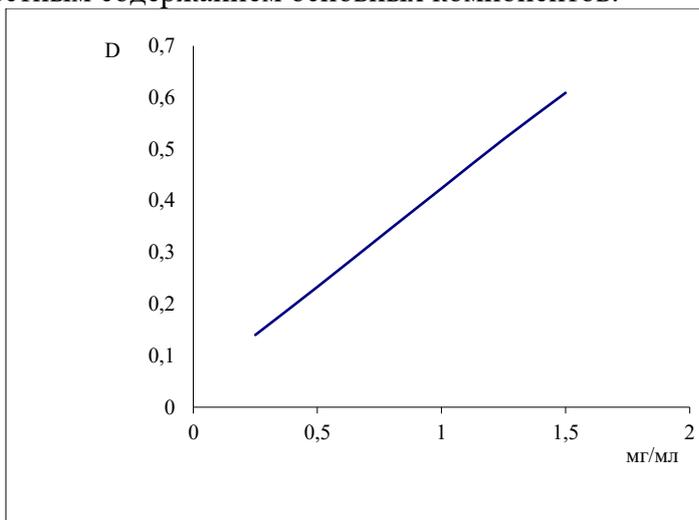


Рис. 4. График зависимости оптической плотности норсульфазола от его концентрации

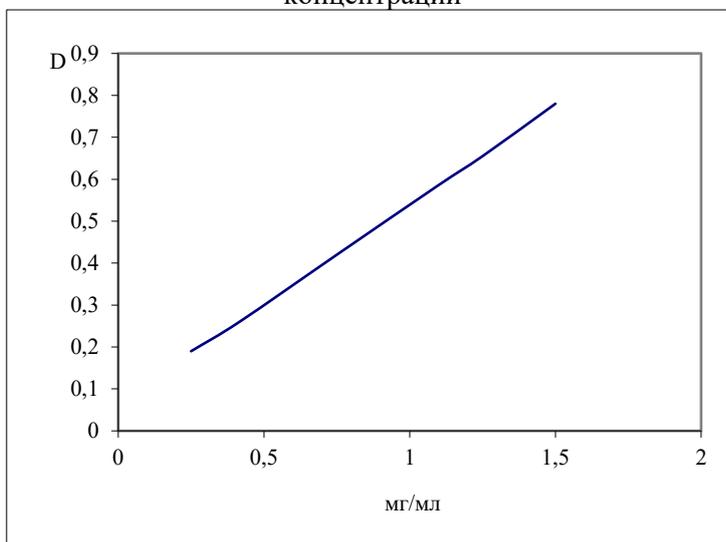


Рис. 5. График зависимости оптической плотности сульфацил натрия от его концентрации

Правильность предложенной методики установили методом «введено-найденно». Полученные результаты представлены в табл.2

Таблица 2.
Результаты определения норсульфазола и сульфацил натрия методом «введено-найденно»

Название препарата	Введено, мг/дм ³	Найдено, мг/дм ³
Норсульфазол	0,02	0,02 ± 0,004
	0,2	0,2 ± 0,03
	2,0	2,0 ± 0,24
Сульфацил натрия	0,02	0,02 ± 0,005
	0,2	0,2 ± 0,04
	2,0	2,0 ± 0,28

По полученным результатам, представленным в таблице 2 видно, что разработанная методика обладает удовлетворительными метрологическими характеристиками, нетрудная в исполнении и обладают хорошей чувствительностью.

Экспериментальная часть

Определение построено на образовании ИА между изучаемыми препаратами (сульфацил натрия и норсульфазол) и кислотным красителем феноловым красным на сорбенте СВ-1-М. Вымыванием буферным раствором с рН 3 избытка фенолового красного с сорбента добываемся того, что на сорбенте остается только лишь ИА. Раствором гидроксида аммония разрушаем ИА и выделяем краситель. Количество выделившегося красителя эквивалентно количеству сорбированных на первой стадии изучаемых препаратов.

Определение препаратов включало следующие стадии:

Лекарственную форму анализируемого препарата сначала измельчали и затем растворяли в дистиллированной воде. В центрифужную пробирку из полученного раствора отбирали аликвоту и туда же вносили буферный раствор с рН 3 и сорбент СВ-1-М. Содержимое пробирки взбалтывали и центрифугировали. Отбрасывали центрифугат и к осадку приливали буферный раствор и раствор фенолового красного, взбалтывали и центрифугировали. Центрифугат снова отбрасывали, а осадки промывают буферным раствором. К промытому сорбенту приливали раствор гидроксида аммония для разрушения ИА, взбалтывали и центрифугировали. Оптическую плотность центрифугата измеряли при длине волны 430 нм относительно воды.

Выводы

Предлагаемая сорбционно-фотометрическая методика определения сульфаниламидов в лекарственных формах могут быть использованы в контроле качества.

Список литературы

1. Машковский, М. Д. Лекарственные средства: в 2 кн. / М. Д. Машковский. - М.: ООО «Новая волна», 2002. - Кн. 2. - 608 с.
2. Фармацевтическая химия. Под ред. проф. А.П. Арзамасцева. М.: ГЭОТАР-Медиа, 2006, 640 с
3. Способ количественного определения сульфамидных препаратов в лекарственных формах: пат. РФ № 2419091 / Н. М. Алыков, Е. В. Дейкина. – Заявл. 30.07.09; опубл. 20.05.11.
4. Опоки Астраханской области. Н. Н. Алыков, Т. В. Алыкова, Н. М. Алыков, Н. Н. Воронин, Е. Н. Алыков, В. И. Кляев, К. Ю. Садомцев. Под ред. проф. Н. М. Алыкова. Издательский дом «Астраханский университет» 2005 г. 138 С.
5. Алыков Н.М. Природные ископаемые ресурсы и экологические проблемы Астраханского края / Н.М. Алыков, Н.Н. Алыков, К.Ю. Садомцев, О.В. Шмачкова. – Под ред. проф. Н.М. Алыкова. – Астрахань. – Изд. дом «Астрах. ун-т» – 2005. – 113 с.
6. Алыков Н.М. О механизме сорбции ионов металлов, фенолов, красителей и ряда физиологических активных веществ на сорбентах СВ-1 из водных растворов / Н.М. Алыков, А.В. Гламозда, Б.Б. Морозов, Е.С. Васильева, Н.И. Воронин // Всерос. Конф. Эколого-биологические проблемы Волжского региона и Северного Прикаспия. Матер. конф. – Астрахань 19-20 октября. – 1998. – С.11.
7. Алыков Н.М. Физико-химическое изучение опок Астраханской области / Н.М. Алыков, Н.И. Воронин, Н.Н. Алыков, А.В. Гламозда // III Всерос. конф. Экоаналитика-98. Тез. докл. – Краснодар 20-25 сентября. – 1998. – С.171.
8. Рассказова Ю.И. Изучение адсорбции лекарственных препаратов на природных силикатах [Текст] / Ю.И. Рассказова // Вестник МГОУ. Серия «Естественные науки». Выпуск «Химия и химическая экология» М.: Изд-во МГОУ. № 2 (24). – 2006. — С. 65 – 68.
9. Алыков Н.М. Моделирование механизмов адсорбции ряда органических веществ на алюмосиликатах / Н.М. Алыков, Т.В. Алыкова, К.П.Пашенко, Н.И. Воронин, Н.Н. Алыков // Известия Вузов. Химия и химическая технология. – 2003. – Т.46, – №6. – С. 31 – 34.
10. Рассказова Ю.И. Изучение статической сорбции антигистаминных препаратов на сорбенте СВ-1-М [Текст] / Рассказова Ю.И. // Эколого-биологические проблемы бассейна Каспийского моря: материалы IX Международной конференции. 10 – 11 октября 2006 года / отв. ред. В.Н. Пилипенко. – Астрахань: Издательский дом «Астраханский университет», 2006. – С. 50.2
11. Лурье Ю.Ю.. Справочник по аналитической химии. – М.: Химия, 1971. – 456 с.

Об авторах:

ОМАРИЕВА Луиза Ванатиевна – кандидат биологических наук, руководитель испытательного центра, доцент кафедры экологии и защиты растений факультета агроэкологии ФГБОУ ВО «Дагестанский ГАУ» (367032, ул. Магомеда Гаджиева, 180, Махачкала, Респ. Дагестан); e-mail: lizka78@mail.ru

ГУСЕЙХАНОВА Фатима Магомедбаговна – кандидат биологических наук, руководитель испытательного центра, доцент кафедры аналитической и фармацевтической химии химического факультета ФГБОУ ВО ДГУ (367023, ул. Магомеда Гаджиева, 43А, Махачкала, Респ. Дагестан); e-mail: gusena-fat@mail.ru

ИСМАИЛОВА Фариза Османовна – кандидат химических наук, руководитель испытательного центра, доцент кафедры аналитической и фармацевтической химии химического факультета ФГБОУ ВО ДГУ, (367023, ул. Магомеда Гаджиева, 43А, Махачкала, Респ. Дагестан); e-mail: ism-fariza@yandex.ru

ГАШИМОВ Зураб Исламович – аспирант 2-го года обучения технологического факультета ФГБОУ ВО «Дагестанский ГАУ» (367032, ул. Магомеда Гаджиева, 180, Махачкала, Респ. Дагестан); e-mail: gashimov.zurab1@mail.ru

КАПИЗОВА Альфия Манцуровна – кандидат химических наук, доцент кафедры пожарной безопасности и водопользования АГАСУ (414056, ул. Татищева, 18, Астрахань, Астраханская обл.); e-mail: farhat.2013@list.ru

**DEVELOPMENT OF A METHOD FOR SORPTION-PHOTOMETRIC
DETERMINATION OF SULFACYL-SODIUM AND
NORSULFAZOLE**

**L.V. Omarieva¹, F.M. Guseykhanova², F.O. Ismailova², Z.I. Gashimov¹
A.M. Kapizova³**

¹*Dagestan State Agrarian University, Makhachkala,*

²*Dagestan State University, Russia, Makhachkala,*

³*Astrakhan State University of Architecture and Civil Engineering, Astrahan*

A method has been developed for the sorption-photometric determination of drugs sulfacyl sodium and norsulfazole from the class of sulfonamides using a newly modified sorbent SV-1-M, obtained from flasks of the Astrakhan region through simple processing.

Keywords: *norsulfazole and sodium sulfacyl, sorbent, opoka, dye, ionic associate.*

Дата поступления в редакцию: 22.05.2024.

Дата принятия в печать: 29.05.2024.