

SCIENCE TIME



Общество Науки и Творчества

*Международный
научный журнал*

Выпуск №8/2022

СОДЕРЖАНИЕ

Раздел «Правоведение»

Стр. 5 Дадюкова М.Н.

Роль и значение правоохранительной функции государства

Стр. 10 Ризванов Г.М.

Особенности тактики отдельных следственных действий и ОРМ на первоначальном этапе расследования

Стр. 20 Ризванов Г.М.

Типичные следственные ситуации и основные направления их разрешения на первом этапе расследования

Раздел «Образование»

Стр. 27 Ногаева С.З.

Функциональная грамотность – основное направление повышения качества образования

Раздел «Экономика и управление»

Стр. 32 Сагапов Б.Р.

Междисциплинарность экономической науки в XIII веке как фактор развития организационной структуры

Раздел «Медицина, фармакология»

Стр. 36 Абдуллаева Н.К., Хусаннова Р.А., Юнусходжиева Н.Э.

Валидация аналитических методов количественного определения кальция фолата методом спектрофотометрии

Тема выпуска

Стр. 41 Холов П.А., Искендеров А.М., Эркаев А.У., Турдикулов Т.Н.

Оптимальные условия получения пероксида кальция на основе отхода азотнокислотного обогащения фосфоритов



ВАЛИДАЦИЯ АНАЛИТИЧЕСКИХ МЕТОДОВ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЛЬЦИЯ ФОЛИНАТА МЕТОДОМ СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ

Абдуллаева Н.К.,

Хусайнова Р.А.,

Юнусходжилова Н.Э.,

*Ташкентский фармацевтический институт,
г. Ташкент, Республика Узбекистан*

E-mail: husainova_79@inbox.ru

Аннотация. Для количественной оценки активного вещества были разработаны методики с использованием метода СФ. Из используемых методов титриметрический является более точными и менее чувствительными относительно метода СФ. Вероятность погрешности спектрофотометрического метода является выше, в связи с этим для валидации методики количественной оценки нами был выбран спектрофотометрический метод, используемый для количественной оценки кальция фолината в препарате «Кальций фолинат» длюфлизат для приготовления раствора для инъекций.

Ключевые слова: кальций фолинат, раствор для инъекции, валидация разработанных методик.

Целью данной работы является разработка спектрофотометрических методик количественного определения кальция фолината и валидация разработанных методик с использованием предложенных в работе подходов к процедуре определения и оценке приемлемости линейности.

Материалы и методы: Условия проведения испытаний: температура в помещении должна быть не выше 25°C, влажность не более 65%.

Спектры получали в интервале длин волн 500 до 700 нм. В качестве раствора сравнения использовали бланк.

Обычно ультрафиолетовая спектрофотометрия имеет ограниченную специфичность, которую можно повысить использованием первой и второй производной спектра.

Экспериментальная часть

Если ультрафиолетовая спектрофотометрия используется для количественного определения, то следует оценить влияние примесей на светопоглощение. При количественном определении не рекомендуется использовать удельный показатель поглощения. Если удельный показатель поглощения все же применяется, то его значение следует устанавливать на

SCIENCE TIME

основании межлабораторного исследования, используя серии с известной чистотой. Чистота этих образцов должна оцениваться с использованием различных методов, включающих как методы разделения, так и абсолютные методы (не требующие использования стандартного образца).

Количественное определение кальция фолината в лекарственном препарате методом спектрофотометрии

Для проведения процесса валидации готовили растворы кальция фолината разной концентрации.

Приготовление РСО кальция фолината. 50,0 мг РСО кальция фолината помещали в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводили до метки очищенной водой и перемешивали. К 30 мл полученного раствора, точно отмеренных, добавили 20 мл разбавленной соляной кислоты и воды, чтобы получилось ровно 100 мл. Пипеткой на 60 мл каждого из этих растворов добавили 0,5 г порошка цинка и оставили на 20 минут при частом встряхивании. Профильтровали через сухую фильтровальную бумагу и выбросили первые 10 мл фильтрата. Отбирали пипеткой по 10 мл последующего фильтрата и добавили воды, чтобы получилось ровно 100 мл. К 4 мл полученного раствора прибавили 1 мл воды, 1 мл разведенной соляной кислоты и 1 мл раствора нитрита натрия (1:1000), хорошо перемешивали и оставили на 2 мин. К полученному раствору добавили по 1 мл раствора амидосульфата аммония (1 к 200), тщательно перемешивали и оставили на 2 мин. К полученному раствору добавили по 1 мл раствора оксалата N-(1-нафтил)-N-диэтилэтилендиамина (1 к 1000), встряхивали, оставили на 10 минут и добавили воду, чтобы получилось ровно 20 мл.

Приготовление испытуемого раствора. 50,0 мг препарата помещали в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводили до метки очищенной водой и перемешивали. К 30 мл полученного раствора, точно отмеренных, добавили 20 мл разбавленной соляной кислоты и воды, чтобы получилось ровно 100 мл. Пипеткой на 60 мл каждого из этих растворов добавили 0,5 г порошка цинка и оставили на 20 минут при частом встряхивании. Профильтровали через сухую фильтровальную бумагу и выбросили первые 10 мл фильтрата. Отбирали пипеткой по 10 мл последующего фильтрата и добавили воды, чтобы получилось ровно 100 мл. К 4 мл полученного раствора прибавили 1 мл воды, 1 мл разведенной соляной кислоты и 1 мл раствора нитрита натрия (1:1000), хорошо перемешивали и оставили на 2 мин. К полученному раствору добавили по 1 мл раствора амидосульфата аммония (1 к 200), тщательно перемешивали и оставили на 2 мин. К полученному раствору добавили по 1 мл раствора оксалата N-(1-нафтил)-N-диэтилэтилендиамина (1 к 1000), встряхивали, оставили на 10 минут и добавили воду, чтобы получилось ровно 20 мл.

Приготовили испытуемых растворов с 5 разной концентрацией зависимо от навески образцов, соответственно: 40 мг (80 %), 45 мг (90 %), 50 мг (100 %), 55 мг (110 %), 60 мг (120 %).

Измеряют оптическую плотность полученных растворов на спектрофотометре при длине волны 564 ± 5 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм, в качестве сравнительного раствора используется вода очищенная.

SCIENCE TIME

Содержание кальция фоллината в препарате (X) в % вычисляют по формуле:

$$X = \frac{D_1 \cdot m_0 \cdot P}{D_0 \cdot m_1}$$

где:

D_1 – оптическая плотность испытуемого раствора;

D_0 – оптическая плотность раствора РСО кальция фоллината;

m_1 – масса навески испытуемого образца, мг;

m_0 – масса навески РСО кальция фоллината, мг;

P – фактическое содержание кальция фоллината в стандартном образце, %.

Все расчеты производили в программе Microsoft Office Excel.

Специфичность

Проводили измерение раствора бланк, стандартного раствора и испытуемого раствора. Полученные данные приведены в таблице 1.

Таблица 1

Результаты образцов, полученные
на спектрофотометре при длине волны 564 нм

Образец	Оптическая плотность, АЕ
Бланк	0,001
Стандартный раствор	0,357
Испытуемый раствор (100%)	0,353

Линейность

Готовили и проводили измерения испытуемых растворов с различной концентрацией действующего вещества в интервале от 80 до 120%.

Таблица 2

Результаты оптической плотности, полученные в ходе
анализа образцов кальция фоллината разной концентрации

Уровень концентрации, %	X (концентрация, навески образцов в мг)	Y (Оптическая плотность, АЕ)
80	40,12	0,283
80	40,07	0,281
90	45,01	0,313
90	45,09	0,316
100	50,06	0,352
100	50,00	0,350
110	54,99	0,386
110	55,04	0,388
120	59,96	0,421
120	60,01	0,423

Расчеты, полученные после статистической обработки результатов параметра линейности

Статистические характеристики	Результаты
Наклон a	0,00707
Отрезок на оси ординат b:	-0,00186
Коэффициент корреляции r.	0,9998
Уравнение прямой	$Y=0,00707x-0,00186$

По полученным данным строится зависимость оптической плотности от концентрации кальция фолината в растворе (рис. 1). В программе также строится линия тренда и определяется уравнение регрессии.

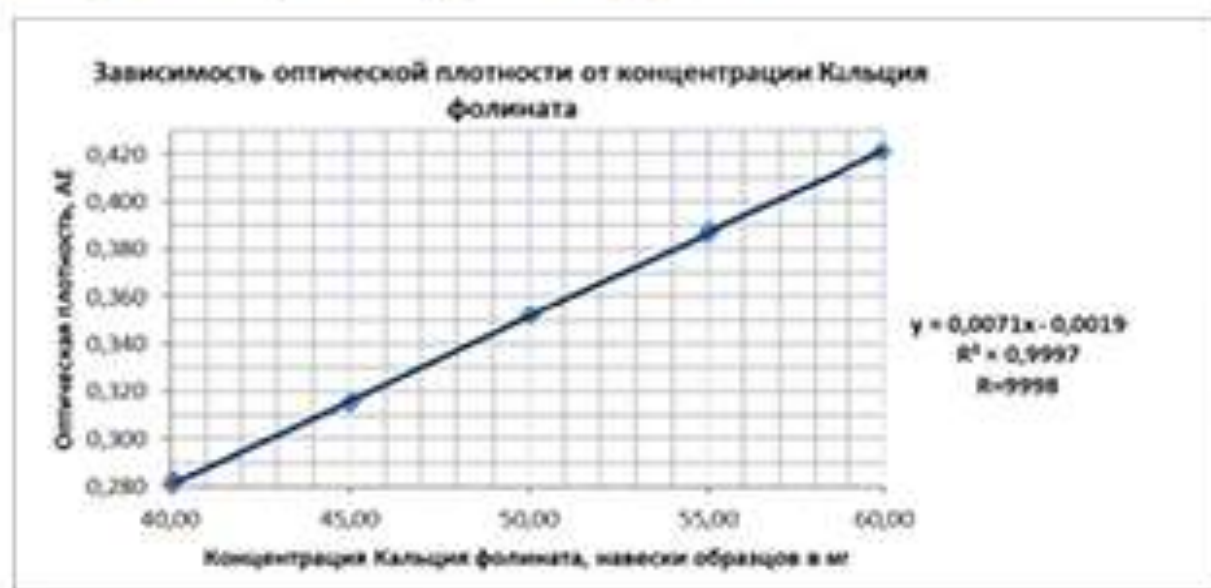


Рис. 1 Диаграмма зависимости оптической плотности от концентрации кальция фолината в растворе

Выводы:

1. Проведена валидация аналитических методов при контроле качества лекарственного препарата «Кобафен», лиофилизат для приготовления раствора для инъекций. Результаты, полученные в процессе валидации, свидетельствуют о том, что методы, указанные в НД, являются достоверными – это подтверждают результаты, полученные в процессе валидации.

2. Проведена валидация аналитических методов при контроле качества лекарственных препаратов таких, как «Кальций фолинат», лиофилизат для приготовления раствора для инъекций. Результаты, полученные в процессе валидации, свидетельствуют о том, что методы, указанные в НД, являются достоверными – это подтверждают результаты, полученные в процессе валидации.

3. В процессе валидации все измеряемые параметры: специфичность, линейность соответствуют критериям приемлемости.

Литература:

1. Беленький М.Л. Элементы количественной оценки фармакологического эффекта. – Л., 1963. – 152 с.
2. Гуськова Т.А. Основные проблемы безопасности лекарственных средств // Фарматека. – 2006. – № 5. – С. 151-156.
3. Стефанов А.В. Доклинические исследования лекарственных средств / Под общей редакцией члена корреспондента АМН. – К., «Авиценна», 2002. – 568 с.