

Ўзбекистон

Kompozitsion **M**ateriallar

Ilmiy-texnikaviy va amaliy jurnali



Ўзбекский научно-технический и производственный журнал
Композиционные материалы

РАЗРАБОТКА И ВАЛИДАЦИЯ МЕТОДОВ АНАЛИЗА ЭКСТРАКТА АЛОЭ И МЕТИЛУРАЦИЛА В КОМБИНИРОВАННЫХ ФИТОПЛЁНКАХ

¹Абед Ф.Ж., ²Иногамов С.Е., ²Туреева Г.А.

¹ Государственное учреждение «Фан ва тараккиёт» при ТашГТУ имени И. Каримова

²Ташкентский фармацевтический институт

Аннотация. В работе представлены результаты разработки методов качественного и количественного анализа активных фармацевтических субстанций в фитоплёнках, содержащих жидкий экстракт алоэ и метилурацил. Описаны специфические реакции идентификации компонентов, включая реакции солеобразования, комплексообразования и реакции Борнтрегера для экстракта алоэ, а также комплексообразования и взаимодействия с солями металлов - для метилурацила. Проведён спектрофотометрический анализ, подтверждающий отсутствие влияния полимерной основы на определение субстанций. Количественное определение выполнено по разработанным методикам с использованием рабочих стандартных образцов барбалоина и метилурацила. Статистическая обработка данных показала высокую воспроизводимость и достоверность результатов, что подтверждает пригодность предложенных методик для дальнейшего применения в фармацевтическом анализе.

Ключевые слова: фитоплёнки, алоэ, барбалоин, метилурацил, качественный анализ, количественный анализ, спектрофотометрия.

Введение. Фитоплёнки являются перспективной лекарственной формой, обеспечивающей контролируемое высвобождение активных веществ и локальное терапевтическое действие. Одними из часто используемых компонентов для пролонгированных ранозаживляющих средств являются жидкий экстракт алоэ, обладающий выраженной биостимулирующей активностью, и метилурацил - стимулятор репарации тканей и регенерации. Для стандартизации качества подобных комбинированных лекарственных форм требуется разработка надёжных методов качественного и количественного анализа их активных компонентов. Особое значение имеет изучение возможного влияния полимерной основы плёнки на спектральные характеристики веществ, а также выбор условий анализа, обеспечивающих точность и воспроизводимость. Настоящая работа направлена на разработку валидируемых методик идентификации и количественного определения экстракта алоэ и метилурацила в фитоплёнках.

Результаты исследования. Для определения Алоэ экстракта в пленке нами была разработана методика спектрофотометрического качественного определения Алоэ экстракта.

Методы качественного определения Алоэ экстракта жидкого.

1) Реакция солеобразования: Брали 1 мл Алоэ экстракта жидкого, добавляли по каплям 10% раствор едкого натра и наблюдали темно-красное окрашивание полученного раствора.

2) Реакция Борнтрегера: К 1 мл Алоэ экстракта жидкого добавляли разведенную хлористоводородную кислоту и 15 мл диэтилового эфира. К 5 мл эфирного извлечения при помощи взбалтывания добавляли 5 мл аммиачного раствора, эфирный слой окрашивался в ярко-желтый цвет, что свидетельствует о наличии хризофанолов, а аммиачный слой – в кроваво-красный цвет, что свидетельствует о наличии эмодинов.

3) Реакция комплексообразования: К 1 мл Алоэ экстракта жидкого по каплям добавляли спиртовой раствор ацетата магния. В результате спиртовое извлечение раствора окрашивалось в оранжево-красный цвет.

Методы качественного определения метилурацила.

1) Реакция солеобразования: 1 г метилурацила растворили в 2 мл горячей воды. К раствору добавили 1 г нитрата серебра. Выпадает осадок белого цвета.

2) 1 г метилурацила растворили в 2-3 мл этанола. К раствору добавили 0,5 мл спиртового раствора кобальта нитрата и раствора аммиака. Метил-урацил можно идентифицировать по фиолетовому окрашиванию.

Методика количественного определения жидкого экстракт в фитоплёнках**

При количественном анализе был изучен спектр поглощения водного рабочего стандартного образца (алоин) барбалоина, а также водного раствора полимерной пленки.

Установлено, что образец Алоэ экстракт имеет максимум поглощения 412 нм. Такой же максимум поглощения имеет водный раствор полимерной пленки. Это свидетельствует о том, что полимер не является препятствием к определению Алоэ в пленке. Результаты приведены на рис.1 и 2.

***Количественных анализ Алоэ экстракта в фитопленках был проведен совместно со специалистами Научной лаборатории инновационных фармацевтических соединений при Ташкентском Фармацевтическом институте.*

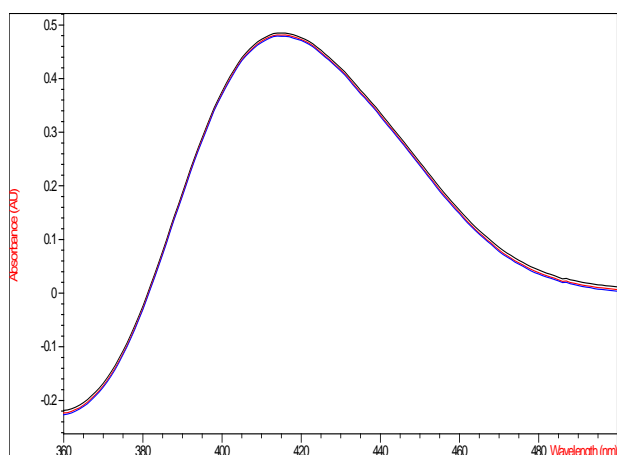


Рис. 1. Максимум поглощения рабочего стандартного образца (алоина) барбалоина

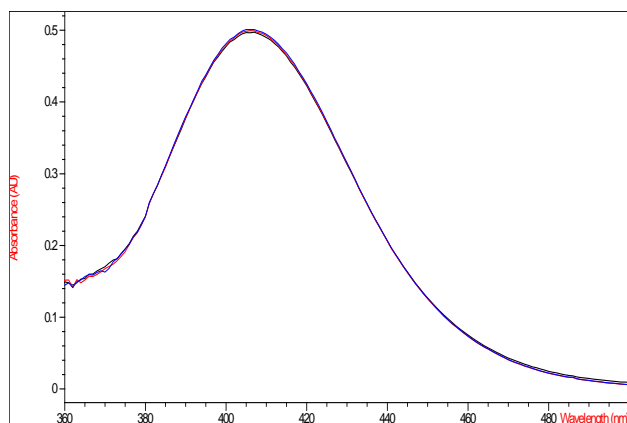


Рис. 2. Максимум поглощения испытуемого раствора (пленки)

Для определения количественного содержания жидкого экстракта Алоэ в пленке нами за основу была взята методика, приведенная в данном источнике [2.91].

Количественное определение содержания Алоэ экстракта жидкого (в пересчете на барбалоин(алоин)).

Приготовление испытуемого раствора.

Навеску, эквивалентную 0,4 г Алоэ экстракта (точная навеска) в пленке, поместили в колбу на 50 мл, добавили 60% С₂Н₅ОН до 5

мл, нагревали на водяной бане продолжительностью 15 мин, смешивали на протяжении 3 мин, остужали и отфильтровали в колбу на 25 мл (р-р А). Р-р А (0,4 мл), помещали в мерную колбу на 25 мл доводили до метки щелочно-аммиачным раствором.

Раствор сравнения: раствора А (0,4 мл) отмеривали в колбу на 10 мл и добавляли Н₂О очищенную до 25 мл.

Следующий этап заключается в определении оптической плотности полученного раствора. Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 412 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. Параллельно проводят оптическую плотность раствора рабочего стандартного образца (РСО) барбалоина.

Приготовление раствора рабочего стандартного образца (РСО) барбалоина (алоина).

Около 0,02 (точная навеска) барбалоина помещали в мерную колбу вместимостью 50,0 мл, растворяли в 15 мл 60% этилового спирта при нагревании на водяной бане. После охлаждения содержимого колбы до комнатной температуры доводили объем раствора 60% этиловым спиртом до метки (раствор А барбалоина). 0,5 мл раствора А барбалоина помещали в мерную колбу на 25,0 мл и доводили объем раствора до метки щелочно-аммиачным раствором (испытуемый раствор Б). Раствор Б помещали в колбу емкостью 25,0 мл и нагревали в течение 15 мин на кипящей водяной бане с обратным холодильником. В качестве раствора сравнения использовали воду очищенную.

Содержание суммы антраценпроизводных (X) в пересчете на барбалоин вычисляли по формуле:

$$X = \frac{D \times m_0 \times 25 \times 25 \times 1 \times 100}{D_0 \times m \times 2 \times 50 \times 25}$$

где D – оптическая плотность испытуемого раствора;

D₀ – оптическая плотность раствора РСО барбалоина;

m – масса навески пленки, г;

m₀ – масса РСО барбалоина, г.

Содержание суммы антраценпроизводных в пересчете на барбалоин в одной пленке рассчитывали по формуле:

$$X = \frac{0,3 \times 0,02 \times 25 \times 25 \times 1 \times 100}{0,669 \times 0,4 \times 2 \times 50 \times 25}$$

Содержание суммы антраценпроизводных в пересчете на барбалоин в одной пленке должно быть в среднем 0,5618 мг (0,56 - 0,5633 мг). Результаты исследований приведены в табл. 1.

Таблица 1

Результаты статистического анализа

Навеска препарата (пленки), г	Количественное содержание антраценпроизводных в пересчете на барбалоин в 1 пленке, мг	Метрологические характеристики
0,46	0,561	$\bar{X} = 0,5618;$ $S^2 = 0,0000;$ $S = 0,0008;$ $S_x = 0,0004;$ $\Delta X = 0,0023;$ $\Delta \bar{X} = 0,0010;$ $T = (P=95\%, f=4) = 2,7800\%;$ $E = 0,0414\%;$ $\Delta \bar{E} = 2,3\%$
0,44	0,563	
0,42	0,561	
0,46	0,562	
0,45	0,562	

Методика количественного определения метилурацила в пленке**

При количественном анализе был изучен спектр поглощения водного рабочего стандартного образца метилурацила, а также водного раствора полимерной пленки. Установлено, что образец метилурацила имеет максимум поглощения 260 нм. Такой же максимум поглощения имеет водный раствор полимерной пленки. Это свидетельствует о том, что полимер не является препятствием к определению метилурацила в пленке. Результаты приведены на рис. 3 и 4.

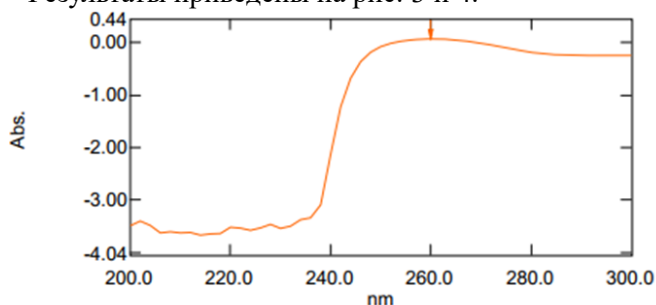


Рис. 3. Максимум поглощения рабочего стандартного образца метилурацила

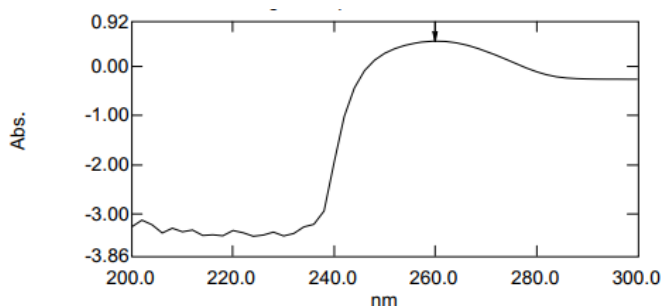


Рис. 4. Максимум поглощения испытуемого раствора (пленки)

**Количественный анализ метилурацила в фитопленках был проведен совместно со специалистами в Научной лаборатории инновационных фармацевтических соединений при Ташкентском Фармацевтическом институте.

Приготовление испытуемого раствора метилурацила (МУ)

0,4 г (точная навеска) препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл прибавляют 30 мл 1 % раствор кальция хлорида, нагревают на водяной бане до расплавления и взбалтывают в течение 5 мин при периодическом подогревании. Затем пробу охлаждают на льду и водную

часть фильтруют через бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 100 мл. Таким же образом извлечение повторяют еще два раза и доводят объем раствора 1 % раствором кальция хлорида до метки. 1 мл полученного раствора помещают в мерную колбу на 100 мл и доводят раствора водой до метки. В качестве раствора сравнения использовали 1 % раствор кальция хлорида.

Следующий этап заключается в определении оптической плотности полученного раствора. Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 260 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм.

Параллельно проводят оптическую плотность раствора рабочего стандартного образца (PCO) метилурацила.

Приготовление стандартного раствора метилурацила:

0,203 г чистого метилурацила (точная навеска) помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл растворяю в 1 % растворе кальция хлорида и доводят объем раствора тем же растворителем до метки. 1 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем раствора водой до метки. Вычисляют процентное содержание МУ в пленках, используя следующую формулу:

$$X = \frac{D \times m_0 \times 5 \times 100 \times 100 \times m}{D_0 \times b \times 100 \times 100 \times 5}$$

$$X = \frac{0,069 \times 0,203 \times 5 \times 100 \times 100 \times 0,4}{0,521 \times 100 \times 100 \times 0,4046 \times 5} = 0,027\%$$

Где: D_0 - оптическая плотность стандартного образца МУ

D - оптическая плотность испытуемого раствора

m_0 – масса РСО МУ

m - масса навески

b - масса пленки.

Среднее содержание МУ в 1 пленке должно быть 0, 0260%. (0,0258-0,0298%). Результаты исследований приведены в таблице 2.

Таблица 2

Статическая обработка результатов количественного определения метилурацила

Навеска образца плёнки, г	Количественное содержание МУ в пленке, %	Метрологические характеристики
0,46	0,027	$\bar{X} = 0,0260;$ $S^2 = 0,0000;$ $S = 0,0010;$ $S_x = 0,0004;$ $\Delta X = 0,0028\pm;$ $\Delta \bar{X} = 0,0012;$ $T = (P=95\%, f=4) = 2,7800 \%$ $E = 10,6923\%;$ $\Delta \bar{E} = 4,78 \%$
0,44	0,027	
0,42	0,025	
0,46	0,026	
0,45	0,025	

Заключение. Дана подробная характеристика использованных активных компонентов и вспомогательных веществ, входящих в состав фитопленок.

Были использованы вещества, отвечающие требованиям НД. Разработаны методы количественного и качественного анализа метилурацила и Алоэ экстракта в пленке.

По результатам статистической обработки данных выявлено, что доверительная вероятность исследования составляет 95% для метилурацила и Алоэ экстракта соответственно, а относительная ошибка для метилурацила - около 4,78%, тогда как для Алоэ экстракта этот показатель составляет – 2,3%. Это подтверждает высокую достоверность проведенных экспериментов.

Разработанные методы качественного и количественного анализа жидкого экстракта алоэ и метилурацила в составе фитоплёнок показали высокую точность и

воспроизводимость. Установлено, что максимумы поглощения метилурацила (260 нм) и барбалоина — маркерного соединения экстракта алоэ (412 нм) - совпадают с максимумами поглощения водных растворов пленочных основ, что подтверждает отсутствие влияния полимерной матрицы на спектрофотометрическое определение. Определены специфические качественные реакции, позволяющие однозначно идентифицировать активные вещества. Статистическая обработка данных продемонстрировала доверительную вероятность 95% и приемлемые величины относительной ошибки: 4,78% для метилурацила и 2,3% для экстракта алоэ. Полученные результаты подтверждают валидность и пригодность предложенных методик для дальнейшего использования в фармацевтическом анализе комбинированных фитоплёнок.

Литература

1. Алексеева И.В., Соловьева К.Л., Веселкова Т.А. Разработка состава, технологии и оценка качества фитопленок на основе сухих растительных экстрактов // Современные проблемы науки и образования. – 2012. – № 5.- С 67-68.
2. Бекетова А.В. Совершенствование методов стандартизации лекарственных средств на основе алоэ древовидного/ А.В. Бекетова, О.В. Евдокимова, М.Н. Лякина// Вестник Научного центра экспертизы средств медицинского применения. Регуляторные исследования и экспертиза лекарственных средств. – 2022. Т. 12, № 2. – С. 161–172.
3. Глущенко, С.Н. сравнительный качественный анализ листьев алоэ древовидного (*Aloe arborescens* L.) и листьев алоэ вера (*Aloe vera* L.) [Текст] / С.Н. Глущенко, В.А. Куркин, А.А. Шмыгарева // Фенольные соединения: 138 свойства, активность, инновации. Сборник научных статей по материалам X Международного симпозиума «Фенольные соединения: фундаментальные и прикладные аспекты». – Москва, 2018. – С. 255-259
4. Голованенко А.Л., Смирнова М.М., Алексеева И.В., Блинова О.А. Основные подходы к стандартизации пленок лекарственных// Современные проблемы науки и образования. – 2012. – № 2.- С 56-57
5. Грошовый Т.А., Маркова Е.В., Головкин В.А. Математическое планирование эксперимента в фармацевтической технологии. Планы дисперсионного анализа. Киев: Выш.шк.,1992, 187 с.

СОДЕРЖАНИЕ

1. Химия и физикохимия композиционных материалов и нанокomпозитов

Негматов С.С., Абед Н.С., Негматова К.С., Туляганова В.С., Негматов Ж.Н., Касимов Ш.Б., Бозорбоев Ш.А., Муродов И.И., Эргашев Н.Э., Абдукаххоров А.А., Саидкулов С.А. О механизме физико-химических взаимодействий компонентов композиционных полимерных материалов, наполненных неорганическими и органическими ингредиентами	3
Абед Ф.Ж., Иногамов С.Е., Туреева Г.А. Разработка и валидация методов анализа экстракта Алоэ и метилурацила в комбинированных фитоплёнках	9
Негматов С.С., Бабаханова М.А., Касимова М.Н., Раупова Д.Н., Шамсиевна С.С. Исследование влияния состава на свойства композиционных лакокрасочных материалов на основе местного сырья, применяемых в различных отраслях промышленности	13
Сафаева Д.Р., Шукруллаева М.С., Тиллаев Т.У., Шин И.Г. Взаимосвязь структуры и энергетического состояния запечатываемых полимерных пленок с напряжением коронного разряда при их активации	16
Негматов С.С., Хурсанов А.Х., Негматов Ж.Н., Негматова К.С., Абед Н.С., Холмурадова З.К., Икрамова М.Э., Эрнийёзов Н.Б. Исследование состава и технологических режимов флотационного обогащения медно-молибденовых руд месторождения «Кальмакыр» с применением флотореагента-вспенивателя КХФ-ВС.....	18
Жумаева А.А. Модификацияланган поливинилхлориднинг юмшаш ҳароратларини ўрганиш	21
Khusanova M.F., Djalilov A.T., Beknazarov X.S. Synthesis and physicochemical characterization of highly absorbent oleogels	24
Эшдавлатова Г.Э., Камолов Л.С., Бобилова Ч.Х. Исследование эффективности пенообразования на основе блок-сополимеров в растворах диэтанолamina	27
Radjabov O.I., Yariev O.O., Azimova L.B., Djurabaev Dj.T., Filatova A.V., Turaev A.S. Na-KMS va I tip kollagenning o'zaro ta'sirini molekulyar doking usulida ilmiy asoslash	30
Айтмуратова А.Е., Сидрасулиева Г.Б., Каттаев Н.Т., Акбаров Х.И., Дадаходжаев А.Т. Синтез нанодисперсного NiO из отработанного промышленного катализатора ТО-2 и исследование его структурных и адсорбционных свойств	34

2. Физико-механика и трибология композиционных материалов

Abed N., Negmatova K., Tulyaganova V., Tukhtasheva M., Shamsiyeva S., Kosimov Sh. Investigation of the influence of the nature and type of fillers on the antifriction-wear-resistant properties of composite polymer coatings	39
Алланазаров А.А. Оқ чўянларни кесувчи асбоб тифининг ейилишга бардошлигини назарий тадқиқи	42
Berdiyev D.M., Liang Z., Abdullayev A.X., Ibroximova M.M. Nikel asosli olovbardosh qotishmalar xossalariга metallmas qo'shimchalarning ta'siri	44
Абдуллаев Ф.К., Йулдошев О.Ч. Экспериментальное исследование жидкотекучести чугуновых сплавов.	47
Алланазаров А.А., Ахмедов А.Х., Шакиров Ш.М., Хусанов У.С. Оқ чўянга механик кесиб ишлов бериш жараёнини назарий тадқиқ этиш	50
Saidakhmedova G.R., Inoyatkhodjaev J.Sh., Saydakhmedov R.Kh., Parpiev M.M. Effect of aluminum coating thickness on the performance characteristics of reflectors	54
To'rayev A.N., Murodqosimov R.X., Axmedova M.E., Solijonova Sh.X., Xolmatov E.M., Rajabova M.A. Nikel qo'shimchasining alyuminiy qotishmalarining yeyilishbardoshligiga ta'sirini o'rganish	57
Kodirov O., Safarov T., Beknazarov Kh. Study kinetic results of the inhibitors synthesis of corrosion inhibitor based on P-phenylenediamine, formalin and alanine	59

3. Разработка и технология получения композиционных материалов

Абед Н.С. Разработка метода формирования электропроводящих композитов с сегрегированной структурой, содержащих наноразмерный углеродный наполнитель	64
--	----