



УКРАЇНА

(19) UA (11) 27288 (13) U
(51) МПК (2006)
G01N 21/00МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ КІЛЬКІСНОГО ВИЗНАЧЕННЯ КВЕРЦЕТИНУ

1

2

(21) u200706467

(22) 11.06.2007

(24) 25.10.2007

(72) ТАРХАНОВА ОЛЬГА ОЛЕКСАНДРІВНА, UA,
ВАСЮК СВІТЛАНА ОЛЕКСАНДРІВНА, UA(73) ЗАПОРІЗЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ МЕДИЧНИЙ
УНІВЕРСИТЕТ, UA, ТАРХАНОВА ОЛЬГА
ОЛЕКСАНДРІВНА, UA, ВАСЮК СВІТЛАНА
ОЛЕКСАНДРІВНА, UA

(56)

(57) Спосіб кількісного визначення кверцетину, який полягає у розчиненні проби, обробці кольорореагентом і вимірюванні оптичної густини забарвленого розчину, який **відрізняється** тим, що розчиняють пробу в метанолі, як кольорореагент використовують п-нітротетразолій фіолетовий, визначення проводять в присутності натрію гідроксиду.

Корисна модель стосується галузі аналітичної хімії, а саме способів кількісного визначення діючих речовин у складі лікарських засобів і може бути використана в лабораторіях Державної інспекції за контролем якості ліків, а також ВТК хіміко-фармацевтичних заводів.

Підвищення селективності методів кількісного аналізу є актуальним в аналітичній практиці. Пряма спектрофотометрія не завжди спроможна вирішити це, а тому впровадження кольорореагентів для потреб спектрофотометрії у видимій ділянці спектру є важливим.

Відомий спосіб кількісного визначення кверцетину, який полягає у розчиненні проби, що аналізується, у етиловому спирті при нагріванні на водяному огрівнику при температурі 65-70°C, охолодженні, додаванні приблизно 0,1мл кислоти хлористоводневої розведеної та вимірюванні оптичної густини при 374nm [№Р. 08.03./07178 Кверцетин].

Спільними суттєвими ознаками аналогу та способу, що заявляється, є розчинення проби, додавання реагентів та вимірювання оптичної густини.

Недоліком цього способу є недостатня специфічність, бо при вказаній довжині хвилі має максимум поглинання велика кількість органічних лікарських сполук, що робить неможливим визначення кверцетину у комбінованих лікарських формах.

Найбільш близьким за технічною сутністю і результатами, що досягаються, є спосіб, який полягає у розчиненні проби, що аналізується, у етиловому спирті при нагріванні у киплячому

водяному огрівнику, обробці кольорореагентом - 2,0мл 2% розчину алюмінію хлориду на 70% етиловому спирті, доведенні етиловим спиртом до 25мл та вимірюванні через 20хв оптичної густини при 430nm. [А.с. СССР №1507394. Способ количественного определения флавоноидов в растительном сырье / В.В. Беликов, Н.Т. Колесник. 1989].

Спільними суттєвими ознаками прототипу та способу, що заявляється, є розчинення проби, обробка кольорореагентом та вимірювання оптичної густини.

Недоліком прототипу є тривалість методики та неспецифічність реагенту, який взаємодіє з великою кількістю речовин, що містять один чи декілька фенольних гідроксилів.

В основу корисної моделі поставлено задачу удосконалення способу кількісного визначення кверцетину шляхом використання п-нітротетразолія фіолетового як кольорореагенту, що забезпечить скорочення тривалості методики, підвищить селективність аналізу.

Поставлена задача вирішується тим, що у способі, який включає розчинення проби, обробку кольорореагентом та вимірювання оптичної густини забарвленого розчину новим є те, що розчиняють пробу в метанолі, як кольорореагент застосовують п-нітротетразолій фіолетовий, визначення проводять в присутності натрію гідроксиду.

Прийнятним наслідком зв'язок між сукупністю ознак, що заявляються, та досягнутим технічним результатом полягає у наступному. Застосування як кольорореагента п-нітротетразолія фіолетового

(13) U

(11) 27288

(19) UA

дозволяє підвищити селективність аналізу кверцетину в субстанції, лікарській рослинній сировині та препаратах, виготовлених з неї, та значно скоротити тривалість аналізу.

Спосіб здійснюють таким чином: розчинену в метанолі пробу кверцетину обробляють п-нітротетразолієм фіолетовим в середовищі метанолу в присутності натрію гідроксиду з послідовним вимірюванням оптичної густини забарвленого розчину.

Приклад. Кількісне визначення кверцетину в субстанції.

Точну наважку зразка, що аналізується, в межах 0,0200-0,0300г розчиняють в метанолі в мірній колбі ємністю 50мл, доводять до позначки тим же розчинником і перемішують. 1мл одержаного розчину вміщують в мірну колбу на 25мл, додають 1мл 0,1% розчину п-нітротетразоліа фіолетового, 0,2мл 0,05М розчину натрію гідроксиду та доводять метанолом до позначки, ретельно перемішують. Паралельно проводять дослід з розчином порівняння кверцетину та компенсаційним розчином, який не вміщує об'єкт дослідження.

Оптичну густину досліджуваного розчину та розчину порівняння вимірюють на фоні компенсаційного розчину при довжині хвилі 468нм в кюветах з товщиною шару 1см.

Розрахунок кількісного вмісту кверцетину проводять за формулою:

$$C_{\%} = \frac{A \cdot C_0 \cdot 1250}{A_0 \cdot p \cdot 1},$$

де

A - оптична густина аналізуемого розчину;

A₀ - оптична густина стандартного спектрофотометруемого розчину;

C₀ - концентрація стандартного спектрофотометруемого розчину (0,0020г/100мл);

p - наважка, г;

1250 - коефіцієнт, враховуючий розбавлення;

1 - товщина шару, см.

Результати кількісного визначення кверцетину в субстанції наведеш в табл. 1.

Наважка, г	Знайдено, %	Метрологічні характеристики
0,0207	99,00	$\bar{x} = 99,15$
0,0215	99,25	$S^2 = 0,3711$
0,0230	98,20	$S = 0,6092$
0,0264	99,09	$S\bar{x} = 0,2487$
0,0276	100,1	$\Delta\bar{x} = 0,6393$
0,0296	99,27	

Приклад 2. Кількісне визначення суми флавоноїдів в перерахунку на кверцетин в настоянці водяного перця.

5,00мл екстракту вміщували в термостійку колбу ємністю 50мл та випарювали етанол шляхом нагрівання на водяному огрівнику. Залишок розчиняли в 20мл дистильованої води, кількісно переносять в ділильну воронку ємністю 50мл та очищають три рази по 20мл

етилацетатом. Об'єднаний етилацетатний екстракт випарюють досуха та сушать сухий залишок в сухо-жаровій шафі при температурі близько 70°C. Висушений залишок розчиняють у невеликій кількості метанолу, переносять в мірну колбу ємністю 25мл, доводять метанолом до позначки та перемішують. Аналогічні операції проводять з 25,00мл стандартного розчину кверцетину. 0,5мл одержаного розчину та 1,00мл стандартного розчину вміщують в колбу ємністю 25мл та аналізують згідно наведеної вище методики.

Результати кількісного визначення суми флавоноїдів в перерахунку на кверцетин в настоянці водяного перця наведені в табл.2.

Лікарська форма	Взято для аналізу, мл	Знайдене фс
Екстракт водяного перця ЗАТ Фарм. фабрика "Віола", серія 040806 (не менш 0,15% кверцетину)	5,00	0
	5,00	0
	5,00	0
	5,00	0
	5,00	0
	5,00	0

Порівняльні характеристики пропонуемого способу з відомим наведені в табл. 3.

Порівнюваємий параметр	відомий
Застосований реагент	алюмінію хлорид
Об'єкти, що визначаються даними реагентами	речовини, що містять у своїй структурі фенольний гідроксил
Тривалість аналізу	25хв

Як видно з табл. 3, спосіб, що пропонується, скорочує тривалість аналізу в 5 разів, підвищує селективність аналізу і може бути застосований в практиці лабораторій по контролю якості ліків та ВТК хіміко-фармацевтичних заводів.

Таблиця 1