

1315/935/1/012021. 11. *Prewaning milk replacer intake and effects on long-term productivity of dairy calves / F. Soberon [et al] // Journal of Dairy Science. – 2012. – Vol. 95, № 2. – P. 783–793.*

Поступила в редакцию 04.03.2023.

DOI 10.52368/2078-0109-2023-59-2-146-149  
УДК 54.06.066:615

## СРАВНИТЕЛЬНАЯ ОЦЕНКА МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕРМАНГАНАТА КАЛИЯ В ФАРМАКОПЕЙНЫХ ПРЕПАРАТАХ

**Холод В.М. ORCID ID 0000-0002-3241-805X, Пипкина Т.В. ORCID ID 0000-0002-2761-8033**  
УО «Витебская ордена «Знак Почета» государственная академия ветеринарной медицины»,  
г. Витебск, Республика Беларусь

*Проведен сравнительный анализ методов количественного определения перманганата калия. Метод спектрометрии по ряду своих критериев сопоставим с методом иодометрии и может быть использован для проведения фармакопейного анализа. Кроме того, он более технологичен и экспрессивен. **Ключевые слова:** перманганат калия, фармакопея, иодометрия, спектрофотометрия, оксалатометрия.*

## COMPARATIVE EVALUATION OF METHODS FOR DETERMINING POTASSIUM PERMANGANATE IN PHARMACOPEIC PREPARATIONS

**Cholod V.M., Pipkina T.V.**

EE “Vitebsk State Academy of Veterinary Medicine”, Vitebsk, Republic of Belarus

*Comparative analysis of methods of quantitative determination of potassium permanganate was conducted. The spectrometry method is comparable to iodometry in a number of its criteria and can be used for pharmaceutical analysis. It is also more technological and expressive. **Keywords:** potassium permanganate, pharmacopoeia, iodometry, spectrophotometry, oxalatometry.*

**Введение.** Развитие фармацевтической отрасли, разработка и увеличение производства лекарственных препаратов, используемых в ветеринарии, является важным фактором сохранения поголовья сельскохозяйственных животных. Условием производства любых лекарственных средств является обязательный контроль качества производимой продукции и, в первую очередь количественное определение как основной субстанции, так и вспомогательных веществ и примесей, попадающих в них процессе производства. Для этих целей используются различные аналитические методы – как титриметрические, так и инструментальные (физические и физико-химические), которые приведены в ГФ РБ, фармацевтических статьях и других нормативных документах, регламентирующих состав и требования, предъявляемые к производимому лекарственному препарату [1]. Поиск и совершенствование фармакопейных методов анализа постоянно продолжается и неразрывно связан с развитием и совершенствованием фармацевтического производства.

В работе представлены результаты исследования фармакопейных препаратов перманганата калия различными методами. Фармакопейными препаратами, используемыми в качестве лечебного средства, являются 0,0125%, 1% и 5% растворы перманганата калия (2). Перманганат калия применяют в качестве антисептического средства для промывания ран разного характера при дерматитах, ожогах, тяжелых гнилостных инфекциях, раневых повреждениях, инфекциях матки [3].

В настоящее время в качестве фармакопейных широко используются химические титриметрические методы анализа, основанные на определении объема раствора известной концентрации (титранта), затраченного на реакцию с определяемым веществом. Именно к этой группе относится метод иодометрии, рекомендованный в качестве фармакопейного [4]. Однако по мере совершенствования аналитических методов все в большей степени используются инструментальные методы анализа, к числу которых относится и метод абсорбционной спектрометрии. Этот метод основан на специфическом поглощении электромагнитного излучения определенной длины волны анализируемым веществом. В определенном диапазоне концентраций наблюдается линейная зависимость между концентрацией перманганата калия и оптической плотностью раствора, что позволяет проводить количественные измерения [5].

В настоящей работе приводятся результаты количественного определения содержания перманганата калия в фармакопейных препаратах методами спектрометрии, иодометрии и оксалатометрии.

**Материалы и методы исследований.** Для проведения сравнительного анализа содержания перманганата калия различными методами были приготовлены 0,0125%, 1% и 5% растворы перманганата калия, соответствующие его содержанию в фармакопейных препаратах [6].

При проведении определения методом абсорбционной спектрометрии использовался спектрофотометр марки ПЭ-5300ВИ. Определение оптической плотности проводилось при длине волны 528 нм. Для перевода оптической плотности в единицы концентрации использовали метод калибровочного графика, охватывающий диапазон изучаемых концентраций.

Метод оксалатометрии основан на титровании горячего 0,1 н раствора щавелевой кислоты раствором перманганата калия в кислой среде. 1 мл 0,1 н раствора щавелевой кислоты эквивалентен 3,16 мг перманганата калия [7].

Фармакопейным методом исследования является титриметрический метод иодометрии, основанный на взаимодействии перманганата калия  $\text{KMnO}_4$  с иодидом калия  $\text{KI}$  в кислой среде и использовании в качестве титранта 0,1 н раствора тиосульфата натрия  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .

Каждая концентрация определялась всеми тремя методами исследования в 8 повторностях.

Для оценки правильности полученных результатов рассчитывались средние значения определяемой величины ( $\bar{x}$ ), относительная ошибка ( $\delta$ ), размах колебаний ( $\text{Lim}$ ), средняя квадратичная ошибка (среднее квадратичное отклонение ( $s$ ), коэффициент вариации ( $W$ ), доверительный интервал ( $\bar{x} \pm 2s$ ) при доверительной вероятности  $P < 0,05$ ) [8].

Относительная ошибка рассчитывалась по формуле:

$$\delta = \frac{\Delta C}{C} \times 100\%$$

где  $\Delta C$  - абсолютная ошибка (разность между результатом определения и действительным значением);

$C$  - действительное значение определяемой величины.

Средняя квадратичная ошибка (стандартное отклонение) рассчитывалась по формуле:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

где  $S$  - средняя квадратичная ошибка;

$x_i$  - значение единичного определения;

$\bar{x}$  - среднее значение определяемой величины;

$n$  - число определений (объем выборки).

Средняя квадратичная ошибка характеризует воспроизводимость результатов определения. Она позволяет определить доверительный интервал, т.е. интервал, в пределах которого находится действительное значение определяемой величины. Кроме того, использование средней квадратичной ошибки позволяет определить и доверительную вероятность ( $P$ ) определения этой статистической величины.

Коэффициент вариации рассчитывался по формуле:

$$w = \frac{s}{\bar{x}} \cdot 100\%$$

где  $W$  - коэффициент вариации.

**Результаты исследований.** Результаты сравнительного анализа содержания перманганата калия титриметрическим и спектрометрическим методами представлены в таблице.

При исследовании 0,0125% раствора перманганата калия методом спектрометрии среднее содержание составило 0,0126%, абсолютная ошибка – 0,0001% и относительная ошибка – 2,7%. Для объективной оценки воспроизводимости метода используется, как правило, относительная ошибка, так как она дается в сопоставлении с действительной величиной. С этой же целью для определения правильности, воспроизводимости и рассеивания вариант вокруг среднего определяется среднее квадратичное отклонение, коэффициент вариации и область доверительного интервала, в который укладываются результаты определения.

При использовании метода спектрометрии среднее квадратичное отклонение составило 0,0003 и область доверительного интервала, в который укладывались результаты определения с доверительной вероятностью  $p < 0,05$ , составила  $0,0126 \pm 0,0006$  при коэффициенте вариации -2,3%.

При исследовании фармакопейного препарата с 1% содержанием перманганата калия абсолютная ошибка составила в среднем 0,034% и относительная ошибка – 6,2%. Среднее квадратичное отклонение составило 0,092, и при доверительной вероятности  $p < 0,05$  область доверительного интервала была  $1,034 \pm 0,18$ .

Среднее содержание перманганата калия в препарате с 5% его содержанием составило 5,07%, абсолютная и относительная ошибка – соответственно 0,07% и 2,7%, доверительный интервал –  $5,07 \pm 0,38$  и коэффициент вариации – -3,3%.

**Таблица – Сравнительная оценка методов определения перманганата калия в фармакопейных препаратах**

№ п/п	Концентрация $KMnO_4$ , %	Пределы колебаний, Lim	Среднее значение $x$ , %	Относительная ошибка, %, $\delta$	Стандартное отклонение, $s$	Доверительный интервал, $x \pm 2s$ при $p < 0.05$	Коэффициент вариации $W$ , %
<b>Метод спектрометрии</b>							
1	0,0125	0,012-0,013	0,0126	2,7	0,0003	0,0126 $\pm$ 0,0006	2,3
2	1	0,939-1,165	1,034	6,2	0,92	1,034 $\pm$ 0,18	8,8
3	5	4,85-5,47	5,7	2,7	0,19	5,07 $\pm$ 0,38	3,3
<b>Метод иодометрии</b>							
4	0,0125	0,0124-0,0137	0,0129	3,4	0,0005	0,0128 $\pm$ 0,0001	0,4
5	1	0,95-1,24	1,057	8	0,099	1,057 $\pm$ 0,198	9,3
6	5	4,82-5,19	5,03	1,6	0,109	5,03 $\pm$ 0,208	2,9
<b>Метод оксалатометрии</b>							
7	0,0125	0,087-0,0179	0,0123	19,2	0,003	0,0123 $\pm$ 0,006	24
8	1		0,0986	9,1	0,092	0,0986 $\pm$ 0,184	9,2
9	5	4,89	5,015	1,45	0,102	5,05 $\pm$ 0,204	2

Метод спектрометрии достаточно чувствителен, так как наиболее точные и воспроизводимые результаты получены при минимальной концентрации 0,0125% и доверительном интервале 0,0126 $\pm$ 0,0006. Хорошая линейная зависимость наблюдается и при максимальной концентрации. Наименее точные и воспроизводимые результаты (относительная ошибка 6,2% и коэффициент вариации 8,8%) наблюдались при средней концентрации, что соответствует примерно фармакопейному методу иодометрии.

Исследование тех же препаратов перманганата калия титриметрическими методами иодометрии и методом оксалатометрии дало следующие результаты.

Исследование препарата перманганата калия 0,0125% концентрации методом иодометрии дало наиболее точный и воспроизводимый результат. В то же время метод оксалатометрии, относящийся к той же группе титриметрических методов, дает значительно худшие по точности чувствительности и воспроизводимости результаты. При низкой концентрации перманганата калия относительная ошибка – 19,2%, коэффициент вариации – 24%, доверительный интервал – 0,006 при среднем значении 0,0123%.

Исследование препаратов перманганата калия 1% и 5% концентрации обоими методами дало примерно одинаковые результаты. Для 1% раствора при использовании метода иодометрии средняя относительная ошибка составила 8% и коэффициент вариации – 9,3% для метода оксалатометрии – соответственно 9,1% и коэффициент вариации – те же 9,2%.

Более точные результаты методы иодометрии и оксалатометрии имеют при 5% концентрации перманганата калия. При использовании метода иодометрии среднее содержание составило 5,03%, относительная ошибка – 1,6% и коэффициент вариации – 2,9%. При использовании метода оксалатометрии соответствующие значения этих показателей были 5,015%, 1,45%, 2%.

**Заключение.** Метод спектрометрии по своим параметрам может быть использован для количественной оценки фармакопейных препаратов перманганата калия. Он более технологичен и экспрессивен по сравнению с титриметрическими методами.

Титриметрический метод оксалатометрии недостаточно чувствителен при низких концентрациях. Он не может быть рекомендован для оценки всего количественного спектра фармакопейных препаратов, содержащих перманганат калия.

**Conclusion.** By its parameters, the spectrometry method can be used to quantify pharmacopoeic preparations of potassium permanganate. It is more technological and expressive than titrimetric methods.

The titrimetric oxalatometry method is not sufficiently sensitive at low concentrations. It cannot be recommended to estimate the total quantity of pharmacopoeic drugs contained in potassium permanganate.

**Список литературы.** 1.Холод, В. М. К возможности использования различных методов определения аскорбиновой кислоты в фармакопейном анализе / В. М. Холод, Т. В. Пипкина // Ученые записки учреждения образования "Витебская ордена "Знак Почета" государственная академия ветеринарной медицины". – 2021. – Т. 57, вып. 3. – С. 117–122. – DOI 10.52368/2078-0109-2021-57-3-117-122.2. Холод, В. М. Клиническая биохимия : учебное пособие для студентов вузов по специальности "Ветеринарная медицина" / В. М. Холод, А. П. Курдеко. – Витебск : УО ВГАВМ, 2005. – Ч. 1. – 188 с. 3. Холод, В. М. Справочник по ветеринарной биохимии / В. М. Холод, Г. Ф. Ермалаев. – Минск : Ураджай, 1988. – 168 с. 4. Государственная фармакопея Республики Беларусь. Т.2. Контроль качества субстанций для фармацевтического использования и лекарственного

растительного сырья / М-во здравоохран. Респ. Беларусь, УП "Центр экспертиз и испытаний в здравоохранении"; под общ. ред. С.И.Марченко. – Молодечно: Типография "Победа", 2016 – 1386 с. 5. Руководство по инструментальным методам исследования при работе и экспертизе качества лекарственных препаратов / под ред. С. Н. Быковского [и др.]. – М.: Изд-во Перо, 2014. – 656 с. 6. Государственная фармакопея Республики Беларусь: в 2 т. Т. 1: Общие методы контроля качества лекарственных средств / Центр экспертиз и испытаний в здравоохранении; Под общ. ред. А.А.Шерякова. – Молодечно: Типография "Победа", 2012. – 1220 с. 7. Холод, В. М. Основы аналитической химии / В. М.Холод, Т. В.Пипкина, О. В.Господарик. – Витебск: ВГАВМ, 2014. – 298 с. 8. Зайдель, А. И. Элементарные оценки ошибок измерения / А. И. Зайдель. – М.: Наука, 1965. – 80 с.

**References.** 1. Kholod, V. M. K vozmozhnosti ispolzovaniia razlichnykh metodov opredeleniia askorbinovoi kisloty v farmakopeinom analize / V. M. Kholod, T. V. Pipkina // Uchenye zapiski uchrezhdeniia obrazovaniia "Vitebskaia ordena "Znak Pocheta" gosudarstvennaia akademiia veterinarnoi meditsiny". – 2021. – Т. 57, вып. 3. – S. 117–122. – DOI 10.52368/2078-0109-2021-57-3-117-122.2. Kholod, V. M. Klinicheskaia biokhimiia: uchebnoe posobie dlia studentov vuzov po spetsialnosti "Veterinarnaia meditsina" / V. M. Kholod, A. P. Kurdeko. – Vitebsk: UO VGAVM, 2005. – Ch. 1. – 188 s. 3. Kholod, V. M. Spravochnik po veterinarnoi biokhimii / V. M. Kholod, G. F. Ermalaev. – Minsk: Uradzhai, 1988. – 168 s. 4. Gosudarstvennaia farmakopeia Respubliki Belarus. T.2. Kontrol kachestva substantsii dlia farmatsevticheskogo ispolzovaniia i lekarstvennogo rastitelnogo syria / M-vo zdravookhr. Resp. Belarus, UP "Tsentr ekspertiz i ispytani v zdravookhraneni"; pod obshch. red. S.I.Marchenko. – Molodechno: Tipoligrafiia "Pobeda", 2016 – 1386 s. 5. Rukovodstvo po instrumentalnym metodam issledovaniia pri rabote i ekspertize kachestva lekarstvennykh preparatov / pod red. S. N. Bykovskogo [i dr.]. – M.: Izd-vo Pero, 2014. – 656 s. 6. Gosudarstvennaia farmakopeia Respubliki Belarus: v 2 t. T. 1: Obshchie metody kontroliia kachestva lekarstvennykh sredstv / Tsentr ekspertiz i ispytani v zdravookhraneni; Pod obshch. red. A.A.Sheriakova. – Molodechno: Tipografiia "Pobeda", 2012. – 1220 s. 7. Kholod, V. M. Osnovy analiticheskoi khimii / V. M.Kholod, T. V.Pipkina, O. V.Gospodarik. – Vitebsk: VGAVM, 2014. – 298 s. 8. Zaidel, A. I. Elementarnye otsenki oshibok izmereniia / A. I. Zaidel. – M.: Nauka, 1965. – 80 s.

Поступила в редакцию 02.05.2023.