

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 543.258

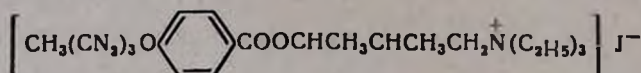
МИКРОКУЛОНОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КВАТЕРОНА

Р. А. КРОПИВНИЦКАЯ

Институт тонкой органической химии АН Армянской ССР

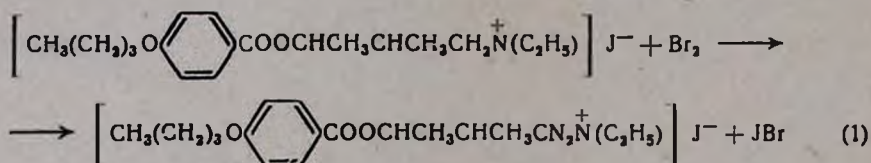
Поступило 17 II 1969

Кватерон* — йодэтилат α, β -диметил- γ -диэтиламинопропилового эфира *n*-бутоксibenзойной кислоты.



Количественное определение кватерона в настоящее время проводится объемным аргентометрическим методом.

Целью настоящей работы является разработка микрокулонометрического метода определения кватерона электролитически генерированным бромом. Предпосылкой для проведения анализа бромкулонометрического титрования является реакция между бромом и йодпроизводным, описанная Фибеком и Шваппахом [2]. При взаимодействии брома с алкилийодидом образуется алкилбромид (I) и йодистый бром (I).



Экспериментальная часть

Фоновый электролит — 10%-ный раствор бромистого калия готовили растворением соли марки (ч. д. а.) в 15%-ной серной кислоте (х. ч.). Растворы готовили на бидистилляте, свободном от галогенов, окисляющихся и восстанавливающихся веществ.

Анализируемый раствор приготавливали из высушенной при 105°C навески кватерона, взвешенной с точностью $\pm 0,0002$ г. Навеску раст-

* Лечебный препарат синтезирован в ИТОХ АН АрмССР (I).

воряли в 100 мл бидистиллята. Измерения проводили на кулонометрической установке КУ-1М [3].

Измерительная электролитическая ячейка представляла собой стеклянный электролизер диаметром 4 см и высотой 7 см — анодная камера.

Генераторным анодом служила платиновая пластинка с общей поверхностью 15 см², а генераторным катодом — платиновая проволока диаметром 0,5 мм, длиной 5 см. Катодная камера представляла собой стеклянную коническую колбочку, емкостью в 20 см³, катодом служил раствор серной кислоты. Катодная и анодная камеры соединялись между собой хлоркалиевым мостиком.

Рабочая поверхность индикаторных электродов из перфорированных платиновых пластинок равнялась 3 см². Индикаторные и генераторные электроды укрепляли на крышке из органического стекла, которая плотно закрывала анодную камеру электролитической ячейки во время анализа. Сила тока, подаваемого на генераторные электроды, равнялась 10 ма, напряжение на индикаторных электродах 250—300 мв.

Перемешивание производили при помощи магнитной мешалки. В процессе титрования электролитическую ячейку предохраняли от воздействия света.

Ход анализа. В анодную камеру электролитической ячейки вливают 35 мл фоновго раствора и включают мешалку. Затем вносят пипеткой аликвотную часть анализируемого раствора. Нажатием кнопки „пуск“ на панели кулонометрической установки включают одновременно генераторную и индикаторную цепь, а также счетчик времени, при этом ведется наблюдение за показаниями милливольтметра в индикаторной цепи и отмечается время в секундах до момента начала выделения свободного брома.

Индикация проводится биамперометрическим способом [4]. Во время генерации брома из раствора KBr, на генераторном аноде происходит реакция:



Свободный бром реагирует с анализируемым веществом по реакции (1). По изменению силы индикаторного тока во времени определяли конечную точку титрования.

Расчет определяемого количества кватерона проводится по формуле:

$$m = k \cdot i \cdot \tau;$$

где m — количество кватерона, мг; k — электролитический эквивалент кватерона, соответствующий одному кулону; i — сила генераторного тока, ма; τ — время, сек.

Электрохимический эквивалент (k) рассчитан по следующей формуле:

$$k = \frac{M}{F \cdot n};$$

где M — молекулярный вес кватерона, мг ; n — количество атомов брома, принимающих участие в реакции с одной молекулой кватерона; F — число Фарадея = 96500 кулонов.

Следовательно,

$$K = \frac{491,45}{96500 \cdot 2} = 0,00255 \text{ мг/ма} \cdot \text{сек}$$

Результаты количественных определений кватерона представлены в таблице и обработаны методом математической статистики.

Таблица

Результаты количественных определений кватерона бромкулонометрическим титрованием, обработанные методом математической статистики [5]

Кватерон, мг		сек	‰	‰ средн.	Средн. отклон. $\bar{x}$	Станд. отклон. S	Диспер- сия S^2	Доверительный интервал $\alpha=95\%$	Границы достовер- ности
взято	най- дено								
1,102	1,071	42	97,20						
1,102	1,096	43	99,45						
1,102	1,096	43	99,45	98,55	+0,00	0,39	1,5187	2,8 · 0,174 = 0,487	98,55 ± 0,487
1,102	1,061	42	97,20						
1,102	1,096	43	99,45						
1,322	1,300	51	98,34						
1,322	1,326	52	100,30						
1,322	1,326	52	100,30	99,52	+0,02	0,34	1,1525	2,8 · 0,152 = 0,426	99,52 ± 0,425
1,322	1,300	51	98,34						
1,322	1,326	52	100,30						
1,653	1,657	65	100,24						
1,653	1,632	64	98,73						
1,653	1,632	64	98,73	99,03	+0,01	0,22	0,4560	2,8 · 0,096 = 0,279	99,03 ± 0,279
1,653	1,632	64	98,73						
1,653	1,632	64	98,73						
1,870	1,862	73	99,57						
1,870	1,887	74	100,91						
1,870	1,874	73,5	100,21	100,09	+0,02	0,176	0,3105	2,8 · 0,0786 = 0,220	100,09 ± 0,220
1,870	1,874	73,5	100,21						
1,870	1,862	73,0	99,57						

Из приведенных определений вытекает, что на одну молекулу кватерона в реакции бромирования приходится два атома брома электролитически генерированного из раствора бромистого калия. Исходя из этого, одна миллиампер-секунда при данной реакции соответствует 0,00225 мг кватерона, а чувствительность анализа составляет 10^{-6} мг вещества. На каждое определение требуется 2—3 минуты.

Разработанная методика имеет то преимущество, что не требует приготовления точных стандартных растворов и их проверки; кватерон может быть определен в микроколичествах с высокой точностью. Для анализа применяются простые реактивы и в небольших количествах.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. А. Л. Миджоян, Кватерон и опыт его клинического применения. АН АрмССР, Ереван, 1966.
2. Губен-Вейль, Методы органической химии, т. II, Методы анализа, Изд. "Химия" Москва, 1967 г., стр. 402.
3. Р. Кропивницкая, А. Лусарарян, (в печати).
4. Г. Шарло, Методы аналитической химии. Изд. "Химия", Москва, Ленинград, 1966; Г. В. Юнг, Инструментальные методы анализа, Госхимиздат, Москва, 1960, стр. 96; А. П. Зозуля, Кулонометрический анализ, Изд. "Химия", Москва, Ленинград, 1965, стр. 32.
5. В. В. Налимов, Применение математической статистики при анализе вещества, Изд. физ-мат. литературы, Москва, 1960.