

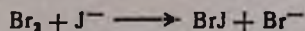
БРОМКУЛОНОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИТИЛИНА И СУБЕХОЛИНА

Р. А. КРОПИВНИЦКАЯ

Институт тонкой органической химии АН Армянской ССР

Поступило 11 III 1969

Разработаны методики количественного определения лекарственных препаратов: дитилина и субехолина, методом кулонометрического титрования. Принципиальной основой разработанных методик является реакция между электрогенерируемым бромом и йодидсодержащими лекарственными препаратами: дитилином и субехолином,



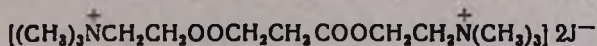
Экспериментально определены оптимальные условия генерации брома с эффективностью тока 100%.

Результаты анализа обработаны методом математической статистики.

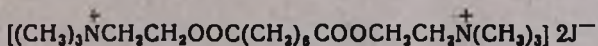
Рис. 4, табл. 2, библиограф. ссылок 9.

Дитилин и субехолин являются лечебными препаратами, синтезированными в Институте тонкой органической химии АН Армянской ССР.

Дитилин [1] представляет собой дийодметилат диметиламиноэтилового эфира янтарной кислоты.



Субехолин [2] — дийодметилат диметиламиноэтилового эфира пробковой кислоты.



Их количественное определение в настоящее время проводится объемным аргентометрическим методом по Фаянсу.

Целью настоящей работы является разработка метода кулонометрического титрования дитилина и субехолина электрогенерированным бромом на основании реакции между бромом и йодидом [3].



Основным условием успешного применения кулонометрического метода анализа для внедрения его в практику производственных и исследовательских лабораторий является 100%-ная эффективность тока генерации титранта.

Для нахождения оптимальных условий нами была изучена эффективность тока генерации Br_2 по кривым поляризации в фоновых

растворах (0,1, 1,0 и 3,0 н H_2SO_4) и в присутствии вспомогательного реагента KBr в различных концентрациях (0,1, 1,0 и 3,0 н). Исследования проводили в токе азота, очищенного над раствором VSO_4 . Эффективность тока [4] вычисляли по формуле.

$$\text{Эффективность тока, \%} = \frac{i - i_0}{i} \cdot 100,$$

где i — величина общего тока электролиза при данном потенциале рабочего электрода в присутствии вспомогательного реагента; i_0 — величина тока для фона при том же потенциале рабочего электрода.

Результаты этих опытов представлены на рисунках 1—3.

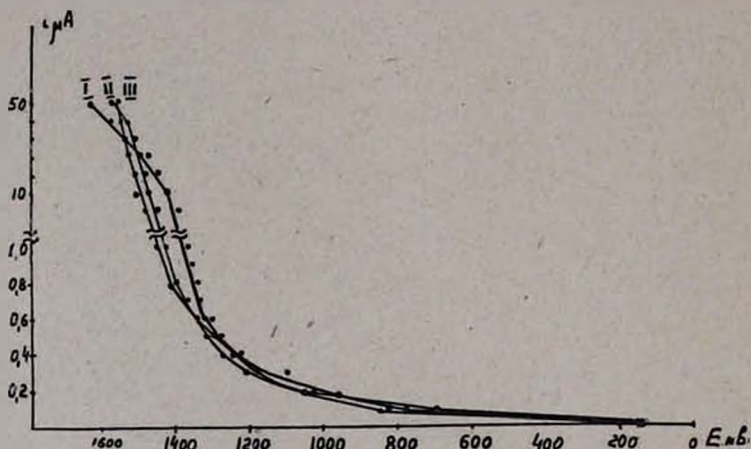


Рис. 1. Кривые сила тока—потенциал сернокислых растворов: I—0,1 н; II—1,0 н и III—3,0 н H_2SO_4 .

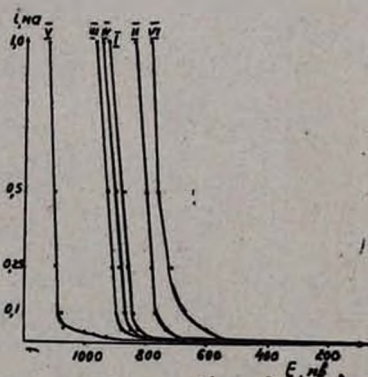


Рис. 2. Кривые сила тока—потенциал электролитов: I—0,1 н H_2SO_4 , 0,1 н KBr ; II—0,1 н H_2SO_4 , 1,0 н KBr ; III—0,1 н KBr , 1,0 н H_2SO_4 ; IV—1,0 н H_2SO_4 , 1,0 н KBr ; V—3,0 н H_2SO_4 , 1,0 н KBr ; VI—3,0 н H_2SO_4 , 3,0 н KBr .

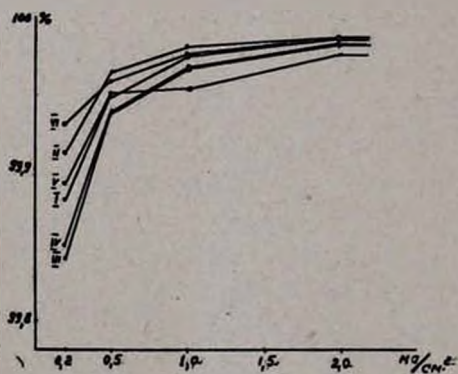


Рис. 3. Кривые зависимости эффективности тока—плотности тока: I—0,1 н H_2SO_4 , 0,1 н KBr ; II—0,1 н H_2SO_4 , 1,0 н KBr ; III—0,1 н KBr , 1,0 н H_2SO_4 ; IV—1,0 н H_2SO_4 , 1,0 н KBr ; V—3,0 н H_2SO_4 , 1,0 н KBr ; VI—3,0 н H_2SO_4 , 3,0 н KBr .

На основании этих данных мы выбрали плотность генераторного тока = 10 *ма* и электролиты состава 3,0 *н* по H_2SO_4 и 3,0 *н* по KBr .

Экспериментальная часть

Для кулонометрического титрования дитилина и субехолина электрогенерированным бромом была использована кулонометрическая установка КУ-2-1968 [5]. Для индикации конечной точки титрования (КТТ) использовали способ биаперометрии [6, 7] с автоматической записью титрования.

В анодную камеру заливали 35 *мл* электролита состава 3,0 *н* по H_2SO_4 и 3,0 *н* по KBr , а в катодную камеру — раствор 3,0 *н* H_2SO_4 .

Включали мешалку. Затем в анодную камеру вносили аликвотную часть анализируемого вещества и включали генераторную цепь.

Конечную точку титрования и время определения находим по графику автоматической записи титрования (рис. 4). Одна молекула дитилина или субехолина вступает в реакцию с четырьмя атомами брома. Расчет определяемого количества проводили по формуле:

$$m = K \cdot i \cdot \tau,$$

где *m* — количество дитилина, *мг*; *K* — электрохимический эквивалент определяемого вещества, соответствующий одному кулону; *i* — сила генераторного тока, *ма*, τ — время, сек.

Электрохимический эквивалент *K* рассчитан по формуле

$$K = \frac{M}{F \cdot n},$$

где *M* — молекулярный вес, *г*; *F* — число Фарадея = 96500 кулонов; *n* — количество электронов, принимающих участие в реакции с 1 молекулой определяемого вещества.

$$K_{\text{дитилина}} = \frac{544}{96500 \cdot 4} = 0,00141 \text{ г/ма} \cdot \text{сек.}$$

$$K_{\text{субехолина}} = \frac{600}{96500 \cdot 4} = 0,00155 \text{ г/ма} \cdot \text{сек.}$$

Результаты определений представлены в таблицах 1, 2 и обработаны методом математической статистики [8].

Разработанные методики количественного определения дитилина и субехолина включают в себе все преимущества кулонометрического анализа [9]. Чувствительность определения составляет 10^{-5} *мг* вещества. На каждое определение требуются 2—3 минуты.

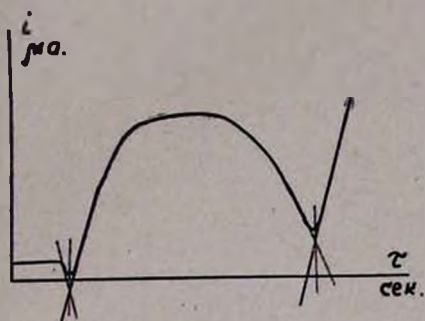


Рис. 4. Кривая кулонометрического титрования.

Таблица 1

Результаты количественного определения дитилина бромкулонометрическим титрованием, обработанные методом математической статистики

Дитилин, мг		Сек.	%	% ср.	Отклонения		Дисперсия, S^2	Доверительный интервал, $\alpha = 95\%$	Границы достоверности
взято	най-дено				среднее	стандартное, S			
0,5	0,5020	35,6	100,40	99,83	-0,02	0,405	0,1644	0,2025 · 3,2 = 0,648	99,83 ± 0,65
	0,4977	35,3	99,54						
	0,4977	35,3	99,54						
	0,4991	35,4	99,82						
1,0	0,0011	71,0	100,11	99,87	-0,02	0,239	0,0572	0,1105 · 3,2 = 0,3824	99,87 ± 0,38
	0,9983	70,8	99,83						
	0,9955	70,6	99,55						
	0,9997	70,9	99,97						
1,5	0,4988	106,3	99,92	99,69	-0,01	0,161	0,0258	0,0805 · 3,2 = 0,2576	99,69 ± 0,26
	0,4946	106,0	99,64						
	0,4932	105,9	99,55						
	0,4946	106,0	99,64						
2,0	0,9909	141,2	99,55	99,51	-0,01	0,0507	0,00257	0,0258 · 3,2 = 0,0826	99,51 ± 0,08
	0,9881	141,0	99,45						
	1,9909	141,2	99,55						
	1,9895	141,1	99,48						

Таблица 2

Результаты количественного определения субехолина бромкулонометрическим титрованием, обработанные методом математической статистики

Субехолин, мг		Сек.	%	% ср.	Отклонения		Дисперсия, S^2	Доверительный интервал, $\alpha = 95\%$	Границы достоверности
взято	най-дено				среднее	стандартное, S			
0,5	0,4960	32,0	99,20	100,05	-0,02	0,635	0,4028	3,2 · 0,317 = 1,014	100,05 ± 1,014
	0,5006	32,3	100,12						
	0,5006	32,3	100,12						
	0,5037	32,5	100,74						
1,0	0,9951	64,2	99,51	99,39	-0,02	0,231	0,0532	3,2 · 0,116 = 0,371	99,39 ± 0,371
	0,9966	64,3	99,66						
	0,9920	64,0	99,20						
	0,9920	64,0	99,20						
1,5	1,4880	96,0	99,20	99,33	0,00	0,156	0,0243	3,2 · 0,078 = 0,250	99,33 ± 0,250
	1,4911	96,2	99,41						
	1,4880	96,0	99,20						
	1,4926	96,3	99,51						
2,0	2,0041	129,3	100,20	99,78	0,00	0,303	0,0917	3,2 · 0,151 = 0,483	99,78 ± 0,483
	1,9917	128,5	99,58						
	1,9948	128,7	99,74						
	1,9917	128,5	99,58						

ԴԻՏԻԼԻՆԻ ԵՎ ՍՈՒԲԵԽՈԼԻՆԻ ԲՐՈՄԿՈԼՈՄԵՏՐԻԿ ՈՐՈՇՈՒՄ

Դ. Ա. ԿՐՈՎՆԻՑԿԱՅԱ

Ա. Մ. Փ. Ն. Փ. Ն. Մ.

Մշակված են դիտրվել և սուբստրվել ղեղանյութերը կուրնամետրիկ տիտրման մեթոդով քանակապես որոշելու մեթոդիկաները:

Մշակված մեթոդիկաների համար սկզբունքային հիմք է ծառայում էլեկտրասերվող բրոմի և լող պարունակող ղեղանյութերի (դիտիլինի և սուրեխոլինի) միջև ընթացող ռեակցիան:



Փորձնական եղանակով որոշված են բրոմի գինեքացման օպտիմալ պայմանները՝ հոսանքի 100% էֆեկտիվությամբ:

Անալիտի արդյունքները մշակված են մաթեմատիկական վիճակագրության մեթոդով:

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. А. Л. Мнджоян, Дитилин и опыт его клинического применения, Изд. АН АрмССР, Ереван, 1957.
2. А. Л. Мнджоян, О. Л. Мнджоян, О. Е. Гаспарян, Авт. свид. № 144837; Бюлл. изобр. № 4, 1962.
3. Ф. Фивек, А. Шваппах, Вег., 63, 2818 (1930).
4. Н. И. Стенина, П. К. Агасян, ЖАХ, 20, 196 (1965).
5. Р. А. Кропивницкая, К. С. Лусарарян, „Промышленность Армении“, № 1, 1969.
6. О. А. Сонгина, Амперометрическое титрование, Изд. „Химия“, Москва, 1967, стр. 95.
7. А. П. Зозуля, Кулонометрический анализ, Изд. „Химия“, Москва—Ленинград, 1965, стр. 32.
8. В. В. Налимов, Применение математической статистики при анализе вещества, Изд. физ.-мат. лит., Москва, 1960.
9. П. К. Агасян, ЖВХО им. Д. И. Менделеева, 9, 167 (1964).