

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 543.062+543.24+543.2

К ВОПРОСУ ПРИМЕНЕНИЯ АНИОНИТА В OH^- -ФОРМЕ ПРИ
 КОЛИЧЕСТВЕННОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ ГИДРОХЛОРИДОВ
 ОРГАНИЧЕСКИХ ОСНОВАНИЙ

Р. Г. БАЛАЯН и М. П. ПОЛЯКОВ

Институт тонкой органической химии им. А. Л. Минджояна
 АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 23 V 1978

Количественное определение гидрохлоридов органических оснований в лекарственных препаратах выполняют, как известно, путем титрования хлорной кислотой в ледяной уксусной кислоте (индикатор—кристаллический фиолетовый). В титруемый раствор предварительно прибавляют ацетат ртути (II) для связывания ионов хлора в недиссоциирующий хлорид ртути [1].

Существенный недостаток этого метода—применение солей ртути (II). В принципе его можно избежать, если для связывания ионов хлора использовать анионит.

В связи с этим представляет интерес разработанный Крешковым и сотр. метод определения солей в неводных растворах с применением анионита в OH^- -форме [2]. Но так как в их работе упоминаются соли только неорганических оснований, мы сочли целесообразным испытать их метод для анализа гидрохлоридов органических оснований лекарственного назначения.

В основе испытанного нами метода лежит обмен по уравнению



где $-\text{CH}_2\overset{+}{\text{N}}(\text{CH}_3)_2\text{OH}^-$ —фрагмент сильноосновного анионита в OH^- -форме; V—органическое азотистое основание.

Таким образом, ионы хлора связываются анионитом, а в растворе остается свободное основание.

Экспериментальная часть

Точную ($0,8 \pm 0,2$ мг-экв) навеску этпенала (гидрохлорид диэтил-аминопропилового эфира α -этоксидифенилуксусной кислоты) растворяли в 5—7 мл метилового спирга и пропускали через хроматографическую колонку, наполненную анионитом АВ-17 в OH^- -форме, со скоростью 1 мл в минуту. Затем промывали колонку метиловым спиртом 6—7 раз порциями по 5 мл. Собранный элюат титровали 0,1 н раствором хлорной кислоты в метиловом спирте [3] потенциметрически и визуально (индикатор—0,1% раствор бромфенолового синего в метиловом спирте). Переход окраски индикатора см. в табл. 1.

Таблица 1

Индикаторно-потенциметрическое определение эквивалентной точки

Прибавлено 0,1 н HClO_4 , мл	ΔC	pH	$\frac{\Delta \text{pH}}{\Delta C}$	Окраска индикатора
4,50		6,79		
5,00	$1,1 \cdot 10^{-3}$	6,33	418	сине-зеленая
5,25	$5,5 \cdot 10^{-4}$	5,71	1127	серо-зеленая
5,31	$1,3 \cdot 10^{-4}$	4,66	8077	желто-зеленая
5,33	$4,4 \cdot 10^{-5}$	2,95	38864	зелено-желтая
5,35	$4,4 \cdot 10^{-5}$	2,25	15909	желтая
5,40	$1,1 \cdot 10^{-4}$	1,85	3636	желтая
5,60	$4,4 \cdot 10^{-4}$	1,35	1136	желтая

Контрольные определения того же гидрохлорида выполняли методами, широко применяемыми в анализе лекарственных препаратов [1, 4].

Таблица 2

Сравнение методов количественного определения гидрохлорида органического основания — этпенала (число определений $n=6$)

	С применением анионита		Контрольные методы	
	потенциметрически	с бромфеноловым синим	с добавлением ацетата ртути	методом Фольгарда [4]
Средний результат (\bar{X})	101,88	101,84	100,19	100,10
Стандартное отклонение отдельного результата (S_x)	1,122	1,045	0,355	0,253
Стандартное отклонение среднего результата ($S_{\bar{x}}$)	0,455	0,427	0,145	0,103
Правильность определения (ϵ)	$\pm 1,18$	$\pm 1,10$	$\pm 0,37$	$\pm 0,27$

Статистическая обработка проведена по [7].

Из табл. 2 видно, что результаты испытанного нами метода существенно завышены по сравнению с результатами контрольных определе-

ний. Это можно объяснить частичным разложением сильноосновного анионита, содержащего группы четвертичного аммония [5, 6] по уравнению



Наличие триметиламина в титруемых элюатах установлено методом ТСХ на силикагеле Н в системе растворителей *n*-бутанол—уксусная кислота—вода (4:1:5), обнаруживающий реагент—пары воды.

Таким образом, мы установили, что применение OH^- -формы анионита (содержащие группы четвертичного аммония) не обеспечивает точность, необходимую для количественного определения гидрохлоридов органических оснований в лекарственных препаратах.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. И. Денеш, Титрование в неводных средах, М., 1971, стр. 321.
2. А. П. Крешков и др., Кислотно-основное титрование в неводных растворах, М., 1967, стр. 163.
3. А. П. Крешков и др., Кислотно-основное титрование в неводных растворах, М., 1967, стр. 83.
4. И. М. Кольгоф, Е. Б. Сендэл, Количественный анализ, т. II, М.—Л., 1948, стр. 492
5. Б. Тремийон, Разделение на ионообменных смолах, М., 1967, стр. 371.
6. В. Римап, Г. Уолтон, Ионообменная хроматография в аналитической химии, М., 1973, стр. 28.
7. А. П. Адамович, Рациональные приемы аналитических прописей, Харьков, 1973.