

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 543.062+543.24+543.544.6

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГИДРОХЛОРИДОВ
 ОРГАНИЧЕСКИХ ОСНОВАНИЙ С ПРИМЕНЕНИЕМ
 АНИОНИТА В НЕВОДНОЙ СРЕДЕ

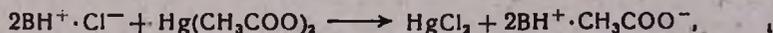
Р. Г. БАЛАЯН и М. П. ПОЛЯКОВ

Институт тонкой органической химии им. А. Л. Минджояна

АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 11 XII 1979

Количественное определение гидрохлоридов органических оснований в лекарственных препаратах, как известно, выполняют титрованием хлорной кислотой в неводной среде, в частности, в ледяной уксусной кислоте после прибавления ацетата ртути [1, 2]. Ионы ртути (II) необходимы для связывания хлора в недиссоциирующий хлорид ртути по уравнению



где В — органическое азотистое основание.

Недостатком этого метода является применение солей ртути (II), которое требует мер предосторожности против возможного отравления и загрязнения окружающей среды.

Цель настоящей работы — исключение применения ядовитых солей ртути (II) из практики анализа лекарственных препаратов.

Для связывания хлора нами использован анионный обмен на сильноосновном анионите в ацетатной форме в среде ледяной уксусной кислоты. В этом случае обмен идет по уравнению



где ROOCCCH_3 — сильноосновной анионит в ацетатной форме.

Предварительное исследование показало, что в статических условиях обменное равновесие наступает быстро, а в динамических ионы хлора связываются анионитом практически полностью.

Для проверки метода использовали: ганглерон — гидрохлорид 3-диэтиламино-1,2-диметилпропилового эфира *п*-изобутоксibenзойной кис-

лоты, арпенал—гидрохлорид диэтиламинопропилового эфира дифенилуксусной кислоты и этпенал—гидрохлорид диэтиламинопропилового эфира α -этоксидифенилуксусной кислоты. Все препараты фармакопейного качества.

Для ионного обмена применили продажный сильноосновной монофункциональный анионит АВ-17 с зернением 0,25—0,5 мм, отмытый от органических примесей и железа и переведенный в ацетатную форму.

Экспериментальная часть

Переведение анионита АВ-17 из хлоридной формы в ацетатную. Через хроматографическую колонку (200×12 мм), наполненную анионитом АВ-17 в хлоридной форме, пропускают 2 н водный раствор едкого натра со скоростью 1 мл/мин до отрицательной реакции на хлор ($\text{AgNO}_3 + \text{HNO}_3$). Колонку промывают от едкого натра водой до нейтральной реакции по фенолфталеину, затем пропускают 100 мл 30% и 100 мл 70% уксусной кислоты, а также 100 мл 25% раствора уксусного ангидрида в ледяной уксусной кислоте (для полного удаления воды), в конце пропускают ледяную уксусную кислоту с проверкой полноты удаления воды. Для этого к 25—30 мл уксусной кислоты (исходной и вытекающей из колонки) прибавляют 2—3 капли индикатора (0,1% раствор кристаллического фиолетового в ледяной уксусной кислоте) и 0,1 н хлорной кислоты до перехода окраски; переход должен быть в обоих случаях четким [3].

Таблица
Результаты количественных определений* (число определений $n=6$)

Гидрохлориды органических оснований	Методы анализа	\bar{X}			S_x	$S_{\bar{x}}$	σ_{rel}
		взято, мг	получено				
			мг	%			
Ганглерон	анионообменный	326,8	325,4	99,59	0,26	0,107	$\pm 0,30$
	общепринятый (с ацетатом ртути)	333,3	332,4	99,72	0,23	0,094	$\pm 0,26$
Арпенал	анионообменный	265,5	266,4	100,35	0,31	0,128	$\pm 0,36$
	общепринятый (с ацетатом ртути)	264,9	267,0	100,79	0,17	0,068	$\pm 0,19$
Этпенал	анионообменный	287,7	287,6	99,98	0,23	0,094	$\pm 0,26$
	общепринятый (с ацетатом ртути)	291,4	291,9	100,19	0,36	0,145	$\pm 0,38$

* Статистическая обработка проведена по [4].

Динамическая обменная емкость колонки вышеуказанных размеров достаточна для анализа 6—7 навесок.

Ход анализа. Точную навеску $0,8 \pm 0,2$ мг-экв гидрохлорида растворяют в 5—6 мл ледяной уксусной кислоты и пропускают через колонку со скоростью 1 мл/мин. Затем промывают колонку 4—5 раз по 5 мл

ледяной уксусной кислоты. Собранный элюат (25—30 мл) титруют 0,1 *n* раствором хлорной кислоты в ледяной уксусной кислоте (индикатор—0,1% раствор кристаллического фиолетового в ледяной уксусной кислоте).

Для оценки нового метода количественное определение тех же образцов гидрохлоридов было выполнено общепринятым методом [2].

Результаты, приведенные в таблице, показывают, что предлагаемый метод по точности практически не уступает общепринятому и, таким образом, задача исключения ртути (II) из практики анализа гидрохлоридов органических оснований разрешена.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. G. W. Pifer, E. G. Wollish, *Anal. Chem.*, **24**, 300 (1952).
2. И. Денеш, Титрование в неводных средах, Изд. «Мир», М., 1971, стр. 321.
3. И. Денеш, Титрование в неводных средах, Изд. «Мир», М., 1971, стр. 131.
4. А. П. Адамович, Рациональные приемы аналитических прописей, Харьков, 1978.