

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КЕЛЛИНА В ТАБЛЕТКАХ «ВИКАЛИН»

Ю. Л. ЛЕЛЬЧУК, Н. Л. БАТУРИНА

(Представлена кафедрой аналитической химии)

Таблетки «Викалин» успешно используются при лечении некоторых острых желудочных заболеваний. Химический состав их довольно сложный [1]. В аналитическом контроле производства этих таблеток особое место занимает определение в них содержания келлина. Состав, свойства и строение келлина описаны в литературе [2]. В межреспубликанских технических условиях Министерства здравоохранения СССР [1] определение келлина рекомендуется вести фотометрическим методом, однако, предложенная там рабочая методика имеет ряд существенных недостатков. Работая по этой методике, мы не смогли получить достаточно точных и воспроизводимых данных не только при анализе викалина, но и при работе с очищенным препаратом самого келлина. Нами изучены оптимальные условия этого определения и интервал концентрации келлина, при котором соблюдается закон Ламберта-Бера. На основе этих данных разработана уточненная и усовершенствованная рабочая методика, вполне обеспечивающая необходимую в этом случае точность и чувствительность определения.

Метод основан на извлечении келлина хлороформом, переводе его серной кислотой в желтый комплекс (после отгонки хлороформа и растворения остатка в 50%-ном растворе этилового спирта) и фотометрировании раствора на фотоэлектроколориметре ФЭК-М при синем светофильтре.

Вода используется дважды перегнанная, все реактивы — квалификации «ч.д.а.», серная кислота ~10-нормальный раствор, едкий натр — 5%-ный раствор, водный раствор этилового спирта (1:1), хлороформ, очищенный перегонкой, келлин-стандарт.

Приготовление стандартного раствора келлина

0,0500 г препарата «келлин-стандарт» взвешивают в пластмассовом совочке на аналитических весах и переносят его через воронку в мерную колбочку емкостью 25 мл. Затем смывают остатки келлина из совочка и воронки водным раствором этилового спирта (1:1), доливают его до метки и тщательно перемешивают.

Концентрация келлина в стандартном растворе равна 2 мг/мл.

Построение калибровочного графика

Калибровочный график строят для количеств келлина от 0,5 до 6 мг в 25 мл раствора. В 7 пронумерованных мерных колбочек или мер-

ных пробирок емкостью 25 мл последовательно дают стандартный раствор келлина: 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 мл. В первую колбочку добавляют 4,75 мл водного раствора этилового спирта (1:1), во вто-

Таблица 1

Оптическая плотность растворов келлина

№ колбочки	Добавлено, мл			Вес келлина, мг	Оптическая плотность, Д
	раствор келлина	C ₂ H ₅ OH, (1:1)	H ₂ SO ₄ , 10N		
1	0,1	4,9	20	0,2	0,108
2	0,25	4,75	20	0,5	0,116
3	0,6	4,4	20	1,2	0,240
4	1,0	4,0	20	2,0	0,335
5	1,5	3,5	20	3,0	0,48
6	2,0	3,0	20	4,0	0,57
7	2,5	2,5	20	5,0	0,71
8	3,0	2,0	20	6,0	0,77

рую — 4,5, в третью — 4, в четвертую — 3,5, в пятую — 3, в шестую — 2,5 и в седьмую — 2 мл. После перемешивания добавляют в каждую колбочку 10-нормальный раствор серной кислоты до метки, тщательно помешивают, выдерживают 10 минут и измеряют оптическую плотность всех растворов на фотоэлектроколориметре ФЭК-М в кюветах с толщиной слоя 30 мм при синем светофильтре. Раствором сравнения служит дистиллированная вода.

Полученные нами опытные данные приведены в табл. 1 и на рис. 1.

Ход анализа

Отбирают для анализа таблетку и растирают ее в порошок. Для определения келлина берут 2 точно взвешенные на аналитических весах в пластмассовых совочках навески порошка в пределах 0,25 г.

Навески переносят в 2 сухие пробирки с хорошо пригнанными пробками, добавляют к ним примерно по 0,5 г безводного сульфата натрия и перемешивают. Затем добавляют по 5 мл хлороформа, 10 капель 5%-ного раствора едкого натра, тщательно взбалтывают 3 минуты и сливают хлороформенный экстракт через воронки с малыми фильтрами белой ленты в 2 другие сухие пробирки. Фильтры предварительно смачивают небольшой порцией хлороформа. Экстракцию келлина из каждой навески повторяют еще 2 раза такими же порциями хлороформа и едкого натра и все три экстракта сливают вместе.

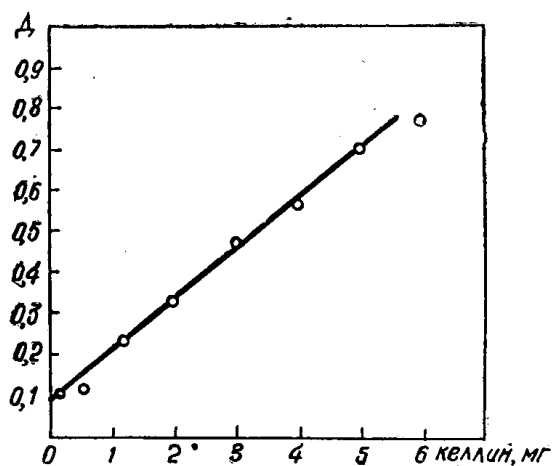


Рис. 1. Калибровочный график для определения келлина в таблетках «Викалин»

После этого пробирки с объединенными экстрактами погружают в водяную баню, нагретую до температуры кипения, в вытяжном шкафу до полной отгонки хлороформа. Получающийся сухой остаток келлина растворяют при нагревании в 5 мл водного раствора этилового спирта (1:1) и растворы переносят в мерные колбочки или мерные пробирки емкостью 25 мл. Остатки из пробирок смывают в те же колбочки небольшими порциями 10-нормальной серной кислоты. Затем добавляют этой же кислоты до метки, тщательно перемешивают, оставляют стоять 10 минут и измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре ФЭК—М в кюветах с толщиной слоя раствора в 30 мм при синем светофильтре. В качестве нулевого раствора используется дистиллированная вода.

По оптической плотности полученных растворов из калибровочного графика узнают содержание келлина в каждой навеске. Содержание келлина в анализируемой таблетке вычисляют по формуле:

$$x = \frac{V_2 \cdot V_3}{V_1},$$

- x — содержание келлина в таблетке, мг,
 V_1 — вес анализируемой навески викалина, мг,
 V_2 — вес келлина в анализируемой навеске, мг,
 V_3 — вес таблетки викалина, мг.

Выводы

Изучены оптимальные условия фотометрического определения келлина в таблетках «Викалин» и на основе этих данных предложена уточненная и усовершенствованная рабочая методика анализа. В условиях анализа растворы келлина в серной кислоте подчиняются Закону Ламберта-Бера при концентрации келлина от 0,5 до 6 мг в 25 мл раствора и концентрации $H_2SO_4 \sim 8-10 N$.

ЛИТЕРАТУРА

1. МРТУ 42, № 612—62. Министерства Здравоохранения СССР.
 2. Государственная фармакопея СССР, стр. 271. Медгиз, М., 1961.
-