

Nedeštruktívne rádiometrické stanovenie brómu v niektorých farmaceutických preparátoch

P. SCHILLER, J. JOMBÍK

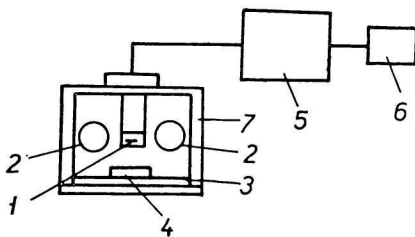
*Rádioizotopové oddelenie Katedry analytickej chémie Farmaceutickej fakulty
Univerzity Komenského, Bratislava*

V predloženej práci sme sa zaoberali možnosťou stanovenia brómu v niektorých liečivých preparátoch pomocou odrazu β žiarenia.

Vypracovala sa metóda na stanovenie brómu v prípravkoch oficiálnych v *ČsL 2* [1], a to v preparátoch bromisoval (α -bromizovalerylmočovina), bromadal (α -bromdietylacetylmočovina) a pokusne i v preparáte veralgin, pripravenom z niekoľkých účinných zložiek, z ktorých jedna je bromisoval, kde okrem brómu, ktorý má relatívne vysoké atómové číslo, nachádza sa iba organická zložka, tvorená prvkami s nízkym atómovým číslom.

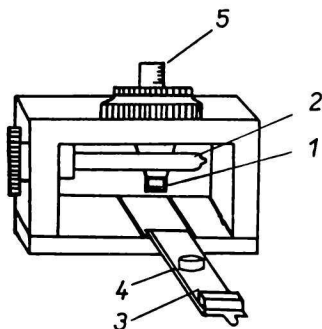
Experimentálna časť

Pri experimentálnej práci sa použilo zariadenie, pozostávajúce z meracej kazety, nukleárneho počítača a časového spínača. Schéma zariadenia je na obr. 1. Meracia kazeta

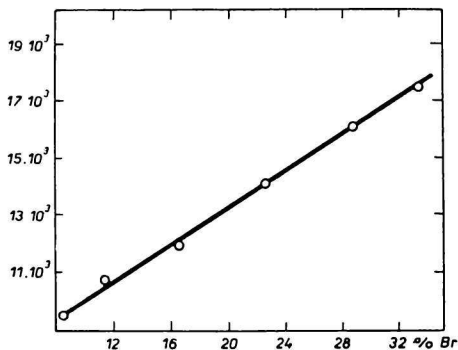


Obr. 1. Schéma zariadenia.

1. žiarič; 2. GM počítacie trubice; 3. podložka; 4. vzorkovnica; 5. nukleárny počítač; 6. časový spínač; 7. meracia kazeta.



Obr. 2. Meracia kazeta.
1. žiarič; 2. GM počítacie trubice; 3. podložka; 4. vzorkovnica; 5. tubus so závitom.



Obr. 3. Diagram závislosti nameranej intenzity odrazeného β žiarenia od koncentrácie brómu v preparáte bromadal.

(obr. 2) je z plexiskla a obsahuje zdroj β žiarenia (1), detektor žiarenia (2) a podložku (3) so vzorkovnicou (4). Zdroj žiarenia, ktorým je uzavretý žiarič ^{90}Sr , je uložený v tubuse (5), opatrenom závitom, ktorý umožňuje vertikálny posun žiariča. Žiarič je v tubuse v olovenom puzdre, ktorý umožňuje výstup žiarenia len v smere analyzovanej vzorky, takže na GM trubice dopadá iba odrazené žiarenie. Priame ožarovanie počítacích trubíc aplikovaným žiaričom je pri tomto usporiadaní vylúčené. Na meranie odrazeného žiarenia sa použila dvojica paralelne spojených GM počítacích trubíc Tesla 16/60, pripojených na nukleárny počítač Tesla 353 a.

Doba merania sa nastavovala pomocou časového spínača γ , typ 1892. Podložka vzorkovnice je posunovateľná v drážke so západkou v horizontálnom smere.

Pracovný postup bol obdobný ako pri stanovení jódu [2]. Namerané hodnoty sa spracovali metódou kalibračnej krivky.

Rádiometricky dosiahnuté výsledky sa kontrolovali argentometrickou titráciou, ktorú pre analyzované zložky liečiv predpisuje *ČsL 2* [1].

Obr. 3 znázorňuje kalibračnú krivku, vyjadrujúcu závislosť nameranej intenzity odrazeného žiarenia od koncentrácie brómu v preparáte bromadal.

Tab. 1 porovnáva výsledky rádiometricky stanoveného brómu s titračne dosiahnutými výsledkami v preparáte bromisoval, tab. 2 výsledky stanovenia brómu rovnakými metódami v preparáte bromadal a tab. 3 v preparáte veralgin.

Hodnoty zostavené v tabuľkách sú aritmetickým priemerom 10 meraní. Doba merania sa volila tak, aby stredná relatívna kvadratická chyba nepresahovala 0,3 %.

Doba analýzy za použitia metódy odrazu β žiarenia je minimálna, keďže trvá niekoľko minút. Pracovný postup je jednoduchý a kladie minimálne nároky na obsluhujúci personál. Z hľadiska zdravotne bezpečnostného možno tieto metódy aplikovať v bežných

Tabuľka 1
Bromisoval

% Br odrazovou metódou	% Br titračnou metódou	Relatívna chyba (%)
23,18	22,98	+ 0,87
27,13	27,48	— 1,27
30,20	30,38	— 0,52
32,45	32,09	+ 1,10
35,64	35,12	+ 1,48

Tabuľka 2
Bromadal

% Br odrazovou metódou	% Br titračnou metódou	Relatívna chyba (%)
12,15	12,20	— 0,40
16,31	16,07	+ 1,49
22,22	22,47	— 1,11
26,72	26,94	— 0,81
32,45	32,96	— 1,54

Tabuľka 3
Veralgin

% Br odrazovou metódou	% Br titračnou metódou	Relatívna chyba (%)
12,20	12,11	+ 0,74
13,46	13,21	+ 1,89
14,07	14,16	— 0,68
14,94	14,88	+ 0,40

chemických laboratóriách, resp. priamo v prevádzkach, keďže v použítom zariadení sa pracuje s uzavretými žiarielmi o relatívne veľmi nízkej aktivite niekoľko desiatok mikrocurie.

Súhrn

Vypracovala sa rádiometrická metóda na rýchle stanovenie brómu vo farmaceutických preparátoch bromisoval, veralgin a bromadal. Stanovenie je založené na analytickom využití odrazu β žiarenia. V zariadení sa ako zdroj rádioaktívneho žiarenia použil uzavretý žiarič ^{90}Sr , na meranie intenzity odrazeného β žiarenia slúžili Geiger—Müllerove počítacie trubice. Analyzované preparáty obsahujú okrem brómu iba organickú zložku, tvorenú prvkami s nízkymi atómovými číslami. Relatívne veľký rozdiel medzi atómovým číslom brómu a priemerným atómovým číslom ostatných zložiek umožňuje stanovenie brómu s dostatočnou presnosťou. Rádiometrická metóda sa od porovnávacej metódy, ktorou bola argentometrická titrácia, líšila maximálne o 1,89 %.

РАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ БРОМА В НЕКОТОРЫХ ФАРМАЦЕВТИЧЕСКИХ ПРЕПАРАТАХ БЕЗ ДЕСТРУКЦИИ

П. Шиллэр, Й. Йомбик

Радиоизотопный отдел Кафедры аналитической химии Фармацевтического факультета Университета имени Коменского, Братислава

Был разработан радиометрический метод для быстрого определения брома во фармацевтических препаратах бромисова: вералгин и бромадал. Определение основывается на аналитическом использовании отражения β излучения. В примененной установке в качестве источника радиоактивного излучения служил закрытый излучатель ^{90}Sr , и для измерения отраженного β излучения был применен счетчик Гейгер—Мюллера. Анализированные препараты кроме брома содержат только органическую составную часть, состоящую из элементов с низким порядковым номером. Относительно великая разница между порядковым номером брома и средним порядковым номером остальных составных компонентов предоставляет возможность опреде-

лить бром достаточно точно. Радиометрический метод отличается от сравнительного метода, которым было argentометрическое титрование, не больше 1,89 %.

NICHTDESTRUKTIVE RADIOMETRISCHE BESTIMMUNG VON BROM IN EINIGEN PHARMAZEUTISCHEN PRÄPARATEN

P. Schiller, J. Jombík

Radioisotopen-Abteilung des Lehrstuhls für analytische Chemie der Pharmazeutischen
Fakultät an der Komenský-Universität, Bratislava

Es wurde eine radiometrische Methode zur Schnellbestimmung von Brom in pharmazeutischen Präparaten Bromisoval, Veralgin und Bromadal ausgearbeitet. Die Brombestimmung beruht in der analytischen Auswertung der Reflexion der β Strahlung. Als Quelle radioaktiver Strahlung diente ein geschlossener Strahler ^{90}Sr ; zur Messung der reflektierten β Strahlung wurden Geiger—Müller Zählrohre verwendet. Die analysierten Präparate enthalten ausser Brom nur noch eine organische Komponente an deren Aufbau Elemente mit niedrigen Ordnungszahlen beteiligt sind. Der relativ grosse Unterschied zwischen der Ordnungszahl von Brom und der durchschnittlichen Ordnungszahl anderer Komponenten ermöglicht die Brombestimmung mit ausreichender Genauigkeit. Die Ergebnisse der radiometrischen Methode differieren von denen der argentometrischen Titration, die als Vergleichsmethode verwendet wurde, höchstens um 1,89 %.

LITERATÚRA

1. *Československý liekopis 2*. Státní zdravotnické nakladatelství, Praha 1954.
2. Schiller P., *Chem. zvesti* **17**, 189 (1963).

Do redakcie došlo 24. 4. 1963

Adresa autorov:

Doc. inž. Pavel Schiller, C. Sc., PhMr. Jozef Jombík, Rádioizotopové oddelenie Katedry analytickej chémie Farmaceutickej fakulty Univerzity Komenského, Bratislava, ulica Odbojárov 12.