

# OSCILOGRAFICKO-POLAROGRAFICKÉ ZISTENIE ČISTOTY LOBELÍNU

GABRIEL DUŠINSKÝ

Štátny ústav pre kontrolu liečiv v Bratislave

Lobelín, ktorý chemicky patrí do radu  $\alpha, \alpha'$ -difenylylacylpiperidínov, vyskytuje sa v liečivej rastline *Lobelia inflata*. Dnes sa takmer výlučne získava synteticky. V lekárstve sa používa pri poruchách dýchacieho centra, ako napr. pri otravách kyslíčnikom uhoľnatým, morfínom a pod., na povzbudenie dýchacieho centra.

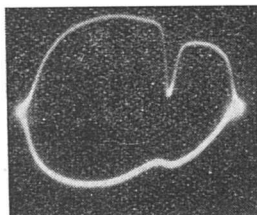
Pri vyšších teplotách sa lobelín pomerne ľahko rozkladá za vzniku acetofenónu. Rozklad značne závisí od pH a v alkalickom prostredí prebieha veľmi rýchle.

Z literatúry [1, 2, 3, 4, 5] je známe, že lobelín, ktorý má ketoskupinu konjugovanú s dvojitou väzbou, redukuje sa na ortuťovej kvapkovej elektróde. Šantavý [2] zistil, že lobelín poskytuje pri pH 6–7 polarografickú vlnu s polvlnovým potenciálom pozitívnejším ako polvlnový potenciál acetofenónu, ktorého polarografická redukcia je známa. V praxi sa však acetofenón vyskytuje napr. v injekčných roztokoch vo veľmi malých koncentráciách vedľa nadbytku lobelínu. Klasická polarografia sa nehodí na zisťovanie malých množstiev acetofenónu vedľa veľkého nadbytku lobelínu, ktorého polvlnový potenciál je pozitívnejší. Sledovanie kriviek  $dV/dt$  oproti  $V$  v oscilografickej polarografii umožňuje jednoducho a rýchlo zistiť acetofenón vedľa veľkého nadbytku lobelínu.

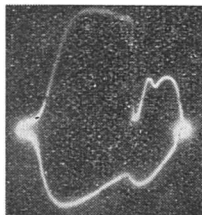
## Pokusná časť

Na analýzu sa použil polaroskop 524 fy Křížik, polarografické nádobky s ortuťovým dnom ako nepolarizovateľná elektróda, ortuťová kvapková elektróda s dobou kvapky 6 sekúnd.

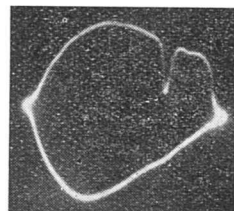
Oscilopolarogramy sa fotografovali fotoprístrojom Flexaret s predsádkovými šošovkami. Filmy Ultrapan Forma 21° Din.



Oscilopolarogram  $dV/dt$  oproti  $V$  pre 0,01 g lobelínhydrochloridu v 5 ml citrátového tlmieča o pH 6,5 a 1,5 M-KCl;  $i = 0,1$  mA.



Oscilopolarogram  $dV/dt$  oproti  $V$  pre rozložený injekčný roztok obsahujúci 0,01 g lobelínhydrochloridu v 1 ml. Rozklad nastal 30 sekundovým varom za prístupu vzduchu; 5 ml citrátového tlmieča o pH 6,5 a 1,5 M-KCl;  $i = 0,1$  mA.



Oscilopolarogram  $dV/dt$  oproti  $V$  pre 0,01 g lobelínhydrochloridu a 0,00008 g acetofenónu v 5 ml citrátového tlmieča o pH 6,5 a 1,5 M-KCl;  $i = 0,1$  mA.

*Použité látky a chemikálie:* lobelínhydrochlorid (VÚFB Praha); acetofenón p. a. (Schering-Kahlbaum); citrátové tmiče podľa McIlvaina s prísadou KCl na zvýšenie vodivosti.

V zhode s klasickou polarografiou lobelín a acetofenón dávajú v silne kyslom prostredí spoločný katodický zárez. V slabo kyslom prostredí, a to najlepšie pri pH 6,2—6,6 tvoria sa na oscilopolarograme po záreze lobelínu za prítomnosti acetofenónu druhý negatívnejší zárez. V 5 ml citrátového tmiča sa vedľa 0,02 g lobelínhydrochloridu dokázalo ešte 50  $\mu$ g acetofenónu.

Metóda oscilografickej polarografie sa osvedčila pri sledovaní podmienok rozkladu lobelínu v závislosti od pH, teploty, prístupu vzduchu a od času.

### Súhrn

Sledovanie kriviek  $dV/dt$  oproti  $V$  v oscilografickej polarografii dovoľuje na rozdiel od klasickej polarografie zistiť malé množstvá acetofenónu vedľa veľkého nadbytku lobelínu. Acetofenón, ktorý vzniká rozkladom lobelínu, dokazoval sa takto ešte vedľa štyristonásobného nadbytku lobelínu.

## ОСЦИЛОГРАФИЧЕСКО-ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЧИСТОТЫ ЛОБЕЛИНА

ГАБРИЕЛ ДУШИНСКИ

Государственный институт контроля медикаментов

### Выводы

Исследование кривых  $dV/dt$  в отношении  $V$  в осцилографической полярографии позволяет в отличие от классической полярографии определение малых количеств ацетофенона в присутствии большого надбывтка лобелина. Ацетофенон, который получается при разложении лобелина, таким образом был доказан еще в присутствии 400-кратного надбывтка лобелина.

Поступило в редакцию 11. V. 1955

## OSZILLOGRAPHISCH-POLAROGRAPHISCHE BESTIMMUNG DER REINHEIT VON LOBELIN

GABRIEL DUŠINSKÝ

Staatliches Institut für die Kontrolle von Medikamenten in Bratislava

### Zusammenfassung

Die Beobachtung der Kurven  $dV/dt$  gegenüber  $V$  in der oszillographischen Polarographie erlaubt zum Unterschied von der klassischen Polarographie die Bestimmung kleiner Mengen Acetophenons neben einem grossen Überschuss von Lobelin. Acetophenon, welches unter Zersetzung des Lobelins entsteht, wurde auf diese Weise noch neben einem 400-fachen Überschuss von Lobelin nachgewiesen.

In die Redaktion eingelangt den 11. V. 1955

1. Nymann P., Reimers F., Dansk. Tids. Farm. 15, 292 (1941). 2. Šantavý F., Čas. čs. Lékár. 57, 109 (1944). 3. Šantavý F., Čas. čs. Lékár. 56, 1 (1943). 4. Uffellie O. F., Dissert. Groningen 1945. 5. Uffellie O. F., Pharm. Weekbl. 87, 646 (1952).

Došlo do redakcie 11. V. 1955

## NOVÝ SPÔSOB STANOVENIA SÍRNIKA SODNÉHO V SULFÁTOVÝCH VÝLUHOCH

RADISLAV DOMANSKÝ

Oddelenie pre výskum dreva, celulózy a umelých vlákien Chemického ústavu Slovenskej akadémie vied v Bratislave

Stanovenie sírnika sodného v sulfátových výluhoch je veľmi dôležitou čiastkovou úlohou pri ich celkovej analýze. Dôležitosť tohto stanovenia je podmienená skutočnosťou, že spoľahlivé stanovenie sírnika sodného je nevyhnutné pre určenie aktívnych alkálií, t. j. súčtu alkalického hydroxydu a sírnika vo výluhu.

Sulfátové výluhy obsahujú spolu so sírnikom sodným pestrú zmes anorganických i organických látok, ktoré spôsobujú, že bežné metódy stanovenia alkalického sírnika sú nepoužiteľné.

Literatúra dosiaľ uvádza v podstate dva spôsoby stanovenia sírnika sodného v sulfátových výluhoch. Kressov spôsob [1] je založený na titrácii sírnika sodného, prítomného v zriedenej vzorke výluhu, amoniakálnym roztokom hydroxydu zinočnatého. Ekvivalentový bod sa určuje kvapkovým spôsobom za použitia amoniakálneho roztoku síranu nikelnatého-amónneho ako indikátora. Kressova metóda stanovenia sírnika v sulfátovom výluhu je veľmi nepresná, ba možno povedať pochybná, pretože presné zistenie stavu, keď sa prestáva tvoriť čierny zákal sírnika nikelnatého, je v dôsledku tmavého zafarbenia výluhu veľmi obťažné. Druhý používaný spôsob stanovenia sírnika v sulfátových výluhoch vychádza z práce Heathovej [2]. Jeho princíp spočíva v oddestilovaní sírovodíka uvoľneného miernym okyslením, v jeho zachycovaní v roztoku jódu a v titrácii nespotrebovaného jódu 0,1 N roztokom tiosíranu sodného. Modifikovaná metóda Heathova bola navrhnutá Tappi za metódu štandardnú, avšak výsledky nie sú príliš uspokojivé. Príčina spočíva v tom, že okrem sírovodíka sa uvoľňujú aj iné plyny, medzi ktorými sa môže objaviť i kyslíčnik siričitý, ktorý výsledky skresľuje. Okrem toho sírovodík je látka veľmi nestála, ktorá sa niekedy rozkladá skôr, ako došlo k jej odohňaniu a pohlteniu v predlohe s jódovým roztokom.

Podarilo sa nám na stanovenie alkalického sírnika v sulfátových výluhoch aplikovať potenciometrickú titráciu sírnika podľa H. H. Willarda a F. Fenwickovej [4]. Pri tomto stanovení titrujeme alkalický sírnik amoniakálnym roztokom dusičnanu strieborného za použitia platinovej indikačnej elektródy. Platinová elektróda dáva v ekvivalentovom bode vyšší potenciálový skok než strieborná elektróda normálne používaná