

МЕТОДИ КОНТРОЛЮ ТРІЕТАНОЛАМІНОБЕНТОНІТУ І БОРНОЇ МАЗІ, ВИГОТОВЛЕНОЇ НА ЕВЗОТ *

О. С. ЛЕХАН, Н. Т. СОЛОНСЬКА, З. І. СРЬОМІНА, Д. П. САЛО
Харківський фармацевтичний інститут

Тріетаноламінобентоніт (ТЕАБ) запропонований як емульгатор для виготовлення емульсійних мазевих основ типу о/в (3—5). Ця сполука містить в собі 88—90% бентоніту і 10—12% тріетаноламіну.

Нами розроблені методи якісного і кількісного визначення ТЕАБ, а також борної кислоти в мазі, виготовленій на ЕВЗОТ.

Для ідентифікації ТЕАБ наважку 0,2 г обробляли 10 мл 0,1 н. розчину хлористоводневої кислоти і фільтрували. Фільтрат упарювали на водяному огрівнику до 1/5 первинного об'єму і в одержаному розчині визначали тріетаноламін такими реакціями:

а) додаванням 2—3 крапель 5% розчину хлориду кобальту після підлучування розчину кількома краплями розчину аміаку. З'являлося пурпурово-фіолетове забарвлення, яке при нагріванні переходило в синє;

б) дією насиченим розчином сульфату міді (дві краплі). При цьому фільтрат мав яскраво-синє забарвлення.

Бентоніт, що залишався на фільтрі, висушували. Частину його змочували розчином нітрату кобальту і прожарювали в ушку платинового дроту. З'являлося синє забарвлення (алюміній). Решту осаду бентоніту обробляли хлористоводневою кислотою, фільтрували, упарювали насухо і при рН 5 (в ацетатній буферній суміші) визначали алюміній застосовуючи як реактив 8-оксихінолін (2). Випадав зеленувато-жовтуватий осад оксихіноляту алюмінію.

Кількісно ТЕАБ визначали за тріетаноламіном, застосовуючи метод К'ельдаля (в макро- та мікріваріанті). Менша витрата досліджуваної речовини і скорочення часу, необхідного для проведення аналізу, показали перевагу мікрометоду.

0,1 г (точна наважка) ТЕАБ спалювали у колбі К'ельдаля на 100 мл у присутності каталізатора (1 г розтертої суміші сульфату калію, сульфату міді у співвідношенні 10 : 1 і 0,05 г селену металічного) та 5 мл концентрованої сірчаної кислоти. Після з'явлення зеленого забарвлення додавали 2—3 краплі пергідролу і нагрівали ще 1 годину. По закінченні спалювання й охолодження суміш кількісно переносили у мірну колбу на 100 мл і доводили водою до мітки. В прилад для визначення азоту мікрометодом вносили 10 мл розчину, відібрані піпеткою з мірної колби, доливали 10 мл 30% розчину ідоко натру і відганяли в приймач, що містив 4% розчин борної кислоти і змішаний індикатор (метиловий оранжевий та метиленовий синій). Відігнаний аміак відтитровували 0,1 н. розчином хлористоводневої кислоти.

Розрахунок процентного складу тріетаноламіну робили за формулою

$$x = \frac{V_{\text{HCl}} \cdot K_n \cdot 0,01490}{\text{наважка}}, \text{ де}$$

x — процентний склад тріетаноламіну, якого в препараті повинно бути 10—12%,

V — кількість 0,1 н. розчину хлористоводневої кислоти, витраченої на титрування, у мл,

K_n — коефіцієнт поправки (нормальності),

0,01490 — кількість тріетаноламіну, що відповідає 1 мл 0,1 н. розчину хлористоводневої кислоти, в г.

Результати дослідів наведені в таблиці 1.

Як видно з даних, наведених у таблиці 1, точність методу цілком задовільна.

Нами розроблена технологія виготовлення нової емульсійної водозмивної основи з використанням тріетаноламіну (ЕВЗОТ) (склад: олії персикової 35%, ТЕАБ 8%, води дистильованої 57%).

Проведена на кафедрі шкірних хвороб Харківського медичного інституту доцентом З. С. Бондар попередня клінічна перевірка ЕВЗОТ і 3% борної мазі, виготовленої на ній, показала, що як сама ЕВЗОТ, так і борна мазь дали позитивний терапевтичний ефект при деяких шкірних захворюваннях.

Кількісне визначення борної кислоти в мазі, виготовленій на

* ЕВЗОТ — емульсійна водозливна основа на тріетаноламінобентоніт

Таблиця 1

Результати визначення тріетаноламіну в ТЕАБ

Наважка	Знайдені тріетаноламіну		Статистичні показники
	в г	в %	
0,1165	0,0142	12,20	$X=12.11$ $c_x = 0,0848$ $I_{0.96} = 0,22$ $A = \pm 1,82\%$
0,1255	0,0151	12,07	
0,1140	0,0142	12,48	
0,1233	0,0147	11,98	
0,1151	0,0137	11,90	
0,1146	0,0138	12,08	

Т а б л и ц я 2

Визначення борної кислоти методом ДФ Х

Взято борної кислоти у г	Знайдені борної кислоти		Статистичні показники
	в г	в %	
0,1142	0,1137	99,58	$X = 99,56$ $c_x = 0,091$
0,1158	0,1154	99,69	
0,0988	0,0981	99,38	$I_{0.96} = 0,233$ $A = \pm 0,23\%$
0,1200	0,1198	99,89	
0,1138	0,1129	99,26	
0,1144	0,1138	99,53	

Крім того, ми спробували встановити точку еквівалентності за вказаних умов потенціометричним титруванням на потенціометрі ЛПУ-01 з системою електродів: скляний — хлорсрібний. До розчину, який аналізували, додавали індикатор фенолфталеїн, щоб перевірити; збіг точок еквівалентності при візуальному і потенціометричному титруванні (див. табл. 3, б).

Т а б л и ц я 3

Результати визначення борної кислоти

Наважка мазі у г	Вміст борної кислоти в наважці мазі		Знайдені борної кислоти в наважці мазі		Статистичні показники
	в г	в %	в г	в %	
а) Візуально					
4,00	0,120	3,00	0,116	2,91	$X = 2,91$ $c_x = 0,056$ $I_{0.96} = 0,143$ $A = \pm 5,0$
б) Потенціометрично					
1,80	0,054	3,00	0,0528	2,94	$X = 2,94$ $c_x = 0,034$ $I_{0.96} = 0,087$ $A = \pm 3,0$

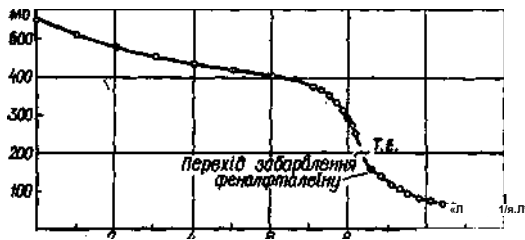
ЕВЗОТ, проводили методом прийнятим ДФ Х і рекомендованими іншими авторами (1,6). Попередньо нами було встановлено, що персикова олія і вода, додані до борної кислоти у відповідності з прописом мазі, не заважали її визначенню.

Результати аналізу борної кислоти, яку ми далі використали для виготовлення мазі, наведені в таблиці 2.

Як видно з даних, наведених в таблиці 2, відносна помилка знаходиться в межах $\pm 0,23\%$.

При аналізі мазі ми екстрагували борну кислоту з наважки 96° етиловим спиртом. Нерозчинну частину відфільтровували. До фільтрату додавали гліцерин і титрували розчином їдкого натру у присутності фенолфталеїну до з'явлення рожевого забарвлення (див. табл. 3, а).

З даних, наведених в таблиці 3, видно, що момент еквівалентності вдається встановити візуально цілком задовільно. Відносна помилка становить 5%.



Крива потенціометричного титрування борної кислоти 0,1 н. розчином їдкого натру

Точка еквівалентності, що фіксується скляним електродом, незначно зміщена порівняно зі зміною забарвлення індикатора при титруванні борної кислоти у присутності фенолфталеїну (рис), що можна пояснити як

помилкою скляного електрода в лужному середовищі, так і де розтягнутим переходом забарвлення фенолфталеїну.

Дані, наведені в таблиці 3, показують, що борна кислота визначається обома методами цілком задовільно.

На підставі описаного експерименту ми пропонуємо нижченаведену методику визначення борної кислоти в мазі, виготовленій на ЕВЗОТ.

а) 4 г мазі (зваженої на технічних вагах) обробляють 30 мл етилового спирту і фільтрують у конічну колбу. Нерозчинну частину основи 3—5 разів промивають порціями спирту по 15 мл і фільтрують у ту ж колбу. До фільтрату додають 20—40 мл гліцерину (попередньо нейтралізованого за фенолфталеїном) і титрують розчином їдкого натру у присутності фенолфталеїну (20—25 крапель) до утворення рожевого забарвлення;

б) 12 г мазі (зваженої на технічних вагах) обробляють приблизно 40 мл етилового спирту. Фільтрують спиртовий розчин в мірну колбу на 100 мл. Нерозчинну частину основи кілька разів промивають невеликими порціями спирту і фільтрують їх у ту ж колбу. Об'єм розчину доводять до мітки та перемішують. Для титрування беруть 15 мл розчину, додають 20 мл гліцерину і визначають точку еквівалентності потенціометрично. 1 мл 0,1 н. розчину луку відповідає 0,006183 г борної кислоти.

ВИСНОВКИ

1. Запропоновані якісні реакції на ТЕАБ.
2. Використаний метод К'ельдаля для кількісного визначення триетаноламіну.
3. Запропонований простий, достатньо надійний і точний метод кількісного визначення борної кислоти в лікарській формі, виготовленій на ЕВЗОТ.

ЛІТЕРАТУРА

1. Гостева А. С, Синицина Т. В., Заводская лаборатория, 1956, 22, № 10, 1180.—
2. Крешков А. П., Основы аналитической химии, ч. 1, М., «Химия», 1965, 247.—
3. Лехан А. С, Бондарь З. С, Задорожный Б. А., Сало Д. П., Материалы Всесоюзной научной конференции по совершенствованию производства лекарств и галеновых препаратов, Ташкент, «Медицина», 1969, 59.—
4. Лехан А. С, Парышкура Е. П., Жуковская С. М., Проблемы коллоидной химии и химии воды, К., «Наукова думка», 1970, 76.—
5. Лехан О. С, Сало Д. П., Башура Г. С, Фармацевтический журнал, 1968, № 4, 55.—
6. Перельман Я. М., Анализ лекарственных форм, Л., Медгиз, 1961, 145.

Надійшла 20.УІІ 1971 р.

METHODS OF CONTROL OF TRIETHANOLAMINO BENTHONITE (TEAB) AND BORIC OINTMENT PREPARED ON EMULSION WATER-WASHABLE BASIS ON TRIETHANOLAMINO BENTHONITE (EWBT)

A. S. LEKHAN, N. T. SOLONSKAYA, Z. L. YEREMINA and D. P. SALO

Kharkov Pharmaceutical Institute

SUMMARY

Methods have been worked out of qualitative and quantitative determination of TEAB as well as boric ointment prepared on EWBT.

Triethanolamine is qualitatively determined after formation of a purple-violet colour with 5% solution of cobalt chloride and bright blue colour with a saturated solution of copper sulphate solution.

The bentonite residue reveals aluminium with 8-oxyquinolin determined by formation of greenish-yellow precipitate of aluminum oxyquinolate.

Quantitative determination of TEAB is realized after ethanolamine by the method of Kjeldahl (in the macro- and microvariant).

Determination of boric acid in ointment prepared on EWBT was realized after method adopted in the USSR SP-X.

•