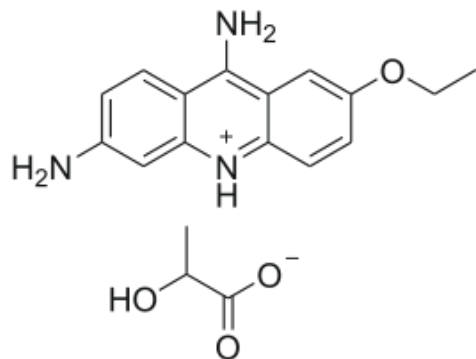


Oznaczenie zawartości mleczanu etakrydyny w preparatach farmakologicznych

Oznaczanie małych ilości azotanów (III) metodą riwanolową

1. Oznaczanie zawartości mleczanu etakrydyny (riwanolu) w preparatach farmakologicznych

Rivanol/Rywanol (mleczan etakrydyn, łac. *ethacridini lactas*.) **mleczan 6,9-diamino-2-etoksyakrydyny** ($C_{18}H_{21}N_3O_4$, M - 343,38) jest związkiem należącym do grupy barwników akrydynowych o żółtym zabarwieniu.



Wykazuje on silne działania bakteriobójcze na drobnoustroje gram-ujemne i gram – dodatnie (paciorkowce, gronkowce, pierwotniaki).

Stosowany jest miejscowo do dezynfekcji skaleczeń, trudnogojących się ran, do przepłukiwania pęcherza moczowego, w zapaleniu jamy ustnej, etc. Rivanol powszechnie jest też stosowany w akwarystyce. Ze względu na swoje własności jest składnikiem wielu preparatów farmakologicznych. Uwaga: Barwi skórę na żółto (barwa schodzi dopiero po tygodniu)!

Zasada oznaczenia:

Oznaczanie polega na dodaniu do roztworu zawierającego mleczan etakrydyny nadmiaru dichromianu potasu. Dichromian potasu tworzy z etakrydyną w środowisku obojętnym (lub prawie obojętnym) nierozpuszczalny osad dichromianu etakrydyny o wzorze $(\text{Etakrydyna})_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Oznaczenie przeprowadza się wobec bufora octanowego, który reguluje pH roztworu. W środowisku silnie kwaśnym dichromian potasu mógłby utleniać pierścień etakrydyny, natomiast w środowisku zasadowym wytrącał by się osad wolnej zasady etakrydyny zamiast soli dichromianowej.

Po odsączeniu osadu, do przesączu zawierającego nieprzereagowany dichromian potasu dodaje się roztwór jodku potasu. Dichromian potasu utlenia jony jodkowe do jodu, który z kolei odmiareczkuje się mianowanym roztworem $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:



Wykonanie ćwiczenia

Pobrać 10,00 cm³ roztworu zaw. mleczan etakrydyny (preparat medyczny) do kolby miarowej na 100 cm³. Następnie do kolby dodać 16 cm³ bufora octanowego i 50,00 cm³ roztworu 0,0085 M $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Roztwór uzupełnić wodą destylowaną do kreski, dokładnie wymieszać i odstawić na co najmniej 15 minut. Następnie roztwór przesączyć przez twardy sączek – odrzucając pierwsze 15 cm³ przesączu. Z przesączu pobrać 50 cm³ roztworu do kolby stożkowej, dodać 4,5 cm³ 45% KJ, 8 cm³ stęż. kwasu solnego i odstawić na co najmniej 5 minut w celu ilościowego wytrącenia się jodu. Przesącz zawierający wydzielony jod miareczkować 0,05 M roztworem tiosiarczanu sodu, aż do momentu uzyskania barwy słomkowej/odbarwienia się roztworu. Należy wówczas dodać 1 cm³ skrobi, roztwór zamieszać i miareczkować dalej do momentu odbarwienia roztworu.

Obliczenia:

Wynik oznaczenia podać jako średnia zawartość mleczanu etakrydyny w preparacie. (g/g lub g /cm³), uwzględniając, że jony dichromianu reagują z etakrydyną w stosunku molowym 1:2.

2. Oznaczanie małych zawartości azotanów (III) i azotanów (V) metodą riwanolową

Zasada metody

Oznaczenie polega na reakcji azotanów (III) z solą etakrydyny w wyniku których powstaje barwny związek. Zawartość azotanów (III) określa się spektrofotometrycznie, metodą krzywej wzorcowej, mierząc absorbancję przy długości fali 580-600 nm. Metoda ta pozwala na oznaczenie zawartości azotanów (III) i/lub sumy azotanów (III) i azotanów (V) po wcześniejszej redukcji azotanów (V) do azotanów (III) kadmem metalicznym..

Wykonanie ćwiczenia

Próbkę shomogenizowanego mięsa (lub innego materiału żywności) o masie 50g przenieść do zlewki o poj. 500 cm³, dodać ok. 300 cm³ wody i 3 cm³ 25% roztworu Na_2CO_3 . Kolbę pozostawić na płycie grzejnej przez 30 minut, często mieszając. W przypadku produktów zawierających cukry, nie dopuszczamy do ich karmelizacji. Po dokładnym wymieszanu zawartości zlewki, przenosimy zawiesinę ilościowo do kolby miarowej na 500 cm³ i uzupełniamy wodą destylowaną do kreski. Zawartość kolby sączyć przez sączek karbowany, zbierając przesącz do małej zlewki o poj. 100 cm³.

Tak otrzymany przesącz powinien być klarowny i bezbarwny. 20.00 cm³ otrzymanego przesączu przenieść do dwóch kolb miarowych o pojemności 50 cm³, dodać do każdej

kolby 1 cm³ 10% roztworu HCl i 5 cm³ 0,1% roztworu soli etakrydyny, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać. Absorbancję tak sporządzonego roztworu mierzyć po 5 minutach przy długości fali 580 – 600 nm.

Krzywa wzorcowa

Korzystając ze wzorca zaw. 100 ppm NO₂⁻ należy sporządzić roztwory wzorcowe, tak by stężenie końcowe azotanu (III) było w zakresie od 0 do 10 ppm (4-5 roztworów wzorcowych + ślepa próba). W tym celu do kolbki miarowej na 50 cm³ należy dodać wcześniej wyliczoną ilość wzorca, 1 cm³ 10% roztworu kwasu solnego, 5 cm³ 0,1% roztworu etakrydyny, uzupełnić wodą destylowaną do kreski, dokładnie wymieszać i mierzyć absorbancję po 5 minutach przy długości fali 580-600 nm wobec próby ślepej nie zawierającej jonów NO₂⁻.

3. Sprawozdanie

Sprawozdanie powinno zawierać krótki wstęp, wszystkie obliczenia, krzywą wzorcową, krytyczną analizę wyników i wnioski.

Literatura:

1. Ćwiczenia z Chemii Leków, Cześć I i II, Wyd. Akademii Medycznej w Krakowie, Kraków 1985
2. Agnieszka Tajner-Czopek, Agnieszka Kita, Analiza żywności - jakość produktów spożywczych, Wydawnictwo Akademii Rolniczej we Wrocławiu, Wrocław 2005.