

Disciplina de chimie organică (cond.: conf. A. Kiss, doctor în chimie)  
a I.M.F. Tîrgu Mureş.

**APLICAREA METODEI LUI SCHÖNIGER  
LA DOZAREA FOSFORULUI  
ŞI A SULFULUI DIN SUBSTANŢE MEDICAMENTOASE**

A. Kiss, L. Albert, I. Czégeni

În cadrul procedeelor actuale de microanaliză organică, alături de metodele automatizate, se folosesc pe scară largă și metode simple și rapide care nu necesită o aparatură costisitoare. Dintre acestea în ultimii ani a luat o mare răspîndire metoda lui Schöniger (1—11).

Această metodă este utilizată într-o formă perfecționată și în laboratorul nostru la analiza substanțelor organice sintetizate. Pe baza rezultatelor mulțumitoare obținute ne-am propus extinderea acestei metode și în domeniul analizei substanțelor medicamentoase.

*Aparatura și metoda de lucru*

Experiențele au fost efectuate cu un aparat modificat de noi (vezi figura). Aparatul se compune din:

1. vasul de reacție, un balon Erlenmeyer de 500 ml, confecționat din sticlă Rasotherm, avînd un tub lateral prevăzut cu un robinet în partea superioară a balonului;

2. dopul special, confecționat de asemenea din sticlă Rasotherm, bine șlefuit și prevăzut cu conducte electrice, continuate cu o spirală de nichelină, necesară pentru arderea substanței;

3. creuzetul, pentru arderea probei, confecționat din cuarț, avînd două cîrlige cu care se poate agăța de dopul special.

Principiul metodei constă în arderea substanței în atmosferă de oxigen și absorbția gazelor formate într-un lichid absorbant din care apoi se titrează ionii formați.

Substanța cîntărită în creuzet se agăța de dopul vasului, în care în prealabil a fost introdus lichidul de absorbție. Pentru umplerea vasului cu oxigen întîi se evacuează aerul cu ajutorul unei pompe de vid prin tubul său lateral și apoi tot prin acest tub se introduce oxigenul dintr-un gazometru. Această operație se repetă de patru ori, pentru a asigura înlocuirea cît mai deplină a aerului cu oxigen. Arderea substanței se efectuează încălzind spirala de nichelină cu un curent de 10—12 volți, în funcție de natura substanței, timp de 20—40 secunde. Incinerarea este completă cînd nu se mai emană

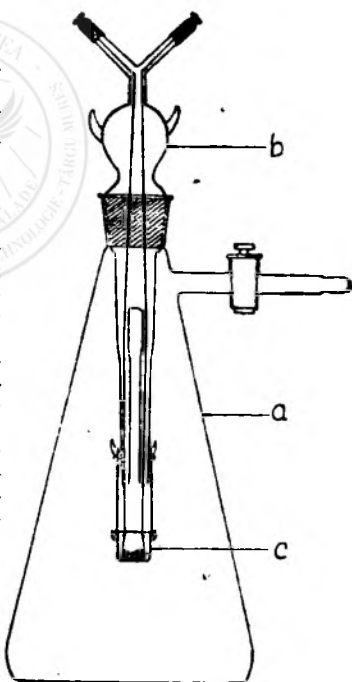


Fig. nr. 1.

fum sau vapori. Absorbția se petrece în 15 minute, timp în care se agită conținutul balonului. După absorbție se scoate dopul, spălându-l cu apa bidistilată, împreună cu creuzetul. De asemenea se spală și pereții interiori ai vasului, iar lichidul de spălare se adaugă absorbantului.

Natura lichidului de absorbție, precum și metoda de titrare a ionilor formați, se alege după natura ionului urmărit.

*Dozarea sulfului din Disulfiramum și Sulfatazol.*

Pentru dozarea ionilor de sulfat se folosește ca soluție absorbantă 25 ml apă oxigenată 6%. Determinarea ionilor de sulfat se efectuează cu metoda lui R. Geyer (12), utilizând curbe de titrare. Rezultatele sînt prezentate în tabelul nr. 1.

*Tabelul nr. 1*  
Dozarea sulfului.

Nr. crt.	Sulfatazol				Disulfiramum			
	Proba în mg	% S teoretic	% S experim.	$\Delta$ % S	Proba în mg	% S teoretic	S % experim.	$\Delta$ % S
1	10,83	29,06	28,46	-0,60	10,26	43,24	42,81	-0,43
2	11,26		28,42	-0,64	11,48		42,70	-0,54
3	11,98		28,42	-0,64	12,02		42,66	-0,58
4	12,45		28,40	-0,66	12,87		42,59	-0,65
5	13,03		28,39	-0,67	13,12		42,61	-0,63
6	13,42		28,33	-0,73	13,95		42,57	-0,67
7	14,34		28,25	-0,81	14,23		42,56	-0,68
8	14,82		28,22	-0,84	14,65		42,57	-0,67
9	15,74		28,20	-0,86	15,26		42,53	-0,71
10	16,20		28,17	-0,89	15,46		42,53	-0,71

*Dozarea fosforului din acid D-3-fosfogliceric.*

Ca soluție absorbantă se întrebuițează 25 ml sol. acid azotic 2%. Dozarea ionilor de fosfat se efectuează atât volumetric, prin metoda microdozării fosforului elaborată de noi (13), cît și fotometric utilizînd curba de titrare. Rezultatele sînt trecute în tabelul nr. 2.

*Tabelul nr. 2*  
Dozarea fosforului

Nr. crt.	Proba în mg	% P teoretic	Titrare		Fotometrie	
			% P experim.	$\Delta$ % S	% P experim.	$\Delta$ % S
1	5,72	17,99	17,32	-0,67	18,21	0,23
2	6,54		17,38	-0,61	18,35	0,36
3	7,15		17,20	-0,79	18,88	0,89
4	9,42		17,45	-0,54	18,89	0,90
5	11,50		17,24	-0,75	18,63	0,64
6	12,21		17,31	-0,68	18,72	0,73
7	13,48		17,48	-0,51	18,59	0,60
8	14,26		17,56	-0,43	18,52	0,53
9	15,45		17,02	-0,97	18,48	0,49
10	16,36		17,50	-0,49	18,54	0,55

## Discuții și concluzii

După cum reiese din tabelele de mai sus, rezultatele sînt concludente, avînd o eroare medie în cazul sulfului de  $-0,64\%$ , în cazul fosforului determinat prin titrare de  $-0,644\%$ , iar în cazul fosforului determinat electrofotofotometric de  $0,592\%$ .

În concluzie se poate aprecia că această metodă rapidă este aplicabilă și pentru analiza substanțelor medicamentoase cu conținut de sulf sau fosfor, precizia determinărilor fiind comparabilă cu cea a metodelor clasice.

Sosit la redacție: 16 ianuarie 1970.

## Bibliografie

1. SCHÖNIGER W.: Z. Analyt. Chem. (1961), 181, 28;
2. GILDENBERG L.: Microchem. J. (1959), 3, 167;
3. SOLOKOVA N. V., ORESTOVA V. A., NIKOLAEVA N. A.: Zhur. Anal. Khim. (1959), 14, 472;
4. STEYERMARCK AL.: Microchem. J. (1960), 4, 353;
5. GUTTERSON M.: Anal. Chem. (1964), 5, 150;
6. OKOLSKI L.: Chemist. Analyst. (1966), 55, 116;
7. REZNICKAYA T. V.: Zavods. Lab. (1965), 31, 4, 421;
8. WRIGHT H.: Mikrochim. Acta (1965), 5—6, 1080;
9. REVRCHON R.: Chim. Anal. (1965), 47, 2, 70;
10. HASLAM J., SQUIRELL D.C.R.: J. Appl. Chem. (1961), 11, 244;
11. IHOR LYSYJ, ZAREMBO J. E.: Anal. Chem. (1958), 30, 3, 429;
12. GEYER R.: Z. Analyt. Chem. (1955), 146, 174;
13. KISS A., EPERJESSY ANA: Comunicare la Baza de Cercetări Științifice a Acad. R.S.R. Tîrgu-Mureș, 20 VI 1968.