

ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

Определение аминного азота	ОФС.1.2.3.0022.15
методами формольного и	
йодометрического титрования	Вводится впервые

Определение азота свободных аминногрупп в препаратах аминокислот, пептидов, белков и других с содержанием азота 1,5 – 5,0 мг в 1 мл испытуемого раствора проводят методом формольного титрования (метод Серенсена), основанном на защите формальдегидом свободных аминногрупп (образование оснований Шиффа) и алкалиметрическом титровании эквивалентного количества карбоксильных групп. Метод неприменим в присутствии ионов аммония, завышающих результаты определения.

Определение аминного азота в препаратах с более низким его содержанием (около 0,01 – 0,06 мг в 1 мл испытуемого раствора) проводят методом Попе-Стевенса. Метод основан на взаимодействии аминокислот в щелочном растворе с ионами двухвалентной меди и последующем йодометрическом титровании.

Метод формольного титрования (метод Серенсена)

К точной навеске или точному объему (указывают в фармакопейной статье) испытуемого образца прибавляют воду до объема 20 мл. При необходимости раствор нейтрализуют потенциметрически до pH 7,0, путем прибавления натрия гидроксида раствора 0,1 М или хлористоводородной кислоты раствора 0,1 М. По окончании нейтрализации прибавляют от 2 до 10 мл (указывают в фармакопейной статье) формальдегида раствора 35 %, нейтрализованного в день анализа натрия гидроксида раствором 10 % до pH

7,0, перемешивают и титруют натрия гидроксида раствором 0,1 М до значения рН 9,1, не изменяющегося при перемешивании в течение 2 мин, или до появления слабо-розового окрашивания (индикатор – фенолфталеина раствор 1 %).

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл натрия гидроксида раствора 0,1 М соответствует 1,4 мг аминного азота.

Метод йодометрического титрования (метод Попе-Стевенса)

В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают точную навеску (указывают в фармакопейной статье) испытуемого образца, прибавляют 4 мл воды, 0,5 мл тимолфталеина раствора 0,1 %, перемешивают и по каплям прибавляют натрия гидроксида раствор 0,5 М до слабого голубого окрашивания. Прибавляют 20 мл суспензии меди фосфата, перемешивают. При исчезновении осадка прибавляют еще 5 мл суспензии меди фосфата, объем раствора в колбе доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют через плотный бумажный фильтр (синяя лента). Фильтрат должен быть прозрачным. Отбирают 10 мл фильтрата в коническую колбу, прибавляют 0,4 мл уксусной кислоты ледяной, прибавляют 7,5 мл калия йодида раствора 10 % и выделившийся йод титруют натрия тиосульфата раствором 0,01 М. В конце титрования, когда раствор примет соломенно-желтую окраску, прибавляют 1,5 мл раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения появившейся синей окраски.

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл натрия тиосульфата раствора 0,01 М соответствует 0,28 мг аминного азота.

Примечания.

1. Приготовление раствора меди(II) хлорида. В мерную колбу вместимостью 1000 мл помещают 27,3 г меди(II) хлорида, растворяют в 500 мл воды, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

2. Приготовление раствора натрия фосфата.

А) 68,5 г натрия фосфата додекагидрата помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, растворяют в 500 мл воды, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают;

или

Б) 64,5 г динатрия гидрофосфата додекагидрата помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, растворяют в 500 мл воды, освобожденной от углерода диоксида кипячением, прибавляют 7,2 г натрия гидроксида, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

3. Приготовление боратного буферного раствора. В мерную колбу вместимостью 1000 мл помещают 28,6 г натрия тетрабората, растворяют в 750 мл воды, прибавляют 50 мл хлористоводородной кислоты раствора 1 М, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают (рН 8,8).

4. Приготовление суспензии меди фосфата. Смешивают один объем раствора меди(II) хлорида с двумя объемами раствора натрия фосфата и двумя объемами боратного буферного раствора.

Раствор готовят перед использованием.