

## Stanovenie jódu v organických preparátoch meraním intenzity odrazeného $\beta$ žiarenia

P. SCHILLER

*Rádioizotopové oddelenie Katedry analytickej chémie  
Farmaceutickej fakulty Univerzity Komenského, Bratislava*

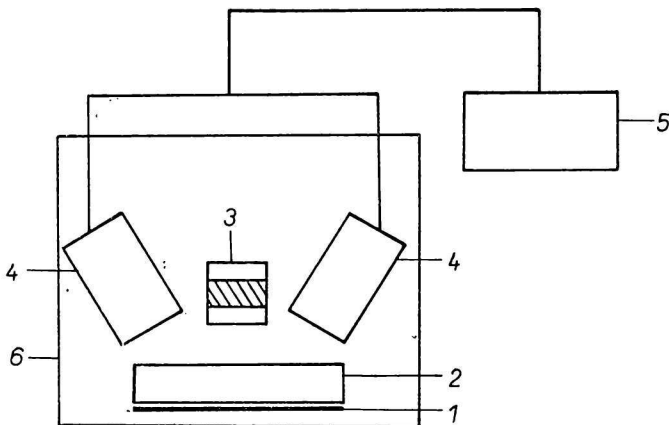
Využitie odrazu  $\beta$  žiarenia pre chemickú analýzu umožňuje poznamkať, že počet odrazených častíc stúpa s poradovým číslom a s počtom atómov sledovaného prvku v analyzovanom prostredí. Z uvedeného poznatku vyplýva, že  $\beta$  odraz možno v chemickej analýze použiť predovšetkým na kvantitatívne stanovenie prvkov s vyššími poradovými číslami v zmesi vedľa prvkov s nižšími poradovými číslami [1].

Možno ho teda výhodne využiť na stanovenie jódu v organických preparátoch. Odraz  $\beta$  žiarenia od jódu s poradovým číslom 53 je podstatne väčší než od prvkov tvoriacich organickú zložku látky.

V predloženej práci sa opisuje stanovenie jódu vo vodnom roztoku hexametyléntetramínjódmetylátu, vo vodnom roztoku metylglukamínovej soli kyseliny *N,N'*-adipín-di-3-amino-2,4,6-trijódbenzoovej a vo vodnom roztoku jódtrietanolamínu a tiosíranu sodného.

### Experimentálna časť

Pre experimentálnu prácu sme skonštruovali aparatúru, schematicky znázornenú na obr. 1.



Obr. 1. Zariadenie na meranie intenzity odrazu  $\beta$  žiarenia.

1. podložka, 2. miska so vzorkou, 3. zdroj žiarenia, 4. GM trubice, 5. nukleárny počítač, 6. olovený kryt.

Na podložke 1 je uložená miska s analyzovanou vzorkou 2. Rádioaktívne žiarenie dopadá na vzorku zo žiariča 3 a odráža sa do dvoch šikmo uložených okienkových GM trubíc 4, ktoré sú paralelne zapojené na nukleárny počítač 5. Pracovné napätie obidvoch trubíc treba zvoliť tak, aby nevybočovalo z plošiny charakteristiky jednej i druhej trubice. Podložka so vzorkou, žiarič a GM trubice sú uložené v olovenom kryte 6. Aby žiarenie nemohlo vniknúť do detektora priamo, ale iba po odraze, rádioaktívny žiarič je uzavretý v olovenom puzdierku, z ktorého žiarenie vychádza cez okienko, kryté hliníkovou fóliou.

Ako zdroj rádioaktívneho žiarenia sa použilo  $^{204}\text{Tl}$  s dobou polovičného rozpadu  $2,71 \pm 0,05$  roka a s energiou  $\beta$  častíc 0,77 MeV.

Vlastný pracovný postup je jednoduchý. Skúmaný preparát sa vnesie do misky a uloží sa na podložku. Tým je pripravený na meranie. Samotné meranie spočíva v tom, že sa v určitom časovom intervale meria počet elektrických impulzov, vyvolaných v GM trubiciach elektrónmi odrazenými analyzovanou vzorkou.

Hrúbku vrstvy analyzovanej vzorky treba voliť tak, aby mala hodnotu väčšiu, ako je hodnota nasýtenej vrstvy. Hodnotu nasýtenej vrstvy možno určiť tak, že sa pripraví séria vzoriek o rôznych hrúbkach vrstvy. Do určitej hodnoty intenzita odrazeného žiarenia stúpa s hrúbkou vrstvy. Potom sa už odraz žiarenia ďalším zvyšovaním vrstvy nemení, teda pracuje sa v oblasti nad hodnotou nasýtenej vrstvy. Opísaný postup sme skrátili. Zvolili sme skusmo dostatočne hrubú vrstvu skúmanej vzorky  $V_1$  a zmerali sme ňou odrazené žiarenie. Potom sme zmerali odraz žiarenia niekoľkonásobne hrubšej vrstvy tej istej vzorky  $V_2$ . Ak boli namerané hodnoty odrazeného žiarenia vzoriek  $V_1$  a  $V_2$  rovnaké pri rozdielnej hrúbke obidvoch vzoriek, bolo zrejmé, že sa pracovalo v oblasti nasýtenia.

Namerané údaje sa vyhodnotili pomocou kalibračnej krivky, pričom kalibračná krivka vyjadruje závislosť počtu impulzov nameraných aparátúrou za časovú jednotku od percenta stanovovaného prvku. Kalibračná krivka sa zostrojila na základe údajov získaných premeraním radu štandardov príslušnej analyzovanej látky so stúpajúcou koncentráciou jódu.

Ako kontrolná metóda sa pri všetkých v práci opísaných preparátoch použila potenciometrická titrácia s 0,1 N- $\text{AgNO}_3$  na Ag elektródu v prostredí  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

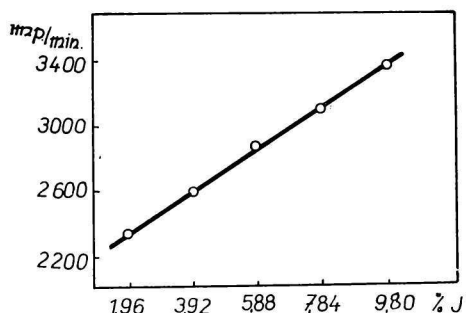
V tabuľkách uvedené hodnoty sú aritmetickým priemerom desiatich meraní. Pri výpočte chýb sa výsledky dosiahnuté potenciometrickou titráciou pokladali za 100 %. Doba merania sa volila tak, aby sa počet nameraných impulzov pri jednotlivých vzorkách pohyboval okolo 40 000 impulzov. Tento počet zodpovedá v percentách vyjadrenej strednej relatívnej kvadratickej chybe 0,5 %.

Tabuľka 1

% J	imp./min.
1,96	2344
3,92	2587
5,88	2865
7,84	3100
9,80	3358

Tabuľka 2

% J odrazovou metódou	% J potenciometrickou metódou	Chyba v %
3,01	2,94	+2,38
5,03	4,90	+2,65
6,79	6,86	-1,03
8,86	8,82	+0,45



Obr. 2. Kalibračná krivka na stanovenie jódu vo vodnom roztoku hexametylén-tetramínjódmetylátu.

Tabuľka 3

% J odrazovou metódou	% J potenciometrickou metódou	Chyba v %
8,86	8,75	+1,25
13,79	13,75	+0,29
16,11	16,25	-0,87
21,07	21,25	-0,85
23,80	23,75	+0,21

Tabuľka 4

% J odrazovou metódou	% J potenciometrickou metódou	Chyba v %
7,81	7,72	+1,16
12,79	12,87	-0,63
23,30	23,17	+0,56
28,36	28,32	+0,14

Tab. 4 obsahuje výsledky stanovenia jódu vo vodnom roztoku jódtrietanolanínu a tiosíranu sodného.

## Diskusia

Analytická metóda, založená na odraze  $\beta$  žiarenia, je metódou nedeštruktívnou, čím rozumieme, že nevyžaduje nijakú predbežnú úpravu vzorky pre analýzu, ako je rozpúšťanie alebo briketovanie, ani iné bežné analytické operácie počas stanovenia. Po analýze je vzorka v pôvodnom neporušenom stave. Samotné stanovenie trvá iba niekoľko minút. Odrazová metóda je teda svojím charakterom výhodná predovšetkým pri sériových prevádzkových analýzach. V takýchto prípadoch sa často uprednostní rýchla a jednoduchá metóda, akou odrazová metóda nesporne je, pred presnejšími, avšak časovo oveľa náročnejšími a metodicky obťažnejšími klasickými analytickými metódami. Výnimočná rýchlosť stanovenia, ako aj skutočnosť, že ide o nedeštruktívnu metódu, umožňuje jej použitie pre automatickú analýzu diskontinuitnú i kontinuálnu, výhodnú predovšetkým pri prevádzkových analýzach

vo výrobe [1, 3]. V takom prípade sa stanovenie nerobí pomocou kalibračnej krivky, ale za použitia kompenzačne zapojených štandardov.

Presnosť merania možno zväčšovať zvyšovaním počtu impulzov, čo sa obyčajne dosahuje buď predĺžovaním doby merania, alebo zvyšovaním aktivity použitého žiariča.

Pri opísaných experimentoch sme použili iný spôsob zvýšenia počtu nameraných impulzov bez zmeny aktivity žiariča a bez predĺženia doby merania. Merania sme robili pomocou dvoch GM počítacích trubíc paralelne zapojených na nukleárny počítač. Tým sa počet nameraných impulzov približne zdvojnásobil a presnosť merania sa úmerne zvýšila. Súčasne sa predĺžila životnosť GM trubíc. Táto je výrobcom udávaná rádovo  $10^8$  imp. Pri aplikácii paralelného zapojenia dvoch trubíc sa zaťaženie každej trubice zníži na polovicu a ich životnosť sa úmerne predĺži.

Pre tabulkové alebo grafické vyjadrenie je výhodné počet impulzov prepočítať na časovú jednotku, teda imp./min. A. Vértes [2] opisuje možnosť prepočtu nameraných hodnôt v imp./min. na percentuálnu hodnotu odrazu ( $R$  %). Túto počíta zo vzťahu

$$R \% = A \cdot n_i - B,$$

kde  $n_i$  je počet impulzov nameraných za časovú jednotku,  $A$  a  $B$  sú konštanty, ktoré možno zistiť pomocou dvoch štandardných látok o známom odraze.

V predloženej práci sme odraz  $\beta$  žiarenia vyjadrovali v imp./min., keďže pri štúdiu výhodnosti vyjadrovania  $\beta$  odrazu v  $R$  % alebo v imp./min. [3] sme nenašli pre analytickú prax opodstatnenie pre prepočet imp./min. na  $R$  %. Priebeh kalibračných kriviek je pri oboch spôsoboch rovnaký, teda vyjadrenie odrazu v  $R$  % analýzu nespresňuje a vzhľadom na nevyhnutnosť výpočtov a stanovenie konštánt  $A$  a  $B$  analýzu predlžuje.

Pri opisovaných stanoveniach jódou sa experimentovalo so vzorkami, ktoré boli v tekutom stave. Metódu založenú na  $\beta$  odraze možno však použiť nielen na analýzu tekutých vzoriek, ale aj tuhých vzoriek, suspenzií a pod. [1, 3 — 6].

### Súhrn

Opisuje sa stanovenie jódou v niektorých organických preparátoch metódou založenou na využití odrazu  $\beta$  žiarenia. Táto metóda v porovnaní s inými metódami je výhodná v tom, že skúmanú vzorku netreba pre analýzu upravovať, stanovenie trvá iba niekoľko minút, metodika je jednoduchá a skúmaná vzorka je po analýze v pôvodnom neporušenom stave. Preto ju možno využiť predovšetkým pri sériových prevádzkových analýzach, pričom charakter metódy umožňuje automatizáciu analytického procesu.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИОДА В ОРГАНИЧЕСКИХ ПРЕПАРАТАХ  
ИЗМЕРЕНИЕМ ИНТЕНСИВНОСТИ ОТРАЖЕННОГО  
 $\beta$  ИЗЛУЧЕНИЯ

П. Шиллер

Лаборатория радиоизотопов Кафедры аналитической химии Фармацевтического  
факультета Университета имени Комenského,  
Братислава

В работе описано определение иода в некоторых органических препаратах с помощью метода, основанного на отражении  $\beta$  излучения. Этот метод по сравнению с другими имеет преимущество в том, что исследуемый образец не нужно для анализа обрабатывать, анализ идет только несколько минут, методика проста, и исследуемый образец после анализа находится в первоначальном неизменном состоянии. На основании вышесказанного этот метод удобен главным образом для серийных промышленных анализов, причем сама методика дает возможность автоматизировать аналитический процесс.

BESTIMMUNG VON JOD IN ORGANISCHEN PRÄPARATEN  
DURCH INTENSITÄTSMESSUNG EINER REFLEKTIERTEN  
 $\beta$ -STRAHLUNG

P. Schiller

Radioisotopen-Abteilung des Lehrstuhls für analytische Chemie  
der Pharmazeutischen Fakultät an der Komenský-Universität, Bratislava

In der vorliegenden Arbeit wird die Bestimmung von Jod in einigen organischen Präparaten mittels einer Methode beschrieben, die auf die Auswertung der Reflexion einer  $\beta$ -Strahlung gegründet ist. Gegenüber anderen Methoden beruht der Vorteil dieser Methode darin, dass die zu prüfende Probe für die Analyse nicht zugerichtet werden muss, dass die Bestimmung nur einige Minuten in Anspruch nimmt, dass die Methodik einfach ist, und dass nach vorgenommener Analyse die Probe im ursprünglichen unbeschädigten Zustand erhalten bleibt. Diese Faktoren erscheinen richtungweisend für die Applikation dieser Methode vor allem bei serienmässigen Betriebsanalysen, wobei der Charakter dieser Methode die Automatisierung des analytischen Prozesses möglich macht.

LITERATÚRA

1. Schiller P., Majer J., *Acta Chim. Acad. Sci. Hung.* **26**, 259 (1961).
2. Vértés A., *Élelmezési Ipar* **12**, 259 (1958).
3. Schiller P., *Habilitačná práca*. Univerzita Komenského, Bratislava 1961.
4. Tölgyessy J., Šaršúnová M., *Pharmazie* **16**, 137 (1961).
5. Šaršúnová M., Tölgyessy J., *Pharmazie* **16**, 254 (1961).
6. Schiller P., Majer J., *Čs. farm.* **11**, 286 (1962).

Do redakcie došlo 28. 12. 1961

Adresa autora:

Doc. inž. Pavel Schiller, C. Sc., Rádioizotopové oddelenie Katedry analytickej chémie  
Farmaceutickej fakulty Univerzity Komenského, Bratislava, ul. Odbojárov 12.