

Stanovenie medi a zinku v niektorých liečivách meraním intenzity odrazeného β žiarenia

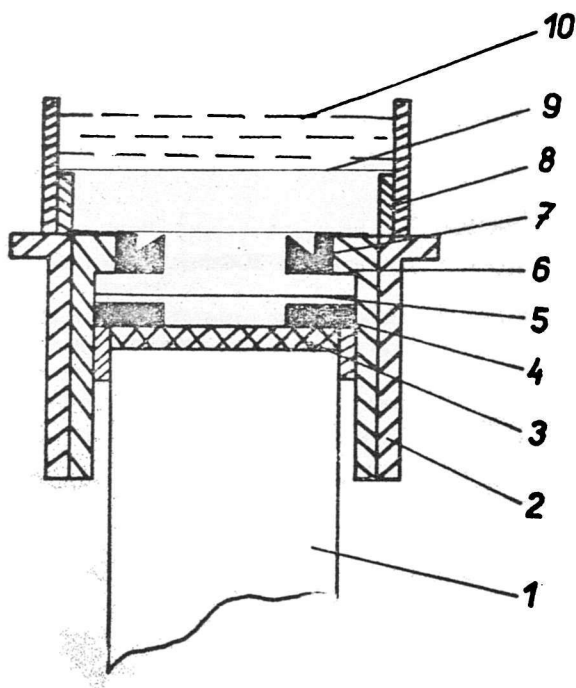
M. ŠARŠUNOVÁ, J. KLAS, J. TÓLGYESSY

*Krajské kontrolné laboratórium KÚNZ Západoslvenského kraja,
Bratislava*

*Katedra rádióchémie a radiačnej chémie Slovenskej vysokej školy technickej,
Bratislava*

Cieľom moderného spôsobu kontroly liečiv je kvantitatívna analýza liekov jednoduchým, presným a rýchlym postupom, pokiaľ možno v nepatrnom množstve analyzovanej vzorky.

Vychádzajúc z predchádzajúcich prác [1—3], v ktorých sa takisto sledoval uvedený cieľ, využili sme meranie intenzity odrazeného β žiarenia na kvantitatívne ohodnotenie kolýrie s obsahom síranu zinočnatého a na ohodnotenie roztokov síranu meďnatého, t. j. liekov s adstringentným a antiseptickým účinkom. Na rozdiel od predchádzajúcich prác sa na stanovenie ťažkého kovu, ktorý je nositeľom oligodynamického účinku uvedených liečiv, použil na meranie intenzity odrazeného β žiarenia scintilačný počítač spojený s automatom na meranie rádioaktívnych vzoriek.



Experimentálna časť

Meracie zariadenie

Zariadenie pozostáva z prstencového žiariča s rádioizotopom ^{204}Tl , zo scintilačnej sondy s β scintilátorom a z elektronického zariadenia. Použitú scintilačnú sondu, β scintilátor a elektronické zariadenie (automat na meranie rádioaktívnych vzoriek typ

Obr. 1. Schéma usporiadania prstencového žiariča, puzdra, zariadenia a scintilačnej sondy. 1. scintilačná sonda; 2. puzdro z plexiskla; 3. β scintilátor; 4. olovený kolimátor; 5. filter; 6. prstenec z Pb; 7. žiarič ^{204}Tl ; 8. kvjeta; 9. polyetylénová fólia; 10. skúmaný roztok.

NZQ 615) sme opísali v práci [4]. Prstencový žiarič o presnej geometrii a symetrickom radiačnom poli s rádioizotopom ^{204}Tl sme pripravili spôsobom uvedeným v [3].

Schéma usporiadania prstencového žiariča, puzdra zariadenia a scintilačnej sondy je na obr. 1. Fotografia celého zariadenia je na obr. 2, detailu zariadenia na obr. 3 a prstencového žiariča na obr. 4.

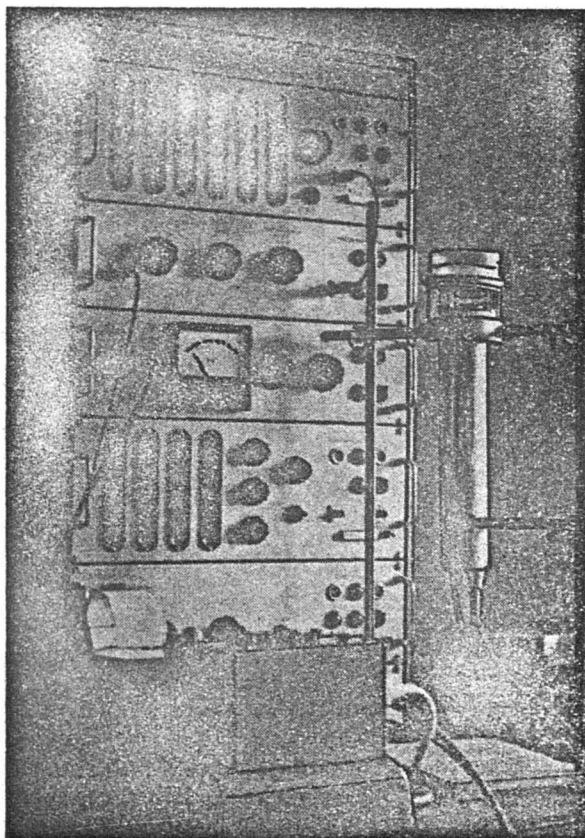
Meracia kyveta sa pripravila z plexiakla. Dno kyvety je z polyetylénovej fólie (priemer kyvety 7 cm, výška 2 cm).

Pracovný postup

Skúmaný roztok sa nalial do meracej kyvety v hrúbke 1,5 cm (väčšia hrúbka, než je hodnota nasýtenej vrstvy). Kyveta sa položila na telo držadla prstencového žiariča a pevne sa fixovala. Merala sa intenzita odrazeného β žiarenia. Pri analýzach sa pracovalo podľa kalibračnej krivky, ktorá sa zostrojila pomocou roztokov o známom obsahu stanovovanej zložky.

Výsledky analýz

Kalibračná krivka pre roztok síranu meďnatého je znázornená na obr. 5. V tab. 1 sú

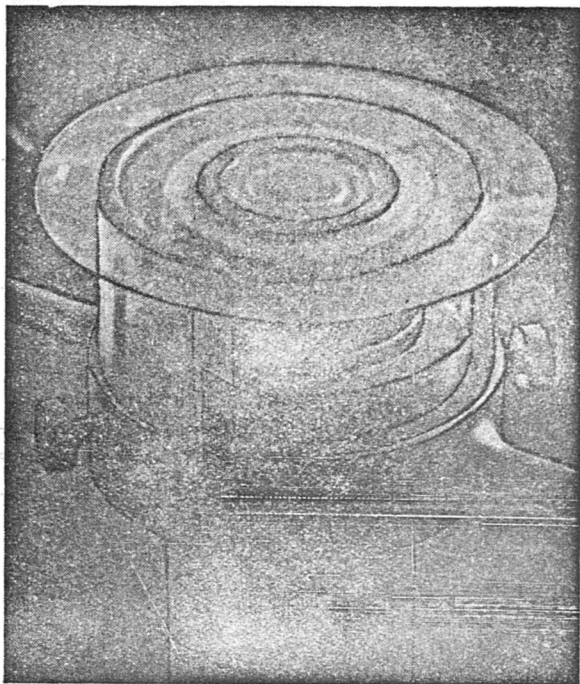


Obr. 2. Zariadenie pre analýzu na základe merania intenzity odrazeného β žiarenia.

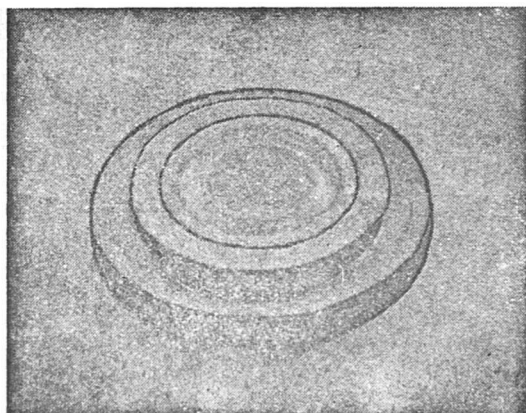
uvedené výsledky analytického ohodnotenia roztokov síranu meďnatého v koncentráciách používaných v gynekologickej praxi. Výsledky stnovenia získané meraním intenzity odrazeného β žiarenia sa porovnali s výsledkami získanými jodometrickou metódou oficiálnou v *ČsL 2* [5]. Pri počítaní rozdielu výsledkov pri oboch postupoch výsledok jodometrického stanovenia sa bral za 100 %.

Na základe výsledkov merania, spracovaných metódou najmenších štvorcov, závislosť percentuálneho obsahu síranu meďnatého od intenzity odrazeného β žiarenia môžeme vyjadriť rovnicou

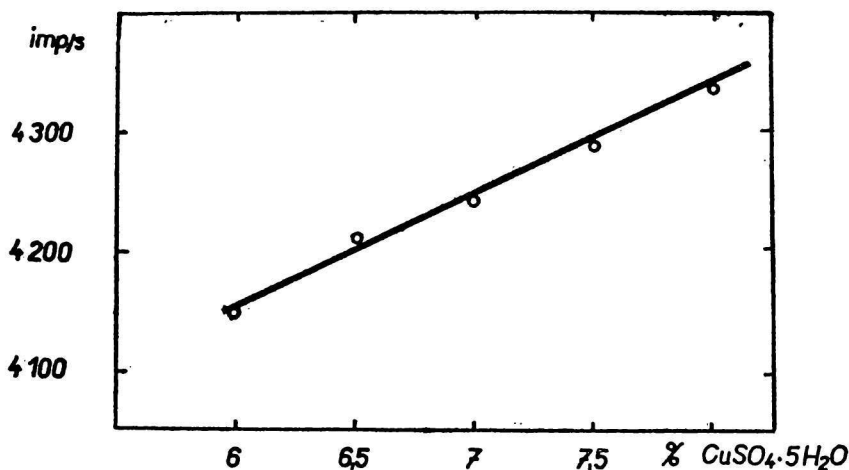
$$p = 1,117 \cdot 10^{-3} n - 40,40,$$



Obr. 3 Detail zariadenia (scintilačná sonda, prstencový žiarič, puzdro z plexiskla).



Obr. 4. Prstencový žiarič.



Obr. 5. Kalibračná krivka pre odhodnotenie koncentrácie roztoku síranu mednatého.

kde p = množstvo stanovovanej zložky (v našom prípade $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) v %,
 n = aktivita vyjadrená v imp./sek.

Minimálne stanoviteľné množstvo m s relatívnou strednou kvadratickou chybou 0,8 % v prípade, že intenzita odrazeného β žiarenia je registrovaná s relatívnou strednou kvadratickou chybou 0,1 % (s akou boli merania vykonané v našom prípade), je:

$$m = \frac{40,40}{\frac{0,8}{0,1} - 1} = 5,77 \%$$

Väčší percentuálny obsah než 5,77 % (v našom prípade sa meralo v rozmedzí 6—8 % $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) je stanovený s relatívnou chybou menšou než 0,8 %. Experimentálne výsledky v priemere dobre zodpovedajú tomuto údaju.

V tab. 2 sú uvedené výsledky analytického odhodnotenia roztokov síranu zinočnatého v koncentráciách používaných na prípravu očných kvapiek. Výsledky stanovenia sa porovnali s výsledkami získanými komplexometricky [6].

Tabuľka 1

| Vzorka | Teoreticky % $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ | % $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ stanovené jodometricky | % $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ stanovené odrazovou metódou | Rozdiel v % |
|--------|--|--|---|-------------|
| 1 | 6,00 | 5,91 | 5,97 | +1,01 |
| 2 | 6,50 | 6,66 | 6,67 | +0,15 |
| 3 | 7,00 | 6,90 | 6,98 | +1,16 |
| 4 | 7,50 | 7,52 | 7,50 | -0,133 |
| 5 | 8,00 | 8,10 | 8,06 | -0,494 |

Tabuľka 2

| Vzorka | Teoreticky % $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ | % $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ stanovené kom- plexometricky | % $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ stanovené odra- zovou metódou | Rozdiel v % |
|--------|--------------------------------------|---|--|----------------|
| 1 | 0,30 | 0,295 | 0,290 | -1,695 |
| 2 | 0,50 | 0,550 | 0,570 | +3,64 |
| 3 | 0,75 | 0,770 | 0,780 | +1,30 |
| 4 | 1,00 | 1,028 | 1,080 | +5,07 |
| 5 | 1,25 | 1,240 | 1,240 | $\pm 0,00$ |

Vypracovaná metóda je dostatočne presná a pohodlná, vhodná na bežnú prevádzkovú kontrolu. Použitie scintilačného počítacza umožnilo zvýšiť citlivosť stanovenia a znížiť dobu merania rádioaktivity na 1 — 5 minút.

Súhrn

Vypracovala sa jednoduchá a dostatočne presná metóda na ohodnotenie roztoku síranu meďnatého v koncentráciách používaných v gynekologickej praxi a síranu zinočnatého v koncentráciách používaných na prípravu očných kvapiek na základe merania intenzity odrazeného β žiarenia. Pri meraní sa použil prstencový žiarič a na meranie intenzity odrazeného β žiarenia scintilačný počítacz v spojení s automatom na meranie rádioaktívnych vzoriek. Použitie scintilačného počítacza umožnilo zvýšiť citlivosť stanovenia a znížiť dobu merania rádioaktivity na 1—5 minút. Vypracovaný postup je rýchly a vhodný pre sériové analýzy. Výhodou metódy je, že analyzovaný roztok ostáva neporušený.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ Cu И Zn В НЕКОТОРЫХ ЛЕКАРСТВАХ ИЗМЕРЕНИЕМ ИНТЕНСИВНОСТИ ОТРАЖЕННОГО β ИЗЛУЧЕНИЯ

М. Шаршунова, Я. Клас, Ю. Тельдеш

Областная контрольная лаборатория ОИИЗ Западнoсловацкой области,
Братислава

Кафедра радиохимии и радиационной химии Словацкого политехнического института,
Братислава

На основе измерения интенсивности отраженного β излучения был разработан простой и достаточно точный метод для оценки раствора сульфата меди при концентрациях, использующихся в гинекологической практике и растворов сульфата цинка при концентрациях, которые применяются на приготовление глазных капель. В работе был использован кольцеобразный источник, а интенсивность отраженного β излучения

измерялась сцинтилляционным счетчиком с последующей автоматической регистрацией. Использование сцинтилляционного счетчика дало возможность повысить чувствительность определения и сократить время измерения радиоактивности до 1—5 минут. Разработанный метод является быстрым и удобным для серийных анализов. Преимуществом метода является то, что анализируемый образец не разрушается.

BESTIMMUNG VON Cu UND Zn IN EINIGEN ARZNEIMITTELN DURCH MESSUNG DER INTENSITÄT DER RÜCKGESTREUTEN β STRAHLUNG

M. Šaršúnová, J. Klas, J. Tölgyessy

Kreis-kontrollaboratorium KÚNZ des westslowakischen Kreisgebietes,
Bratislava

Lehrstuhl für Radiochemie und Strahlungschemie an der Slowakischen Technischen Hochschule, Bratislava

Es wird eine einfache und genügend genaue Methode zur Bewertung von Cuprisulfatlösungen, der in der gynekologischen Praxis üblichen Konzentrationen, als auch von Zinksulfatlösungen, in Konzentrationen der für Augentropfen benötigten Lösungen anhand der Messung der Intensität der rückgestreuten β Strahlung entwickelt. Zur Messung wurde eine ringförmige Strahlungsquelle in Verbindung mit einem Messautomaten verwendet. Die Anwendung eines Scintillationszählers ermöglicht die Verbesserung der Empfindlichkeit und die Erniedrigung der Messdauer auf 1—5 Minuten. Die vorgeschlagene Methode ist einfach und eignet sich für Serienanalysen. Ein Vorteil der Methode ist, dass bei der Messung die Lösungen ungestört bleiben.

LITERATÚRA

1. Tölgyessy J., Šaršúnová M., *Pharmazie* **16**, 137 (1961).
2. Šaršúnová M., Tölgyessy J., *Pharmazie* **16**, 254 (1961).
3. Tölgyessy J., Šaršúnová M., Klas J., *Chem. zvesti* **17**, 140 (1963).
4. Tölgyessy J., Dillinger P., *Chem. zvesti* **17**, 439 (1963).
5. *ČsL* **2**, Praha 1955.
6. Přibil R., *Komplexony v chemické analyse*, 80. Nakladatelství ČSAV, Praha 1953.

Do redakcie došlo 5. 6. 1962
V revidovanej podobe 5. 4. 1963

Adresa autorov:

Dr. Ph.Mr. Magda Šaršúnová, C. Sc., Krajské kontrolné laboratórium KÚNZ Západoslóvenského kraja, Bratislava, Radlinského 20.

Prom. chemik Ján Klas, doc. inž. Juraj Tölgyessy, C. Sc., Katedra rádióchemie a radiačnej chémie SVŠT, Bratislava, Kollárovo nám. 2.