

3. Метод Кьельдаля (обратное титрование)

А. После минерализации образца лекарственного средства (методы 1 или 2) в приемник помещают точно отмеренное количество (от 10,0 до 25,0 мл) взятой в избытке хлористоводородной или серной кислоты (объем и молярная концентрация раствора кислоты зависят от содержания азота в препарате; указывают в фармакопейной статье).

По окончании отгонки аммиака содержимое приемника титруют натрия гидроксида раствором 0,1 М (или 0,01 М, что должно быть указано в фармакопейной статье) в присутствии смешанного индикатора (если не указано иначе в фармакопейной статье) до перехода окраски из красно-фиолетовой в зеленую.

Проводят контрольный опыт таким же образом и с теми же реактивами, но без испытуемого образца или с использованием 0,050 г глюкозы, о чем должно быть указано в фармакопейной статье.

Содержание азота в лекарственном средстве в процентах (X_1) или в мг/мл (X_2) вычисляют по формулам:

$$X_1 = \frac{(V_0 - V_1) \cdot K \cdot T \cdot 10^{-3} \cdot 100}{a},$$
$$X_2 = \frac{(V_0 - V_1) \cdot K \cdot T}{V},$$

где: V_0 – объем 0,1 М раствора натрия гидроксида, израсходованный на титрование контрольного раствора, мл;

V_1 – объем 0,1 М раствора натрия гидроксида, израсходованный на титрование испытуемого раствора, мл;

K – поправочный коэффициент к титру раствора натрия гидроксида;

T – 1,401 мг/мл – титр 0,1М раствора гидроксида натрия по азоту;

a – навеска образца лекарственного средства, г;

V – объем раствора, взятый для анализа, мл.

Б. Данный метод применяют преимущественно в препаратах крови. В колбу Кьельдаля с помощью калиброванной пипетки вносят 0,5 – 1,0 мл испытуемого раствора, содержащего 8 – 32 мг азота (или 50 – 200 мг