на – (3-хлор-адамант-1-ил)дихлорфенилметана 3a в одну стадию с выходом 91%. Аналогично ДГА реагировал с этиловым эфиром трихлоруксусной кислоты [4, 5].

Состав и строение полученных продуктов подтверждены методами тонкослойной хроматографии, хромато–масс–спектрометрии, элементным анализом. ^{1}H ЯМР-спектроскопией. Характерной особенностью масс-спектров 2b и 3a является присутствие пика с m/z 133, соответствующего 1,3-дизамещенному адамантану. Самым интенсивным является пик иона с m/z 169, который соответствует хлорадамантильному катиону, а в спектре 2a – пик с m/z 135-адамантильному катиону. Также на спектре 3a присутствуют пики ионов, соответствующие последовательному отщеплению атомов хлора: m/z 293, 257 и 223.

Полученные соединения могут использоваться как полупродукты в синтезе широкого спектра различных, в том числе биологически активных веществ.

Список литературы

1. Бутов Г.М., Мохов В.М., Дьяконов С.В. // Известия Волгоградского государственного технического университета. – 2011. Вып. 8, № 2 с. 27-28.
2. Бутов Г.М., Дьяконов С.В., Мохов В.М. // Fluorine Notes (Фторные заметки): on-line журнал. – 2012. – № 3 (май-июнь). – http://notes.fluorine1.ru/ public/2012/3_2012/ letters/ rusletter3.html.
3. Бутов Г.М., Мохов В.М., Дьяконов С.В. // Известия Волгоградского государственного технического университета. – 2012. Вып. 9, № 5 с. 6-23.
4. Бутов Г.М., Мохов В.М., Дьяконов С.В. // Известия Волгоградского государственного технического университета. -2007. Вып. 4, №5 с. 30-34.
5. Бутов Г.М., Мохов В.М., Дьяконов С.В. Пат. РФ № 2301796. – 2007. – Бюл. № 18.

КАЧЕСТВЕННОЕ И КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЙОДА В ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПРЕПАРАТАХ И ПОВАРЕННОЙ СОЛИ

Лисина С.В., Ляхов А.И.

ГБОУ ВПО «Волгоградский государственный медицинский университет», Волгоград, e-mail: liahow.an@yandex.ru

По данным медицинской статистики эндемический зоб является одним из наиболее распространенных заболеваний, связанных с дисбалансом микроэлементов в организме человека. Эндемический зоб – прогрессирующее увеличение щитовидной железы, обусловленное недостаточным содержанием йода в питьевой воде и продуктах питания (Шмидт и соавт., 2007). Йод – микроэлемент, который необходим для синтеза гормонов щитовидной железы (Марри и соавт., 2009). В случае низкой интратиреоидной концентрации йода развивается компенсаторная гиперплазия щитовидной железы, способствующая увеличению секреции тиреотропина. Под действием тиреотропного гормона вначале происходит формирование диффузного зоба, а затем и узловых форм данного заболевания. При больших размерах зоба наблюдаются охриплость голоса, сухой кашель, нарушение глотания и приступы удушья при перемене положения тела (Окороков, 2001). Существенно снизить риск возникновения данного заболевания позволит прием в профилактических целях ряда лекарственных средств, содержащих йод в виде различных соединений. С учетом того, что на современном фармацевтическом рынке наблюдается повышенный спрос на подобные лекарственные средства, особенно актуальной задачей становится проведение качественного и количественного анализа препаратов. Количественное определение – этап фармацевтического анализа (фармакопейного анализа) наряду с описанием, подлинностью и чистотой. «Содержание действующих веществ» – важнейший показатель качества лекарственного средства, в частности его эффективности, нормируемый фармацевтическим стандартом и нормативными документами. Норматив содержания действующих веществ устанавливается в виде диапазона допустимых значений. Если верхний предел не указан, то он равен 100,5%.

По данным маркетинговых исследований наиболее популярными среди населения являются такие препараты как «Йодомарин 100», «Йодомарин 200», «Йодбаланс 100», «Йодбаланс 200» и «Йодид калия 200». Действующим веществом во всех указанных лекарственных препаратах является йодид калия. В результате многоцентровых исследований, проведенных в различных регионах России, выявлено, что стандартный метод групповой и индивидуальной коррекции зобной эндемии с использованием этих препаратов позволяет достичь достоверного уменьшения размеров щитовидной железы в большинстве регионов России. В среднем абсолютный размер щитовидной железы и индекс превышения уменьшились на 21%. Положительный эффект коррекции получен у 88% подростков, при этом у 33% щитовидная железа достигла нормальных размеров. (Дедов и соавт., 1999).

Еще одним эффективным способом профилактики эндемического зоба является использование в пищевых целях йодированной поваренной соли. При йодировании поваренной соли используются калиевые соли йодоводородной и йодноватой кислот (йодиды и йодаты соответственно). Йодат калия дороже, чем йодид, однако имеет ряд преимуществ: более стоек в составе соли и меньше реагирует с ее компонентами, не улетучивается при длительном хранении, сроки хранения и реализации соли с добавлением йодата калия увеличены до 9-12 месяцев и др. Актуальной задачей является проведение качественного анализа содержания йодида калия и, в особенности, йодата калия в поваренной соли различных производителей. Нами случайным образом была выбрана йодированная поваренная соль трех производителей: ООО «ХЛЕБЗЕРНОПРОДУКТ» (Россия), ООО «Руссоль» (Россия), «Akzo Nobel Salt bv» (Нидерланды).

Целью данного исследования явилось проведение сравнительного анализа содержания калия йодида в лекарственных препаратах, содержащих калия йодид в качестве активного вещества, а также качественное определение калия йодида и калия йодата в образцах йодированной поваренной соли различных производителей.

Материалы и методы. «Йодомарин 100», «Йодомарин 200», «Йодбаланс 100», «Йодбаланс 200» и «Йодид калия 200», йодированная соль пищевая «Marbelle» (ООО «ХЛЕБЗЕРНОПРОДУКТ»), йодированная соль пищевая (ООО «Руссоль»), йодированная соль пищевая «Зимушка-краса» («Akzo Nobel Salt bv»), раствор $AgNO_3$, спиртовой раствор эозина, уксусная кислота, реактивы, рекомендованные «Фармакопеей X», для проведения качественного анализа лекарственных препаратов. Для количественного определения использовали метод аргентометрического титрования (метод Фаянса).

Исследовательская часть. Исследование проводилось в 3 этапа. На первом этапе исследования определяли количественное содержание калия йодида в препаратах. Для этого использовали метод аргентометрического титрования (метод Фаянса), основанный на реакции:

$$KI + AgNO_3 = AgI \downarrow + KNO_3$$

В соответствии с Фармакопеей, к раствору KI в воде (для этого таблетки препарата растворяли в дистиллированной воде) добавляли разбавленную

уксусную кислоту и несколько капель спиртового раствора эозина. В качестве титранта использовали 0,1 N раствор нитрата серебра. Титрование проводили до тех пор, пока раствор не приобретет розовую окраску (изменение окраски раствора соответствует достижению точки эквивалентности). Подобную процедуру проводили 3 раза. После этого рассчитывали средний объем раствора нитрата серебра, пошедшего на титрование. Средний объем использовали в математическом расчете. 1 мл 0,1 N раствора нитрата серебра соответствует 0,01660 г йодида калия. Полученные результаты представлены в табл. 1.

Таблица 1

Результаты аргентометрического титрования

Параметры	Йодид калия 200	Йодомарин 100	Йодомарин 200	Йодбаланс 100	Йодбаланс 200
$V_1(AgNO_3)$, мл	0,35	0,15	0,25	0,1	0,25
$V_2(AgNO_3)$, мл	0,22	0,16	0,35	0,15	0,55
$V_3(AgNO_3)$, мл	0,35	0,15	0,35	0,22	0,15
$V_{средний}(AgNO_3)$, мл	0,307	0,153	0,317	0.157	0,317
$m(KI)_{в\ 1\ таблетке\ по\ результатам\ эксперимента,\ мг}$	0,255	0,127	0,263	0,130	0,263
$m(KI)_{в\ 1\ таблетке\ согласно\ инструкции\ препарата,\ мг}$	0,262	0,131	0,262	0,131	0,262

На втором этапе исследования проводили качественный анализ лекарственных средств. Раствор каждого препарата исследовался на наличие ионов йода, калия, бария, железа (III), цианид-, сульфит-, тиосульфат-ионов, а также на содержание йодноватой кислоты, арсенитов и арсенатов. Результаты исследования представлены в табл. 2.

Таблица 2

Результаты качественного анализа

Определяемое вещество	Йодид калия 200	Йодомарин 100	Йодомарин 200	Йодбаланс 100	Йодбаланс 200
I^-	+	+	+	+	+
K^+	+	+	+	+	+
Ba^{2+}	-	-	-	-	-
Fe^{2+}	-	-	-	-	-
CN^-	-	-	-	-	-
SO_3^{2-}	-	-	-	-	-
SO_4^{2-}	-	-	-	-	-
$S_2O_3^{2-}$	-	-	-	-	-
AsO_3^{3-}	-	-	-	-	-
AsO_4^{3-}	-	-	-	-	-
HIO_3	-	-	-	-	-

На 3 этапе исследования проводился эксперимент по определению содержания йодида и йодата калия в йодированных солях. Так же как и на первом этапе, содержание йодида определялось с помощью нитрата серебра $AgNO_3$:

$$KI + AgNO_3 = AgI\downarrow + KNO_3$$

$$Ag^+ + I^- = AgI\downarrow$$

1 грамм каждого образца йодированной поваренной соли «Marbelle» (согласно отметке на этикетке – содержит калия йодид), ООО «Руссоль» (Россия) и «Akzo Nobel Salt bv» (Нидерланды) (согласно заявлению производителей эти два образца содержат калия йодат) растворяли в 5 мл дистиллированной воды. Полученные растворы испытывали добавлением нитрата серебра ($AgNO_3$). Образование светло-желтого творожистого осадка йодида серебра является свидетельством присутствия в образце иодид ионов. Осадок, полученный в результате реакции, не растворяется в азотной кислоте и аммиаке, плохо растворяется в растворе тиосульфата натрия, что нашло подтверждение при добавлении указанных веществ в пробирки. Для качественного обнаружения йодата калия использовали метод «пятна», основанный на химических реакциях:

$$IO_3^- + 5I^- + 6H^+ \rightarrow 3I_2 + 3H_2O$$

$$I_2 + \text{крахмал} \rightarrow \text{синяя окраска}$$

Раствор крахмала смешивался с раствором йодида калия и с несколькими каплями раствора соляной кислоты. Небольшое количество йодированной поваренной соли помещали на часовое стекло и смачивали двумя каплями полученного раствора. Если раствор содержит йодат, появляется синее окрашивание, неисчезающее в течение нескольких минут.

Согласно результатам во всех трех образцах поваренной соли обнаружен йодид и отсутствие йодата.

Выводы. В ходе исследования было установлено, что количество калия йодида в препаратах «Йодомарин 100», «Йодомарин 200», «Йодбаланс 100», «Йодбаланс 200» и «Йодид калия 200», определенное экспериментально в целом соответствует количеству, заявленному производителем. Качественный анализ показал отсутствие в данных препаратах примесей. В результате качественного анализа йодированной соли «Marbelle» (ООО «ХЛЕБЗЕРНОПРОДУКТ», Россия) было установлено наличие в ней йодида калия, что соответствует информации, указанной производителем на этикетке. В результате качественного анализа йодированных солей ООО «Руссоль» (Россия) и «Akzo Nobel Salt bv» (Нидерланды) было уста-

новлено отсутствие KIO_3, а значит несоответствие заявленному составу на этикетке.

ИЗУЧЕНИЕ СОРБЦИОННОЙ АКТИВНОСТИ ПРИВИТЫХ СОПОЛИМЕРОВ НА ОСНОВЕ ПОЛИКАПРОАМИДА

Стеценко О.В., Перевалова Е.А., Бутов Г.М.

Волжский политехнический институт, филиал Волгоградского государственного технического университета, Волжский, e-mail: stecenkoo2013@yandex.ru

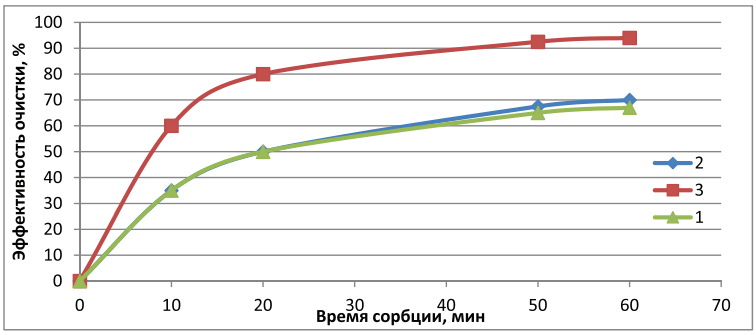
Интерес, проявляемый к проблеме получения модифицированных поликапроамидных (ПКА) волокон и применения их в качестве различного рода сорбентов, обусловлен целым рядом технических и экологических преимуществ волокнистых хемосорбентов: по сравнению с гранулированными сорбентами волокна обладают значительно более развитой поверхностью, что обеспечивает доступ реагентов к их активным центрам.

Ранее нами были получены волокнистые хемосорбенты на основе поликапроамидного (ПКА) волокна, модифицированного прививкой различных мономеров с получение привитых сополимеров (ПСП) [1,2]. При этом активацию исходного полимера проводили с помощью окислительно-восстановительной инициирующей системы $Cu^{2+} – H_2O_2$ [3].

Полученные ПСП на основе поликапроамида различного состава, содержат в привитых цепях фрагменты (поли)метакриловой кислоты (ПМАК), (поли)глицидилового эфира метакриловой кислоты (ПГМА), а также ПМАК и этилендиаммина (ЭДА). Выбранные условия проведения привитой полимеризации, позволили получить волокно с достаточно высоким содержанием ПСП и исключить протекание нежелательной побочной реакции гомополимеризации мономера [4].

Для получения модифицированного волокна состава ПКА-ПМАК-ЭДА, волокно состава ПКА-ПМАК обработали раствором, содержащим ЭДА, проведя таким образом дальнейшие полимераналогичные превращения в привитых цепях полимера. Содержание в структуре ПСП групп этилендиамина составило 10 – 15 %(масс). Такая модификация ПСП придает волокну дополнительно комплексообразующие свойства.

Для полученных ПСП на основе ПКА были изучены хемосорбционные свойства по отношению к катионам металлов. Для проведения эксперимента были отобраны ПСП трех указанных составов с одинаковой статической обменной емкостью (СОЕ) – (2,3–2,5) мг-экв/г. Сорбционные свойства волокнистых материалов изучались на модельных растворах (рисунок), содержащих 1 г/л ионов меди (II) с использованием метода йодометрии.



Условия сорбции: t =25°C, C(Cu^{2+})=1 г/л;
Состав хемосорбента: 1-ПКА-ГМА; 2-ПКА-МАК; 3-ПКА-МАК-ЭДА

Сорбционные свойства полученных сополимеров

Проведенные исследования показали, что все ПСП проявили сорбционную активность по отношению к ионам меди (II). Сорбция происходила достаточно быстро и интенсивно. Оказалось, что волокно, содержащее в своих привитых цепях фрагменты ЭДА, является более эффективным хемосорбентом по отношению к ионам меди, чем волокно, модифицированное ПГМА или ПМАК.

Список литературы

1. Перевалова, Е.А. Интенсификация процесса получения модифицированного поликапроамидного волокна / Е.А. Перевалова, В.Ф. Желтобрюхов, С.М. Москвичев // Журнал прикладной химии. – СПб, 2004. – Т. 77. Вып. 1. – С.148 – 151.

2. Пат. RU 2217443 C2. Способ получения привитого сополимера поликапроамида/ Перевалова Е.А., Желтобрюхов В.Ф., Москвичев С.М., Леденев С.М. -27.11.2003.

3. Перевалова, Е.А. Изучение привитой сополимеризации поликапроамида и глицидилового эфира метакриловой кислоты в присутствии различных инициирующих систем / Е.А. Перевалова, Г.М. Бутов, А.Д. Воронина // Современные наукоёмкие технологии. – 2010. – № 5. – С. 90-92.

4. Перевалова, Е.А. Синтез привитых сополимеров поликапроамида и полидиметиламиноэтилметакрилата: математическое моделирование и оптимизация технологического процесса / Е.А. Перевалова, Бутов Г.М., Годенко А.Е., В.Ф. Желтобрюхов // Химическая промышленность сегодня. – 2012. – № 4. – С. 26-28.

РАЗРАБОТКА МЕТОДОВ СИНТЕЗА ХЕМОСОРБЕНТОВ НА ОСНОВЕ ПОЛИКАПРОАМИДА

Стеценко О.В., Перевалова Е.А., Бутов Г.М.

Волжский политехнический институт, филиал Волгоградского государственного технического университета, Волжский, e-mail: stecenkoo2013@yandex.ru

Привитая полимеризация позволяет в самых широких пределах изменять химический состав, структуру и свойства полимеров. Ранее полученный нами волокнистый материал на основе поликапроамидного (ПКА) волокна [1, 2], модифицированного прививкой полидиметиламиноэтилметакрилата (ПДМАЭМА) содержит третичный атом азота, который способен к хемосорбции газов кислого характера и обладает высокой статической обменной емкостью (3,0-3,5 мг-кв·$г^{-1}$). Полученное модифицированное волокно можно с успехом использовать в качестве хемосорбционного материала для фильтрующих элементов защиты органов дыхания человека и при решении экологических проблем [3].

С целью расширения области применения полученного хемосорбента, нами проведены исследования по изучению возможности получения на основе