

***Иллюстрированные методики анализа
лекарственных средств к лабораторным
занятиям по фармацевтической химии
для студентов 3 курса***

***Анализ галогенидов
щелочных металлов***



Подлинность

Доказательство подлинности хлорид-иона

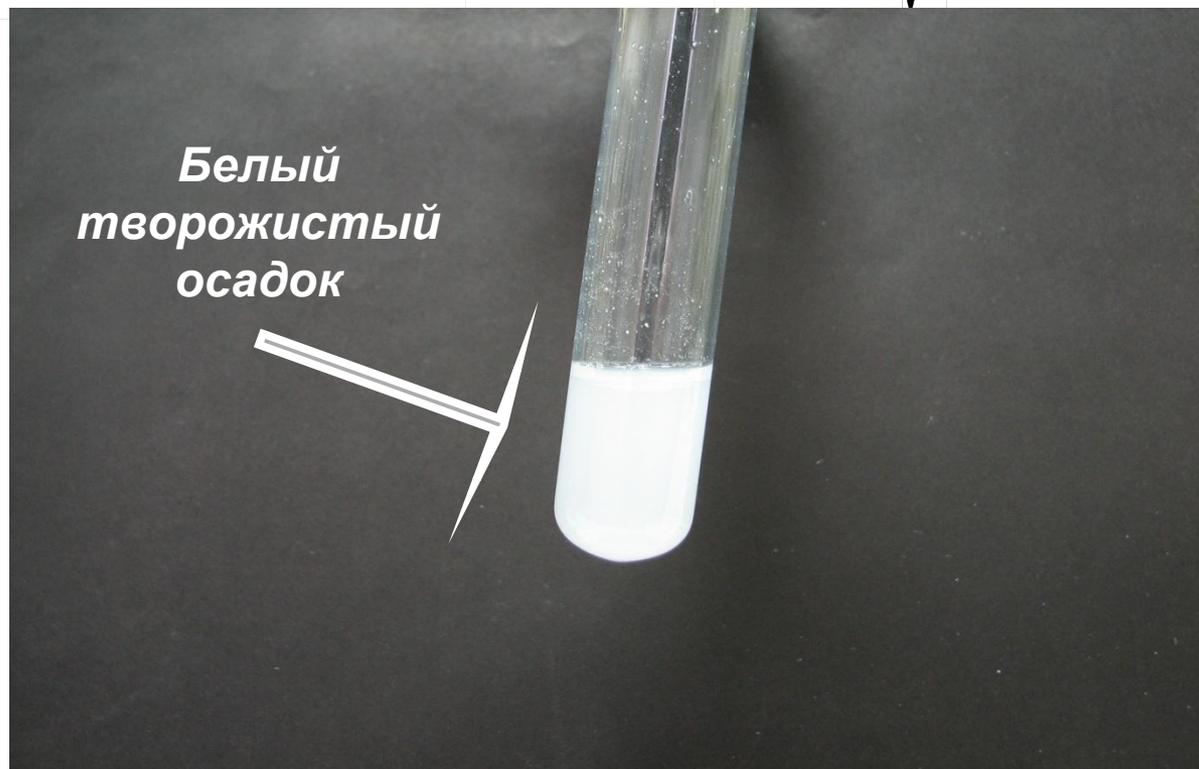
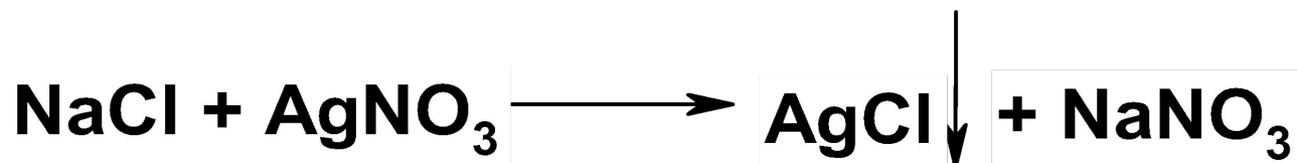
**Реакция осаждения с раствором серебра
нитрата**

Методика. К 2 мл раствора хлорида (0,002-0,01 г иона хлорида) прибавляют 0,5 мл азотной кислоты разведенной 16% и 0,5 мл 2% раствора серебра нитрата; образуется **белый** творожистый осадок, нерастворимый в азотной кислоте разведенной 16% и растворимый в 10% растворе аммиака.

Подлинность

Доказательство подлинности хлорид-иона

Реакция осаждения с раствором серебра нитрата



осадок
серебра
хлорида не
растворился



+ HNO_3 разв.

осадок
серебра
хлорида
растворился



+ NH_4OH

Подлинность

Доказательство подлинности бромид-иона

Реакция осаждения с раствором серебра
нитрата

Методика. К 2 мл раствора бромида (0,002-0,01 г иона бромида) прибавляют 0,5 мл азотной кислоты разведенной 16% и 0,5 мл 2% раствора серебра нитрата; образуется **желтоватый творожистый осадок**, нерастворимый в азотной кислоте разведенной 16% и трудно растворимый в 10% растворе аммиака.

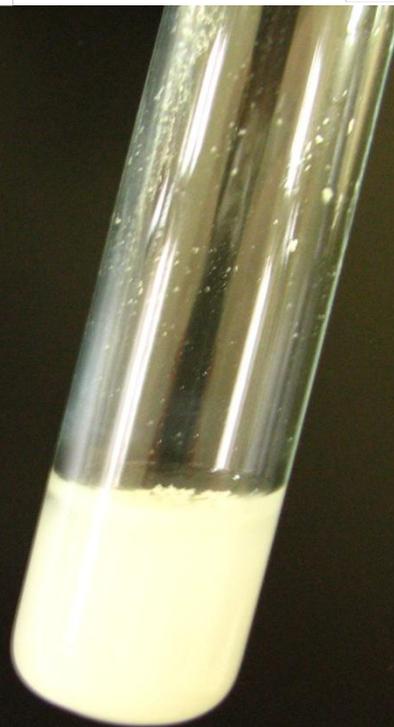
Подлинность

Доказательство подлинности бромид-иона

Реакция осаждения с раствором серебра нитрата



*Желтоватый
творожистый
осадок серебра
бромида*



**желтоватый
творожистый
осадок
серебра
бромида**



**осадок
серебра
бромида
трудно
растворим в
растворе
аммиака**

+ NH₄OH

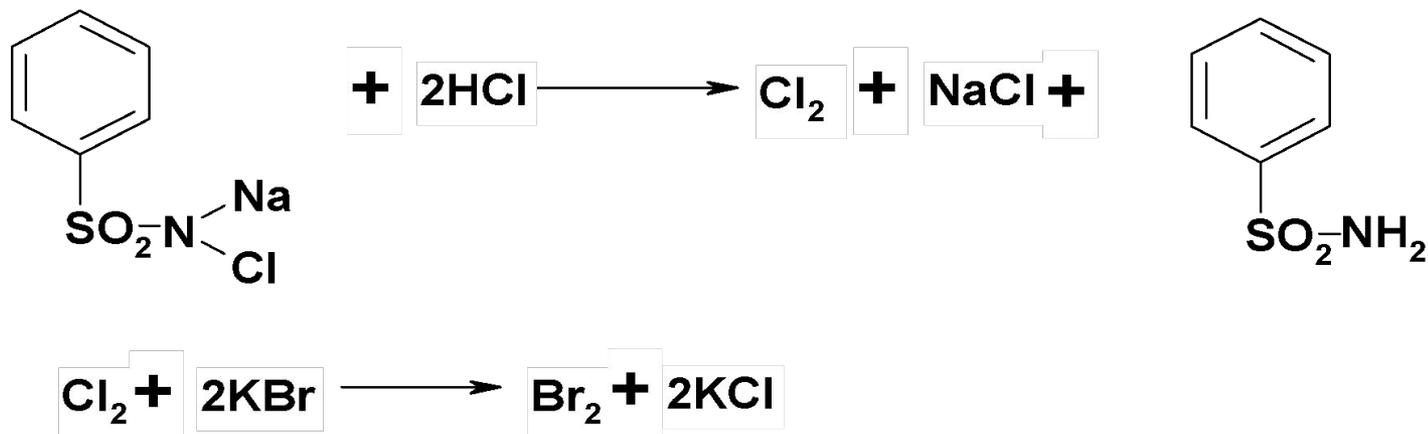


Подлинность

Доказательство подлинности бромид-иона

Реакция окисления бромид-иона

Методика. К 1 мл раствора бромида (0,002-0,03 г иона бромида) прибавляют 1 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3%, 0,5 мл 5% раствора хлорамина, 1 мл хлороформа и взбалтывают; хлороформный слой окрашивается в желто-бурый цвет.



Реакция окисления бромид-иона



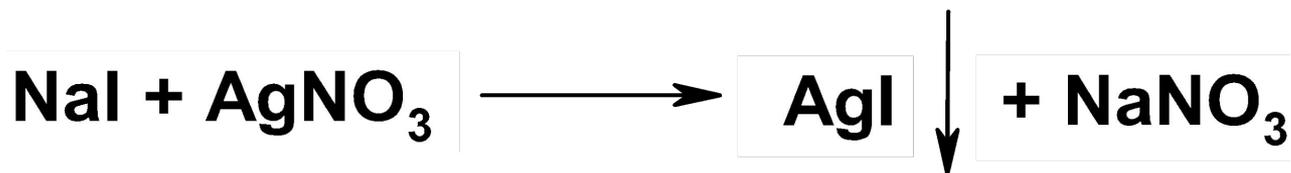
окрашивание
хлороформного
слоя в желто-
бурый цвет.

Подлинность

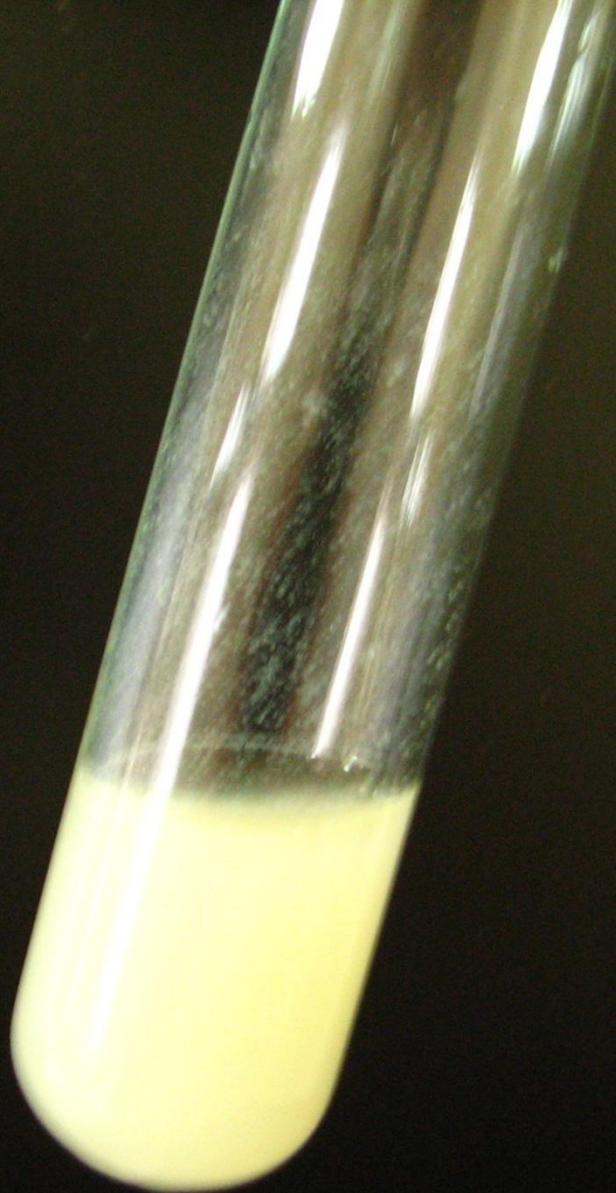
Доказательство подлинности йодид-иона

Реакция осаждения с раствором серебра нитрата

Методика. К 2 мл раствора йодида (0,002-0,01 г иона йодида) прибавляют 0,5 мл азотной кислоты разведенной 16% и 0,5 мл 2% раствора серебра нитрата; образуется **жёлтый** творожистый осадок, нерастворимый в азотной кислоте разведенной 16% и 10% растворе аммиака.



**желтый
творожистый
осадок**

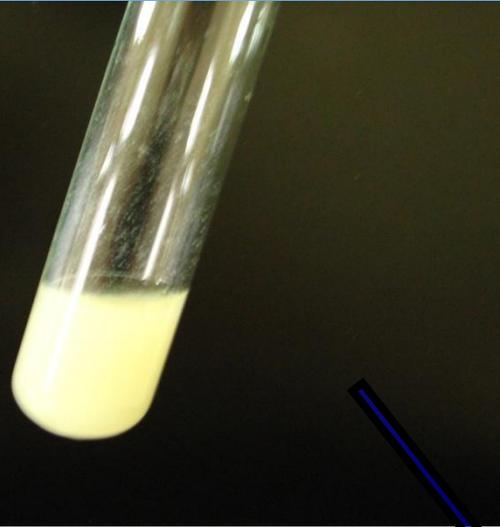


**Доказательство подлинности йодид-иона
Реакция осаждения с раствором серебра нитрата**

Доказательство подлинности йодид-иона

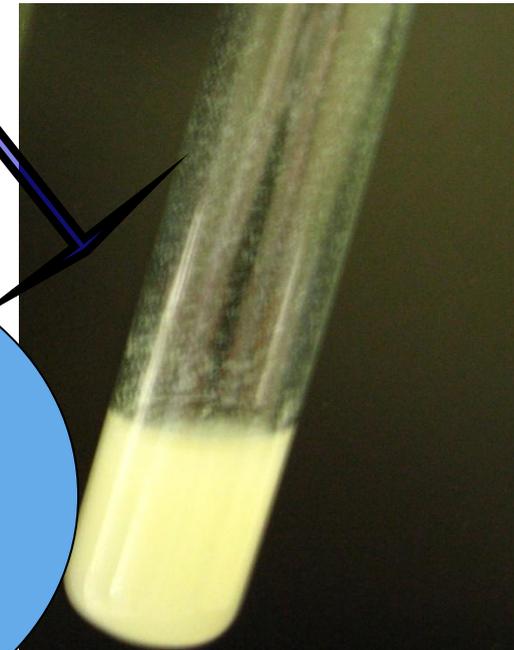
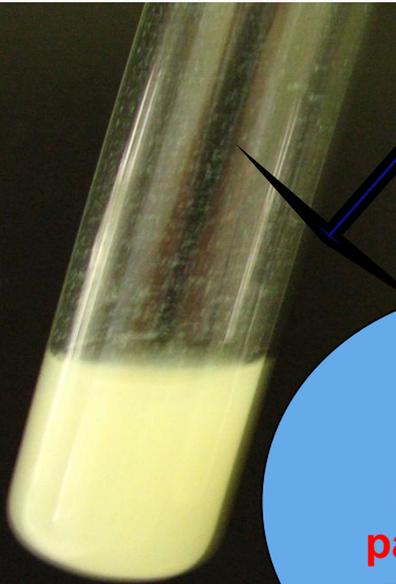
Реакция осаждения с раствором серебра нитрата

Желтый
творожистый
осадок



осадок
серебра
йодида **не**
растворился
в растворе
аммиака

осадок
серебра
йодида **не**
растворился в
азотной
кислоте
разведённой



Подлинность

Доказательство подлинности йодид-иона

Реакция окисления йодид-иона

Методика. К 2 мл раствора йодида (0,003-0,02 г иона йодида) прибавляют 0,2 мл серной кислоты разведенной 16%, 0,2 мл 10% раствора натрия нитрита или 3% раствора железа (III) хлорида и 2 мл хлороформа; при взбалтывании хлороформный слой окрашивается в **фиолетовый** цвет.



ИЛИ



Реакция окисления йодид-иона

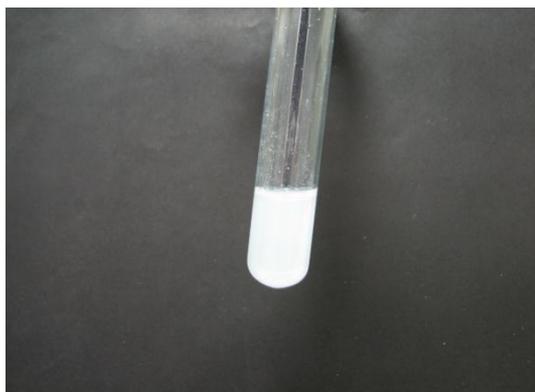
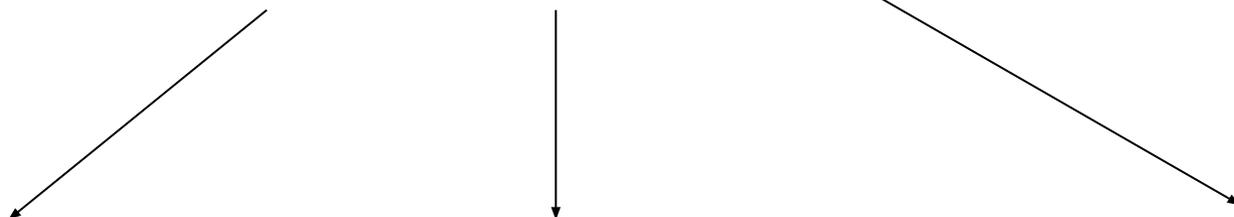


окрашивание
хлороформного
слоя в
фиолетовый
цвет

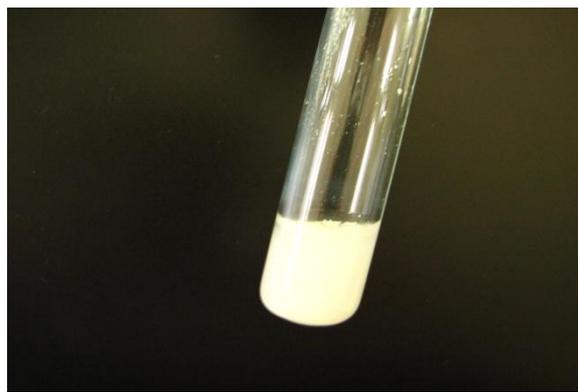
Подлинность

Реакция осаждения с раствором серебра нитрата

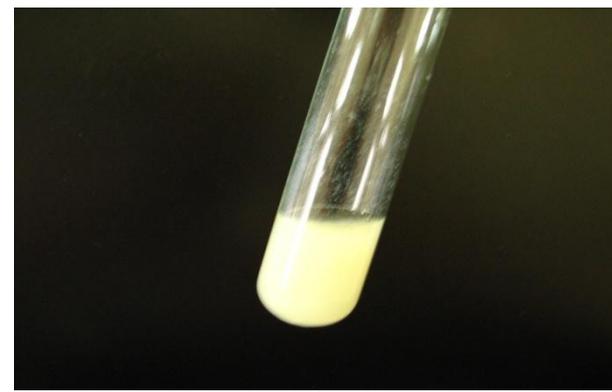
Сравнительная характеристика



$\text{AgCl} \downarrow$
(белый)



$\text{AgBr} \downarrow$
(желтоватый)

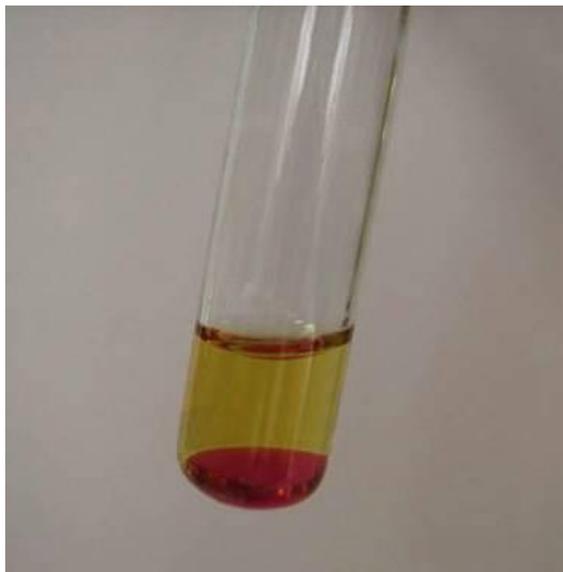


$\text{AgI} \downarrow$
(желтый)

Подлинность

Реакция окисления

Сравнительная характеристика



**ион йодида
(фиолетовый)**



**ион бромида
(желто-бурый)**

Подлинность

Доказательство подлинности иона натрия

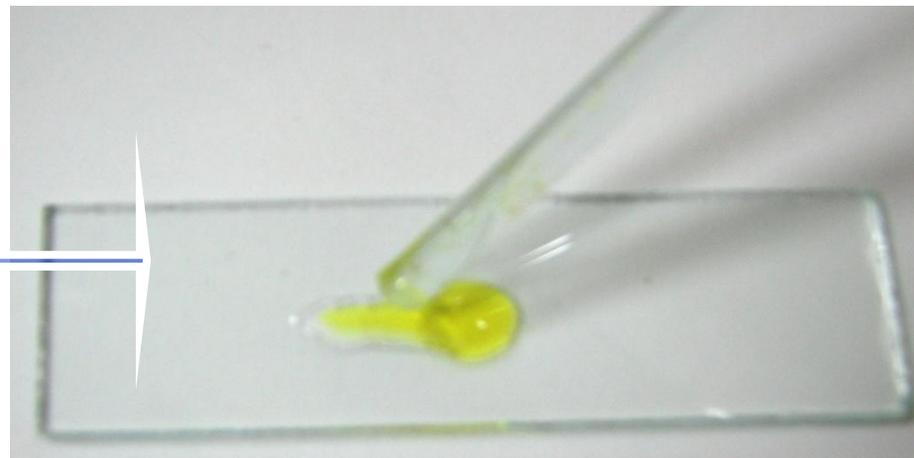
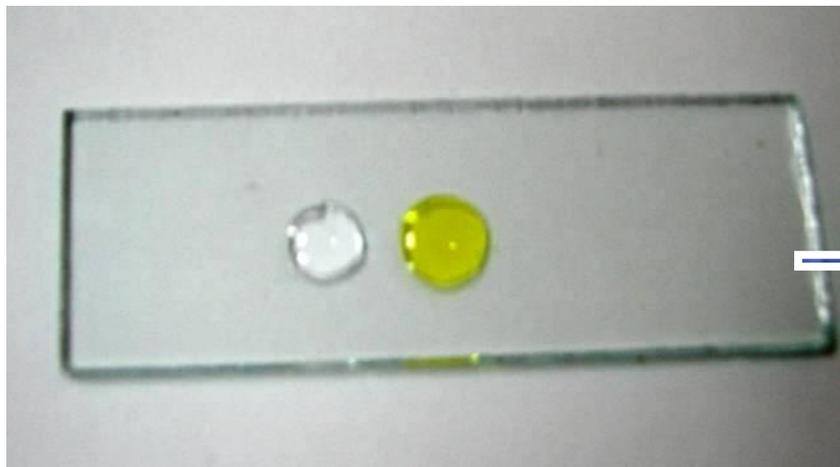
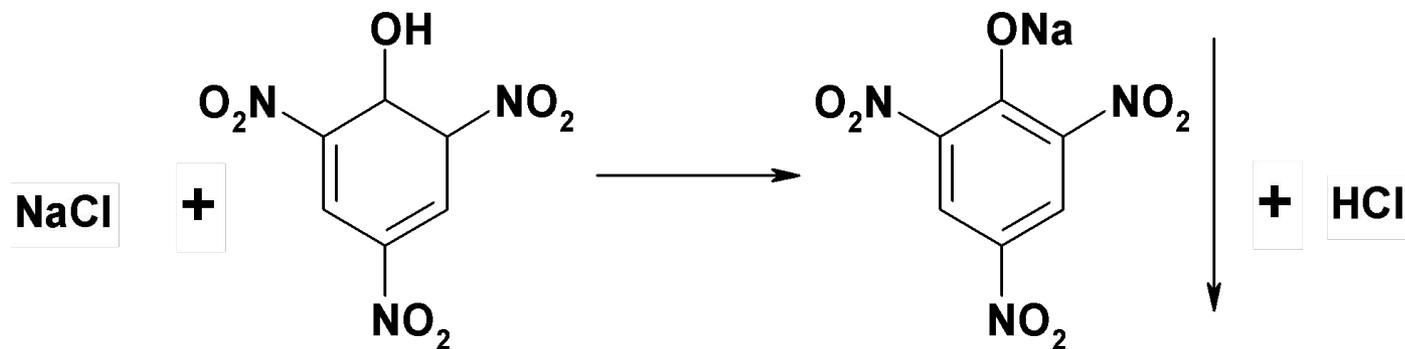
Микрокристаллическая реакция с пикриновой кислотой

Методика. 1 каплю раствора соли натрия (0,01-0,03 г иона натрия) помещают на предметное стекло, рядом помещают 1 каплю 1% раствора пикриновой кислоты. Капли соединяют стеклянной палочкой и через 1-2 мин наблюдают под микроскопом по краю капли желтые игольчатые кристаллы, выходящие из одной точки.

Подлинность

Доказательство подлинности иона натрия

Микрокристаллическая реакция с пикриновой кислотой



Подлинность

Доказательство подлинности иона натрия

Микрокристаллическая реакция с пикриновой кислотой



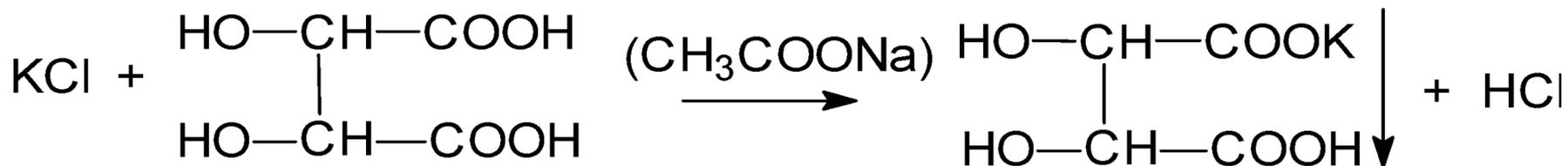
***Под микроскопом
наблюдают по
краям капли
жёлтые
игольчатые
кристаллы,
выходящие из
одной точки***

Подлинность

Доказательство подлинности иона калия

Реакция образования осадка с винной кислотой

Методика. К 2 мл раствора соли калия (0,01-0,02 г иона калия) прибавляют 1 мл 20% раствора винной кислоты, 1 мл 10% раствора натрия ацетата, 0,5 мл 95% спирта и встряхивают; постепенно образуется белый кристаллический осадок, растворимый в разведенных минеральных кислотах и растворах едких щелочей.



Подлинность

Доказательство подлинности иона калия

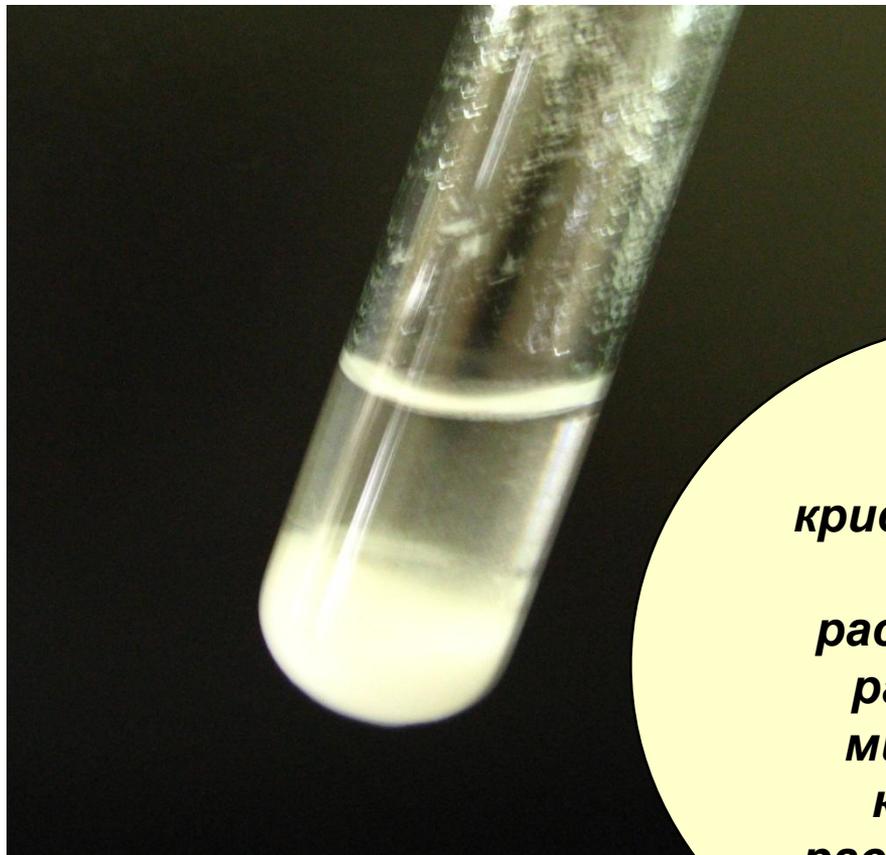
Реакция образования осадка с винной кислотой

Условия проведения реакции:

- при охлаждении раствора до 15-20 °С;
- при потирании стеклянной палочкой о стенки пробирки;
- в присутствии спирта этилового и натрия ацетата.

Доказательство подлинности иона калия

Реакция образования осадка с винной кислотой

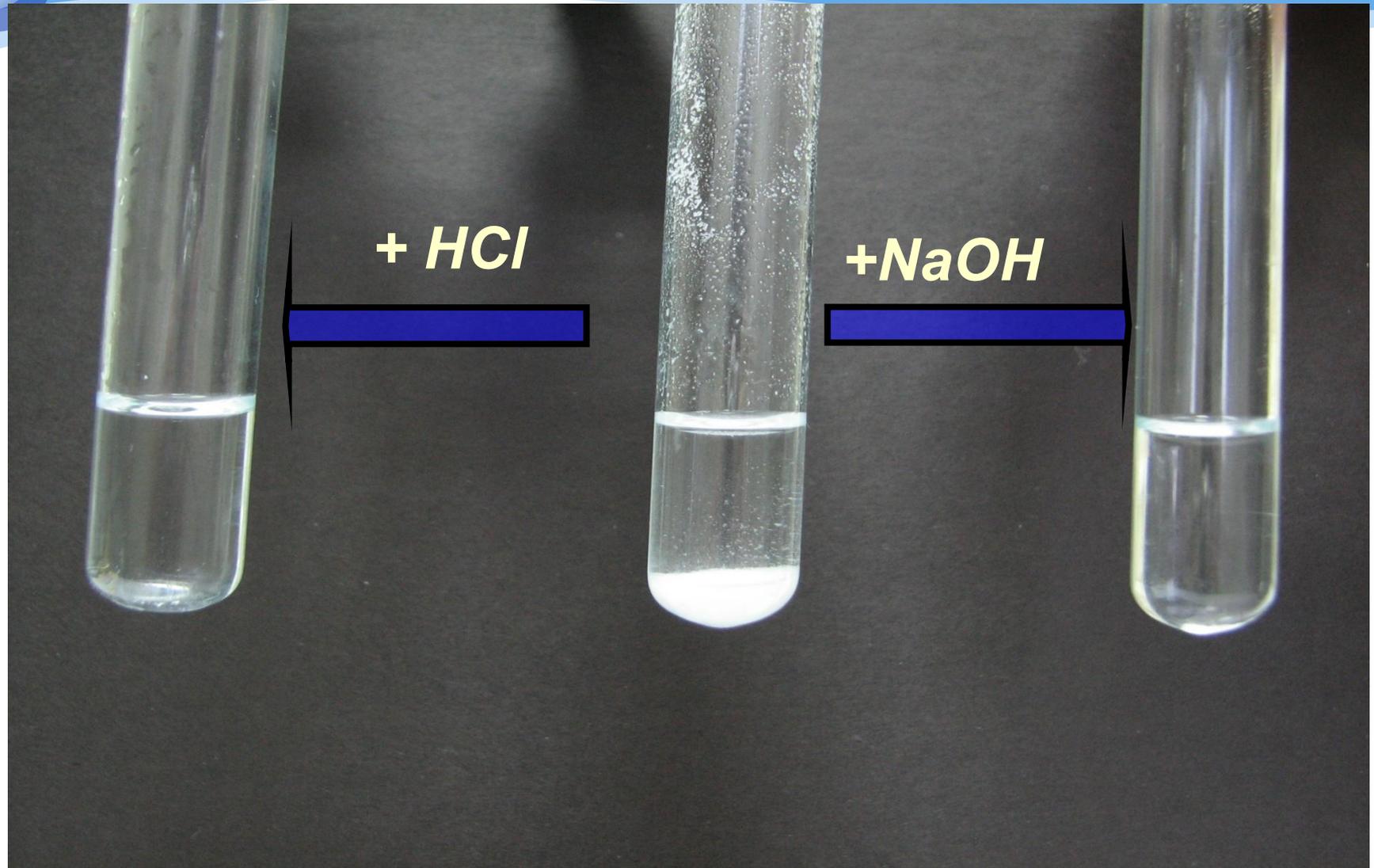


**белый
кристаллический
осадок,
растворимый в
разведенных
минеральных
кислотах и
растворах едких
щелочей**

Доказательство подлинности иона калия

Реакция с винной кислотой

Растворение осадка



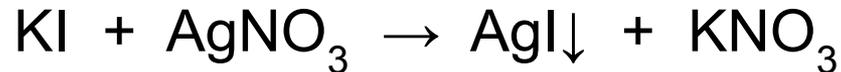
Калия йодид (субстанция) Количественное определение

Аргентометрический метод (вариант Фаянса, прямое титрование)

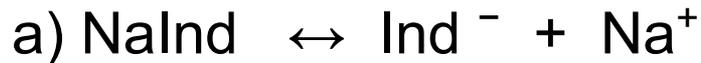
Титрант: раствор серебра нитрата.

Индикатор: адсорбционный - натрия эозинат.

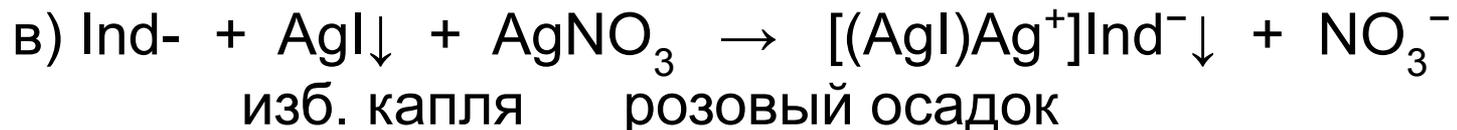
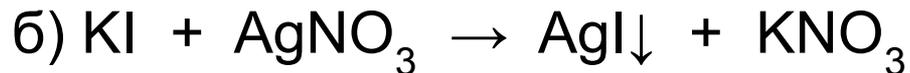
Среда: уксуснокислая.



Механизм индикации:



Эозинат натрия



Калия йодид (субстанция) Количественное определение

Аргентометрический метод

(вариант Фаянса, прямое титрование)

Методика. Около 0,05 г (точная навеска) субстанции помещают в колбу для титрования, растворяют в 10 мл воды, прибавляют 0,25 мл 0,1% раствора натрия эозината, 2 мл уксусной кислоты разведенной 30% и титруют 0,1М раствором серебра нитрата до перехода окраски осадка от желтой до розовой.

Содержание калия йодида в процентах (X) рассчитывают по формуле:

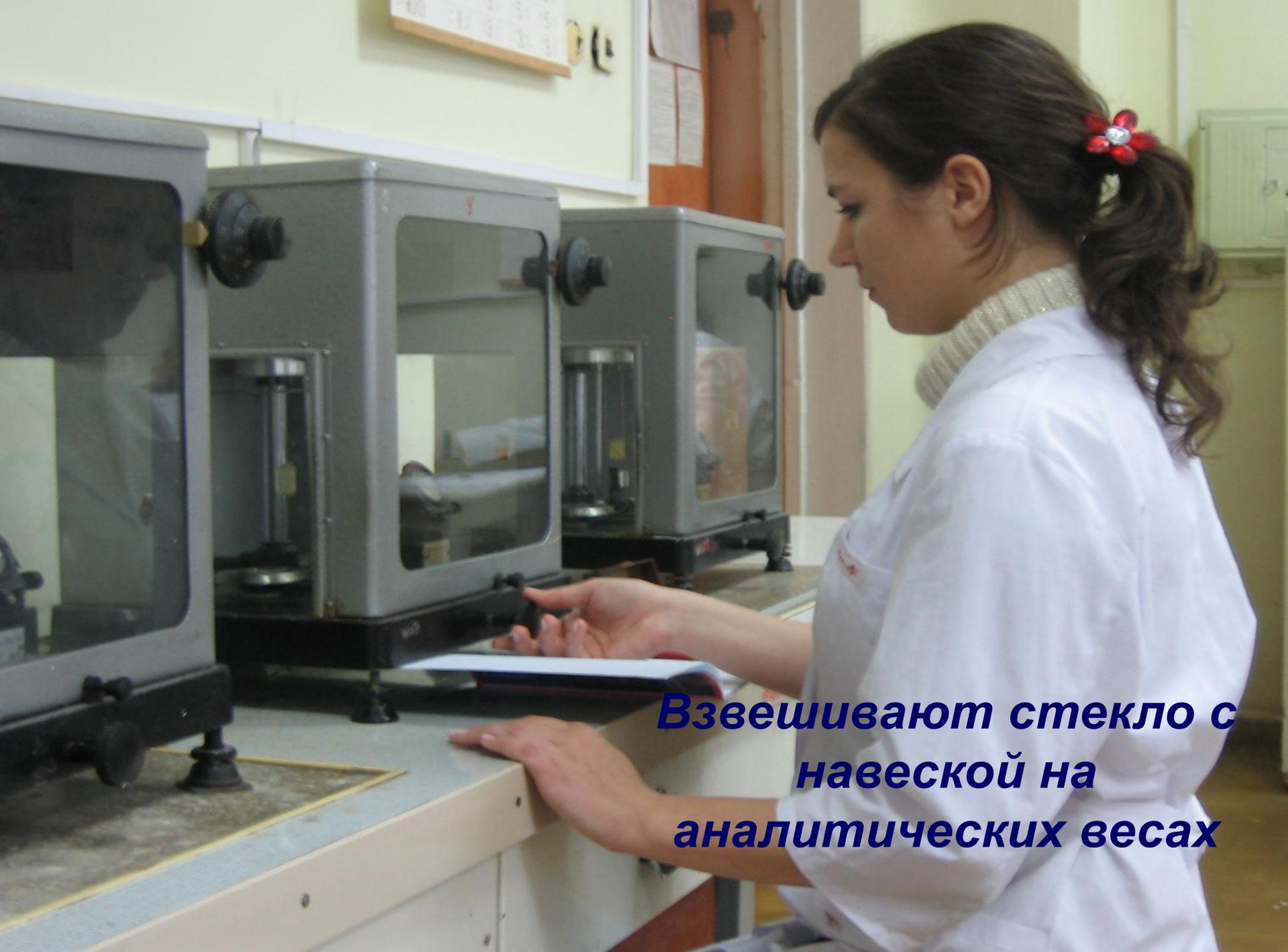
$$X = \frac{T_{KI/AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3} \cdot K \cdot 100}{a}$$

***Взвешивают
навеску
субстанции
на ручных
весах***



Переносят навеску на часовое стекло

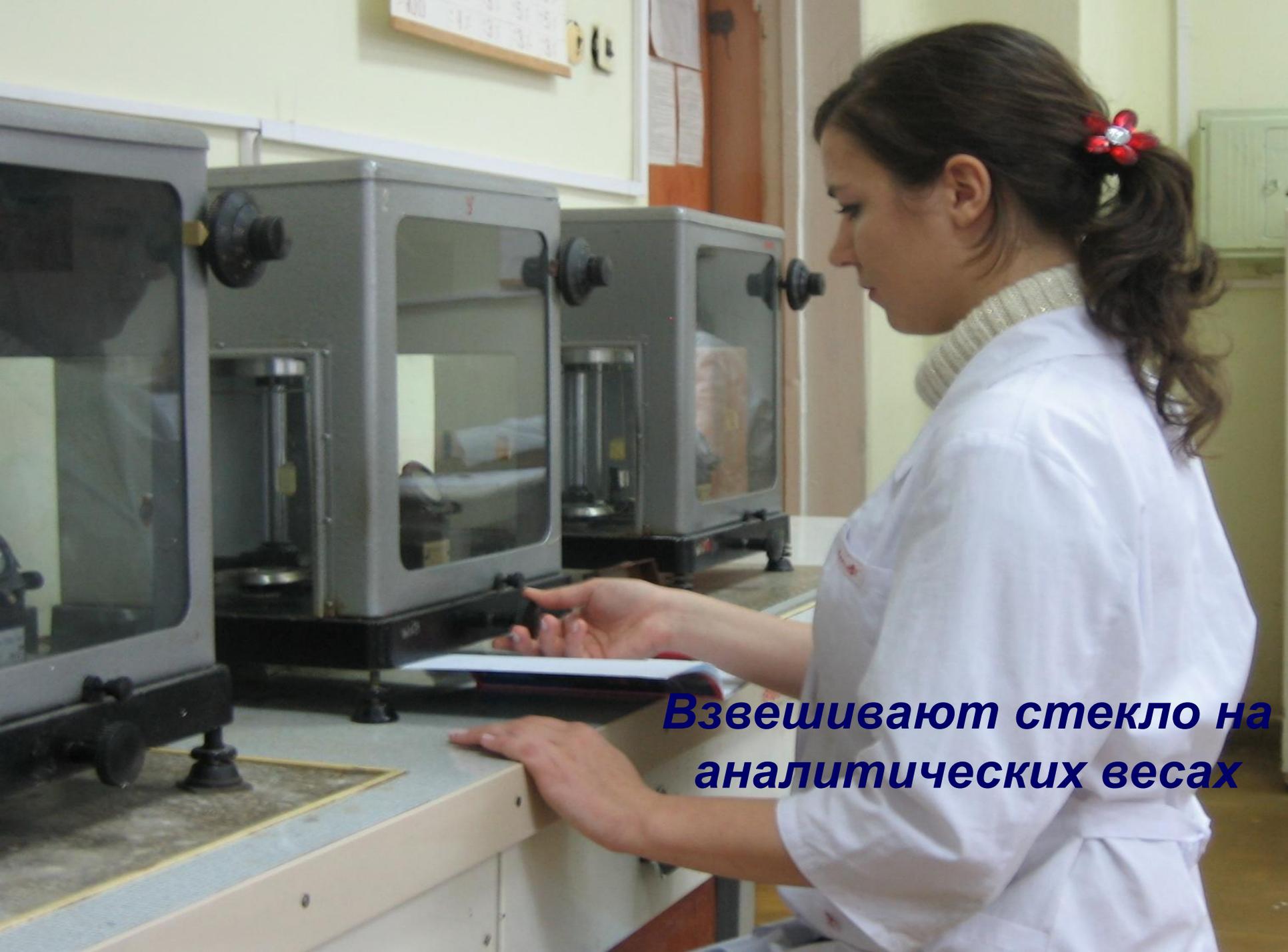




***Взвешивают стекло с
навеской на
аналитических весах***



***Переносят навеску субстанции в колбу
для титрования***



***Взвешивают стекло на
аналитических весах***

A close-up photograph showing a person's hand holding a glass test tube and pouring a clear liquid into a glass funnel. The funnel is placed on top of a glass flask. The background is a light-colored tiled floor with a gold-colored grout. The text is overlaid at the bottom of the image.

***Смывают остатки
субстанции со стенок воронки
водой очищенной***



Растворяют навеску субстанции в воде



Прибавляют индикатор эозинат натрия



CH_3COOH
РАЗВЕДЕННАЯ

**Прибавляют кислоту уксусную
разведенную**

Окраска раствора до начала титрования



**Титруют
0,1 М
раствором
серебра
нитрата до
перехода
окраски
осадка
от желтой
до розовой**



Окраска в конце титрования



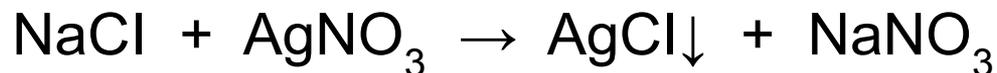
Раствор натрия хлорида 0,9% для инъекций Количественное определение

Аргентометрический метод (вариант Мора, прямое титрование)

Титрант: раствор серебра нитрата.

Индикатор: калия хромат.

Реакция среды: нейтральная.



Индикация:



оранжево-желтый осадок

Раствор натрия хлорида 0,9% для инъекций Количественное определение

Методика. 1 мл препарата помещают в колбу для титрования, прибавляют 10 мл воды, 0,1 мл 5% раствора калия хромата и титруют 0,05М раствором серебра нитрата до появления оранжево-желтого окрашивания осадка.

$$Г / мл (NaCl) = \frac{T_{NaCl / AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3} \cdot K}{a}$$

Содержание натрия хлорида в 1 мл препарата должно быть
0,0087-0,0093 г.

**Отмеривают
пипеткой
навеску
препарата**





Прибавляют 10 мл воды очищенной



Прибавляют индикатор калия хромат

Окраска раствора до начала титрования



**Титрують
0,05 М
раствором
серебра
нитрата
до появи
оранжево-
жовтого
окрашення
осадка**



Окраска в конце титрования

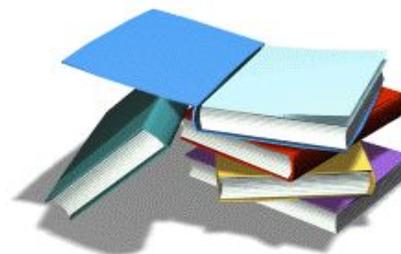


Список литературы

1. Беликов, В.Г. Фармацевтическая химия / 4-е изд., перераб. и доп. – М., МЕДпрессинформ", 2008. – 613 с.
2. Государственная фармакопея СССР [Текст] / М-во Здравоохранения Рос. Федерации. – 10-е изд. – М.: Медицина, 1968. – 1079 с.
3. Государственная фармакопея СССР [Текст] / М-во Здравоохранения Рос. Федерации. – 11-е изд., доп. – М.: Медицина, 1987. Вып. 1. – 336 с.
4. Государственная фармакопея СССР [Текст] / М-во Здравоохранения Рос. Федерации. – 11-е изд., доп. – М.: Медицина, 1989. Вып. 2. – 400 с.
5. Государственная фармакопея Российской Федерации [Текст]. – 12-е изд. – М.: Науч. центр экспертизы средств мед. применения, 2007. – Ч. 1. – 696 с.
6. Практическое руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии для студентов III курса / Т.И. Ярыгина, О.Л. Визгунова, В.А. Дубовик и др. / под ред. Л.М. Коркодиновой – Пермь, 2011. – 102 с.
7. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии: учеб. пособие / Э.Н. Аксенова, О.П. Андрианова, А.П. Арзамасцев и др. / под. ред. А.П. Арзамасцева. – 3-е изд., перераб. и доп. – М., Медицина, 2001. – 384 с. : ил.1.

Иллюстрированные методики подготовили:

**Саттарова Ольга Евгеньевна,
доцент кафедры фармацевтической
химии факультета очного обучения
ГБОУ ВПО ПГФА,
кандидат фармацевтических наук,
директор Центра дистанционного обучения.**



**Ярыгина Татьяна Ивановна,
профессор кафедры фармацевтической химии
факультета очного обучения ГБОУ ВПО ПГФА,
доктор фармацевтических наук.**

