

ФБГОУ ВО
«Волгоградский государственный медицинский университет»
Министерства здравоохранения Российской Федерации

МЕТОДЫ ФАРМАКОПЕЙНОГО АНАЛИЗА

СОЛОДУНОВА Г.Н.

ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКАЯ РАБОТА

ФАРМАКОПЕЙНЫЙ АНАЛИЗ
ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПРЕПАРАТОВ
ГАЛОГЕНИДОВ ЩЕЛОЧНЫХ МЕТАЛЛОВ

Занятие 3
V семестр

Волгоград, 2021

ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКАЯ РАБОТА

ФАРМАКОПЕЙНЫЙ АНАЛИЗ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПРЕПАРАТОВ ГАЛОГЕНИДОВ ЩЕЛОЧНЫХ МЕТАЛЛОВ

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

Цель работы:

Основываясь на физических и химических свойствах элементов VII группы периодической системы Д.И. Менделеева, овладеть способами анализа галогенидов щелочных металлов, используемых в качестве лекарственных препаратов. Решить задачу по исследованию неизвестного галогенида щелочного металла.

Объекты исследования:

Иодиды, бромиды и хлориды калия и натрия.

Реакции на ионы натрия

1. *Окрашивание пламени:*

Соль натрия, смоченная хлористоводородной кислотой и внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в желтый цвет.

Методика:

Сделать петлю из тонкой медной проволоки и прокалить; обмакнуть петлю в раствор или кристаллы соли натрия и внести в бесцветное пламя. Пламя окрашивается в жёлтый цвет.

2. *Реакция с антимоном калия.*

Гексагидроксостибат-ион в строго нейтральной среде образует с ионами натрия белый кристаллический осадок гексагидроксостибата натрия.

Методика:

1 мл раствора соли натрия (0,01 - 0,03 г иона натрия) подкисляют разведенной уксусной кислотой, если необходимо, фильтруют, затем прибавляют 0,5 мл раствора гексагидроксостибата калия; образуется белый кристаллический осадок.

Реакции на ионы калия

1. *Окрашивание пламени:*

Соль калия, внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в фиолетовый цвет или при рассматривании его через фиолетовое стекло - в пурпурно-красный.

Методика:

Сделать петлю из тонкой медной проволоки и прокалить; обмакнуть петлю в раствор или кристаллы соли калия и внести в бесцветное пламя. Пламя окрашивается в фиолетовый цвет.

2. Реакция с винной кислотой:

Соли калия с раствором винной кислоты дают белый кристаллический осадок кислой соли. Осадок растворим в минеральных кислотах и растворах едких щелочей. Однако в уксусной кислоте осадок кислой калиевой соли - нерастворим.

Методика.

К 2 мл раствора соли калия (0,01-0,03 г иона калия) прибавляют 1 мл раствора винной кислоты, 1 мл ацетата натрия, 0,5 мл 95 % спирта и встряхивают; постепенно образуется белый кристаллический осадок, растворимый в разведенных минеральных кислотах и растворах едких щелочей.

3. Реакция с кобальтонитритом натрия:

Ионы калия образуют нерастворимую двойную комплексную соль гексонитрокобальтата калия-натрия. Реакцию проводят в слабокислой среде. При потирании стеклянной палочкой о стенки сосуда выпадает желтый кристаллический осадок двойной соли гексанитрокобальтата калия-натрия.

Методика:

К 2 мл раствора соли калия, предварительно прокаленной для удаления солей аммония, прибавляют 0,5 мл разведенной уксусной кислоты и 0,5 мл раствора кобальтонитрита натрия – образуется желтый кристаллический осадок.

Реакции на хлорид-ионы

1. Образование хлорида серебра:

Хлориды с нитратом серебра дают белый творожистый осадок, растворимый в аммиаке, карбонате аммония и нерастворимый в азотной кислоте:

Методика.

К 2 мл раствора хлорида (0,002-0,01 иона хлорида) прибавляют 0,5 мл разведенной азотной кислоты и 0,5 мл раствора нитрата серебра; образуется нерастворимой в разведенной азотной кислоте и растворимый в растворе аммиака и растворе карбоната аммония.

Реакции на йодид-ион

1. Окисление до молекулярного иода:

Йодиды являются восстановителями. Слабые окислители выделяют из йодидов йод, обнаруживаемый по характерному цвету и по посинению раствора крахмала.

Методика.

К 2 мл раствора йодида (0,003-0,02 г иона йодида) прибавляют 0,2 мл разведенной серной кислоты, 0,2 мл раствора нитрита натрия или раствора хлорида железа (III) и 2 мл хлороформа и взбалтывают; хлороформный слой окрашивается в фиолетовый цвет.

2. Окисление серной кислотой:

При нагревании 0,1 г препарата с 1 мл концентрированной серной кислоты выделяются фиолетовые пары йода.

3. Образование йодида серебра:

Растворы йодидов с раствором нитрата серебра дают желтый творожистый осадок, нерастворимый в азотной кислоте и растворе аммиака. *Методика.* К 2 мл раствора йодида (0,002-0,01 г иона йодида) прибавляют 0,5 мл разведенной азотной кислоты и 0,5 мл раствора нитрата серебра; образуется желтый творожистый осадок, нерастворимый в разведенной азотной кислоте и растворе аммиака.

4. Образование йодидов висмута, ртути и свинца:

Кроме того, йодид-ион осаждается ионами висмута и ртути (II)

Методика.

К 2 мл раствора йодида (0,003-0,002 г иона йодида) прибавляют несколько капель ацетата свинца; появляется желтый осадок, растворимый при нагревании и вновь выпадающий при охлаждении.

Определение примесей йодидов:

Примесь йодидов в натрия и калия бромиде открывается с раствором хлорида железа (III): йодиды являются восстановителями. Слабые окислители выделяют из йодидов йод, обнаруживаемый по характерному цвету и по

посинению раствора крахмала. Сильные окислители могут окислить йод до бесцветных йодатов.

✓ *Методика.*

К 2 мл раствора йодида (0.003 - 0.02 г иона йодида) прибавляют 0.2 мл разведенной серной кислоты, 0.2 мл раствора нитрита натрия или раствора хлорида окисного железа и 2 мл хлороформа; при взбалтывании хлороформный слой окрашивается в фиолетовый цвет.

✓ *Методика.*

К 2 мл раствора йодида (0.002 - 0.01 г иона йодида) прибавляют 0.5 мл разведенной азотной кислоты и 0.5 мл раствора нитрата серебра; образуется желтый творожистый осадок, нерастворимый в разведенной азотной кислоте и растворе аммиака.

✓ *Методика*

При нагревании 0,1 г препарата с 1 мл концентрированной серной кислоты выделяются фиолетовые пары йода.

Определение растворимости:

Фармакопея характеризует растворимость лекарственных средств, как правило в воде, а также в ряде органических растворителях (чаще всего в 96 %-ном этиловом спирте, эфире, хлороформе, реже в водных растворах кислот и щелочей). Для данной задачи определяют растворимость в воде.

Для обозначения растворимости веществ в фармакопее приняты условные термины (в пересчете на 1 г), значения которых приведены в таблице:

Таблица № 2

Условные термины	Количество растворителя (мл), необходимое для растворения 1 г вещества
Очень легко растворим	До 1 мл
Легко растворим	Более 1мл до 10 мл
Растворим	" 10 мл до 30 мл
Умеренно растворим	" 30 мл до 100 мл
Мало растворим	" 100 мл до 1000 мл
Очень мало растворим	" 1 000 мл до 10 000 мл
Практически растворим	" 10 000 мл (10 л)

Для веществ с неизвестной растворимостью
испытание проводят по следующей методике:

К 1,0 г растертого вещества прибавляют 1,0 мл растворителя и проводят растворение, как описано выше. Если вещество полностью растворилось, оно очень легко растворимо.

Если вещество растворилось не полностью, то к 100 мг растертого вещества прибавляют 1,0 мл растворителя и проводят растворение, как описано выше. Если вещество полностью растворилось, оно легко растворимо.

Если вещество растворилось не полностью, то добавляют 2,0 мл растворителя и продолжают растворение. Если вещество полностью растворилось, оно растворимо.

Если вещество растворилось не полностью, то добавляют 7,0 мл растворителя и продолжают растворение. Если вещество полностью растворилось, оно умеренно растворимо.

Если вещество растворилось не полностью, то к 10 мг растертого вещества прибавляют 10,0 мл растворителя и проводят растворение, как описано выше. Если вещество полностью растворилось, оно мало растворимо.

Если вещество растворилось не полностью, то к 10 мг растертого вещества прибавляют 100 мл растворителя и проводят растворение, как описано выше. Если вещество полностью растворилось, оно очень мало растворимо.

Если вещество не растворилось, оно практически нерастворимо в данном растворителе.

Для галогенидов щелочных металлов необходимо найти по нормативной документации (ГФ, ФС) растворимость галогенидов щелочных металлов и внести их в таблицу:

РАСТВОРИМОСТЬ ГАЛОГЕНИДОВ (Требования ГФ)

	Cl^-	Br^-	I^-
Na^+			
K^+			

Для регистрации ваших испытаний по исследованию неизвестного галогенида щелочного металла, вам необходимо заполнить таблицу:

Задача	Na^+	K^+	Cl^-	Br^-	I^-	Цвет пламени	Растворимость		Вещество
							Задача	ГФ	
1									
2									
3									
4									

При оформлении лабораторной работы необходимо записывать схемы проводимых химических реакций.

По окончании работы сделайте вывод о конкретном галогениде щелочного металла в испытуемой задаче.

