

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

МЕТОДЫ ФАРМАКОПЕЙНОГО АНАЛИЗА

СОЛОДУНОВА Г.Н.

ФАРМАКОПЕЙНЫЙ АНАЛИЗ ПРЕПАРАТОВ VI
ГРУППЫ ПС ЭЛЕМЕНТОВ Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА –
ПЕРЕКИСИ ВОДОРОДА, ГИДРОПЕРИТА

ФАРМАКОПЕЙНЫЙ АНАЛИЗ
МАГНИЯ ПЕРОКСИДА

Занятие 5
V семестр

ДИСЦИПЛИНА

МЕТОДЫ ФАРМАКОПЕЙНОГО АНАЛИЗА

ФАРМАКОПЕЙНЫЙ АНАЛИЗ ПРЕПАРАТОВ VI ГРУППЫ ПС ЭЛЕМЕНТОВ Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА – ПЕРЕКИСИ ВОДОРОДА, ГИДРОПЕРИТА ФАРМАКОПЕЙНЫЙ АНАЛИЗ МАГНИЯ ПЕРОКСИДА

Занятие 5 V семестр

ВОПРОСЫ К ЗАНЯТИЮ

1. Перекись водорода. Получение. Реакции подлинности.
2. Перекись водорода. Доброкачественность, количественное определение. Хранение. Применение.
3. Магния перекись. Получение и полный фармацевтический анализ. Хранение. Применение.
4. Гидроперит. Получение и полный фармацевтический анализ. Хранение. Применение.

ЛЕКАРСТВЕННЫЕ ПРЕПАРАТЫ ЭЛЕМЕНТОВ VI ГРУППЫ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА

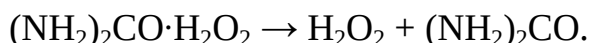
Из элементов VI группы периодической системы для медицины представляют интерес кислород и сера, которые уже сами являются фармацевтическими препаратами, кроме того, имеют значение их различные соединения: перекись водорода, перекись магния, гидроперит, натрия тиосульфат.

ПРЕПАРАТЫ ПЕРЕКИСИ ВОДОРОДА

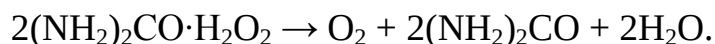
Solutio hydrogenii peroxydi diluta – раствор перекиси водорода (2,7 – 3,3%).

Perhydrolum – пергидроль (27,5 – 31,0%) применяется для приготовления разбавленных растворов перекиси водорода.

Hydroperitum – гидроперит $(\text{NH}_2)_2\text{CO} \cdot \text{H}_2\text{O}_2$ (33 – 35%) – белый кристаллический порошок. Образует раствор перекиси водорода при растворении в воде:

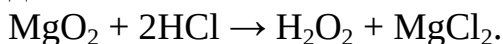


При нагревании выше 60°C выделяет кислород:



Гидропирит используется в качестве бактерицидного средства для полоскания рта и горла. Таблетки гидроперита хранят в хорошо закрытых темных склянках при температуре не выше 20°C.

Magnesii peroxydum – магнезия пероксид MgO/MgO_2 (25% MgO_2) выделяет перекись водорода при действии кислот:



Применяется внутрь при заболеваниях желудочно-кишечного тракта как дезинфицирующее средство, препятствующее брожению.

ПЕРЕКИСЬ ВОДОРОДА

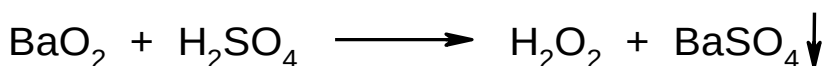
Hydrogenium peroxydatum



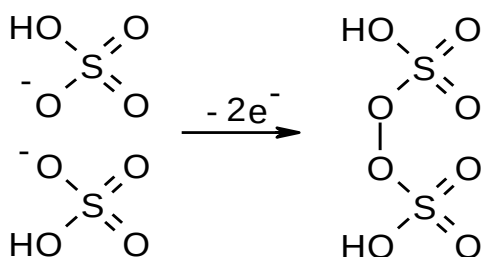
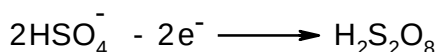
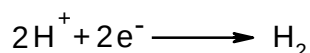
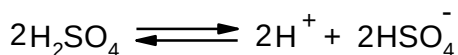
Перекись водорода была впервые открыта в 1818 г. Тенаром, который, изучая действие различных минеральных кислот на перекись бария, обнаружил новое вещество, имеющее состав H_2O_2 . Он назвал это вещество «окисленной водой», или «перекисью водорода». В природе перекись водорода образуется в результате различных окислительных процессов. В ничтожных количествах она содержится в атмосферных осадках, в соке некоторых растений.

Получение

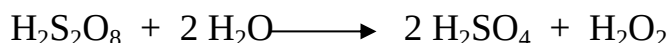
- ✓ Водорода перекись получена впервые Тенаром в 1818 г. при действии серной кислоты на бария перекись:



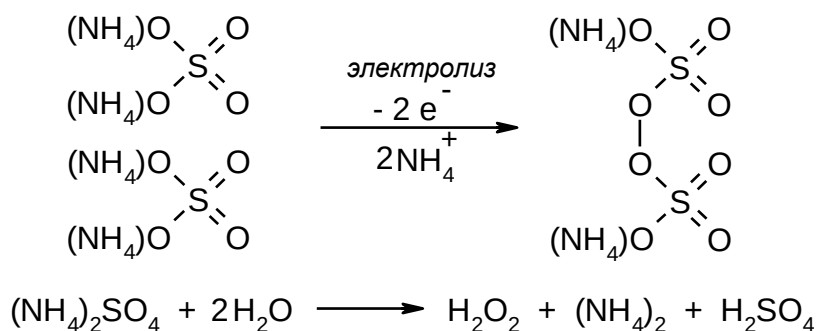
- ✓ С медицинской целью перекись водорода получают синтетически различными методами. Наиболее удобным и современным является электролитический способ. При электролизе концентрированной серной кислоты на катоде выделяется водород, а на аноде два остатка серной кислоты, отдавая 2 электрона, образуют надсерную кислоту:



Надсерная кислота устойчива лишь при очень низких температурах. При более высоких температурах в присутствии воды она разлагается, образуя H_2SO_4 и H_2O_2 :



- ✓ В промышленности перекись водорода получают обычно электролизом кислых растворов сульфата аммония. Образующийся при этом персульфат аммония разлагается водой с образованием H_2O_2 :



Таким способом получают обычно слабые растворы перекиси водорода. Из них можно приготовить более концентрированные путем перегонки в вакууме при обычной температуре. Так, при 15 мм рт. ст. сначала отгоняется вода, а когда температура достигнет 70° , получается в высокой степени концентрированный раствор H_2O_2 , из которого при охлаждении образуются кристаллы H_2O_2 (100% H_2O_2). Но так как получение таких концентрированных растворов связано с возможностью сильных взрывов, да и сами эти растворы весьма нестойки при хранении, в медицинской практике применяют разбавленные растворы H_2O_2 .

Фармакопейным препаратом перекиси водорода является раствор перекиси водорода (*Solutio Hydrogenii peroxidi diluta*), содержащий 2,5-3,5% H_2O_2 .

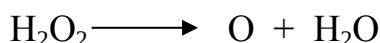
Готовят этот препарат из более концентрированного раствора, содержащего 27,5-31,0% H_2O_2 и называемого пергидролем (*Perhydrolum*).

Фармакопейный препарат перекиси водорода, применяемый в медицине, представляет собой бесцветную прозрачную жидкость слабокислой реакции. Вкус жгучий, вязущий. Смешивается с водой в любых соотношениях.

Подлинность

Структурная формула перекиси водорода $\text{H}-\text{O}-\text{O}-\text{H}$ показывает, что два атома кислорода непосредственно соединены друг с другом. Связь эта непрочна и обуславливает неустойчивость молекулы.

Разложение перекиси водорода происходит с выделением кислорода:



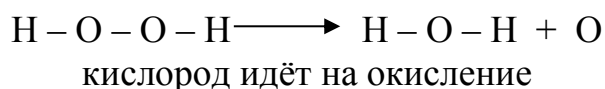
Свет, нагревание, щелочная среда и соприкосновение с окисляющими или восстанавливающими веществами ускоряют процесс разложения перекиси водорода.

Особенно активными катализаторами разложения перекиси водорода являются соли некоторых тяжелых металлов (Cu, Mn и др.). Платиновая чернь, двуокись марганца, уголь разлагают перекись водорода со взрывом. Чтобы нейтрализовать разлагающее действие металлов, в качестве стабилизатора к перекиси водорода прибавляют обычно пиррофосфат натрия $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$. Хорошими стабилизаторами перекиси водорода являются также некоторые органические вещества – мочева, щавелевая, салициловая кислоты, барбитал, ацетанилид и др.

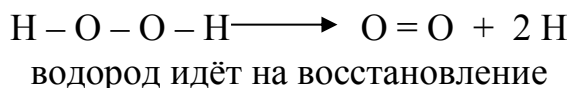
Фармакопейный препарат перекиси водорода в качестве стабилизатора содержит антифебрин.

Одно из основных химических свойств перекиси водорода – ее способность проявлять как окислительные, так и восстановительные свойства. При этом следует отметить, что окислительные свойства ее проявляются значительно сильнее, чем восстановительные. H_2O_2 является сильным окислителем, что связано с легкостью разложения ее на воду и кислород. Кислая среда более благоприятствует этому распаду, чем щелочная.

Восстановительный распад H_2O_2 происходит реже и только под влиянием сильных окислителей по следующей схеме:

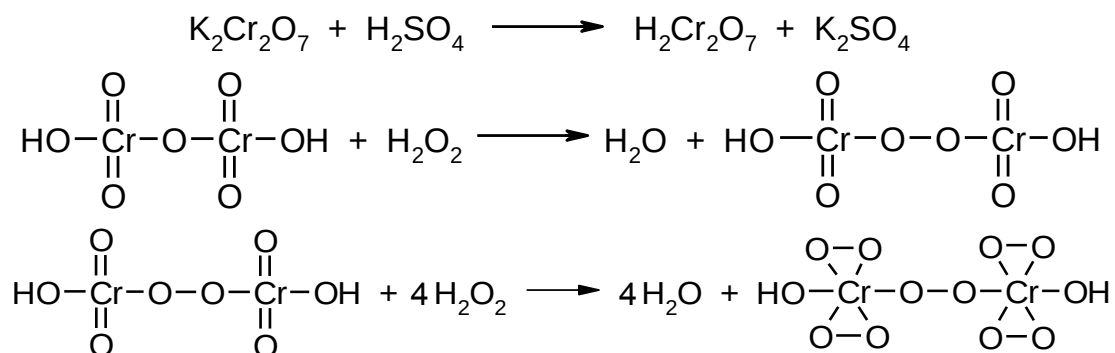


Окислительный распад H_2O_2 схематично можно представить следующим образом:



1) Образование надхромовых кислот:

Для установления подлинности перекисных соединений используют реакцию образования надхромовых кислот (фармакопейная реакция), растворимых в эфире и окрашенных в синий цвет:

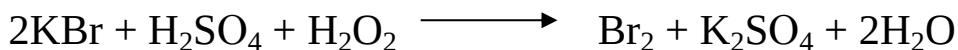
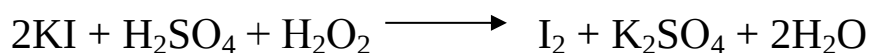


Методика

К 1 мл раствора препарата прибавляют 0,2 мл разведенной серной кислоты, 2 мл эфира, 0,2 мл раствора бихромата калия и взбалтывают; эфирный слой окрашивается в синий цвет.

2) Окисление галогенидов:

Примером, когда перекись водорода является окислителем, может служить реакция ее с бромидами, йодидами. При этом как окислитель перекись водорода может применяться не только в кислой, но и в щелочной среде, но более отчетливо окислительные свойства ее проявляются в кислой среде:



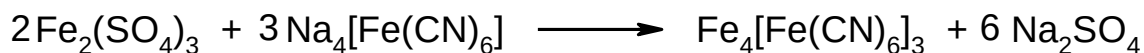
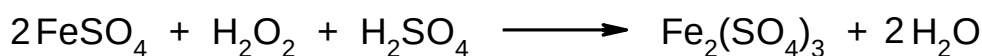
Выделившиеся свободные галогены можно экстрагировать хлороформом, и тогда хлороформный слой окрасится в фиолетовый (йод) или жёлтый (бром) цвет.

Методика

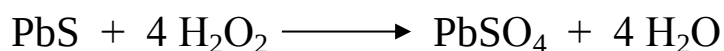
К 1 мл раствора калия йодида (или бромида) прибавляют 1 мл разведенной серной кислоты, 2 мл раствора перекиси водорода, 5 мл хлороформа и взбалтывают; хлороформный слой окрашивается в фиолетовый (йод) или желто-бурый (бром) цвет.

3) Образование Берлинской лазури:

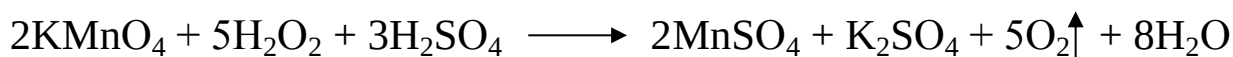
Перекись водорода окисляет соединения Fe^{2+} до Fe^{3+} , которые можно обнаружить по образованию берлинской лазури:

**4) Окисление сульфидов:**

Существуют и другие реакции, характеризующие окислительные свойства H_2O_2 : черный сульфид свинца (PbS) при действии H_2O_2 превращается в белый сульфат свинца:

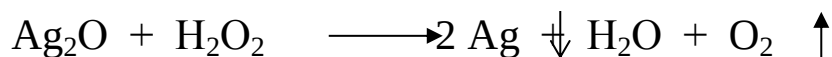
**5) Обесцвечивание раствора перманганата калия:**

Подкисленный серной кислотой раствор KMnO_4 при добавлении H_2O_2 обесцвечивается. При этом происходит бурное выделение кислорода:



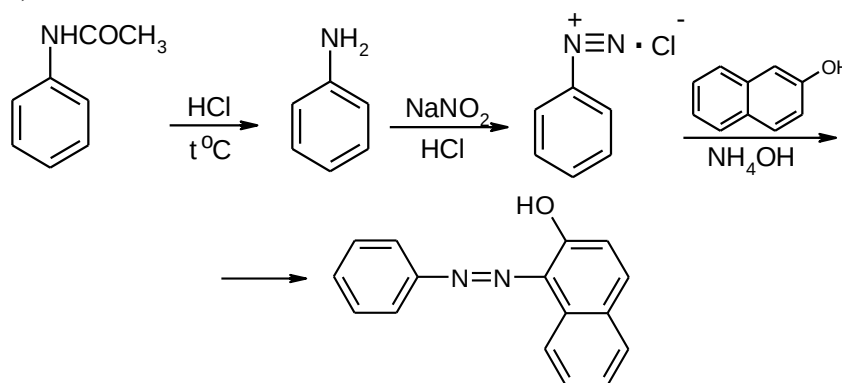
6) Восстановление серебра:

При действии перекиси водорода на окись серебра, осажденную из раствора AgNO_3 раствором аммиака, выделяется свободное серебро (осадок тёмно-серого цвета):



7) Обнаружение антифебрина:

Так как в состав раствора перекиси водорода входит в качестве стабилизатора антифебрин (ацетанилид), ГФ Х требует подтверждения его подлинности (фармакопейная реакция). Для этого определенное количество исследуемого раствора перекиси водорода упаривают, к сухому остатку (антифебрин) прибавляют соляную кислоту и кипятят, после чего проводят реакцию на первичный ароматический амин (реакция образования азокрасителя):



Доброкачественность

Наличие примесей в перекиси водорода обусловлено способами ее получения.

✓ *Определение солей бария:*

При получении H_2O_2 из перекиси бария в качестве нежелательных примесей могут быть соли бария, из которых наиболее опасны растворимые соли бария. Они определяются действием на препарат серной кислоты; при этом выделяется белый осадок BaSO_4 .

✓ *Определение предела кислотности:*

В препарате возможна избыточная кислотность, если получение перекиси водорода велось без строгого соблюдения соотношения перекиси металла и кислоты. Избыточная кислотность в препарате может быть и следствием добавления к перекиси водорода в качестве консерванта кислот, например щавелевой, фосфорной и др. Поэтому Государственная фармакопея устанавливает предел кислотности, который определяется титрованием установленного объема раствора препарата раствором щелочи.

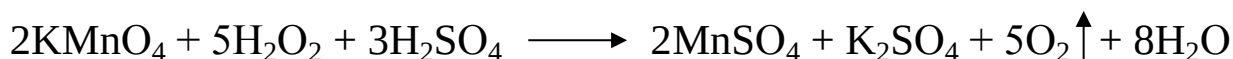
Количественное определение

Из *объемных методов* определения H_2O_2 наиболее широко распространены йодометрический и перманганатометрический. Последний является одним из наиболее точных и надежных способов определения H_2O_2 .

1. Перманганатометрическое титрование:

Перманганатометрическое титрование (фармакопейный метод) применимо как для разбавленных, так и для более концентрированных растворов.

Определение ведут непосредственным титрованием подкисленного раствора перекиси водорода раствором KMnO_4 до момента прекращения восстановления KMnO_4 , когда раствор KMnO_4 в эквивалентной точке перестает обесцвечиваться и становится розовым:



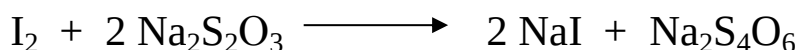
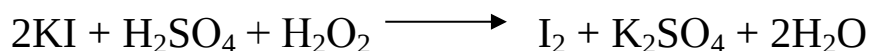
Методика

10 мл препарата помещают в мерную колбу ёмкостью 100 мл и доводят объём раствора водой до метки. К 10 мл полученного раствора прибавляют 5 мл разведенной серной кислоты и титруют 0,1 н раствором перманганата калия до слабо-розового окрашивания.

1 мл 0,1 н раствором перманганата калия соответствует 0,001701 г H_2O_2 , которого в препарате (раствор перекиси водорода) должно быть 2,7 – 3,3%.

2. Йодометрическое титрование:

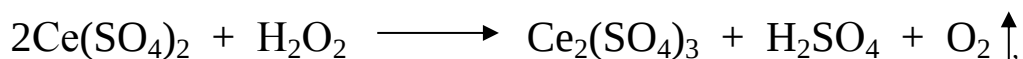
Йодометрическое определение H_2O_2 основано на взаимодействии ее с KI в кислой среде. Выделившийся йод оттитровывается тиосульфатом натрия.



Этот метод несколько менее точен, чем перманганатометрический, но тем не менее находит широкое применение, особенно в интервале концентрации H_2O_2 1 – 6%.

3. Цериметрическое титрование:

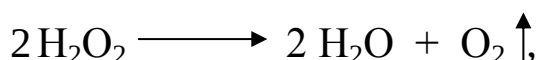
Для определения растворов H_2O_2 , особенно в присутствии органических веществ, можно применить периметрический метод, основанный на восстановлении иона четырехвалентного церия. Можно применять для титрования раствор сульфата четырехвалентного церия, аналогично титрованию перманганатом:



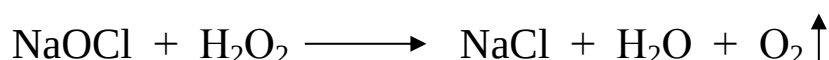
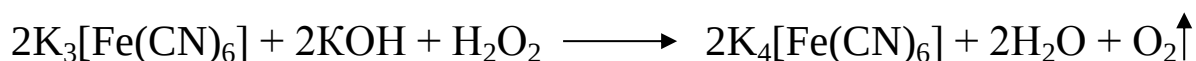
но поскольку желтая окраска в конечной точке титрования хуже различается, чем розовая, от перманганата калия, целесообразно потенциометрическое титрование.

4. Газометрический метод:

Газометрические методы определения H_2O_2 основаны на измерении объема кислорода, выделяющегося из заведомо известного количества H_2O_2 либо при каталитическом разложении:

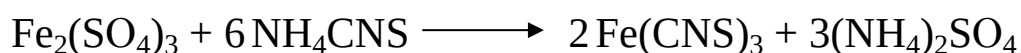
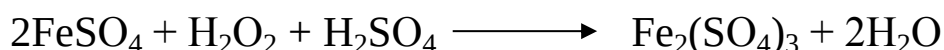


либо при взаимодействии с окислителями, например с кислым раствором KMnO_4 (см. выше), щелочным раствором феррицианида калия или нейтральным раствором натрия гипохлорита:



5. Колориметрический метод:

Колориметрические методы основаны на использовании окраски, образующейся при взаимодействии H_2O_2 с различными реактивами. Например, можно использовать красную окраску роданида железа $\text{Fe}(\text{CNS})_3$ при реакции FeSO_4 с H_2O_2 в присутствии роданида аммония:



Для колориметрического определения перекиси водорода предложены также реактивы: окись меди, фенолфталейн, флюоресцеин, дифениламин и др. Фотоколориметрический метод основан на измерении оптической плотности окрашенного раствора.

6. Рефрактометрия:

Из физических методов для определения концентрации растворов H_2O_2 можно применить рефрактометрию. Определение заключается в определении показателя преломления раствора H_2O_2 , и затем, по соответствующим таблицам, нахождение концентрации H_2O_2 .

Хранение

Свойства перекиси водорода определяют и условия ее хранения – в склянках из оранжевого стекла, имеющего отрицательную реакцию на

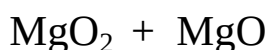
щелочность. Склянки должны быть закупорены парафинированными или стеклянными пробками. Хранить перекись водорода следует в прохладном, защищенном от света месте. Концентрированные растворы ее еще более нестойки, поэтому пергидроль хранят в склянках покрытых внутри парафином (шероховатая поверхность может ускорить и усилить разложение перекиси водорода). Склянки с перекисью водорода держат обычно в коробках с опилками или песком.

Применение

В медицинской практике H_2O_2 применяется как наружное средство в качестве антисептика. Антисептическое действие H_2O_2 обуславливается ее окислительными свойствами. H_2O_2 выделяет кислород в присутствии ферментов – каталазы крови. Каталаза быстро разлагает H_2O_2 ; при этом бурно выделяется O_2 , что создает видимость пены. Перекись водорода применяется как кровоостанавливающее средство при порезах.

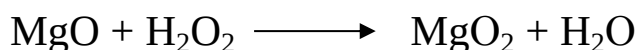
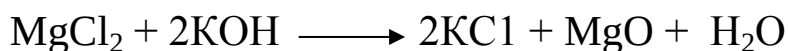
МАГНИЯ ПЕРЕКИСЬ **Magnesii peroxhydum** **MgO_2**

Так как жидкие препараты перекиси водорода трудно транспортировать, в медицинскую практику введен ряд твердых препаратов перекиси, которые при обработке водой или кислотой выделяют свободную перекись водорода. Таким препаратом является, например, смесь окиси и перекиси магния:



Получение

Получается перекись магния действием щелочи на соли магния в присутствии H_2O_2 :



Доброкачественность

Так как препарат применяется внутрь, ГФХ предъявляет определенные требования к его чистоте.

В соответствии с методом получения препарата он может содержать примеси хлоридов, сульфатов (если для получения использовалась MgSO_4 или MgCl_2). Магниево-соли в природе сопровождаются известняками, железными рудами, следовательно могут быть примеси железа, кальция. Последний является антагонистом Mg^{2+} , поэтому испытание препарата на содержание этих примесей следует проводить обязательно. ГФХ допускает

наличие этих примесей в препарате *в пределах существующих эталонов*. Если для получения препарата брался MgSO_4 , не исключена возможность загрязнения его примесью мышьяка.

ГФХ допускает примесь мышьяка в препарате в количестве не более 0,0002%.

Препарат не должен содержать примеси хлоридов, сульфатов, карбонатов, солей железа, кальция, тяжелых металлов, мышьяка в количестве, превышающем эталоны.

Подлинность

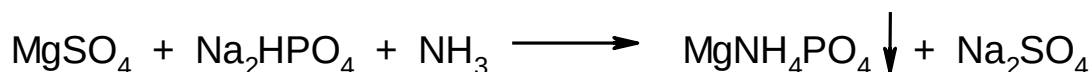
Для идентификации этого препарата Государственная фармакопея рекомендует растворять его в разбавленной соляной или серной кислоте, а образующуюся при этом перекись водорода и ион магния полученной соли определять соответствующими реакциями.

1. Образование надхромовых кислот:

Перекись водорода идентифицируется образованием окрашенных надхромовых кислот (см. перекись водорода)

2. Образование магний-аммоний фосфата:

Соли магния взаимодействуя с *магнезиальной смесью* (раствор фосфата натрия (название по ГФ реактива - гидрофосфата натрия Na_2HPO_4) в присутствии хлорида аммония) образуют белый кристаллический магний-аммоний фосфата, растворимый в уксусной кислоте:



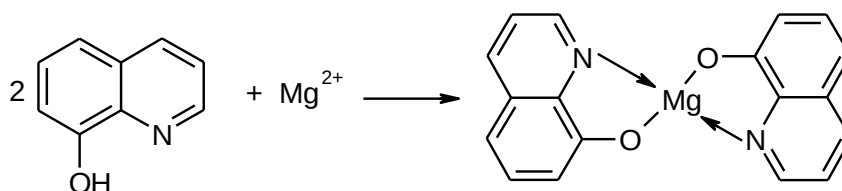
Для предупреждения образования осадка гидроксида магния к реакционной смеси добавляется хлорид аммония, избыток которого, однако, следует избегать вследствие образования растворимых комплексных ионов: $[\text{MgCl}_3]^-$ или $[\text{MgCl}_4]^{2-}$.

Методика:

К 1 мл раствора соли магния (0,002 - 0,005 г иона магния) прибавляют 1 мл раствора хлорида аммония, 1 мл раствора аммиака и 0,5 мл раствора фосфата натрия; образуется белый кристаллический осадок, растворимый в разведенных минеральных кислотах и уксусной кислоте.

3. Образование 8-оксихинолината магния:

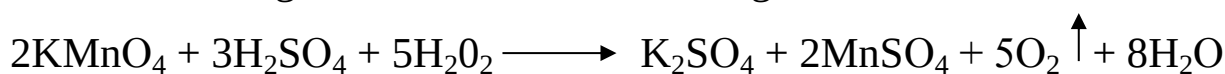
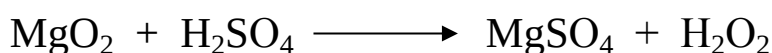
8-оксихинолин обладает кислотными свойствами и в слабощелочной среде (карбонат натрия) образует нерастворимое в воде комплексное соединение белого цвета (координационная связь обеспечивается наличием третичного атома азота хинолинового ядра):



Количественное определение

1. Перманганатометрическое титрование:

Количественное содержание MgO_2 в препарате определяется перманганатометрическим методом (фармакопейный метод):



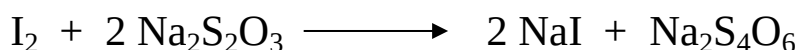
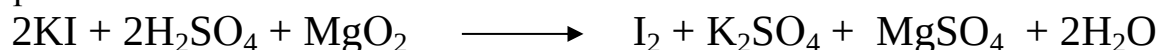
Методика:

Около 0,2 г препарата (точная навеска) растворяют в 10 мл разведённой серной кислоты и титруют 0,1 н раствором перманганата калия до розового окрашивания.

1 мл 0,1 н раствором перманганата калия соответствует 0,002816 г MgO_2 , которой в препарате должно быть не менее 25,0 %.

2. Йодометрическое титрование:

Йодометрическое определение MgO_2 основано на взаимодействии ее с KI в кислой среде. Выделившийся йод оттитровывается тиосульфатом натрия.



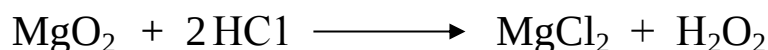
Перекиси магния в препарате должно быть не менее 25%.

Хранение

Хранить препарат следует в хорошо закупоренных склянках в защищённом от света месте.

Применение

Благодаря своему составу ($\text{MgO}_2 + \text{MgO}$) этот препарат оказывает комбинированное действие. MgO является мягкой щелочью и применяется в медицине для нейтрализации повышенной кислотности желудка. Перекись же магния, как и все перекиси металлов, при взаимодействии с кислотой, находящейся в желудке, будет разлагаться с выделением перекиси водорода:



Следовательно, одновременно будет проявляться и антисептическое действие и действие мягкой щелочи.

Назначается внутрь по 0,25—0,5 г при заболеваниях желудка и кишечника как дезинфицирующее средство, препятствующее брожению.

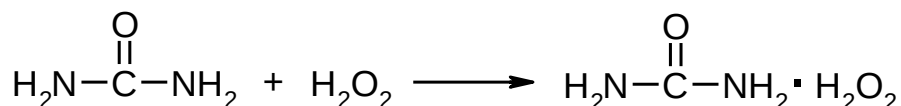
ГИДРОПЕРИТ

Hydroperitum



Получение

Гидроперит представляет собой сольват перекиси водорода с мочевиной. Его получают взаимодействием эквимольных количеств мочевины и перекиси водорода; в качестве консерванта добавляют раствор лимонной кислоты:



Гидроперит – белый кристаллический порошок, легко растворимый в воде, растворимый в этаноле, практически нерастворимый в хлороформе. При растворении препарата в воде образуется раствор перекиси водорода. При нагревании препарата до 60 °С выделяется кислород.

Подлинность

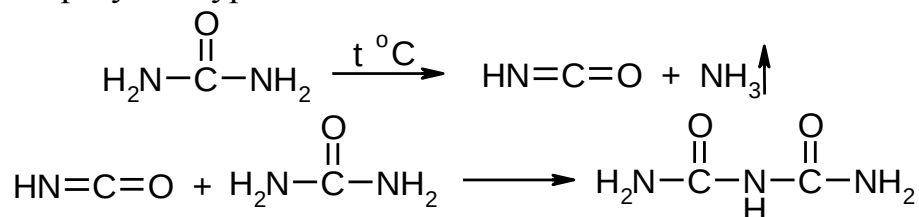
Подлинность гидроперита проводят после растворения в воде.

1. Обнаружение перекиси водорода:

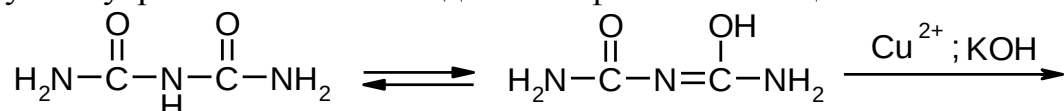
См. подлинность перекиси водорода.

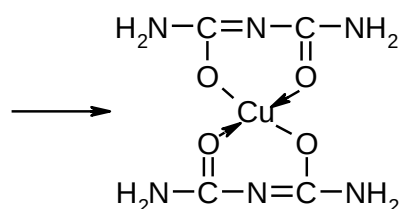
2. Обнаружение мочевины:

Мочевину в растворах гидроперита идентифицируют по *биуретовой реакции*. Биурет образуется при медленном нагревании мочевины до 150 – 160 °С. Вначале получается изоциановая кислота, которая реагируя с мочевиной образует биурет:



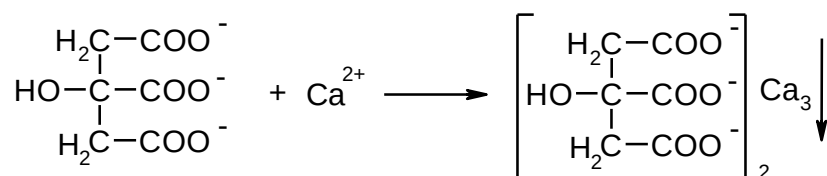
При взаимодействии с солями меди (II) в слабо-щелочной среде биурет образует внутрикомплексное соединение фиолетового цвета:



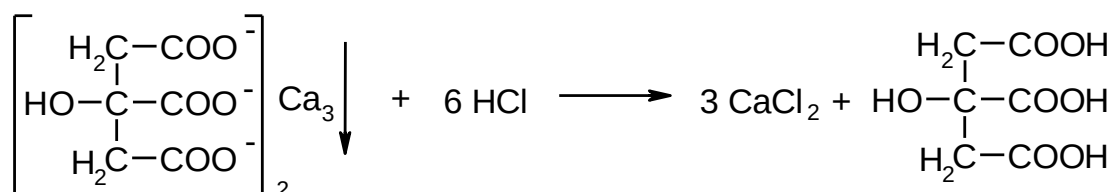


3. Обнаружение стабилизатора:

Наличие стабилизатора – цитрат-иона (аниона лимонной кислоты) в гидроперите обнаруживают по реакции с раствором хлорида кальция. Цитрат-ион образует с ионом кальция соль, растворимую при комнатной температуре и выпадающую в осадок при кипячении:



Осадок растворим в хлороводородной кислоте:



Методика:

К 1 мл нейтрального раствора цитрата (0,002 - 0,01 г иона цитрата) прибавляют 1 мл раствора хлорида кальция; раствор остаётся прозрачным; при кипячении улетает газ и появляется белый осадок, растворимый в соляной кислоте.

Количественное определение

1. Перманганатометрическое титрование:

Количественное содержание перекиси водорода в гидроперите определяется прямым перманганатометрическим титрованием (см. количественное определение H_2O_2). Перекиси водорода в препарате должно быть не менее 35%.

Хранение

Таблетки гидроперита сохраняют в темном месте в хорошо закупоренных банках при температуре не выше 20 °С.

Применение

Действие гидроперита основано на выделении H_2O_2 после обработки его водой. Применяется как бактерицидное средство. Выпускается в таблетках. Одна таблетка соответствует 15 мл (1 столовой ложке) 3% раствора H_2O_2 . Применяется главным образом для полоскания полости рта и горла.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

ФАРМАКОПЕЙНЫЙ АНАЛИЗ ПРЕПАРАТОВ VI ГРУППЫ ПС – ПЕРЕКИСИ ВОДОРОДА, ГИДРОПЕРИТА ФАРМАКОПЕЙНЫЙ АНАЛИЗ МАГНИЯ ПЕРОКСИДА

Цель работы:

Научить студентов проводить фармакопейный анализ в соответствии с требованием Фармакопейной статьи.

Объекты исследования:

Водорода пероксид, магния пероксид, гидроперит.

Подлинность водорода пероксида

Приложение 1

Реактивы: H_2O_2

1. Подлинность: ➤ H_2SO_4 – 16 %, ➤ KMnO_4 – 0,02 М. ➤ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ – 5%, ➤ Эфир медицинский	3. Тяжелые металлы: Не более 0,0005 % (ОФС «Тяжелые металлы») <i>Испытуемый раствор:</i> ➤ HCl разведённая – 8,3 % ➤ Фарфоровая чашка
2. Кислотность: ➤ Вода очищенная ➤ Индикатор метиловый красный – 0,05 % ➤ NaOH – 0,1 М	4. Количественное определение: ➤ Вода очищенная, ➤ H_2SO_4 разведенная – 16 %, ➤ KMnO_4 – 0,02 М. ➤ Мерная колба на – 100 мл

- Проведение испытания Водорода пероксид строго в соответствии с Фармакопейной статьёй (приложение 1).
- Лабораторную работу оформить в лабораторной тетради с написанием схемы реакций и эффекта. Сделать вывод.

Подлинность пероксида магния

Приложение 2

Реактивы: MgO/MgO_2

1. Подлинность: ➤ NH_4Cl – 10 %, ➤ NH_4OH – 0,02 М. ➤ Na_2HPO_4 – 5%, ➤ HCl разв – 8,3 % ➤ CH_3COOH – 5 %	3. Ионы Mg^{++}: ➤ NH_4Cl – 10 %, ➤ NH_4OH – 0,02 М. ➤ 8-оксихинолин
--	---

2. Водорода пероксид: ➤ H_2SO_4 – 16 %, ➤ KMnO_4 – 0,02 М. ➤ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ – 5%, ➤ Эфир медицинский	3. Количественное определение H_2O_2: ➤ Вода очищенная, ➤ H_2SO_4 разведенная – 16 %, ➤ KMnO_4 – 0,02 М. ➤ Мерная колба на – 100 мл
---	---

Реакция с 8-оксихинолином:

Методика

Поместите каплю раствора, содержащего Mg^{++} в пробирку или на фарфоровую пластинку, добавьте по капле растворов NH_4Cl , NH_4OH и 8-оксихинолина. При этом образуется зеленовато-жёлтый кристаллический осадок оксихинолята магния.

Подлинность гидроперита

Реактивы: $\text{CO}(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2$

1. Подлинность мочевины: ➤ Лакмусовая бумага, ➤ Вода очищенная, ➤ NaOH – 2 N ➤ CuSO_4 – 0,2 N	2. Количественное определение H_2O_2: ➤ Вода очищенная, ➤ H_2SO_4 разведенная – 16 %, ➤ KMnO_4 – 0,02 М. ➤ Мерная колба на – 100 мл
2. Водорода пероксид: ➤ H_2SO_4 – 16 %, ➤ KMnO_4 – 0,02 М. ➤ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ – 5%, ➤ Эфир медицинский	

Определение мочевины:

Методика

Поместите в сухую пробирку лопаточку мочевины и очень осторожно нагреть над пламенем горелки. Через несколько секунд выделяется газ (NH_3), который можно определить по резкому запаху и по посинению мокрой красной лакмусовой бумаге. После прекращения выделения газа и затвердевания реакционной массы, смесь охлаждают, приливают 5-6 капель воды и кипятят 2-3 мин, затем охладить, декантацией слить раствор (биурета) и добавит 2 капли NaOH 2N и 1 каплю CuSO_4 0,2 N – появляется розово-фиолетовое окрашивание (биуретовая реакция). Избыток сульфата меди нежелателен, т.к. он вызывает посинение раствора, маскирующее розовую окраску.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

Водорода пероксид

ФС.2.2.0005.15

Водорода пероксид

Hydrogenii peroxidum

Пероксид водорода

Взамен ГФ IX, ст. 495

H_2O_2

М. м. 34,01

Субстанция содержит не менее 30,0 % и не более 40,0 % водорода пероксида H_2O_2 .

Описание

Бесцветная прозрачная жидкость.

Подлинность

1. *Качественная реакция.* К 1 мл субстанции прибавляют 0,2 мл серной кислоты разведенной 16 % и 0,25 мл 0,02 М раствора калия перманганата; раствор должен постепенно обесцветиться с выделением газа.
2. *Качественная реакция.* К 0,1 мл субстанции прибавляют 0,2 мл серной кислоты разведенной 16 %, 2 мл эфира, 0,2 мл 5 % раствора калия дихромата и взбалтывают; эфирный слой должен окраситься в синий цвет.

Кислотность

К 10 мл субстанции прибавляют 100 мл воды и 0,25 мл 0,05 % раствора метилового красного. Цвет раствора должен измениться от прибавления не более 0,7 мл 0,1 М раствора натрия гидроксида.

Нелетучие вещества

Не более 0,06 %.

В платиновую чашку, высушенную до постоянной массы, помещают 50 мл воды и 10,0 мл субстанции. После окончания интенсивного разложения водорода пероксида (по прекращению выделения пузырьков газа) чашку помещают на кипящую водяную баню, выпаривают досуха и высушивают в сушильном шкафу при температуре 105 – 110 °С до постоянной массы.

Тяжелые металлы

Не более 0,0005 % (ОФС «Тяжёлые металлы»).

Испытуемый раствор.

К 20 мл субстанции прибавляют 2 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3 % и выпаривают на водяной бане почти досуха. Остаток разбавляют водой до 10 мл (раствор А). 1 мл раствора А разбавляют водой до 10 мл.

Количественное определение

Около 1,0 г (точная навеска) субстанции (точная навеска) помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. К 10,0 мл полученного раствора прибавляют 5 мл серной кислоты разведенной 16 % и титруют 0,02 М раствором калия перманганата до слабо розового окрашивания.

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,02 М раствора калия перманганата соответствует 1,701 мг H_2O_2 .

Хранение

В плотно укупоренной упаковке, в защищенном от света месте, при температуре не выше 15 °С

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

ОФС.1.2.2.0001.15 Общие реакции на подлинность

Магний

К 1 мл раствора соли магния (2 – 5 мг магний-иона) прибавляют 1 мл аммония хлорида раствора 10 %, 1 мл аммиака раствора 10 % и 0,5 мл натрия фосфата раствора 5 %; образуется белый кристаллический осадок, растворимый в разведенных минеральных кислотах и уксусной кислоте

Оборудование для лабораторной работы:

- | | |
|----------------------------------|--------|
| 1. Бюретки для титрования | – 2 шт |
| 2. Колба коническая 250 | – 4 шт |
| 3. Штатив с пробирками | – 2 шт |
| 4. Пипетки 1,2,5,10 мл | – 2 шт |
| 5. Цилиндр 10, 20, 50 мл | – 1 шт |
| 6. Фарфор чашка диаметром ~6 см | – 2 шт |
| 7. Мерная колба на 100 мл 100 мл | – 2 шт |
| 8. Воронка | – 2 шт |
| 9. Плитка, горелка. | |