Практическая работа № 6

Тема: **Окислительно-восстановительное титрование**

Цель: научиться проводить количественное определение лекарственного средства окислительно-восстановительным методом.

Задача:

1. Провести контроль качества лекарственного средства «Раствор прокаина 0,25%, 0,5%, 1%, или 2% для инъекций» по показателю «Количественное определение».

2. Провести контроль качества лекарственного средства «Белластезин, таблетки» по показателю «Количественное определение».

3. Провести контроль качества фармацевтической субстанции «Сульфадимидин» по показателю «Количественное определение».

**Прокаин (новокаина гидрохлорид)**

****

C13H20N2O2⋅HCl М.м. 272,78

**Раствор прокаина 0,25%, 0,5%, 1%, или 2% для инъекций**

Состав:

Прокаина 2,5 г, 5 г, 10 г или 20 г

Раствора кислоты хлористоводородной 0,1 н. до рН 3,8–4,5

Воды для инъекций до 1 л

**Количественное определение**. Определение проводят методом титриметрии.

К 25 мл 0,25% или 0,5% раствора, 10 мл 1% или 5 мл 2% раствора прибавляют 10 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3 % и далее поступают, как указано в статье «Нитритометрия».

В случае применения внутренних индикаторов используют нейтральный красный или тропеолин 00 в смеси с метиленовым синим.

Содержание C13H20N2O2⋅HCl в 1 мл препарата соответственно должно быть 0,00242−0,00258 г, 0,00485−0,00515 г, 0,0097−0,0103 г или 0,0194−0,0206 г.

Написать уравнение реакции, рассчитать титр, содержание (г) прокаина в растворе.

**Бензокаин (анестезин)**

****

C9H11NO2 М.м. 165,19

Состав:

Экстракт белладонны 0,015 г

Бензокаин 0,3 г

**Количественное определение**. Определение проводят методом титриметрии.

Около 0,15 г (точная навеска) порошка растёртых таблеток помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, добавляют 10 мл воды и 10 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3 %, растворяют в течение 5 мин. Затем добавляют 60 мл воды, 1 г калия бромида, 4 капли 0,1% раствора тропеолина 00 и 2 капли 0,15% раствора метиленового синего. Титруют 0,1 М раствором натрия нитрита до голубовато-зелёного цвета, прибавляя его вначале со скоростью 1 мл в мин, а в конце титрования по 0,05 мл через 1 мин.

Содержание C9H11NO2 должно быть от 0,285 до 0,315 г.

Написать уравнение реакции, рассчитать титр, содержание (г) бензокаина в таблетке.

**Сульфадимидин (сульфадимезин)**



C12H14N4O2S М.м. 278,33

Cодержит не менее 99,0% и не более 101,0% сульфадимидина C12H14N4O2S в пересчете на сухое вещество.

**Количественное определение.** Определение проводят методом титриметрии. Около 0,25 г (точная навеска) субстанции растворяют в смеси 10 мл воды и 20 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3 % и далее поступают, как указано в ОФС «Нитритометрия». В случае применения внутренних индикаторов используют 0,1 % раствор тропеолина 00.

Написать уравнение реакции, рассчитать титр, содержание (%) сульфадимидина в фармацевтической субстанции, если потеря в массе при высушивании составляет 0,3%.

**Нитритометрия**

**Методика.** Если не указано иначе, точную навеску образца лекарственного средства, указанную в фармакопейной статье, растворяют в смеси 10 мл воды и 10 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3 %. Прибавляют воду до общего объема 80 мл, 1 г калия бромида и при постоянном перемешивании титруют 0,1 М раствором натрия нитрита. В начале титрования прибавляют раствор натрия нитрита со скоростью 2 мл/мин, а в конце (за 0,5 мл до эквивалентного количества) – 0,05 мл/мин.

Титрование проводят при температуре раствора 15 − 20 ºС, однако в некоторых случаях требуется охлаждение до 0 − 5 ºС.

При потенциометрическом титровании в качестве индикаторного применяют платиновый электрод, в качестве электродов сравнения используют хлорсеребряный или насыщенный каломельный электрод. При амперометрическом титровании на электроды накладывают разность потенциалов 0,3 − 0,4 В, если не указано иначе в фармакопейной статье.

Точку эквивалентности определяют электрометрическими методами (потенциометрическое титрование, титрование «до полного прекращения тока») или с помощью внутренних индикаторов и внешнего индикатора (йодкрахмальная бумага).

В качестве внутренних индикаторов используют тропеолин 00 (4 капли раствора), тропеолин 00 в смеси с метиленовым синим (4 капли раствора тропеолина 00 и 2 капли раствора метиленового синего), нейтральный красный (2 капли в начале и 2 капли в конце титрования).

Титрование с тропеолином 00 проводят до перехода окраски от красной к желтой, со смесью тропеолина 00 с метиленовым синим – от красно-фиолетовой к голубой, с нейтральным красным – от красно-фиолетовой к синей. Выдержку в конце титрования с нейтральным красным увеличивают до 2 мин.

Титрование с йодкрахмальной бумагой ведут до тех пор, пока капля титруемого раствора, взятая через 1 мин после прибавления раствора нитрита натрия, не будет немедленно вызывать синее окрашивание на бумаге. В некоторых случаях выдержка может быть увеличена, о чем должно быть указано в фармакопейной статье.

Параллельно проводят контрольный опыт.

Вывод:

Работу выполнил:

Работу проверил: