

Нитритометрия

План:

1. Нитритометрия. Рабочий раствор метода. Стандартный раствор.
2. Химические реакции, лежащие в основе метода.
3. Условия титрования.
4. Способы фиксации эквивалентной точки.
5. Применение в фармацевтическом анализе.

Вопрос №1.

Нитритометрия – метод титриметрического анализа, при котором в качестве титрованного раствора используется раствор натрия нитрита.

Рабочим раствором метода нитритометрии является раствор -0,1 М раствор нитрит натрия. Нитрит натрия гигроскопичен. На воздухе медленно доокисляется до нитрата натрия NaNO_3 . Титр раствора NaNO_2 устанавливают по стандарту – сульфаниловой кислоте или стандартизированному раствору KMnO_4 .

Стандартизация нитрита натрия по сульфаниловой кислоте:

А) Приготовление рабочего раствора нитрита натрия

Рассчитывают массу навески нитрита натрия, необходимой для приготовления 1000 мл раствора с $C(\text{NaNO}_2) = 0,1$ моль/л. Навеску взвешивают на технохимических весах. Далее навеску растворяют в мерной колбе на литр и переливают в склянку для хранения.

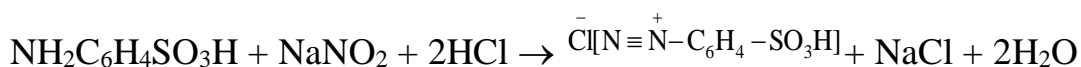
Б) Приготовление стандартного раствора сульфаниловой кислоты

Рассчитайте массу навески сульфаниловой кислоты, необходимой для приготовления 100,0 мл раствора с концентрацией $C(\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}) = 0,1000$ моль/л. $M(\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}) = 173,2$ г/моль.

Навеску взвешивают на аналитических весах, количественно переносят в мерную колбу, добавляют 2 г NaHCO_3 , растворяют в воде, доведя раствор до метки дистиллированной водой и хорошо перемешивают. Рассчитывают молярную концентрацию и титр раствора сульфаниловой кислоты.

В) Стандартизация раствора нитрита натрия

Сульфаниловая кислота реагирует с нитритом натрия в кислой среде с образованием диазосоединения:



Реакция диазотирования проходит медленно, для ускорения в реакционную смесь добавляют KBr .

Ход определения:

1) В колбу для титрования отмерьте пипеткой раствор сульфаниловой кислоты, добавьте 10 мл 2 моль/л раствора HCl , 1 г KBr , 4 капли раствора индикатора тропеолина 00 и 2 капли раствора индикатора метиленового синего. Раствор окрасится в красно-фиолетовый цвет.

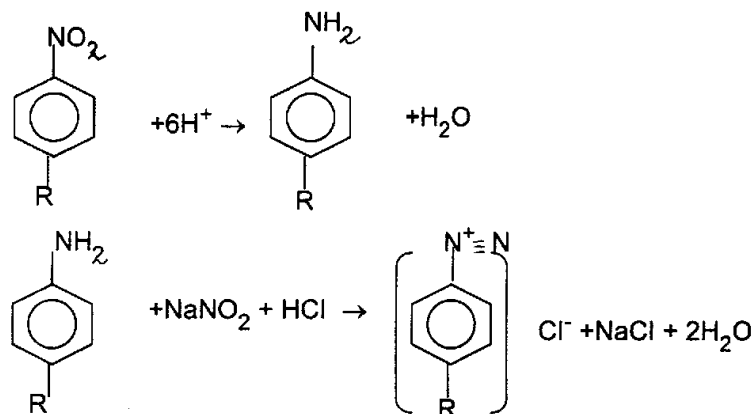
2) Оттитруйте раствор в колбе раствором NaNO_2 до перехода окраски в голубую. Титруйте медленно, в начале титрования примерно по 2 мл в минуту, в конце – 0,05 мл в минуту.

3) Повторите титрование не менее трех раз.

4) Рассчитайте молярную концентрацию и титр раствора NaNO_2 .

Вопрос №2.

В основе нитритометрии лежит реакция диазотирования первичных ароматических аминов. Этим методом определяются производные первичных ароматических аминов: новокаин, анестезин, сульфаниламидные препараты, нитросоединения после восстановления NO_2 -группы до аминопроизводных.



Вопрос №3.

Условия титрования:

- скорость
- должна быть кислая среда
- температурный режим, температура должна быть $18-20^\circ$ в некоторых случаях $3-5^\circ$.

Вопрос №4.

Точку эквивалентности можно определять:

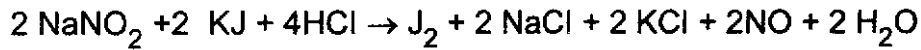
- А) физико-химическими методами (потенциометрическое титрование, титрование «до полного прекращения тока»)
- Б) Индикаторным способом.

В качестве внутренних индикаторов используют:

- тропеолин ОО (4 капли раствора),
- тропеолин ОО в смеси с метиленовым синим (4 капли раствора тропеолина ОО и две капли раствора метиленового синего),
- нейтральный красный (две капли в начале и две капли в конце титрования).

Титрование с тропеолином ОО проводят до перехода окраски от красной к желтой, со смесью тропеолина ОО 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.

В качестве внешних индикаторов используют йодкрахмальную бумагу и титрование ведут до тех пор, пока капля титруемого раствора, взятая через 1 мин после прибавления натрия нитрита раствора $0,1 \text{ M}$, не будет немедленно вызывать синее окрашивание на бумаге.



бумага посинеет, т.к. выделяется йод.

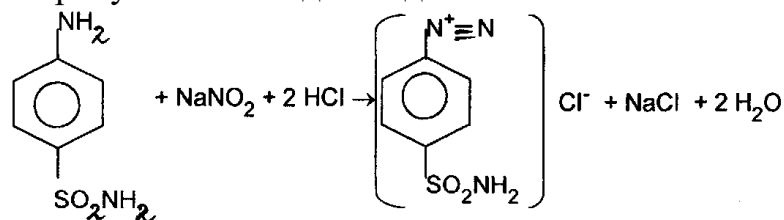
В конусную колбу помещают определяемое вещество и добавляют хлороводородной кислоты и раствор калия бромид (катализатор) и титруем 0,1 М раствором NaNO_2 по каплям медленно, необходимо рассчитать теоритический расход рабочего раствора, т.к. в конце титрования добавляем NaNO_2 со скоростью 1 капля в минуту и титруемую смесь ближе к концу титрования стеклянным капилляром выносим на бумагу и титруем до • посинения йодкрахмальной бумаги.

Вопрос 5.

Пример количественного определения стрептоцида по ГФ XIII.

Около 0,25 г образца лекарственного средства, растворяют в смеси 10 мл воды и 10 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3 %. Прибавляют воду до общего объема 80 мл, 1 г калия бромид (катализатор) и при постоянном перемешивании титруют натрия нитрита раствором 0,1 М. 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 °С, однако в некоторых случаях требуется охлаждение до 0 — 5 °С.



$$T_{\text{NaNO}_2/\text{стреп}} = 0,01722\text{г}$$

Индикатор тропеолин 00 в смеси с метиловым синим.

Содержание стрептоцида не менее 99%

$$\% \text{ стрептоцида} = \frac{T_{\text{NaNO}_2/\text{стреп}} \cdot K_{\text{NaNO}_2} \cdot V_{\text{NaNO}_2} \cdot 100\%}{a}$$

$$\% \text{ стрептоцида} = \frac{0,01722 \cdot K_{\text{NaNO}_2} \cdot V_{\text{NaNO}_2} \cdot 100\%}{0,25}$$

$$V_{\text{NaNO}_2} = \frac{0,25 \cdot \% \text{ стрептоцида}}{0,01722 \cdot K_{\text{NaNO}_2} \cdot 100\%}$$