Учебно-исследовательская работа студента

Количественный химический анализ вещества. Натрия бензоат

Выполнил:

студентка группы 5201 КГМУ

Мамедова С.Н.

Проверил: Буховец А.В.

Казань, 2014

***Содержание***

I. Анализ лекарственного препарата "Натрия бензоат"

II. Количественный анализ препарата "Бензоат натрия" методом прямой ацидиметрии раствором 0,05 н. соляной кислоты

III. Протокол выполнения титриметрического анализа препарата бензоата натрия методом прямой ацидиметрии раствором 0,05 н. соляной кислоты в присутствии эфира

Использованная литература

***I. Анализ лекарственного препарата "Натрия бензоат"***

**1. Русское название лекарственного средства.**

Натрия бензоат

Натрий бензойно-кислый

Натриевая соль бензойной кислоты

Бензоат натрия

**2. Латинское название лекарственного средства.**

Natrii benzoas benzoicum

**3. Химическая формула с указанием молярной массы**

C6H5COONa

**Молярная масса** 144,11



**4. Внешний вид**

Белый кристаллический порошок без запаха или с очень слабым запахом, сладковато-солёного вкуса.

**5. Физические и химические свойства**

**Плотность:** 1,44 г/см3

**Растворимость.**

Легко растворим в воде, трудно растворим в спирте.

**Прозрачность и цветность раствора.**

Раствор 1 г препарата в 10 мл свежепрокипяченной и охлажденной воды должен быть прозрачным и бесцветным.

**Щелочность и кислотность.**

К полученному раствору прибавляют несколько капель раствора фенолфталеина; раствор должен оставаться бесцветным. Розовая окраска должна появляться от прибавления не более 0,75 мл 0,05 н. раствора едкого натра.

**Содержание хлоридов.**

0,15 г препарата растворяют в 14 мл воды, прибавляют 1 мл разведенной азотной кислоты и фильтруют.10 мл фильтрата должны выдерживать испытание на хлориды (не более 0,02% в препарате).

**Содержание сульфатов.**

1,5 г препарата растворяют в 25 мл воды, прибавляют 5 мл разведенной соляной кислоты и фильтруют.10 мл раствора должны выдерживать испытание на сульфаты (не более 0,02% в препарате).

**Содержание тяжёлых металлов.**

10 мл того же фильтрата должны выдерживать испытание на тяжёлые металлы (не более 0,001% в препарате).

**Потеря в весе при высушивании.**

Около 1,5 г препарата (точная навеска) сушат при 100-105 до постоянного веса. Потеря в весе не должна превышать 3%.

**Влажность:** не более 2%.

***Примечание.*** Бензоат натрия для приготовления инъекционных растворов должен дополнительно проходить испытание на железо: раствор 0,4 г препарата в 10 мл воды должен выдерживать испытание на железо (не более 0,0075% в препарате).

**6. Способы получения**

Бензоат натрия получают по реакции взаимодействия бензойной кислоты с раствором гидроксида натрия или карбонатом натрия:

а) с гидроксидом натрия:

натрий бензоат химический анализ



+ NaOH

+ H2O

б) с карбонатом натрия:

2+ Na2CO3  2  + H2O + CO2

**7. Качественный анализ**

Препарат дает характерные реакцию на бензоаты и реакцию Б на натрий.

**Качественная реакция на бензоаты:**

К 2 мл нейтрального раствора бензоата (0,01-0,02 г иона бензоата) прибавляют 0,2 мл раствора хлорида окисного железа; образуется осадок розовато-жёлтого цвета.

6C6H5COONa + 2FeCl3  + 10Н2О (C6H5COO)3Fe·Fe(OH)3·7Н2О + 6NaCl + 3C6H5COOH

**Качественная реакция на ионы натрия:**

а) Сухая реакция. Соль натрия, внесённая в бесцветное пламя, окрашивает его в жёлтый цвет.

б) С цинкуранилацетатом: (выпадает желтый кристаллический осадок)

Na+ +Zn [ (UO2) 3 (CH3COO) 8] +CH3COOH + 9H2O = NaZn [ (UO2) 3 (СН3СОО) 9] ∙9Н2О + H+

в) С раствором пикриновой кислоты (выпадает желтый кристаллический осадок)

С6H2 (NO2) 3OH + Na+ → С6H2 (NO2) 3ONa + H+

**Методика определения подлинности согласно Государственной Фармакопее X:**

0,25 г препарата растворяют в 5 мл воды, прибавляют 1 мл азотной кислоты, выделившиеся белые кристаллы отфильтровывают, промывают водой и высушивают в эксикаторе над серной кислотой до достижения постоянного веса. Температура полученной бензойной кислоты равна 120-124,5°C.

**Схема реакции:**

C6H5COONa + HNO3  C6H5COOH + NaNO3

**8. Количественный анализ**

Около 1,5 г препарата (точная навеска) растворяют в 20 мл воды в колбе с притёртой пробкой ёмкостью 250 мл, прибавляют 45 мл эфира, 3-4 капли смешенного индикатора (1 мл раствора метилового оранжевого и 1 мл раствора метиленового синего) и титруют 0,5 н. раствором соляной кислоты до появления сиреневой окраски в водном слое. В конце титрования содержимое колбы хорошо встряхивают.

мл 0,5 н. раствора соляной кислоты соответствует 0,07205 г бензоата натрия, которого в пересчёте на сухое вещество должно быть не менее 99,0%.

**9. Применение**

**. Препарат:** Натрия бензоат

**Фармакологическая группа:** секретолитики и стимуляторы моторной функции дыхательных путей.

Как отхаркивающее средство - самостоятельно (per se) и в составе комбинированных препаратов. При приёме внутрь усиливает секрецию слизистой дыхательных путей.

**2. Препарат:** Кофеин-бензоат натрия

**Фармакологическая группа:** стимуляторы дыхания, психостимуляторы

Заболевания, сопровождающиеся угнетением ЦНС, функций сердечно-сосудистой и дыхательной систем (в т. ч. отравление наркотическими средствами, инфекционные заболевания), спазмы сосудов головного мозга (в т. ч. мигрень), снижение умственной и физической работоспособности, сонливость, энурез у детей, нарушения дыхания (периодическое дыхание, идиопатическое апноэ) у новорожденных (в т. ч. недоношенных).

**10. Условия хранения**

В хорошо укупоренной таре, в сухом, защищенном от света месте.

# ***II. Количественный анализ препарата "Бензоат натрия" методом прямой ацидиметрии раствором 0,05 н. соляной кислоты***

**. Сущность метода.**

Выбранный метод проведения количественного анализа препарата бензоата натрия является прямым ацидометрическим титрованием и относится к методам кислотно-основного титрования.

**Кислотно-основное титрование** - титриметрические методы определения концентрации кислот или оснований, основанные на реакции нейтрализации: Н3O+ + ОН− = 2Н2О. Титрование раствором щелочи называется алкалиметрией, а титрование раствором кислоты - ацидиметрией. При количественном определении кислот - алкалиметрия - рабочим раствором является раствор сильной кислоты (обычно НСl или H2SO4). При количественном определении щелочи - ацидиметрия - рабочим раствором является раствор щелочи NaOH или КОН. Приготовить титрованный раствор кислоты исходя из концентрированной кислоты невозможно.

Если титровать раствор любой кислоты раствором щелочи, происходит связывание ионов Н+ кислоты ионами ОН - и концентрация ионов Н+ постепенно уменьшается, а рН раствора возрастает. При определенном значении рН достигается точка эквивалентности и титрование должно быть закончено. При титровании раствора щелочи раствором кислоты связываются ионы ОН-, концентрация их в растворе уменьшается, а концентрация ионов Н+ увеличивается и рН раствора уменьшается. Однако величина рН в точке эквивалентности не во всех случаях имеет одно и то же значение, она зависит от природы реагирующей кислоты и основания.

**2. Титрант, стандартизация титранта.**

В выбранной методике титрования титрантом является 0,05 н. раствор HCl.

Титрант по точной навеске приготовить нельзя, т.к. соляная кислота летуча. Готовят раствор примерно нужной концентрации и проводят стандартизацию по установочным веществам: тетраборату натрия (буре) - Na2B4O7·10H2O, безводному карбонату натрия - Na2CO3 и др.

**Приготовление раствора титранта примерно нужной концентрации:**

а) рассчитывают массу вещества для приготовления раствора,

б) отвешивают вещество на аналитических весах,

в) отвешенное вещество растворяют в мерной колбе,

г) рассчитывают точную концентрацию раствора,

д) рассчитывают поправочный коэффициент.

**Приготовление раствора установочного вещества:**

Раствор установочного вещества готовится аналогично приготовлению раствора титранта по точной навеске.

**Требования, предъявляемые к установочным веществам:**

а) состав вещества должен соответствовать формуле,

б) вещество должно быть чистым,

в) вещество должно быть хорошо растворимым в воде,

г) вещество должно быть устойчивым при хранении как в чистом виде, так и в растворе,

д) установочное вещество должно реагировать с титрантом быстро и в стереохимических количествах (согласно уравнению реакции).

е) в растворе не должно протекать побочных реакций,

ж) установочное вещество должно иметь большую величину молярной массы эквивалента (меньше ошибка взвешивания),

з) должна иметься возможность выбора индикатора.

и) стандартизация - процесс нахождения точной концентрации раствора.

Точность, с которой известна концентрация стандартизированного титранта, ограничивает точность метода в целом, поэтому приготовлению стандартных растворов уделяется особое внимание. Концентрацию стандартных растворов определяют либо прямо (если само вещество является первичным стандартом), либо косвенно, если вещество не удовлетворяет требованиям, предъявляемым к первичным стандартам. В первом случае берут тщательно взвешенное количество вещества и разбавляют до точно известного объема. Во втором случае раствор, содержащий тщательно взвешенное количество вещества, титруют раствором первичного стандарта. Вещества, которые могут рассматриваться, как хорошие первичные стандарты, должны обладать рядом важных свойств: иметь высокую степень чистоты, быть устойчивыми к атмосферным воздействиям, иметь низкую гигроскопичность и низкую склонность к выветриванию, быть легкодоступными, иметь достаточно высокую эквивалентную массу. Лишь немногие вещества удовлетворяют этим требованиям, поэтому число первичных стандартов весьма ограничено.

*Первичный стандарт* - стандартизация по точной навеске

*Вторичный стандарт* - стандартизация по установочному веществу (раствору установочного вещества).

**Так как соляная кислота летуча, стандартный раствор её можно приготовить только путём стандартизации по установочному веществу.**

**) Приготовление первичного стандарта - раствора карбоната натрия.**

Рассчитывают величину навески Na2CO3, необходимую для приготовления 100 см3 0,1 М раствора, учитывая, что молярная масса эквивалента карбоната натрия в реакции с соляной кислотой равна 53 г/моль:

m (Na2CO3) = C (1/2Na2CO3) ∙ V (Na2CO3) ∙M (1/2Na2CO3) = 0,1моль/дм3 ∙ 0,1 дм3 ∙53 г/моль = 0,53 г.

Следовательно, для приготовления 100 см3 0,1М (1/2 Na2CO3) раствора Na2СО3 требуется 0,53 г. На часовом стекле берут навеску карбоната натрия. Отвесить точно вычисленную массу трудно, поэтому на технических весах взвешивают необходимое количество соли, а затем определяют массу навески на аналитических весах с точностью до 0,0002 г.

В чистую мерную колбу на 100 см3 помещают сухую воронку и переносят навеску карбоната натрия, тщательно обмывая часовое стекло и воронку небольшим количеством дистиллированной воды из промывалки. Объем воды в колбе не должен быть больше 2/3. Перемешивают содержимое колбы до полного растворения соли. Доливают в колбу дистиллированную воду до метки. Прибавление воды заканчивают с помощью пипетки, добавляя воду по каплям, держа колбу так, чтобы метка находилась на уровне глаз. Приготовив раствор, тщательно перемешивают его, закрыв колбу пробкой. Рассчитывают концентрацию и титр приготовленного раствора карбоната натрия по формулам:



**) Приготовление 200 см3 примерно 0,05 М раствора соляной кислоты.**

Раствор соляной кислоты заданной концентрации готовят из более концентрированного раствора методом разбавления. Рассчитывают количество безводной кислоты, необходимой для приготовления 200 см3 раствора, содержащего 0,05 моль НСl в 1 дм3. Для дальнейших вычислений измеряют плотность концентрированного раствора кислоты с помощью ареометра. Раствор соляной кислоты наливают в сухой цилиндр и

погружают в него ареометр. Отсчет по шкале ареометра проводят по нижнему мениску сверху вниз с точностью 0,001 г/см3. По таблице находят процентную концентрацию кислоты и вычисляют объем раствора, в котором содержится необходимое количество соляной кислоты. В мензурку объемом 250-300 см3наливают ~ 150 см3 дистиллированной воды. Цилиндром отмеряют рассчитанный объем исходного раствора НСl, приливают в мензурку с водой и доливают до нужного объема, соответствующего 200 см3. Приготовленный раствор тщательно перемешивают. Раствор соляной кислоты готов для стандартизации.

**3) Стандартизация раствора соляной кислоты примерно нужной концентрации по карбонату натрия.**

Стандартизацию раствора соляной кислоты проводят с помощью первичного стандарта карбоната натрия, приготовленного по точной навеске. При титровании используют индикатор метиловый оранжевый.

Тщательно вымытую бюретку дважды ополаскивают небольшими порциями приготовленного раствора соляной кислоты. Используя воронку, заполняют бюретку кислотой так, чтобы нижний край мениска жидкости был несколько выше нулевого деления. Затем заполняют раствором кислоты носик бюретки, вытеснив из соединительного шланга пузырьки воздуха. Убрав воронку, выпускают кислоту из бюретки таким образом, чтобы нижний край мениска находился на уровне нулевого деления шкалы бюретки.

Чистую пипетку емкостью 10,00 см3 ополаскивают раствором карбоната натрия. В колбу для титрования отбирают пипеткой 10,00 см3 раствора Na2CO3 и прибавляют 1-2 капли индикатора метилового оранжевого. В другой конической колбе готовят раствор "свидетеля”.

**3. Условия проведения титрования.**

Государственная Фармакопея X рекомендует проводить титрование препарата бензоата натрия в присутствии эфира.

**4. Определение конечной точки титрования.**

Конечную точку титрования определяют визуально по изменению цвета индикатора, присутствующего в титруемом растворе.

В выбранной методике при достижении точки эквивалентности цвет смешанного индикатора (1 мл метилового оранжевого + 1 мл метиленового синего) меняет цвет с зелёного на сиреневый.

**5. Применение.**

**Анализ препарата "Натрия бензоат".**

**Методика:** около 1,6 г препарата (точная навеска) переносят в мерную колбу на 25 мл, растворяют в свежепрокипяченной и охлажденной воде, доводят до метки. Мерной пипеткой берут на титрование 10 мл полученного раствора, прибавляют 18 мл эфира, 2 капли смешанного индикатора (1 мл раствора метилового оранжевого и 1 мл раствора метиленового синего) и титруют 0,5 н раствором соляной кислоты до появления сиреневой окраски в водном слое. В конце титрования содержимое колбы хорошо встряхивают. Содержание в препарате должно быть не менее 99,9% в пересчете на сухое вещество (потеря в весе при высушивании - 2,5%).

М (C7H5NaO2) = 144,11

# ***III. Протокол выполнения титриметрического анализа препарата бензоата натрия методом прямой ацидиметрии раствором 0,05 н. соляной кислоты в присутствии эфира***

**Точная масса навески порошка бензоата натрия:** m= 1,6003 г

**Схема реакции:**



М (C7H5NaO2) = 144,11, f экв. =1

М экв. (C7H5NaO2) = 144,11

**Объем затраченного титранта:**

V1 = 7,82 мл

V2 = 7,80 мл

V3 = 7,84 мл

Vср. = 7,82 мл

**Титр раствора соляной кислоты по бензоату натрия:**

 = =  = 0,0072

**Расчёт процентного содержания бензоата натрия в препарате:**

ω =  =  = 88,04%

**С учётом потери веса при высушивании:**

88%\*102,5% = 90,24%

**По стандарту массовая доля бензоата натрия в препарате должна колебаться в пределах 99,0% - 103, 0%.**

**Вывод:** по процентному содержанию бензоата натрия анализируемый препарат не соответствует требованиям Государственной Фармакопеи РФ.

# ***Использованная литература***

1. Государственная Фармакопея СССР. - 10-е изд. - М.: Издательство "Медицина", 1968.

2. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия. Аналитика: в 2 книгах. - 2-е изд. - М.: Высшая школа, 2003.

3. Беликов B.Г. Фармацевтическая химия. В 2 ч: Учебн. пособие - М.: МЕДпресс-информ, 2007 - 624 с. <http://www.fptl.ru/biblioteka/pharmocology/belikov\_farmhimiya\_2007.rar>

. Арзамасцев А.П. Фармацевтическая химия: Учеб. пособие - М.: ГЭОТАР-МЕД, 2004 - 640 с. <http://www.fptl.ru/biblioteka/pharmocology/arzamastcev\_farmhimiya\_2004.rar>

. Руководство к лабораторным занятиям по аналитической химии. Качественный анализ. Абдуллина С.Г., Щукин В.А. - Казань, 2007.

. Энциклопедический словарь Брокгауза и Ефрона: В 86 томах (82 т. и 4 доп.). - СПб., 1890-1907.

. Государственная фармакопея Российской Федерации/ Издательство "Научный центр экспертизы средств медицинского применения", 2008. - 704с.: ил.