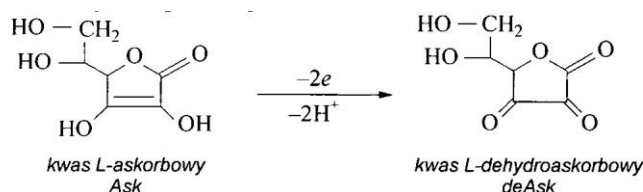


Ćwiczenie 3: Analiza ilościowa substancji czynnych w wybranych preparatach farmaceutycznych.

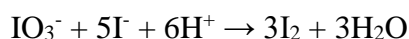
1. Jodometryczne (jodanometryczne) oznaczanie kwasu askorbinowego

Kwas askorbinowy (kwas L-askorbinowy, kwas askorbowy, witamina C, wzór sumaryczny – C₆H₈O₆) to jeden z najważniejszych produktów biotechnologicznych. Jego antyoksydacyjne działanie, usuwanie wolnych rodników, szczególnie we współdziałaniu z witaminą E, ma dla organizmu człowieka duże znaczenie. Spośród związków chemicznych o właściwościach redukujących występujących w owocach cytrusowych, sokach, tylko kwas askorbowy można oznaczać miareczkowo.

W oznaczeniu tym wykorzystuje się właściwości redukujące kwasu askorbinowego. Jodan(V) potasu reaguje w środowisku kwaśnym z kwasem askorbinowym według reakcji:



Badany roztwór zakwasza się kwasem chlorowodorowym do stężenia 1 mol/dm³, dodaje się skrobi i miareczkuje mianowanym roztworem jodanu(V) potasu. Po odmiareczkowaniu kwasu askorbinowego nadmiar jodu reaguje z powstałymi jodkami tworząc jod, który w reakcji ze skrobią daje niebiesko granatowe zabarwienie.



Odczynniki:

- kwas chlorowodorowy, 3,0 mol/dm³
- jodan(V) potasu, 0,00167 mol/dm³
- skrobia, 1% (m/v) - wskaźnik

Wykonanie oznaczenia:

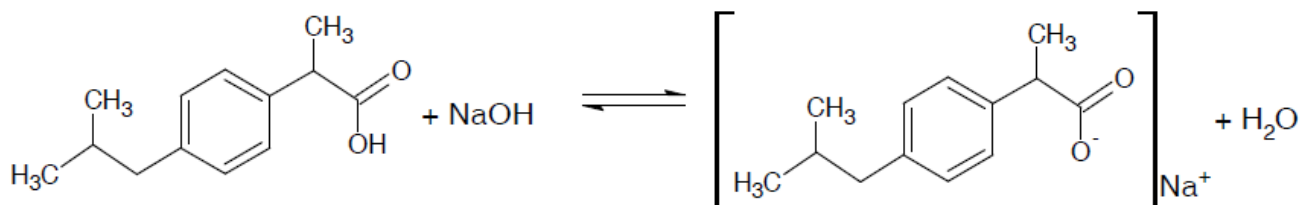
Zważyć na wadze analitycznej 5 tabletek handlowego preparatu witaminy C. Tabletki rozetrzeć bardzo dokładnie w moździerzu do otrzymania jednorodnego proszku. Odważyć z dokładnością do 0,0002 g ok. 1 g proszku. Przenieść próbkę ilościowo do kolby miarowej o pojemności 100 cm³ i uzupełnić wodą do kreski. Starać się jak najlepiej rozpuścić substancję w wodzie. Może pozostać osad lub zawiesina będące wynikiem obecności w tabletkach wypełniaczy nierozpuszczalnych w wodzie. Odmierzyć 5,00 cm³ próbki (lub mniej, w zależności od ilości analitu w otrzymanym do analizy preparacie farmaceutycznym) i wprowadzić do kolby stożkowej. Dodać 10,0 cm³ kwasu chlorowodorowego i 1 cm³ skrobi. Miareczkować roztwór za pomocą roztworu jodanu(V) potasu do powstania granatowo niebieskiego zabarwienia.

2. Alkalimetryczne oznaczanie ibuprofenu.

Ibuprofen to pochodna kwasu propionowego (kwas 2-(4-izobutylofenylo)-propionowy) o działaniu przeciwzapalnym, przeciwbólowym i przeciwgorączkowym. Substancja ta łatwo rozpuszcza się w etanolu i eterze etylowym, praktycznie nie rozpuszcza się w wodzie.

Podstawą oznaczenia ibuprofenu są jego właściwości kwasowe. Ibuprofen jako słaby kwas ulega reakcji z wodorotlenkiem sodu tworząc sól sodową.

W trakcie oznaczania zachodzą następujące reakcje:



1 cm³ 0,1000 mol/dm³ NaOH odpowiada 20,63 mg ibuprofenu

Odczynniki:

- wodorotlenek sodu, 0,1000 mol/dm³
- etanol, 96%
- fenoloftaleina - wskaźnik

Wykonanie oznaczenia:

a) przygotowanie rozpuszczalnika

Do 15,0 cm³ etanolu dodać 3-4 krople fenoloftaleiny i miareczkować mianowanym roztworem NaOH do różowego zabarwienia. Tak przygotowany odczynnik należy użyć do rozpuszczenia substancji badanej.

b) właściwe oznaczenia

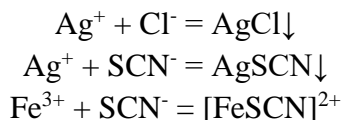
Zważyć na wadze analitycznej 5 tabletek handlowego preparatu zawierającego ibuprofen. Tabletki rozetrzeć bardzo dokładnie w moździerzu do otrzymania jednorodnego proszku. Odważyć z dokładnością do 0,0001 g ok. 0,6 g proszku (zawartość ibuprofenu w preparacie farmaceutycznym ~ 200 mg) lub ok. 0,3 g proszku (zawartość ibuprofenu w preparacie farmaceutycznym ~ 400 mg). Przenieść próbkę ilościowo do kolby stożkowej o pojemności 100 cm³ i rozpuścić w 15,0 cm³ etanolu, zubożonego według przepisu (pkt. a). Próbkę miareczkować mianowanym roztworem NaOH wobec fenoloftaleiny jako wskaźnika do zmiany barwy na różową.

3. Oznaczanie zawartości jonów chlorkowych w soli leczniczej.

W przypadku, gdy nie jest możliwe zubożenie roztworu przed oznaczeniem chlorków (np. w obecności glinu lub innych jonów metali hydrolyzujących), chlorki oznacza się tiocyjanometrycznie w środowisku rozcieńczonego kwasu azotowego(V) wobec jonów Fe(III) (metoda Volharda). Zakwaszenie roztworu zapobiega tworzeniu się Ag₂O i jednocześnie cofa hydrolyzę żelaza(III). W metodzie Volharda, do roztworu zawierającego chlorki dodaje się nadmiar mianowanego roztworu azotanu(V) srebra. W wyniku reakcji praktycznie cały chlorek wytrąci się w postaci AgCl. Pozostały w roztworze nadmiar AgNO₃ odmiareczkuje się mianowanym roztworem NH₄SCN lub KSCN w obecności soli żelaza(III) jako wskaźnika.

Odsączenie osadu chlorku srebra w trakcie wykonywania analizy jest kłopotliwe, dlatego też stosuje się dodawanie do oznaczanej próbki rozpuszczalnika organicznego (np. chloroformu), nie mieszającego się z wodą i cięższego od niej. Po intensywnym wymieszaniu próbki z chloroformem, rozpuszczalnik koaguluje i pokrywa cienką błoną osad chlorku srebra, separując go od wodnej fazy próbki. Nadmiar azotan(V) srebra pozostaje w fazie wodnej i może być on bez popełniania błędów odmiareczkowany mianowanym roztworem tiocyjanianu amonu lub potasu.

W trakcie oznaczania zachodzą następujące reakcje:



Odczynniki:

- azotan(V) srebra, 0,1000 mol/dm³
- tiocyjanian amonu (rodanek amonu), 0,1000 mol/dm³
- kwas azotowy(V), (1:1)
- chloroform
- siarczan(VI) żelaza(III), 10% (m/v) - wskaźnik

Wykonanie oznaczenia:

Odważyć z dokładnością do 0,0001 g ok. 0,2 badanej soli leczniczej i rozpuścić na gorąco w 50,0 cm³ wody destylowanej, do której należy dodać 5,0 cm³ HNO₃ (1:1). Roztwór ostudzić i przenieść ilościowo do kolby miarowej o pojemności 100 cm³, dopełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Następnie do kolby stożkowej odmierzyć 25,00 cm³ próbki, dodać 20,00 cm³ azotanu(V) srebra i 5,00 cm³ chloroformu i dokładnie wymieszać. Dodać 1 cm³ wskaźnika i nadmiar AgNO₃ odmiareczkować mianowanym roztworem NH₄SCN. Miareczkowanie prowadzić aż do pojawienia się pomarańczowo-czerwonego zabarwienia, nie znikającego mimo silnego wytrząsania w ciągu 1 min.

OPRACOWANIE WYNIKÓW:

1. Opisać postać leku, budowę chemiczną i działanie.
2. Obliczyć zawartość w gramach badanych substancji czynnych w analizowanych preparatach farmaceutycznych.
3. Obliczyć błąd względny i bezwzględny przeprowadzanego oznaczenia odnosząc się do wartości deklarowanej przez producenta.

UWAGA

W obliczeniach należy uwzględnić różnicę pomiędzy całkowitą masą tabletki, a masą odważoną do analizy.

SPRAWOZDANIE

Sprawozdanie powinno zawierać wstęp, dokładny opis wykonania oznaczenia, wyniki, obliczenia i wnioski.

LITERATURA

1. Farmakopea Polska VI, Polskie Towarzystwo Farmaceutyczne, Warszawa 2002.
2. Praca zbiorowa pod red, I. Głuch, M. Balcerzak, Chemia analityczna. Ćwiczenia laboratoryjne. Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, 2007.
3. Praca zbiorowa pod redakcją D. Rajzer, Chemiczne metody analizy ilościowej środków leczniczych. Akademia Medyczna W Gdańsku, 2008.
4. A. Persony, Chemia analityczna. Podstawy klasycznej analizy ilościowej. Wydawnictwo Medyk, Warszawa 2007.