

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧЕРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«БЕЛГОРОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ» (НИУ «БелГУ»)

МЕДИЦИНСКИЙ ИНСТИТУТ

КАФЕДРА ФАРМАЦЕВТИЧЕСКОЙ ХИМИИ И ФАРМАКОГНОЗИИ

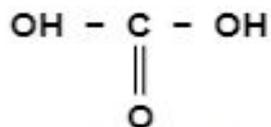
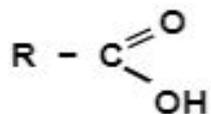
ФАРМАЦЕВТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Лекция 8

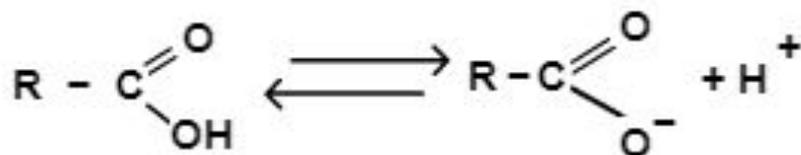
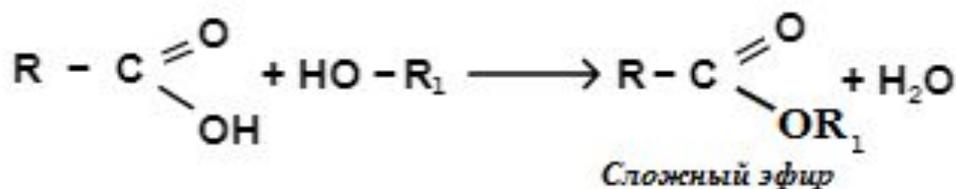
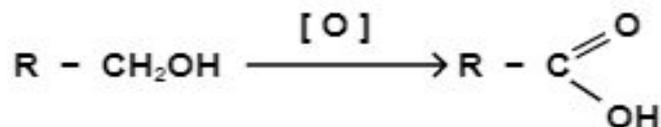
доцент кафедры ФХ и ФГ, к.фарм.н.
Анастасия Юрьевна Малютина

Белгород

АНАЛИЗ КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ И ИХ ПРОИЗВОДНЫХ



угольная кислота



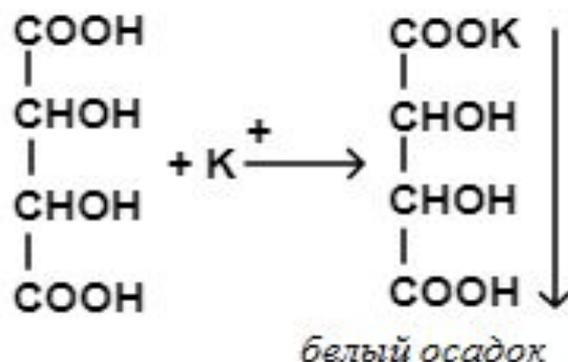
КАЛИЯ АЦЕТАТ

Получение:



Подлинность

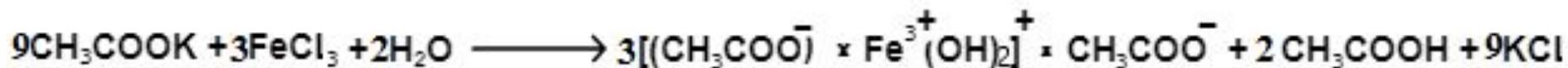
1. С кислотой винной в среде натрия ацетата.



2. Образование сложных эфиров.



3. Комплексообразование с солями тяжелых металлов (FeCl_3).

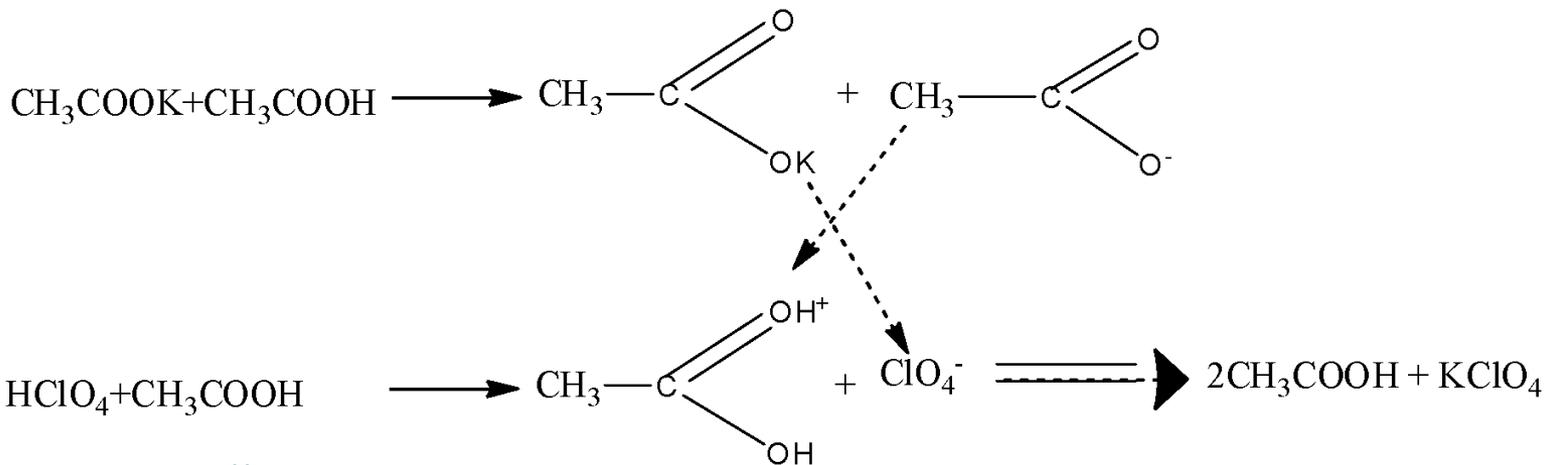


Количественное определение

1. Нейтрализация. Титрант – HCl. Индикатор – тропеолин 00.

2. Гравиметрия по образованию K_2CO_3 .

3. Кислотно-основное титрование в неводных средах. Титрант – $HClO_4$, среда – $CH_3COOH_{\text{лед}}$.



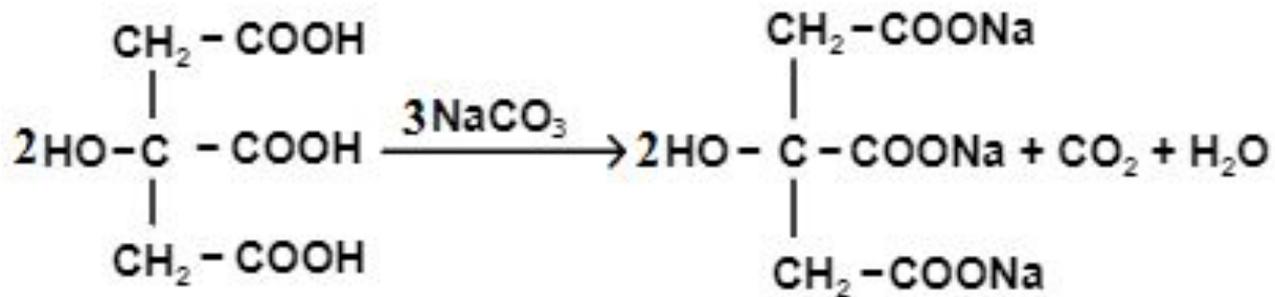
или для лодырей:



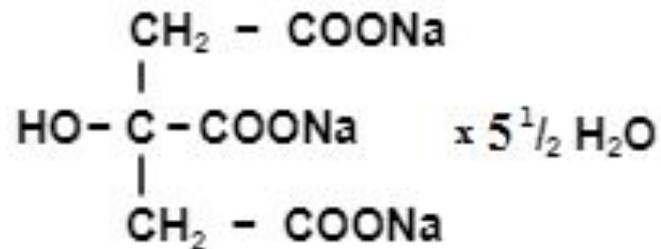
НАТРИЯ ЦИТРАТ

Получение:

Из лимонной кислоты прибавлением избытка Na_2CO_3 .



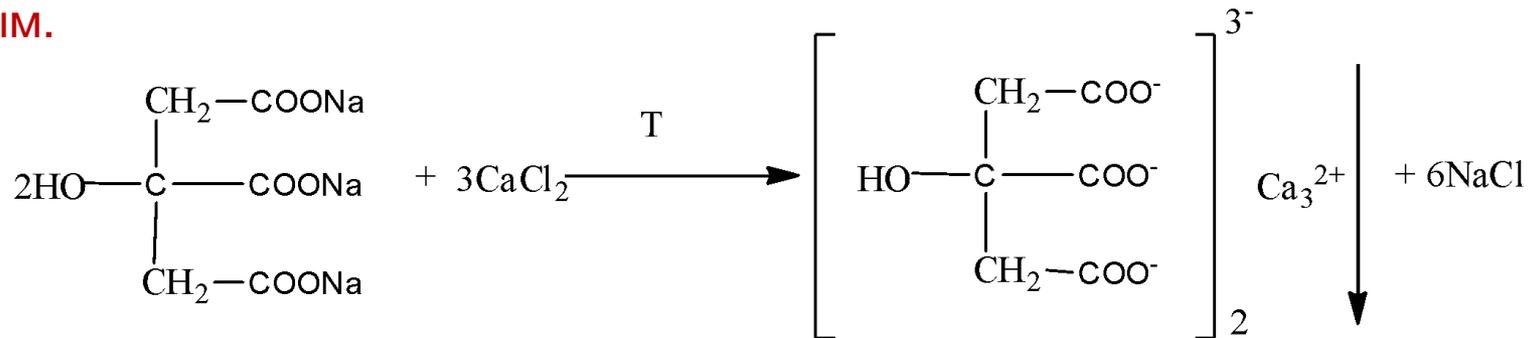
Затем добавляют этанол и наблюдают выпадение белого осадка препарата.



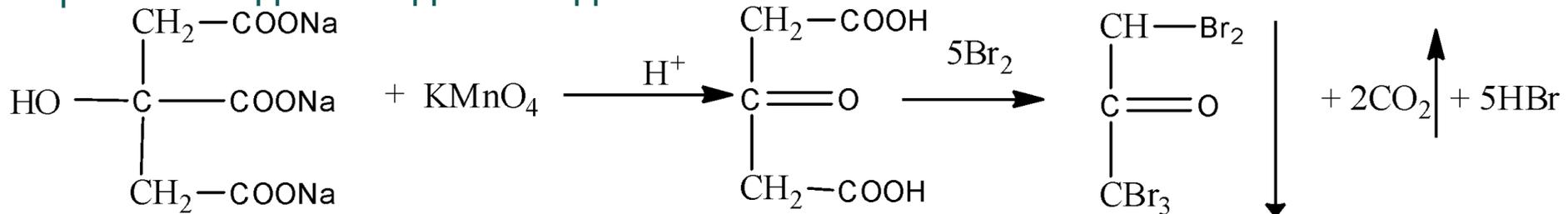
Подлинность

1. Все реакции на Na^+ .

2. С CaCl_2 на холоду. Прозрачный раствор при нагревании становится мутным.



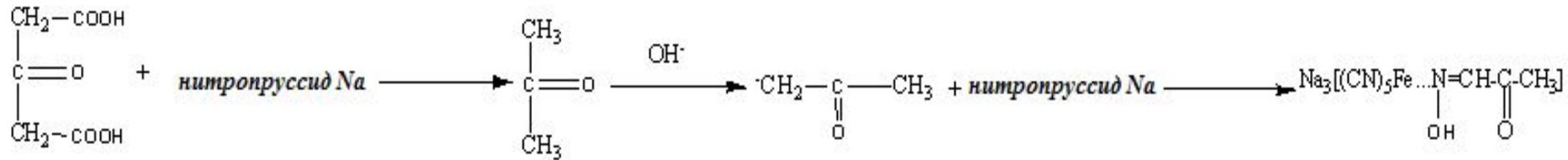
3. Нагревание с окислителем (KMnO_4) приводит к образованию ацетондикарбоновой кислоты. После добавления в реакционную смесь бромной воды выпадает осадок.



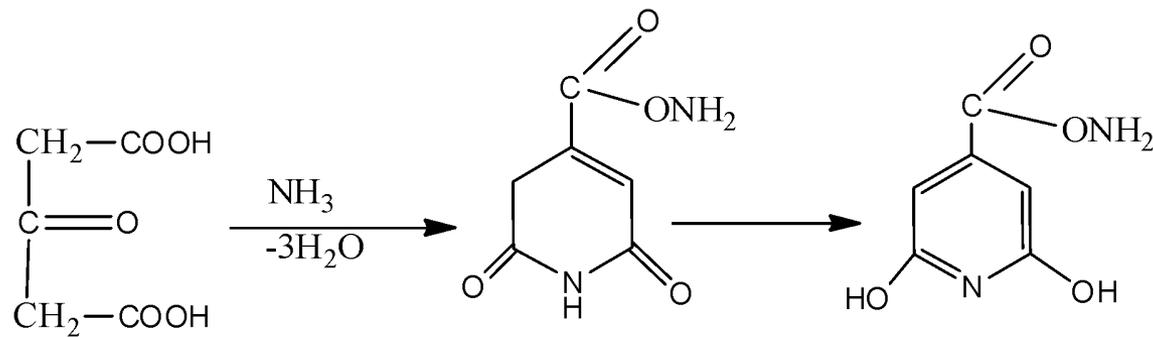
Подлинность

4. Тест Легаля.

С нитропруссидом натрия образуется фиолетовое окрашивание.

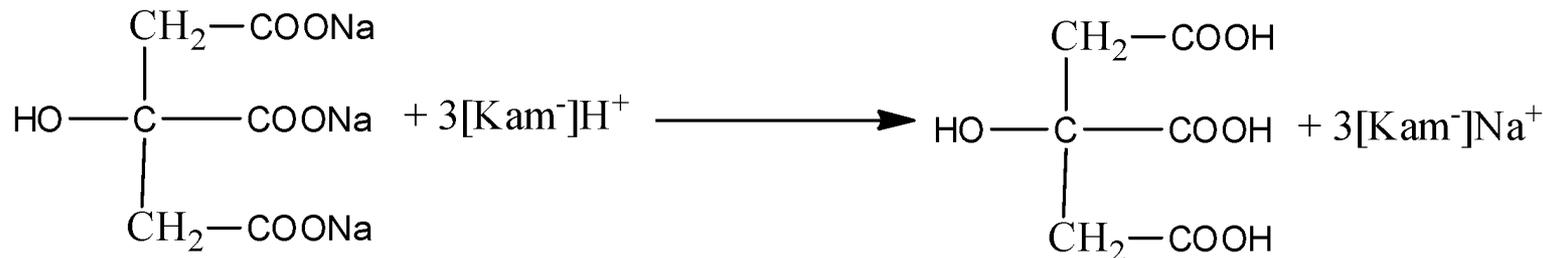


5. Сплавление с мочевиной (источник NH_3). Появляется интенсивная синяя флуоресценция.



Количественное определение

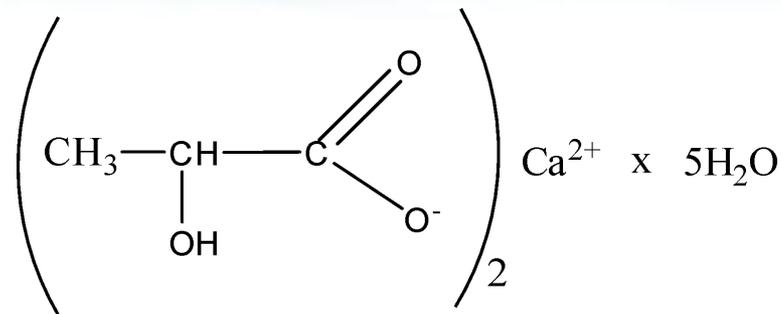
1. Гравиметрия по NaCO_3 после сжигания препарата.
2. Ацидиметрия. Индикатор – метиловый-оранжевый. В присутствии эфира.
3. Ионообменная хроматография с катионитами в Н-форме.



Колонку промывают, и выделяющуюся лимонную кислоту титруют NaOH по фенолфталеину. В ТЭ наблюдают розовое окрашивание. Пересчет ведут на сухое вещество, т.к. препарат содержит 25-28% влаги.

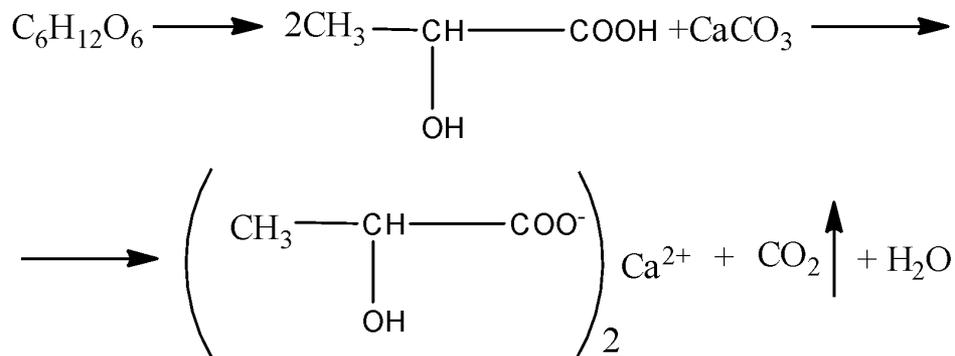
5. Обратная аргентометрия. Избыток AgNO_3 оттитровывают NH_4OH . Индикатор – железо-аммонийные квасцы.
6. Куприметрия. Титрант – CuSO_4 . Индикатор – мурексид.

КАЛЬЦИЯ ЛАКТАТ



Получение:

Из глюкозы и соединений кальция под влиянием молочно-кислых бактерий при $T=35-40\text{ }^\circ\text{C}$. Образуется молочная кислота, которую нейтрализуют кальция карбонатом.

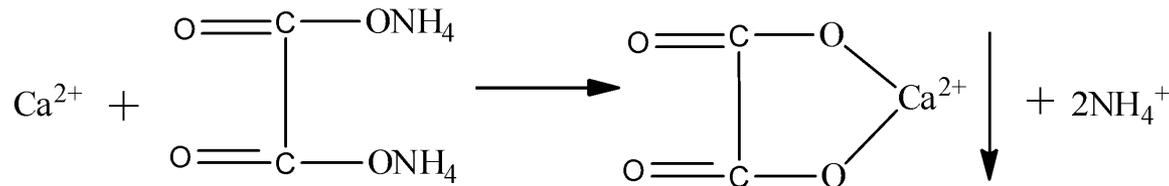


Удаляют CO_2 , охлаждают и наблюдают выпадение осадка препарата.

Подлинность

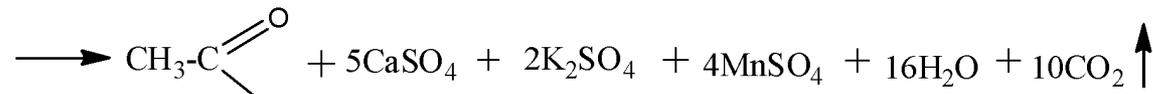
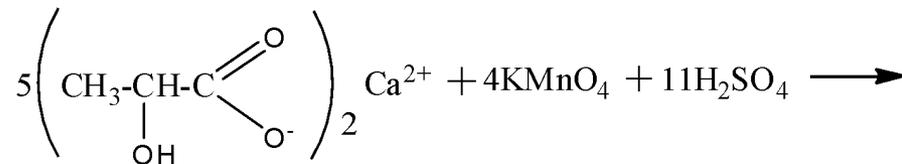
I Ca²⁺:

1. Окрашивание бесцветного пламени горелки в кирпично-красный цвет.
2. С аммония оксалатом – выпадение белого осадка.

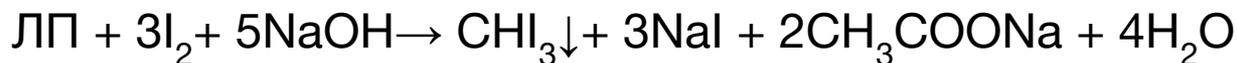


II Лактат-ион:

1. Окисление с KMnO_4 в кислой среде. Появляется запах уксусного альдегида, который, в свою очередь, можно определить по тесту Легаля.

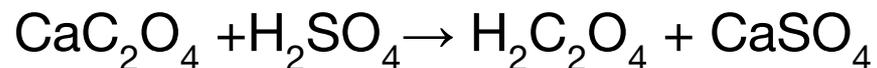


2. Йодоформная проба – желтый осадок и запах йодоформа.

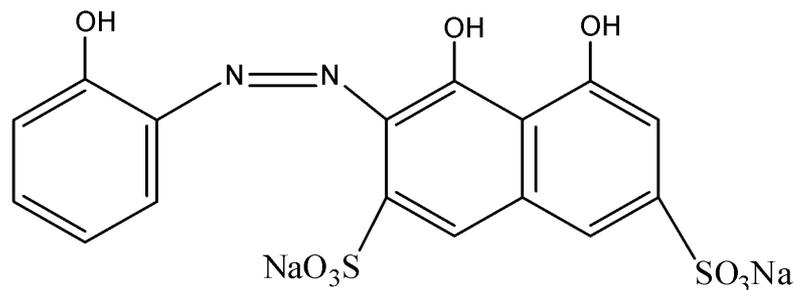


Количественное определение

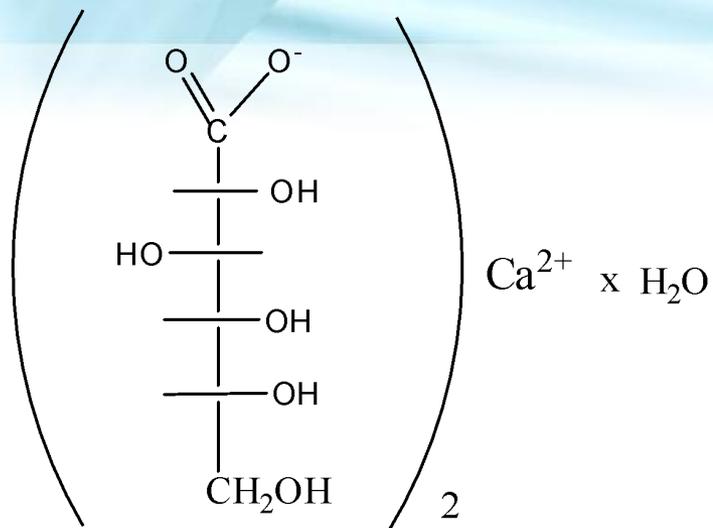
1. Перманганатометрия.



2. Комплексометрия в среде аммиачного буфера.

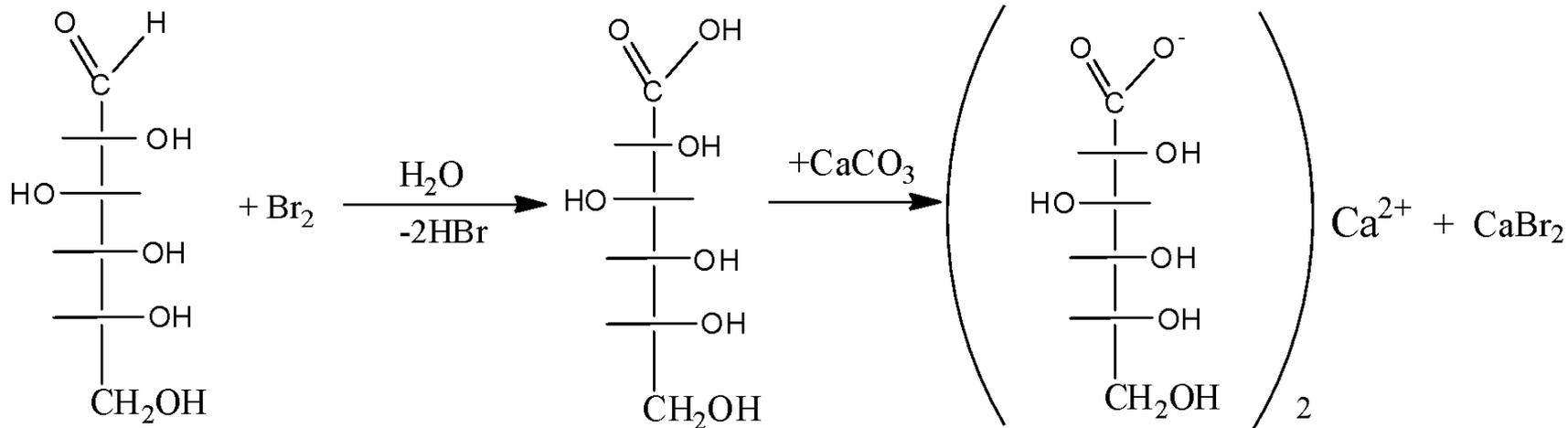


КАЛЬЦИЯ ГЛЮКОНАТ



Получение:

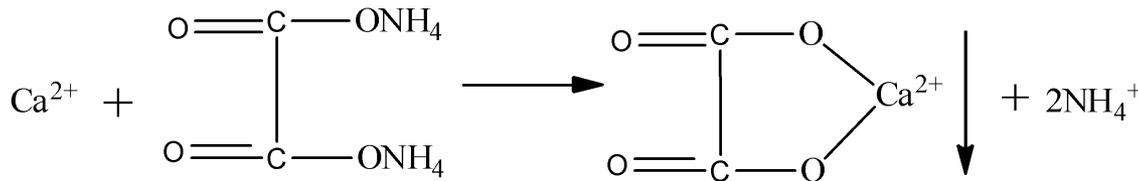
Электро-химический метод: глюкозу окисляют в присутствии бромида и CaCO_3 .



Подлинность

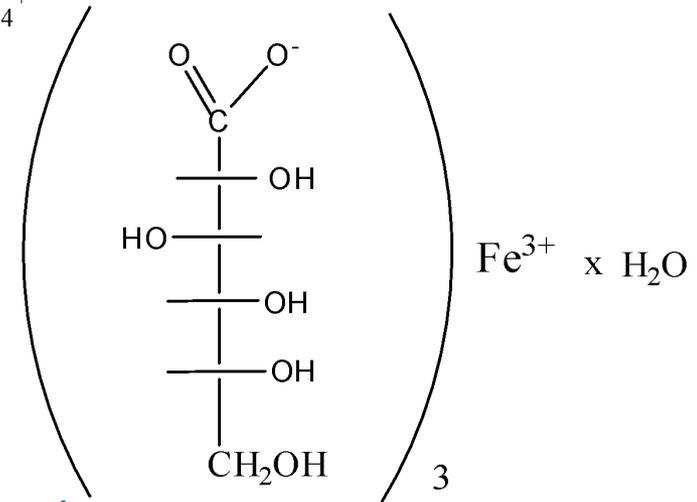
I Ca^{2+} :

1. Окрашивание бесцветного пламени горелки в кирпично-красный цвет.
2. С аммония оксалатом – выпадение белого осадка.



II Глюконат-ион:

1. С FeCl_3 – светло-зеленое окрашивание.

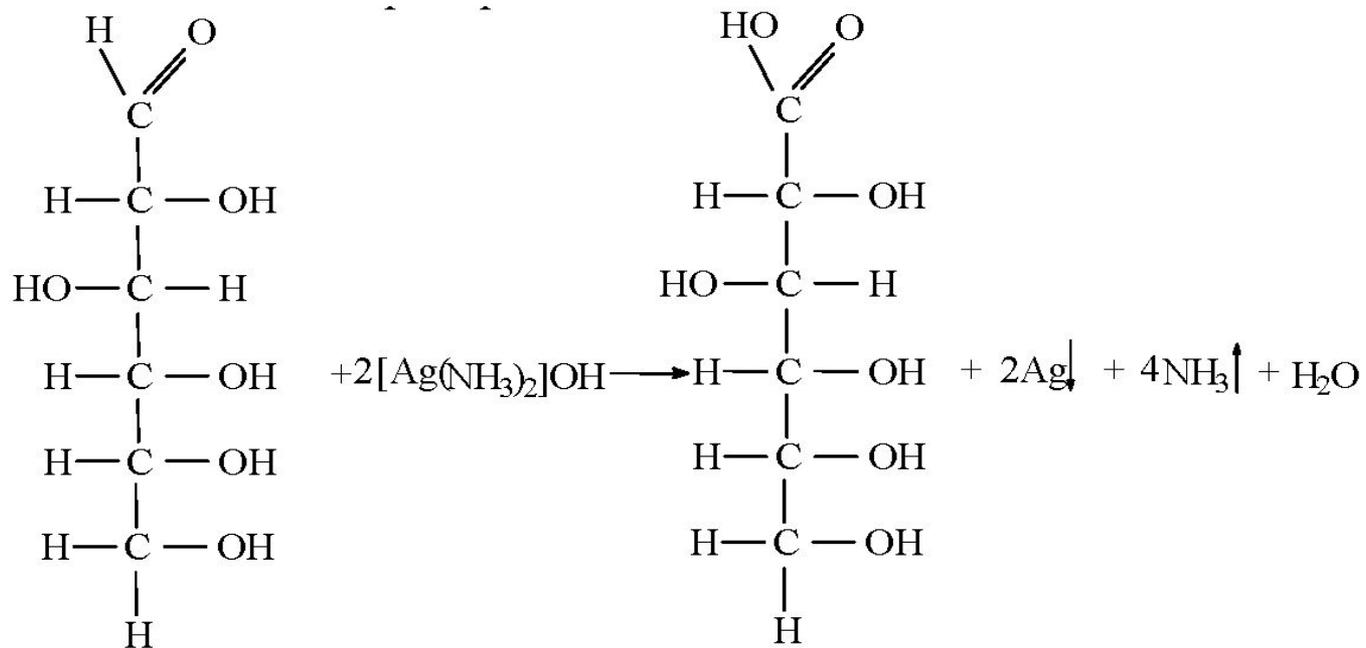


2. С фенилгидразином в среде CH_3COOH – осадок фенилгидразона с определенной $T_{\text{пл}}$.

3. Окисление KMnO_4 – образуется муравьиная кислота, которая при $\text{pH}=7$ восстанавливает Ag из его аммиачного раствора.

Подлинность

4. С реактивом Толленса.

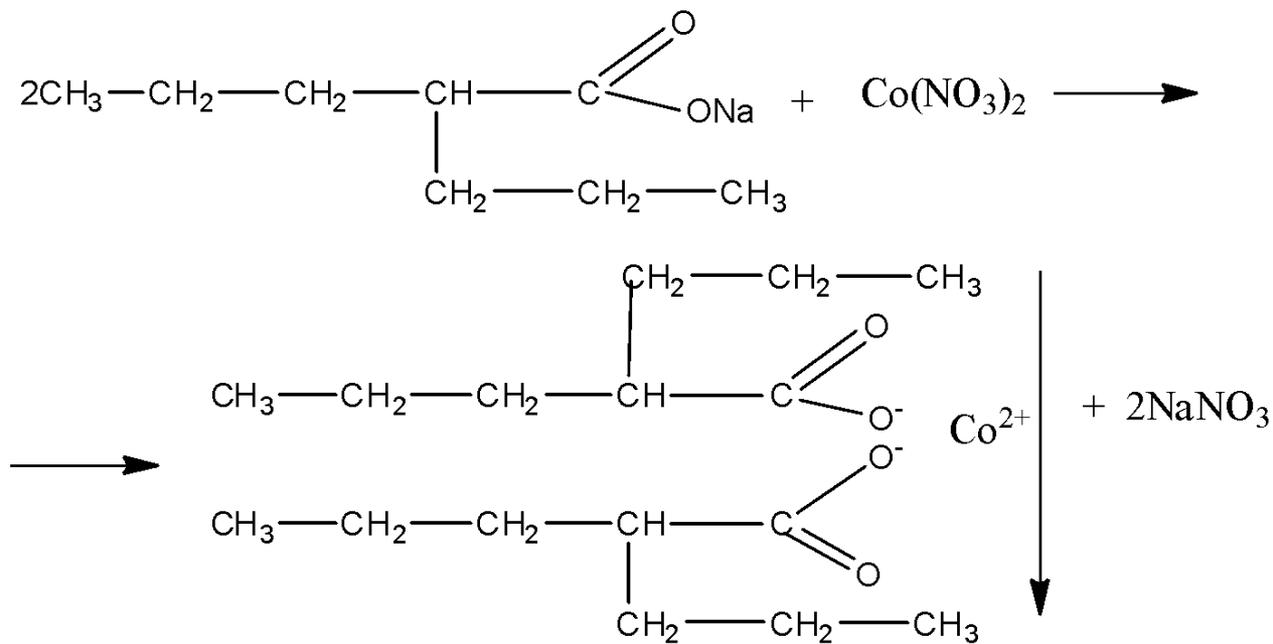


Подлинность

1. ИК-спектрофотометрия.

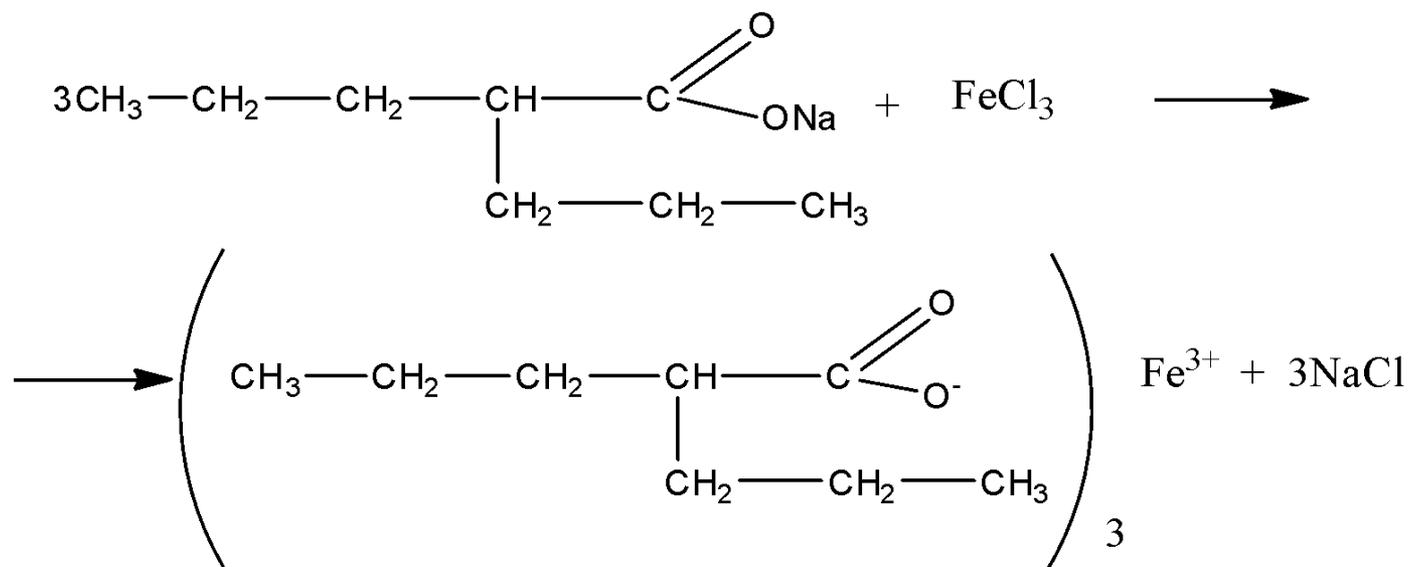
2. ГЖХ.

3. С $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ – пурпурно-фиолетовый осадок.



Подлинность

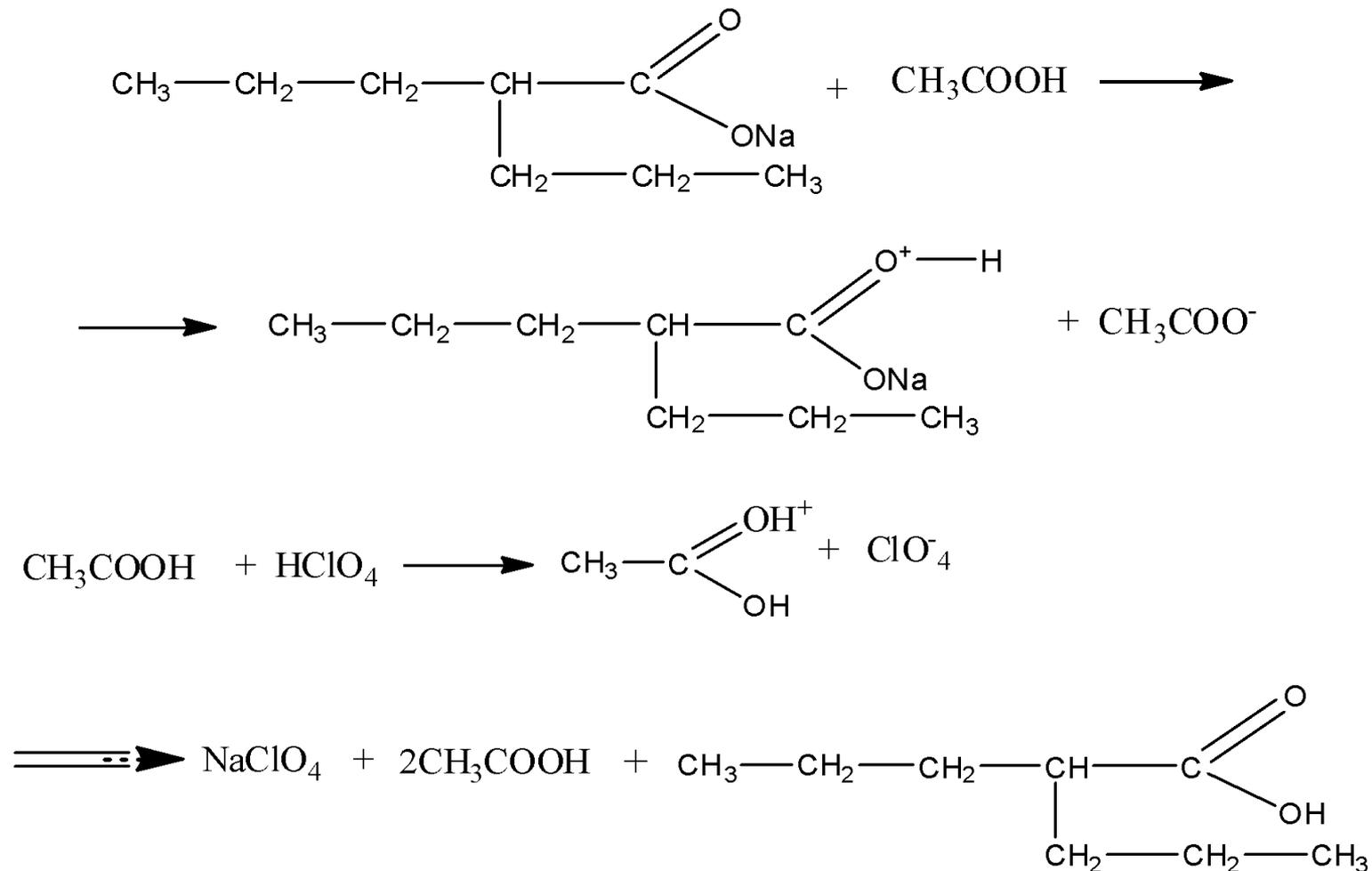
4. С FeCl_3 :



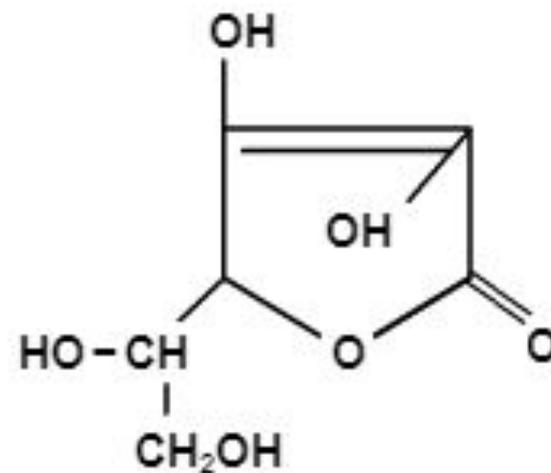
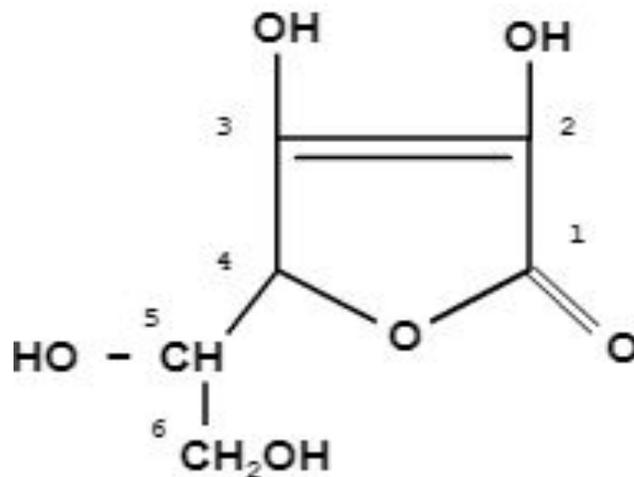
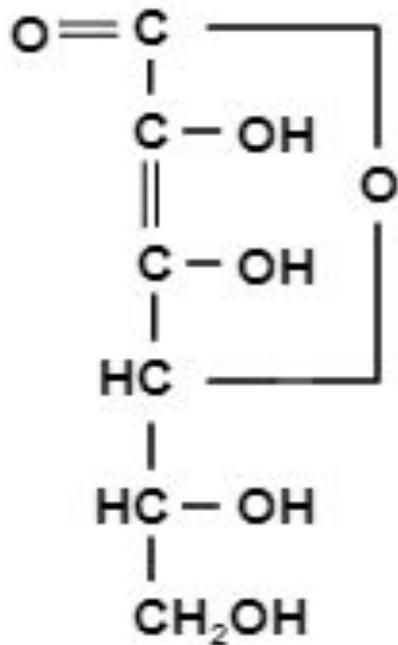
5. Реакции на Na^+ .

Количественное определение

Кисотно-основное титрование в неводных средах.

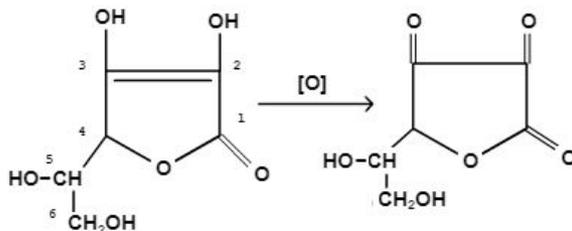


КИСЛОТА АСКОРБИНОВАЯ

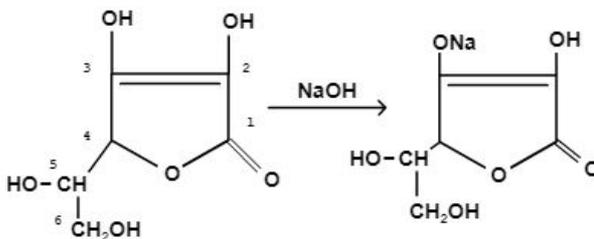


Описание

- ✓ белый кристаллический порошок без запаха и вкуса;
- ✓ имеет Тпл;
- ✓ удельное вращение водного раствора;
- ✓ хорошо растворим в воде и этаноле;
- ✓ не растворим в эфире, бензоле, хлороформе;
- ✓ легко окисляется в водных растворах до дегидроаскорбиновой кислоты;



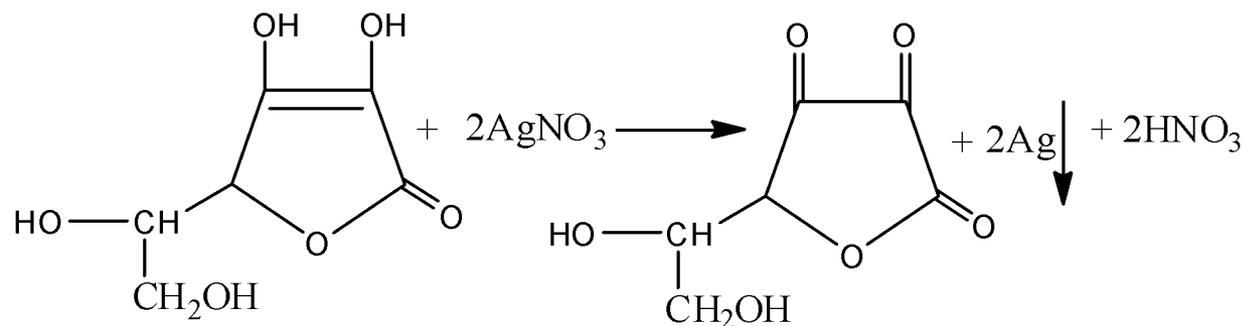
- ✓ с раствором NaOH реагирует, как одноосновная кислота (по 3-ей позиции) без разрыва кольца.



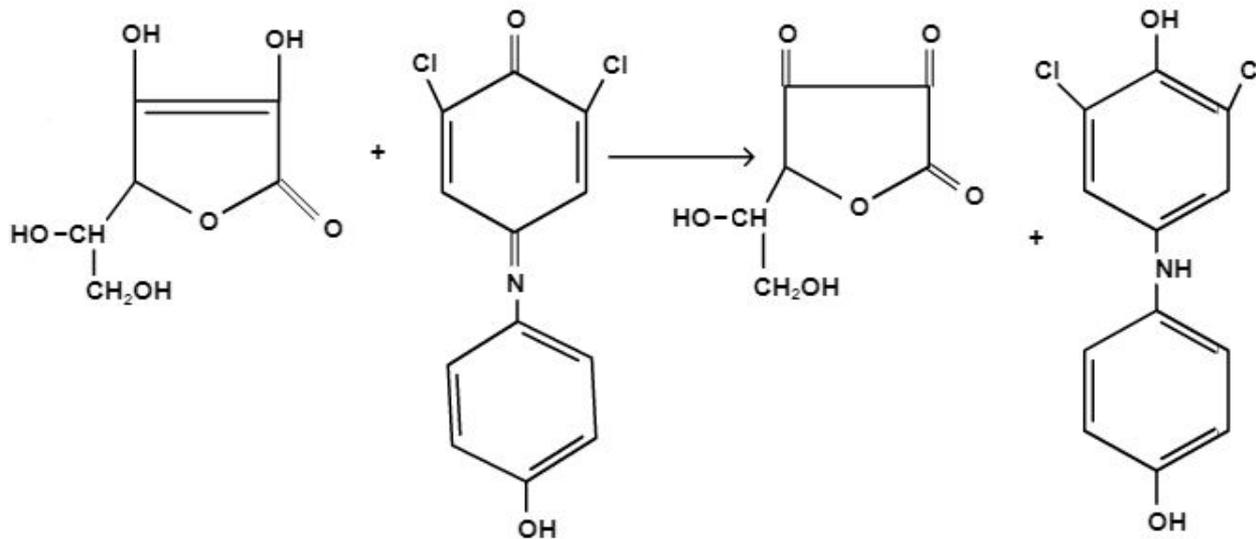
- ✓ Устойчив в кристаллическом виде, а в водных растворах разлагается!

Подлинность

1. С AgNO_3 – осадок серебра.

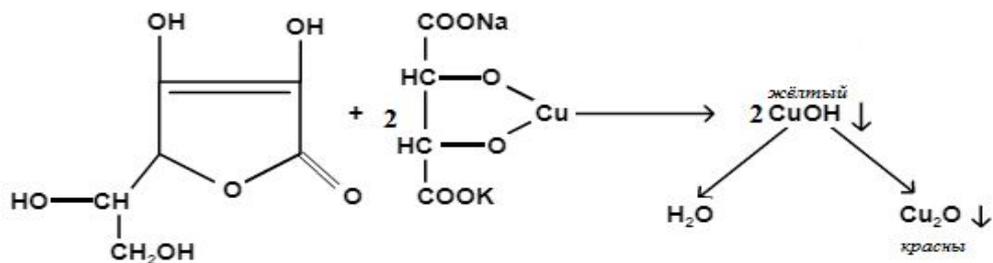


2. Обесцвечивание синего окрашивания 2,6-дихлорфенолиндофенола, т.е. способность восстанавливать красители.

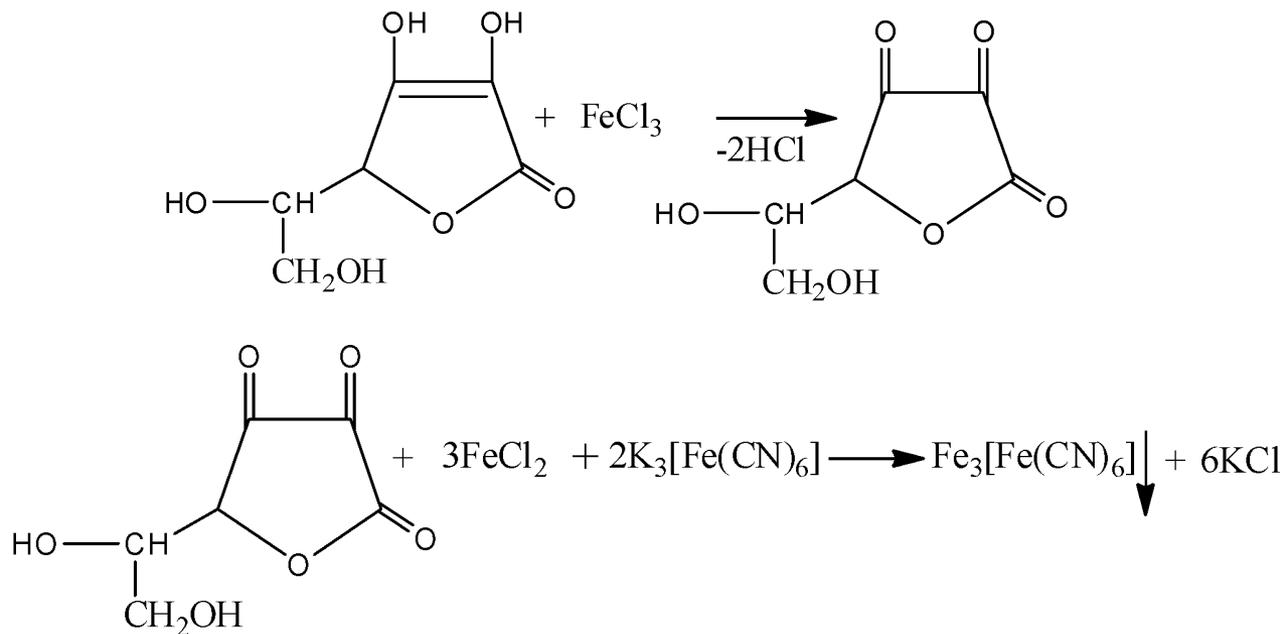


Подлинность

3. С реактивом Фелинга – красный осадок.

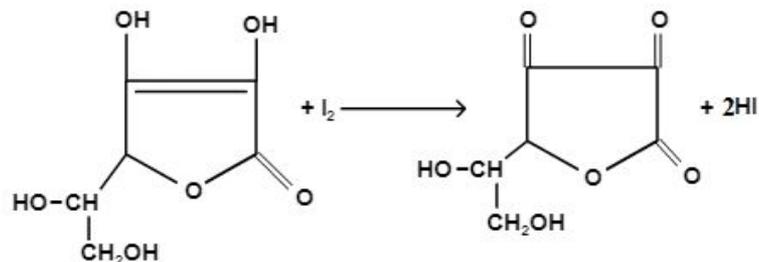


4. Реакция образования с турноулевой сини.

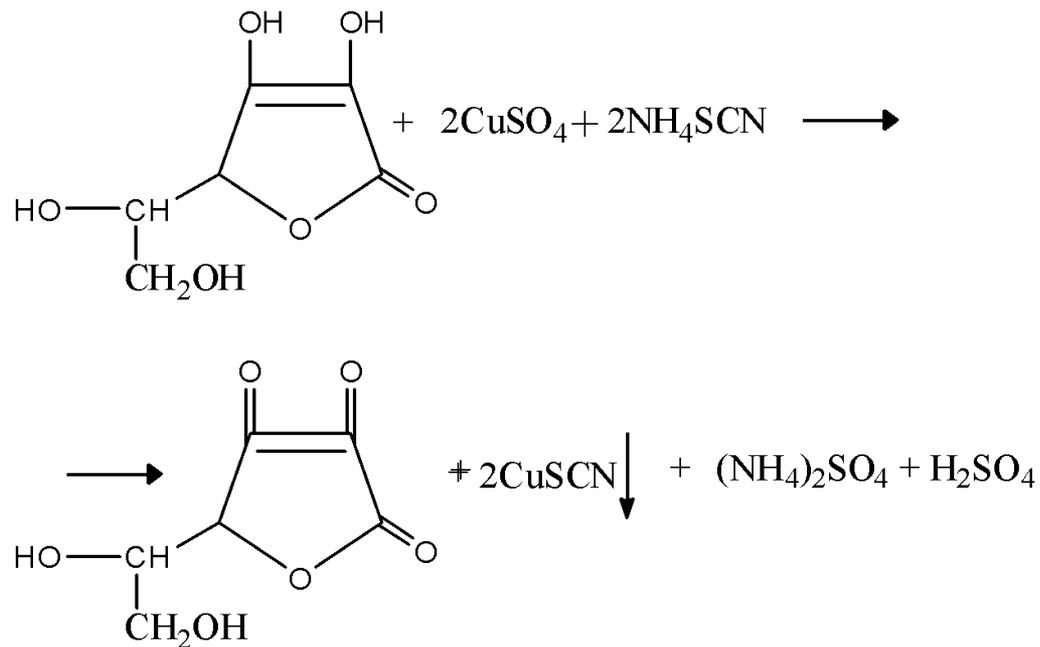


Подлинность

5. Обесцвечивание раствора йода.

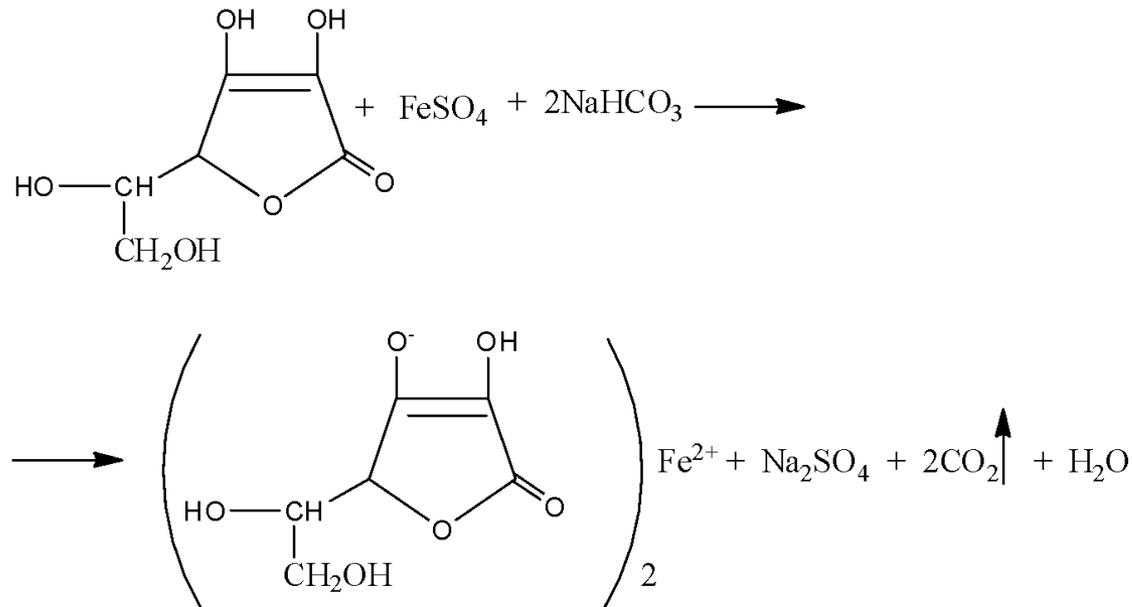


6. С CuSO_4 – белый осадок.

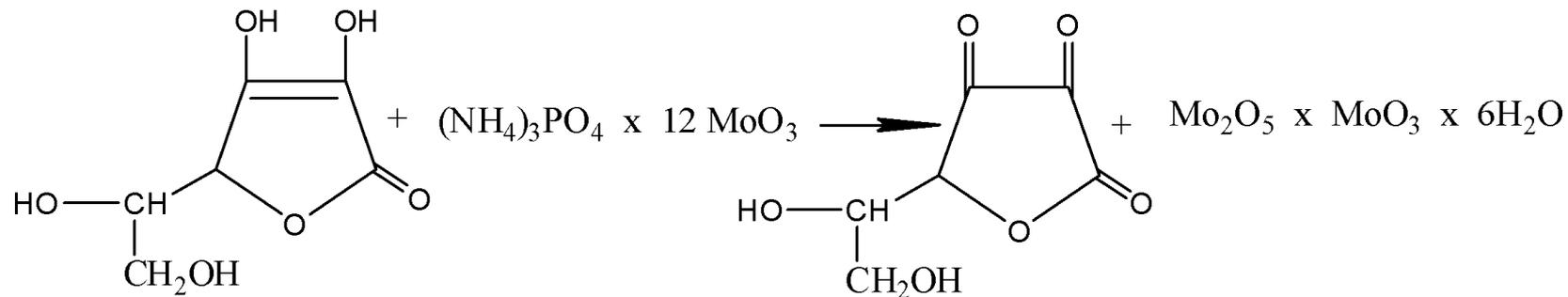


Подлинность

7. С сульфатом закисного железа.

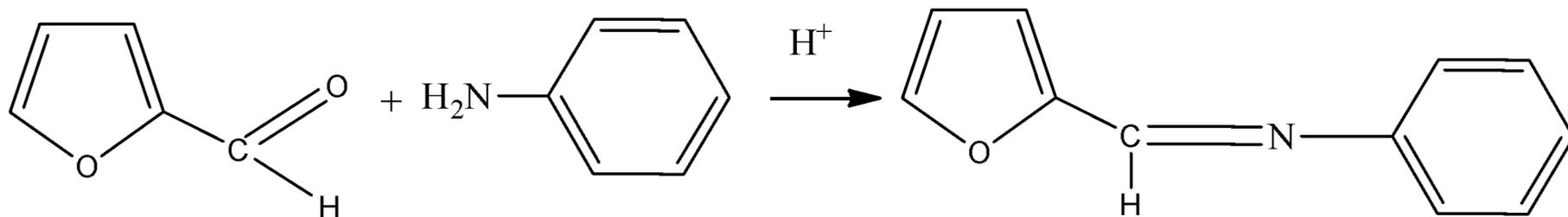
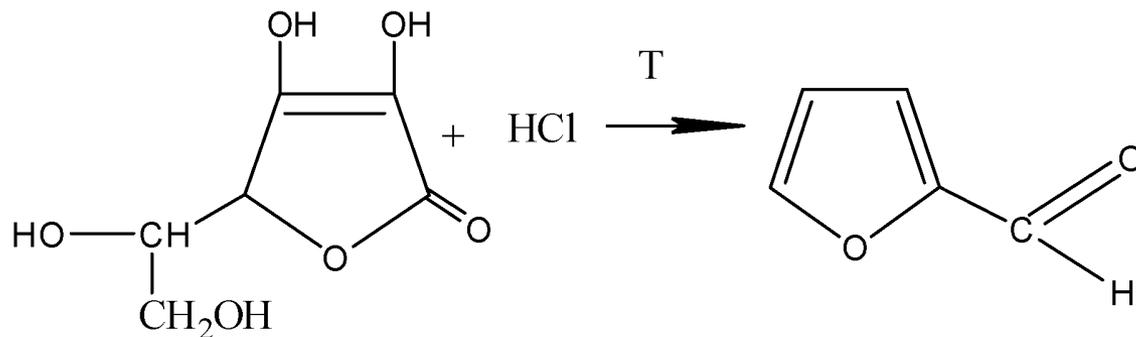


8. С (NH₄)₃PO₄ × 12MoO₃ - синее окрашивание комплекса.



Подлинность

9. Кипячение с HCl с последующим прибавлением ароматического амина.



Количественное определение

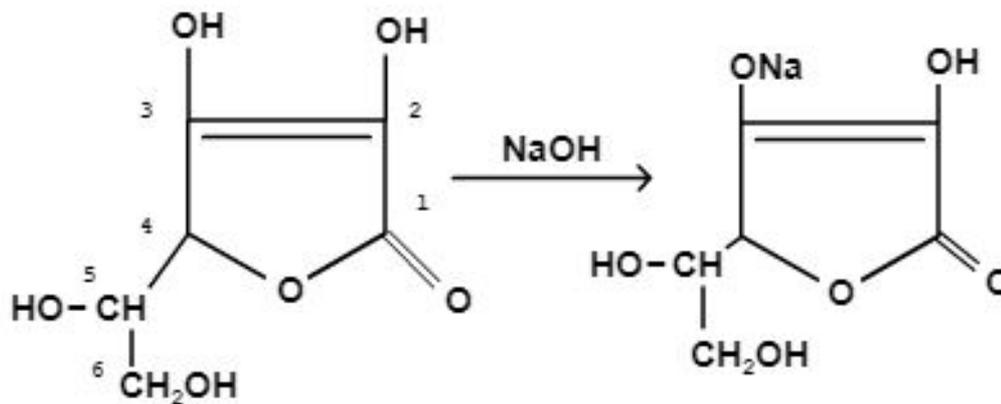
1. Йодатометрия.

В кислой среде прибавляют KI как вспомогательное вещество. Титрант – KIO_3 .
Индикатор – крахмал. В ТЭ – появление синего окрашивания.



2. Алкалиметрия.

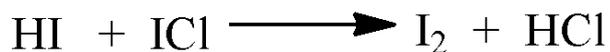
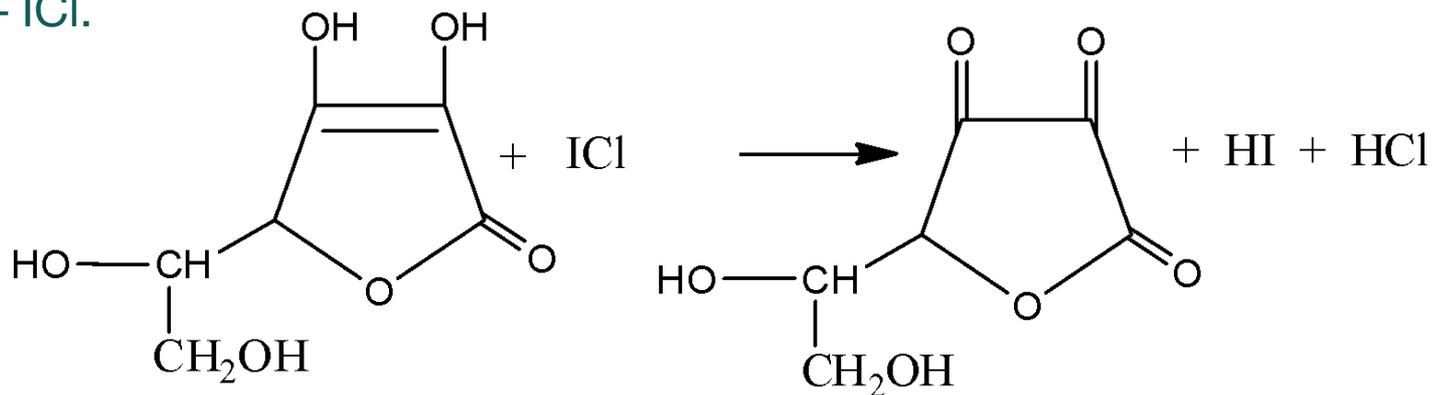
Титрант – NaOH. Образуется натриевая соль в третьей позиции. Индикатор фенолфталеин. В ТЭ – появление розового окрашивания.



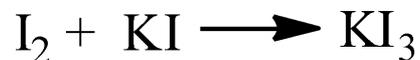
Количественное определение

3. Йодхлорметрия.

Титрант – ICl.



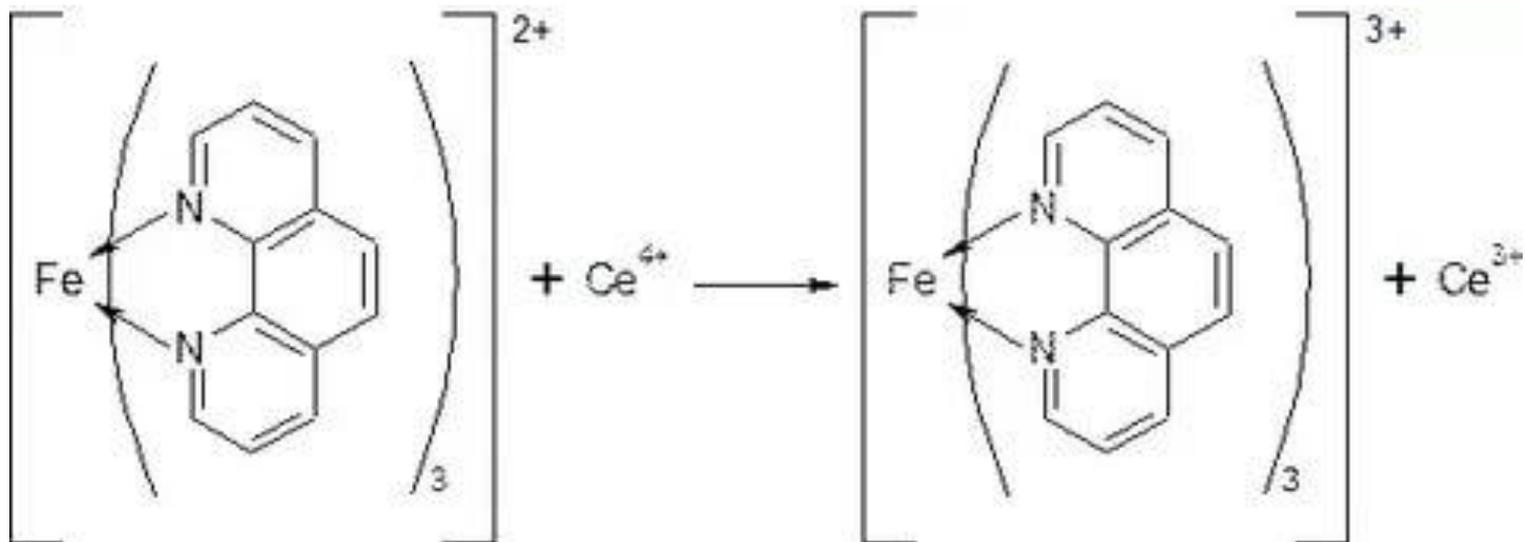
Далее оттитровывают избыток I_2 . Переводят его в растворенную форму. Титрант – $Na_2S_2O_3$. Индикатор – крахмал. В ТЭ – исчезновение синего окрашивания.



Количественное определение

4. Цериметрия.

Титрант – $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$. Индикатор – о-фенантролин.



5. Спектрофотометрия.

