الكيمياء التحليلية الصيدلانية (1)

(التحليل الحجمي)

الجزء العملي

وقل رب زدني علما
جامعة دمشق
Damascus University

منشورات جامعة دمشق
كلية الصيدلة

الكيمياء التحليلية الصيدلانية (1)

(التحليل الحجمي)

الجزء العملي

الدكتور
جمعه الزهوري
أستاذ في قسم الكيمياء التحليلية والغذائية

جامعة دمشق
١٤٤٠ - ١٤٤١ هـ
٢٠١٨ - ٢٠١٩ م

وقل رب زدني علما
جامعة دمشق
Damascus University

المحتوى	
– عوامل الأمان في العمل المخبري	11
– الأدوات المستخدمة بالمعايرات الحجمية	13
الفصل الأول **معايرات الأدوية ذات الصفات الحمضية والأساسية بالوسط المائي**	**19**
1-1 تحضير المحاليل القياسية (العيارية)	21
1-1-1 تحضير محلول معاير ثانوي من حمض كلور الماء 0.1 مول	23
1-1-2 تحضير محلول معاير أولي من حمض كلور الماء 0.1 مول	24
1-1-3 تحضير محلول معاير ثانوي من هيدروكسيد الصوديوم 0.1 مول	26
1-1-4 تحضير محلول معاير أولي من هيدروكسيد الصوديوم 0.1 مول	26
1-2 معايرة الحموض الضعيفة	28
1-2-1 معايرة حمض الخل في الخل	28
1-2-2 معايرة غسول حمض الصفصاف (1.9-2.1%)	30
1-2-3 معايرة أستيل حمض الصفصاف	33
1-2-4 معايرة كلور الأمونيوم في شراب كلور الأمونيوم (9.5- 10.6 %)	35
الفصل الثاني **معايرات الأدوية ذات الصفات الحمضية والأساسية بالوسط اللامائي**	**43**
2-1 تحضير المحاليل	45
2-1-1تحضير محلول حمض فوق كلور الماء 0.1 مول/ل	45
2-1-1-1 تحضير محلول معاير ثانوي من حمض فوق الكلور 0.1 مول	45

2-1-1-2 تحضير محلول معاير أولي من حمض فوق الكلور 0.1 مول	45
2-2 معايرة الأدرينالين	47
2-3 معايرة الفينازون	49
2-4 معايرة الأيفيدرين هيدروكلوريد	51
2-5 معايرة السلفاتيازول	53
الفصل الثالث **معايرة الأدوية حجميا بالترسيب**	**57**
3-1 تحضير المحاليل	59
3-1-1 تحضير محلول نترات الفضة 0.1 مول	59
3-1-1-1 تحضير محلول معاير ثانوي من نترات الفضة 0.1 مول	59
3-1-1-2 تحضير محلول أولي من نترات الفضة 0.1 مول	59
3-1-2 تحضير محلول معاير ثانوي من ثيوسيانات الأمونيوم 0.1 مول	61
3-1-3 تحضير محلول معاير أولي من ثيوسيانات الأمونيوم 0.1 مول	61
3-2 معايرة كلور الأمونيوم بشراب كلور الأمونيوم بطريقة فولهارد .	63
3-3 معايرة كلور الأمونيوم في شراب كلور الأمونيوم بطريقة فاجان .	65
الفصل الرابع **معايرة الأدوية بقياس المعقدات**	**69**
4-1 تحضير محلول معاير أولي من إيديدات الصوديوم 0.1 مول	71
4-2 معايرة غلوكونات الكالسيوم	73
4-3 معايرة اكسيد الزنك	74
4-4 معايرة شوارد الكالسيوم والمغنزيوم (قساوة الماء)	76

5-4 معايرة الرصاص	78
الفصل الخامس **معايرة الأدوية بمقياس الأكسدة والإرجاع (الاختزال)**	**81**
5-1 المعايرات باستخدام برمنغنات البوتاسيوم 0.1 مول	**83**
5-1-1 تحضير محلول معاير أولي من برمنغنات البوتاسيوم 0.1 مول	83
5-1-2 معايرة كبريتات الحديدي	85
5-1-3 معايرة الماء الأكسجيني	87
5-1-4 معايرة لاكتات الكالسيوم	89
5-2 المعايرات باستخدام املاح السيريوم الرباعية	91
5-2-1 معايرة كبريتات الحديدي	**91**
5-2-2 معايرة حمض الأسكوربي في مضغوطات فيتامين C	93
5-2-3 معايرة الأسيتومينوفين (الباراسيتامول)	95
5-3 المعايرات باستخدام ثاني كرومات البوتاسيوم	97
5-3-1 تحضير محلول ثاني كرومات البوتاسيوم 0.1 مول	97
5-3-2 معايرة الغليسيرين	98
5-4 المعايرات باستخدام اليود وتحت كبريتيت الصوديوم	**99**
5-4-1 تحضير محلول معاير أولي من اليود 0.1 مول	99
5-4-2 تحضير محلول معاير أولي من تحت كبريتيت الصوديوم 0.1 مول .	100
5-4-3 معايرة الفينازون	101
5-4-4 معايرة فيتامين C	104
5-4-5 معايرة الغلوكوز	105
5-5 المعايرات باستخدام يودات البوتاسيوم	**107**

5-5-1 معايرة اليود واليود الشاردي في محلول صبغة اليود	107
5-6 المعايرات باستخدام البروم والبرومات	**110**
5-6-1 معايرة الأيزونيازيد	110
5-6-2 معايرة الفينول	112
5-6-3 معايرة الأسبيرين	114
الفصل السادس **معايرة الديأزة**	**117**
6-1 تحضير محلول معاير أولي من نترات الصوديوم 0.1 مول	119
6-2 معايرة السلفاغوانيدين	119
6-3 معايرة الكلورامفنكول	120
6-4 معايرة الباراسيتامول	121
الفصل السابع **المعايرات الزنبقية**	**123**
7-1 معايرة البنسيلامين	125

بسم الله الرحمن الرحيم

مقدمة الكتاب :

بالرغم من التطور الكبير الذي شهدته طرائق تحليل المواد الدوائية من خلال استخدام مختلف الأجهزة الحديثة سواء منها أجهزة الفصل الاستشرابية المختلفة أو الأجهزة الضوئية مروراً بالأجهزة الكهركيميائية، إلا أنه لا يمكننا أبداً الاستغناء عن الطرائق التحليلية التقليدية وبشكل خاص الطرائق الحجمية نظراً لسهولتها ودقتها ولعل شغل هذه الطرائق حيزاً كبيراً من الطرائق المعتمدة في دساتير الأدوية هو خير دليل على ذلك .

من هذا المنطلق نجد أنه من الضرورة بمكان تسليط الضوء على هذه الطرائق وبشكل خاص الطرائق الحجمية، لذا فإننا سوف نتناول في هذا الكتاب مجموعة من المعايرات الحجمية التي تعتمد على الخواص الحمضية أو الأساسية للمواد الدوائية وكذلك الطرائق التي تعتمد على خواصها المؤكسدة أو المرجعة إضافة لطرائق التعقيد مروراً بطرائق التحليل الحجمي بالترسيب وصولاً لمقياس الديأزة والزئبق.

راجين الله تعالى أن نكون قد وفقنا بتحقيق الهدف المرجو من ذلك، علنا نكون قد ساهمنا ولو بجزء يسير بتطوير المسيرة العلمية في كلية الصيدلة بجامعة دمشق .

والله من وراء القصد

المؤلف

دمشق في 15 رجب 1433

الموافق 4 حزيران 2012

وقل رب زدني علما
جامعة دمشق
Damascus University

عوامل الأمان في العمل المخبري

لابد للطالب أن يتخذ بعض الإجراءات الضرورية أثناء العمل المخبري لكي يبقى في مأمن من الأخطار التي يمكن أن تحيط به وكذلك لكي يضمن نتائج جيدة بالعمل ويحافظ على سلامته وسلامة زملاءه ، ولعلنا هنا سنلخص هذه الإجراءات والملاحظات بالنقاط التالية :

1- ارتداء الرداء الأبيض لكونه يقي الطالب من أي مادة كيميائية يمكن أن تلامسه .
2- إبعاد الوجه عن وعاء التفاعل .
3- عدم تذوق المواد الكيميائية
4- عدم استنشاق الأبخرة الكيميائية
5- التقيد بالتجربة المطلوبة
6- سكب الماء على الحموض المركزة نهائياً أثناء التمديد .
7- الامتناع داخل المخبر عن الطعام والشراب .
8- عدم التدخين بالمخبر .
9- عدم تسخين المحلات العضوية مباشرة على النار .
10- لاتستخدم الأيثر حتى تتأكد تماماً من إغلاق كافة مصادر النار بالمخبر.
11- لا تسكب الحموض المركزة باتجاه اللصاقة الموجودة على العبوة.
12- التأكد من اسم المادة الكيميائية قبل استخدامها .
13- استخدام الماء النقي بحالة ملامسة الكيماويات.
14- افتح صنبور الماء لفترة من الزمن عند إلقائك أي مادة كيميائية بالحوض .

15- حافظ على نظافة الأدوات وترتيب العمل .

16- حافظ على الأدوات التي تستخدمها.

17- التأكد من عوامل الأمان بالمخبر وبشكل خاص(الطفايات، الأدواش، ساحبات الهواء ...)

18- عدم إلقاء أوراق الترشيح والمحارم بالحوض دفعاً لعدم انسداد المجاري .

19- حاول أن تترك مكان العمل نظيفا كما استلمته لكي يتمكن زميلك بالفئة التي تليك من القيام بعمله .

20- اغسل يديك بالماء والصابون قبل مغادرتك المخبر .

ملاحظة :

كافة المحلات العضوية (كل مادة سائلة يدخل بتركيبها الفحم) ضارة بصحة الإنسان، ويزداد تأثيرها كلما ازدادت سرعة تبخرها، مما يؤثر على جهاز التنفس عند الإنسان، وهي تؤثر على جهاز الهضم وكذلك على الجلد، ولعل أخطر هذه المحلات هو البنزن الذي يؤثر مباشرة على الجملة العصبية، يليه ثاني كبريت الفحم ثم المحاليل العضوية الكلورية (رباعي كلور الأيتيلين، ثنائي كلور الأيتان، رباعي كلور الفحم، ثلاثي كلور الأيتيلين، ثم المحلات العضوية الحلقية (تتراهيدروفوران والديوكسان) وأخيراً الميثانول .

الأدوات المستخدمة في المعايرات الحجمية
Volumetric analytical tools

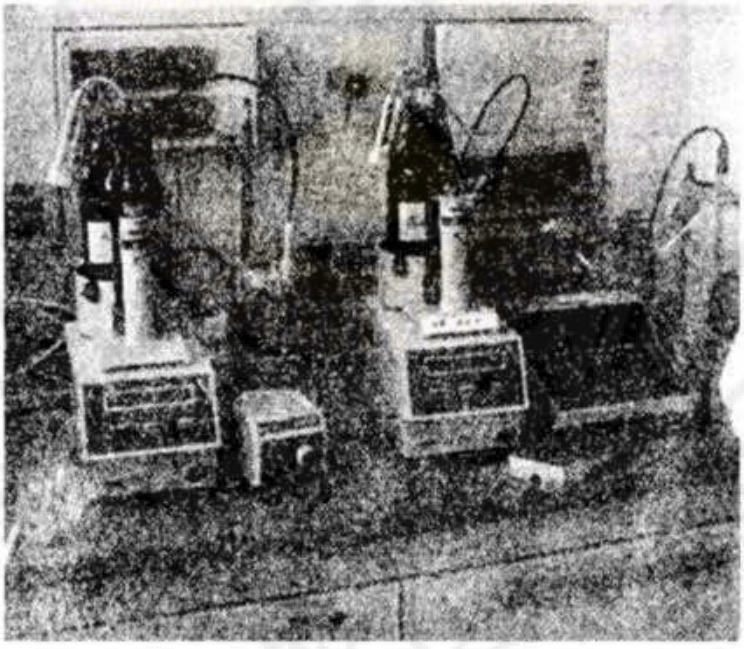
لما كانت مبادىء المعايرات الحجمية كافة تعتمد على قياس الحجوم المصروفة بالدرجة الأولى من المحلول القياسي فهذا يعني أن طريقة قياس الحجوم في هذه المعايرات يجب أن تكون دقيقة جدًا، لأن أي خطأ في قياس الحجوم سينعكس سلباً على النتيجة النهائية .

من هذا المنطلق لابد لنا من التذكير بأن استخدام أدوات زجاجية مناسبة ودقيقة الحجم يُعد أمرًا مهمًا، ويُفضل دائمًا استخدام أدوات زجاجية لا تتأثر بالحرارة، وتكون معايرة بشكل جيد، وبكل الأحوال فإن الأدوات الزجاجية التي تستخدم في المعايرات الحجمية هي الستالة Burette، الممص Pipette، البالون المعاير Volumetric flask الوعاء المخروطي Conical flask البيشر Beaker الأسطوانة المدرجة أو الميجرة Measuring Cylinder والسحاحة Wash Bottle، وهنا لابد من التنويه إلى أهمية أن تكون كافة هذه الأدوات نظيفة تمامًا، وخالية من الدهون، وجافة، ويفضل أن تجفف هذه الأدوات بدرجات حرارة معتدلة ،وأن نتجنب الدرجات العالية في تجفيفها خوفًا من أي تغير يطرأ على حجمها الأساسي، كما أن غسيل هذه الأدوات يُفضل أن يكون باستخدام محلول هيدروكسيد الصوديوم في الماء الأكسجيني، وما يهمنا من هذه الأدوات بشكل أساسي هو الستالة والممص والبالون المعاير، لأن حجمها هو الذي يدخل في عملية الحسابات مباشرة ، ولهذا فإننا سوف نذكر هذه الأدوات تباعا .

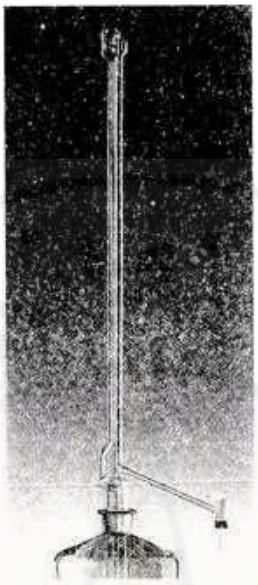
1- الستالة Burette

الستالة هي الأداة الرئيسية في المعايرة الحجمية لذلك يجب أن نستخدم ستالة من نوعية جيدة، ومن المعروف أن المعايرات الدوائية الحجمية التي تتم بالوسط المائي Titration in aqueous media يجوز أن نستخدم فيها أي

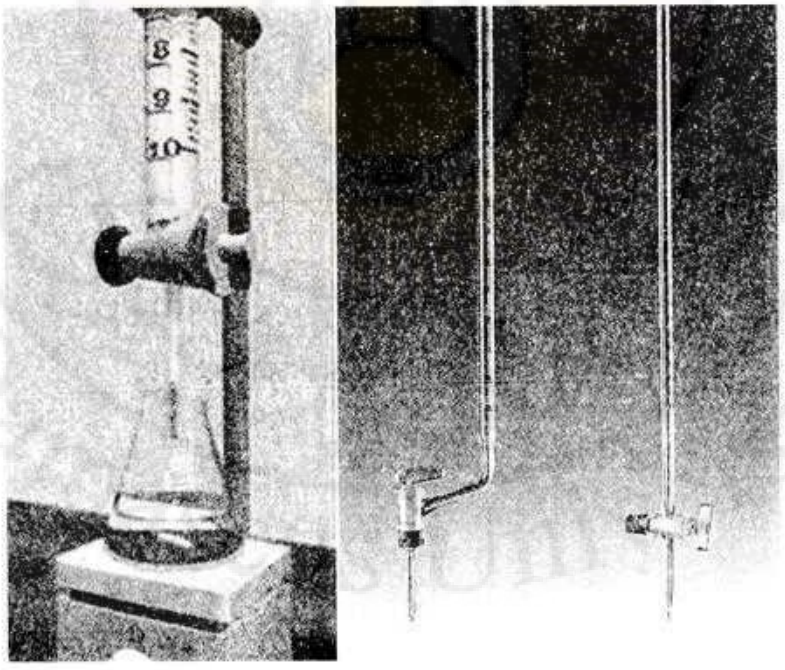
نوع من أنواع الســتالات سواء كانت آلية (الشــكل 2)، نصف آلية (الشكل 2-1) أو عادية (الشكل 2-2)، أما المعايرات الدوائية الحجمية التي تتم بالوسط اللامائي Titration in non-aqueous media فلا يجوز هنا أن نستخدم الستالة العادية مطلقاً وإنما نستخدم الستالة نصف الآلية أو الآلية، ويفضل دائماً استخدام الستالات المزودة بخط أ زرق لكي تتوضح ظاهرة التضيق بالوسط الذي يساعد على القراءة الصحيحة عندما تكون العين على مستوى نقطة وصول المحلول حيث تتم القراءة كما هو موضح بالشكل (3) وأما إذا لم تكن هذه العصابات فتتم القراءة من أسفل التقعر، وهذه الظاهرة تعرف باسم Meniscus الشكل (3) كما يجب الانتباه جيداً لعدم وجود فقاعات الهواء بالستالة (الشــكل 3-1) .



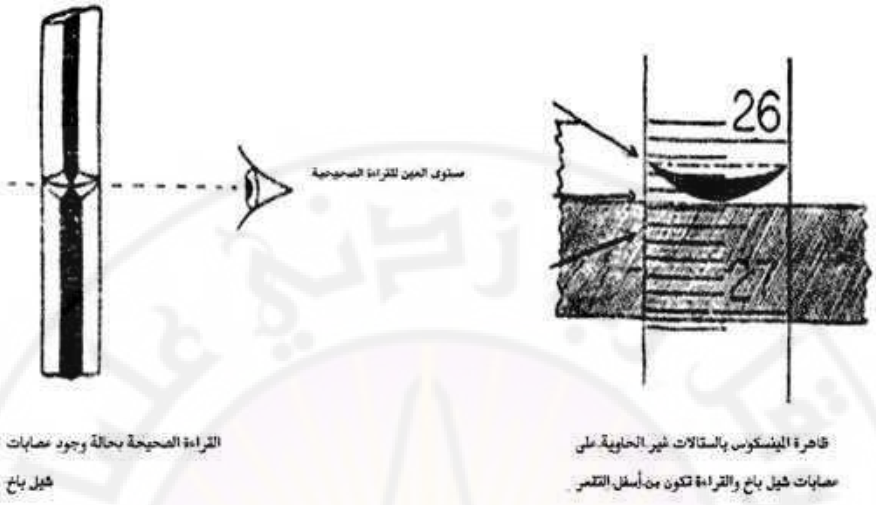
الشكل (2) الستالات الآلية



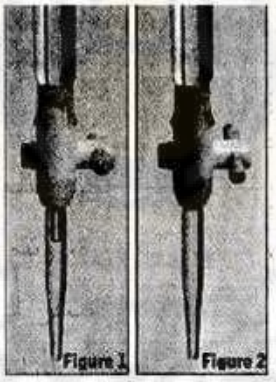
الشكل (2-1) : السحالة نصف الآلية



الشكل (2-2) السحالات العادية



الشكل (3) القراءة الصحيحة (ظاهرة ال Meniscus)

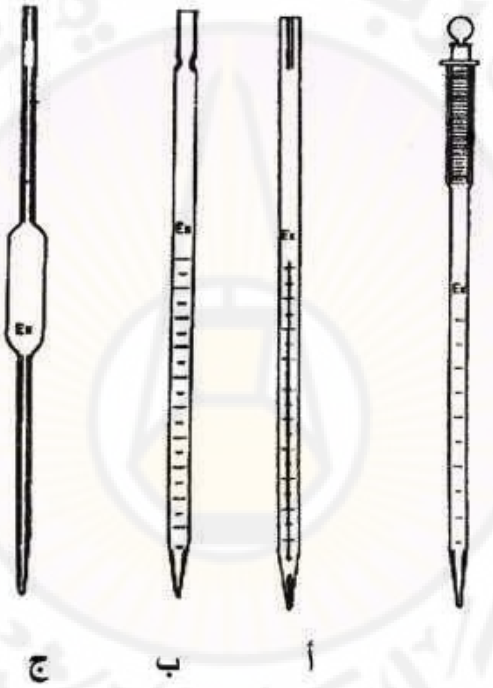


الشكل (3-1) : وجود الفقاعات الهوائية يسبب أخطاء بالنتائج

2 - الممصات Pipettes

وهي نوعان الأول ويسمى بالممصات المعايرة Volumetric Pipettes وهي مخصصة لإعطاء حجم ثابت دائماً، وتوجد بأحجام مختلفة تلائم كل شروط

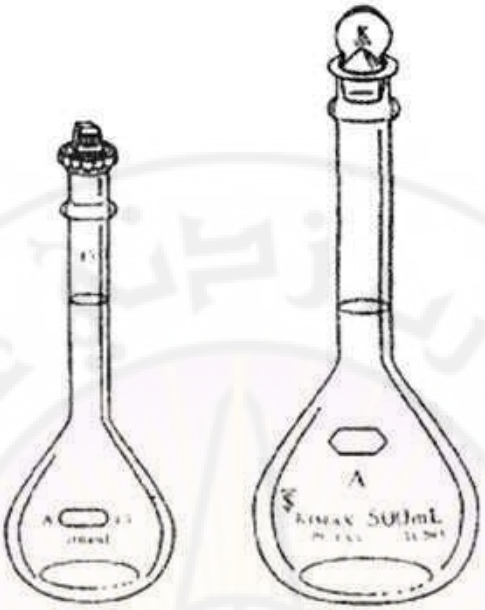
العمل، والنوع الثاني وهو الذي يسمى بالممصات المدّرجة Graduated Pipettes وهو يستخدم لأخذ الحجم الذي نريده حسب الطلب (الشكل 4)، علمًا أنه بالمعايرات الحجمية الكمية لا يجوز أخذ العينة المراد تحليلها إلاّ بالممص المعاير حصراً، لأنه يعطي دقة كبيرة بقياس الحجم يفتقد لها النوع الثاني المدّرج .



الشكل (4) الممصات المدرجة (أ ، ب ، ج) والممصات المعايرة (د) .

3 – البالون المعاير Volumetric flask

وهو أهم أداة تستخدم لتخفيف (تمديد) dilution المحاليل، وتوجد بأحجام مختلفة، ويجب الانتباه أثناء عملية التخفيف إلى أن يكون أسفل السائل ملامساً للعلامة الموجودة على البالون والانتباه لدرجة الحرارة المدّونة على البالون والتي يجب أخذها بعين الاعتبار عند العمل بهذه الأداة (الشكل 5)



الشكل (5) البالون المعاير

الفصل الأول

معايرة الأدوية ذات الصفات الحمضية أو الأساسية بالوسط المائي

Damascus University

وقل رب زدني علما
جامعة دمشق
Damascus University

الفصل الأول

معايرة الأدوية ذات الصفات الحمضية أو الأساسية بالوسط المائي

1-1 تحضير المحاليل القياسية (العيارية) Standard Solution

المحلول القياسي (المعاير الأولي) هو محلول معلوم التركيز تماماً وهو المسموح باستخدامه بالمعايرات الحجمية ويُحضر عادة بإحدى طريقتين :

الطريقة الأولى: وتُطبق بحال توفر مادة نقية جدًا (مادة عيارية) معتمدة في دساتير الأدوية كمادة نقية (انظر الجدول 1) ففي مثل هذه الحالة يكفي أن نعالج المادة كما هو وارد في دستور الأدوية ثم نأخذ وزناً معيناً منها ونحضر المحلول بالتركيز المطلوب فنحصل على محلول عياري موثوق 100 % .

الطريقة الثانية: وهي الشائعة لأنها تُطبق بحال عدم توفر مادة نقية حيث إن هذه المواد النقية محدودة جداً، أما باقي المواد فلا تكون نقية جدًا، ومن ثم فإن محاليلها لاتعد محاليل عيارية، ولابد من ضبطها، ونَذكر من هذه المواد غير النقية حمض كلور الماء، حمض الكبريت وهيدروكسيد الصوديوم .

فهذه كلها مواد غير نقية ومن ثم فإن محاليلها لاتكون ذات تراكيز دقيقة، وإنما تراكيزها بالمحاليل تكون تراكيز تقريبية ، ثم نُجري عليها عملية التصحيح من خلال مقارنتها مع محلول لمـــادة نقية و يُلخص لنا الجدول (1) قائمة بالمواد النقية والمحاليل التي تضبط بها .

الجدول (1) المواد العيارية ومجال استخدامها حسب دساتير الأدوية:

المادة العيارية		الصيغة الكيميائية	الوزن الجزيئي غ.مول-1	عدد التكافؤ للمول الواحد	المحاليل التي تضبط بها
الاسم بالعربي	الاسم بالإنكليزي				
فحمات الصوديوم اللامائية	Sodium Carbonate anhydrous	Na_2CO_3	106.0	2	HCl, H_2SO_4, HNO_3
فحمات البوتاسيوم الحامضة	Potassium hydrogen carbonate	$KHCO_3$	100.1	1	$HCl, H_2SO_4, HClO_4$
فتالات البوتاسيوم الحامضة	Potassium hydrogen phthalate	KHph	204.2	1	$HClO_4$
أكسيد الزرنيخ	Arsenic trioxide	AS_2O_3	395.6	8	$Ce(SO_4)_2, I_2$
حماضات الصوديوم	Sodium oxalate	$Na_2C_2O_4$	134.0	2	$KMnO_4$
كلور الصوديوم	Sodium Chloride	NaCl	58,4	1	$AgNO_3$
يودات البوتاسيوم	Potassium Iodate	KIO_3	214,0	6	$Na_2S_2O_3$
الزنك (حثيرات)	Zinc (Granulated)	Zn	65,4	-	EDTA-2Na
حمض السلفانيل	Sulphanilic acid	$H_2N-C_6H_4.SO_3H$	173,2	1	$NaNO_2$
حمض البنزوئي	Benzoic acid	$C_6H_5-CO_2H$	122.1	1	ميتانولات الصوديوم، ميتانولات البوتاسيوم، رباعي بوتيل أمونيوم هيدروكسيد

1-1-1 تحضير محلول ثانوي من محلول حمض كلور الماء 0.1 مول/ل

لا يعتبر حمض كلور الماء من المواد المعايرة الأولية ولهذا فهو لم يدرج بالجدول أعلاه ولهذا فإن أي محلول يتم تحضيره من هذا الحمض انطلاقاً من عبواته التجارية لا يكون صالح للاستخدام بالمعايرة ويسمى محلول معاير ثانوي وسنأخذ مثالاً على ذلك تحضير محلول حمض كلور الماء 0.1 مول انطلاقاً من حمض كلور الماء المتوفر تجارياً بتركيز 37% (كثافته = 1.1837) أو بتركيز 25% (كثافته = 1.1239)، ومحلول حمض كلور الماء الكثيف هو محلول عديم اللون ومدخن fuming، أي تنطلق منه الأبخرة عند فتح عبوته، لذلك يجب أن يتم وضعه وكذلك التعامل معه تحت الساحبة الهوائية بالمخبر ويبلغ الوزن الجزيئي لحمض كلور الماء 36.46 غرام (ا مول) أي أن 0.1 مول = 3.646 غرام ولهذا يتوجب علينا الحصول على هذه الكمية وتمديدها لليتر واحد للحصول على محلول ذي تركيز تقريباً يساوي 0.1 مول ،

بحال انطلقنا من محلول 37% يمكننا مباشرة وزن 10 غرام من الحمض الكثيف وتمديدها إلى 1 ليتر بالماء المقطر للحصول على محلول ذي تركيز حوالي 0.1 مول، وإذا انطلقنا من محلول ذي تركيز 25% فيجب أن يوزن 14.6 غرام من الحمض الكثيف وتمدد إلى 1 ليتر بالماء المقطر للحصول على نفس التركيز السابق، مـــع ملاحظة مراعاة قواعد تمديد الحموض الكثيفة (الماء أولاً ثم الحمض)، ولكن حرصاً منا على عدم التعامل بالوزن للمحافظة على الموازين الحساسة بالمخبر لذلك يفضل التعامل بالحجوم، وهنا لابد من الاستفادة من العلاقة التي تربط الكتلة بالكثافة وهنا نجد أنه بحال انطلقنا من محلول حمض كلور الماء ذي التركيز 37% فنأخذ 8.5 مل ونمددها ل 1 ليتر بالماء المقطر وبحال انطلقنا من محلول حمض كلور الماء 25% فنأخذ 13 مل ونمدده إلى 1 ليتر ويتم التحضير كما يلي :

ينقل حوالي 100 مل من الماء المقطر إلى بالون معاير سعة 1000 مل، ثم يضاف إما 8.5 من الحمض المركز (الكيف) ذي التركيز 37%، أو 13 مل من الحمض المركز ذي التركيز 25% وذلك بحذر شديد ثم نمدد بالماء المقطر للوصول لخط العيار، فنكون قد حصلنا على محلول معاير ثانوي من حمض كلور الماء 0.1 مول .

2-1-1- تحضير محلول معاير أولي من حمض كلور الماء 0.1 مول :

يتم تحضير محلول معاير أولي من حمض كلور الماء عن طريق ضبط هذا المحلول بمحلول معاير أولي وحساب عامل التصحيح حيث يُضبط محلول حمض كلور الماء 0.1 مول باستخدام محلول 0.1 ن من محلول فحمات الصوديوم اللامائية وفقا للمعادلة التالية :

$$Na_2CO_3 + 2HCl \longrightarrow 2NaCl + H_2O + CO_2\uparrow$$

طريقة العمل :

ضع 25 مل من محلول فحمات الصوديوم 0.1 نظامي (5.3 غ /ل) في دورق زجاجي مخروطي Conical flask مستخدماً ممصاً معايراً، ثم أضف 25 مل من الماء المقطر، وقطرتان من مشعر برتقالي الميتيل Methyl orange [0.1 % و/ح في الأيتانول 20% ، يتحول ضمن المجال 2.9 – 4]، ثم ستل (نقط) من الستالة محلول حمض كلور الماء المراد ضبط تركيزه حتى انقلاب اللون ، أعد العملية ثلاث مرات ثم خذ الوسطي .

(كل 1 مل من محلول HCl 0.1 مول يكافىء 0.00530 غ من Na_2CO_3)

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

الحسابات :

نحسب بداية نظامية حمض كلور الماء من العلاقة :

$$N_1V_1 = N_2V_2$$

حيث N_1 نظامية حمض كلور الماء ، وهي مجهولة .

V_1 الحجم الذي صرف من الستالة من حمض كلور الماء .

N_2 نظامية محلول فحمات الصوديوم المضافة للدورق وتساوي 0.1 ن .

V_2 حجم محلول فحمات الصوديوم المضافة للدورق وتساوي 25 مل .

بعد ذلك نحسب عامل التصحيح من العلاقة :

$$\text{عامل التصحيح (F)} = \frac{\text{التركيز الفعلي (العملي) مقدرا بالنظامية}}{\text{التركيز النظري مقدرا بالنظامية}}$$

وفي مثالنا يكون :

$$F = \frac{N1}{0.1}$$

حيث يدون الرقم الناتج على محلول HCl ويصحح حجمه عند كل استخدام .

1-1-3 تحضير محلول معاير ثانوي من هيدروكسيد الصوديوم 0.1 مول/ل :

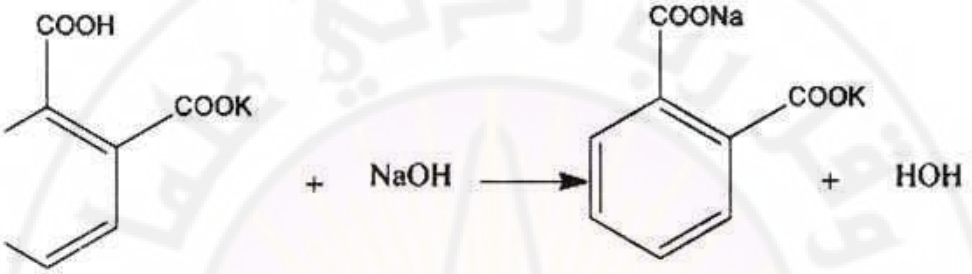
لا تندرج مادة هيدروكسيد الصوديوم بالجدول 1، ولهذا فهي لا تعتبر من المواد العيارية الأولية ولا تتوفر بالتجارة بشكل نقي، ولهذا فلا يمكننا أن نحضر محلول معاير أولي منها بشكل مباشر بالوزن الدقيق والحل في حجم معلوم، ولهذا فهي تحضر بشكل تقريبي (محلول معاير ثانوي) فباعتبار أن الوزن الجزيئي لمادة هيدروكسيد الصوديوم هو 40 غ فيفترض أن ننطلق بالتحضير من 4 غرامات لكل 1 ليتر وكن نظراً لأن هذه المادة دائماً تمتص الرطوبة وغاز ثاني أكسيد الفحم لذا نجد أن دساتير الأدوية تنصح بوزن 4.2 غ من المادة وتوضع ببالون معاير سعة 1 ليتر ثم تذاب بقليل من الماء منزوع غاز CO_2 (ماء مقطر مغلي ومبرد) وبعد ذلك تكمل بنفس الماء للوصول ل 1 ليتر فنحصل على محلول معاير ثانوي من هيدروكسيد الصوديوم .

1-1-4 ضبط تركيز محلول هيدروكسيد الصوديوم 0.1 ن وحساب عامل التصحيح Standardization of 0.1 NaOH Solution and calculate of standardization factor (F)

تعد محاليل ماءات(هيدروكسيد) الصوديوم بشكل عام محاليل غير عيارية لأن مادة ماءات (هيدروكسيد) الصوديوم ليست مدرجة ضمن المواد النقية المعتمدة دستوريا (انظر الجدول 1) ولهذا لابد من إجراء تصحيح لهذه المحاليل أو حساب عامل التصحيح لها ، ويتم ذلك دستورياً عادة باستخدام محلول فتالات البوتاسيوم الحامضة Potassium hydrogen phthalate $C_8H_5KO_4$ حيث يوخذ 75 مل من محلول فتالات البوتاسيوم ذي التركيز 0.1 مول (كل 75 مل من المحلول تحتوي 0.65 غ من فتالات البوتاسيوم الحامضة) وتعاير بمحلول هيدروكسيد الصوديوم المراد ضبط تركيزه بوجود مشعر الفينول فتالئين [يحضر محلول المشعر بنسبة 0.1 % و/ح ايتانول 96% ومجال تحوله

10-8.3]، فيكون كل 1 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم تكافىء 0.02042 غ من فتالات البوتاسيوم الحامضة .

يتفاعل 1 مول من فتالات البوتاسيوم الحامضة مع 1 مول من هيدروكسيد الصوديوم وفق المعادلة :



تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة حساب عامل التصحيح :

بداية نحسب نظامية محلول هيدروكسيد الصوديوم كما يلي :

$$N_1 \times (V_1) = N_2 \times V_2$$

حيث :

N_1 نظامية فتالات البوتاسيوم الحامضة وهي في مثالنا 0.1 (0.1 مول) .

V_1 الحجم المصروف من محلول هيدروكسيد الصوديوم للوصول لنقطة نهاية المعايرة .

N_2 نظامية محلول ماءات الصوديوم الفعلية.

V_1 حجم محلول فتالات البوتاسيوم المضاف للدورق وهو 75 مل .

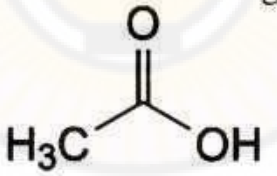
بعد حساب N_2 يتم حساب عامل التصحيح كما يلي :

$$F = \frac{N_2}{0.1}$$

2-1 معايرة الحموض الضعيفة :

1-2-1 معايرة حمض الخل في الخل:

Determination of Acetic acid in Vinegar:



$C_2H_4O_2$ 60.1 *64-19-7*

المبدأ: تتم المعايرة مباشرة باستخدام محلول هيدروكسيد الصوديوم وبوجود الفينول فتاليئين كمشعر، حيث يتفاعل مول واحد من حمض الخل مع مول واحد من هيدروكسيد الصوديوم وفق التفاعل التالي :

$$CH_3COOH + NaOH \longrightarrow CH_3COONa + H_2O$$

طريقة العمل :

انقل 10 مل من محلول الخل(باستخدام ممص معاير) إلى وعاء زجاجي مخروطي مصنفر، ثم أضف 50 مل من الماء، وقطرتين من محلول مشعر الفينول فتاليئين Phenolphthalein

(0.1 غ فينول فتاليئين في 80 مل ايتانول 96% ويمدد ل 100 مل بالماء) ثم عاير بمحلول هيدروكسيد الصوديوم 0.1 مول حتى انقلاب اللون إلى الأحمر الخمري .

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

نحسب بهذه المعايرة النسبة المئوية الحجمية (و/ح) لحمض الخل في المحلول الخلي وذلك بتطبيق العلاقة التالية :

$$(w/v)\ \% = \frac{Vs \times F \times mEq \times 100}{Vt}$$

حيث :

Vs = وسطي المصروف من هيدروكسيد الصوديوم مقدراً بالميليليتر .

F = عامل تصحيح محلول هيدروكسيد الصوديوم .

mEq = قيمة الميليمكافىء (عدد الغرامات أو المليغرامات من المادة (حمض الخل) التي تكافىء 1 مل من محلول القياس)

Vt = الحجم المأخوذ من العينة مقدراً بالميليليتر .

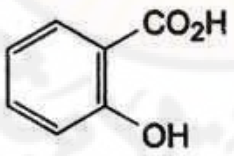
وبناءً عليه نجد أن كافة معطيات العلاقة أعلاه معلومة باستثناء قيمة mEq والتي تحسب من معادلة المعايرة كما يلي :

1 Mole CH_3COOH	≡	1 Mole NaOH
60.1 g CH_3COOH	≡	1000 ml 1 M NaoH
60.1 g CH_3COOH	≡	10000 ml 0.1 M NaOH
0.00601 g CH_3COOH	≡	1 ml 0.1 M NaOH

أي أن قيمة المليمكافىء هي 0.0061 غرام أو 6.01 مليغرام حمض خل .

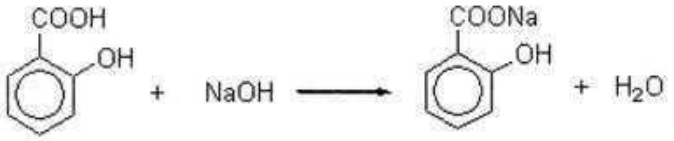
1-2-2 معايرة غسول حمض الصفصاف (1.9-2.1 %)

Assay of Salicylic acid Lotion



$C_7H_6O_3$ 138.1 *69-72-7*

المبدأ : يُعاير حمض الصفصاف(كمادة أولية) دستوريًا، معايرة مباشرة بمحلول هيدروكسيد الصوديوم بوسط ايتانولي مائي وبوجود مشعر أحمر الفينول أما بحال كونه محلولاً فيعاير مباشرة، وفي كلا الحالتين يتم التفاعل وفق المعادلة التالية:



حيث يتم التفاعل بنسبة 1 مول من هيدروكسيد الصوديوم الى 1 مول من حمض الصفصاف .

طريقة العمل :

يؤخذ 10 مل من الغسول (Lotion) ويضاف لها 10 مل من الماء المقطر الخالي من غاز ثاني أكسيد الفحم، ثم نُعاير بمحلول هيدروكسيد الصوديوم ذي التركيز 0.1 مول، مستخدمين أحمر الفينول كمشعر [يحضر محلول المشعر بحل 0.1 غ في 1.42 مل من هيدروكسيد الصوديوم 0.2 مول ثم يضاف 5 مل من الأيتانول 90% وبعد تمام الأنحلال يكمل الحجم ل 250 مل من الأيتانول 20%] .

كل 1 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم 0.1 مول تكافىء 0.01381 غرام من حمض الصفصاف .

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

نحسب بهذه المعايرة النسبة المئوية الحجمية (و/ح) لحمض الصفصاف في المحلول وذلك بتطبيق العلاقة التالية :

$$(w/v)\ \% = \frac{Vs \times F \times mEq \times 100}{Vt}$$

حيث :

Vs = وسطي المصروف من هيدروكسيد الصوديوم مقدراً بالميليليتر .

F = عامل تصحيح محلول هيدروكسيد الصوديوم .

mEq = قيمة الميليمكافىء [عدد الغرامات أو المليغرامات من المادة (حمض الصفصاف) التي تكافىء 1 مل من محلول القياس]

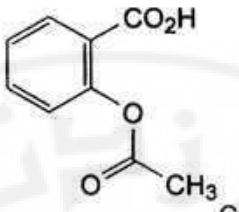
Vt = الحجم المأخوذ من العينة مقدراً بالميليليتر .

وبناءً عليه نجد أن كافة معطيات العلاقة أعلاه معلومة باستثناء قيمة mEq والتي تحسب من معادلة المعايرة كما يلي :

1 Mole	$C_7H_6O_3$	≡	1 Mole NaOH
138.1 g	$C_7H_6O_3$	≡	1000 ml 1 M NaoH
138.1 g	$C_7H_6O_3$	≡	10000 ml 0.1 M NaOH
0.0138 g	$C_7H_6O_3$	≡	1 ml 0.1 M NaOH

أي أن قيمة المليمكافىء هي 0.0138 غرام أو 13.8 مليغـــرام حمض خل .

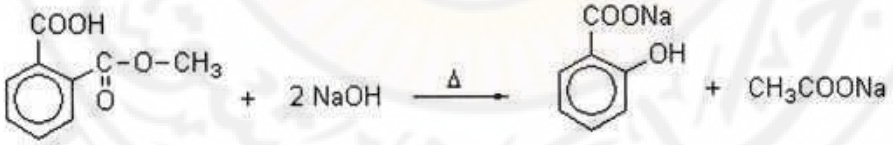
3-2-1 معايرة أستيل حمض الصفصاف ***Acetylsalicylic Acid*** (الأسبيرين)



$C_9H_8O_4$ 180.2 *50-78-2*

المبدأ: معايرة بالرجوع، تتم باستخدام محلول معاير أولي من هيدروكسيد الصوديوم الصوديوم 0.5 نظامي حيث يَخضع الأسبيرين لعملية الهدرجة Hydrolysis بوجود هيدروكسيد الصوديوم معطياً صفصافات الصوديوم Sodium Salicylate وخلات الصوديوم Sodium acetate مع ضرورة الانتباه لإجراء معايرة شاهدة .

أما التفاعل فيسير على النحو التالي :



وبناء على هذا التفاعل فإن المليمكافىء يُحسب كما يلي :

1 mole Aspirin	≡	2 mole NaOH 1 N
180 gram	≡	2000 ml NaOH 1N
90 gram	≡	1000 ml NaOH 1N
0.090 gram	≡	1 ml NaOH 1N
0.045 gram	≡	1 ml NaOH 0.5 N

طريقة العمل :

يوزن 1غرام من الأسبيرين بدقة كبيرة ثم توضع في وعاء زجاجي مخروطي، ونضيف لها 30 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم 0.5 مول ونغلي المحلول بلطف لمدة 10 دقائق ثم نُعاير الفائض من ماءات الصوديوم باستخدام محلول حمض كلور الماء 0.5 مول ومشعر الفينول فتاليئين .

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

نحسب بهذه المعايرة النسبة المئوية الوزنية (و/و) للأسبيرين في العينة، وذلك بتطبيق العلاقة التالية :

$$(w/w)\ \% = \frac{(Vs - Vb) \times F \times mEq \times 100}{Wt}$$

حيث :

Vs = وسطي المصروف من حمض كلور الماء مقدراً بالميليليتر .

F = عامل التصحيح.

mEq = قيمة الميليمكافىء.

Wt = الوزن المأخوذ من العينة.

Vb = المصروف للعينة الشاهدة (العمياء) وهو المصروف الذي تستهلكه المعايرة الشاهدة (العمياء) التي تتم بدون عينة وبنفس الشروط وباستخدام نفس المحاليل .

وبناءً عليه نجد أن كافة معطيات العلاقة أعلاه معلومة، ويمكن تطبيقها مع الأخذ بعين الاعتبار أن الوحدة الوزنية للعينة والميليمكافىء يجب أن تكون متجانسة .

1-2-4 معايرة كلور الأمونيوم في شراب كلور الأمونيوم (9.5 – 10.6 %)

مبدأ المعايرة :

يُعاير كلور الأمونيوم حسب دستور الأدوية البريطاني بالأزاحة (الأحلال) حيث يزيح كلور الأمونيوم أثناء تفاعله مع الفورم ألدهيد (الفورمول) مقداراً مكافئاً له من حمض كلور الماء ، حيث يعاير هذا الأخير بوجود مشعر الفينول فتاليئين باستخدام محلول هيدروكسيد الصوديوم 0.1 مول، فيكون ما صرف من محلول هيدركسيد الصوديوم يكافىء حمض كلور الماء وبدوره يكافىء كلور الأمونيوم وفق التفاعلات الكيميائية التالية :

$$4\ NH_4Cl + 6\ HCHO \longrightarrow (CH_2)_6N_4 + 4\ HCl + 6\ H_2O$$

$$HCl + NaOH \longrightarrow NaCl + H_2O$$

$$NH4Cl \equiv HCl \equiv NaOH$$

$$NH_4Cl \equiv NaOH$$

$$53.5\ g \equiv 1000\ ml\ NaOH\ 1N \equiv 10000\ ml\ 0.1\ N \Longrightarrow$$

$$0.00535\ g \equiv 1\ ml\ NaOH\ 0.1\ N \equiv Meq$$

طريقة العمل :

ضع 1 مل من شراب كلور الأمونيوم في وعاء زجاجي مخروطي (مستخدماً ممص معاير) ومدده بالماء لغاية 25 مل ثم أضف 5 مل من الفورم ألدهيد المعتدل (مستخدماً اسطوانة مدرجة أو ميجرة) وبعد انتظار 5 دقائق قم بالتستيل من محلول هيدروكسيد الصوديوم 0.1 مول باستخدام مشعر الفينول فتالئين (يتغير اللون من عديم اللون للون الأحمر) .

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

نحسب بهذه المعايرة النسبة المئوية الوزنية الحجمية (و/ح) لكلور الأمونيوم في العينة، وذلك بتطبيق العلاقة التالية :

$$(w/v)\ \% = \frac{Vs \times F \times mEq \times 100}{Vt}$$

حيث :

Vs = وسطي المصروف من محلول هيدروكسيد الصوديوم 0.1 مول مقدراً بالميليليتر

F = عامل التصحيح.

mEq = قيمة الميليمكافىء

Vt = الحجم المأخوذ من العينة (مل).

وبناءً عليه نجد أن كافة معطيات العلاقة أعلاه معلومة ويمكن تطبيقها .

3-1 معايرة الأسس الضعيفة

1-3-1 فحمات الصوديوم الحامضة كمحلول تلقين ومحلول حقني

Sodium bicarbonate intravenous infusion and injection

المبدأ: نعاير فحمات الصوديوم الحامضة في محاليلها الحقنية والتلقينية، وفقاً لدستور الأدوية البريطاني معايرة مباشرة باستخدام محلول حمض كلور الماء وبوجود مشعر برتقالي الميثيل حسب المعادلة التالية :

$$NaHCO_3 + HCl \longrightarrow NaCl + H_2O + CO_2 \nearrow$$

حيث إن النسبة المسموحة لفحمات الصوديوم الحامضة ($NaHCO_3$) هي 94-106 %

طريقة العمل: يؤخذ حجماً من المحلول يحتوي على 1 غرام من فحمات الصوديوم الحامضة ثم يوضع في وعاء مخروطي زجاجي، ويضاف له ثلاث قطرات من محلول برتقالي الميثيل، ثم يُعاير بمحلول حمض كلور الماء 0.05 نظامي [يحضر المحلول بحل 4.3 مل من حمض كلور الماء الكثيف وتمدد ل 1000 مل بالماء المقطر ويضبط المحلول بمحلول فحمات الصودوم اللامائية 0.05 مول] حتى انقلاب اللون للأحمر ، فيكون كل 1 مل من حمض كلور الماء 0.05 نظامي يكافىء 0.0420 غرام من $NaHCO_3$

المعطيات : إن دستور الأدوية أعطانا مسبقا قيمة الميليمكافىء وهو 0.0420 غ حيث يمكننا حسابها بسهولة كما يلي :

1 Mole $NaHCO_3$ ≡ 1 Mole HCl

84 gram ≡ 1000 ml HCl 1M

0.084 gram ≡ 1 ml HCl 1 M

0.042gram ≡ 1ml HCl 0.5 M

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

نحسب بهذه المعايرة النسبة المئوية الوزنية الحجمية (و/ح) لفحمات الصوديوم في العينة، وذلك بتطبيق العلاقة التالية :

$$(w/v)\ \% = \frac{Vs \times F \times mEq \times 100}{Vt}$$

حيث :

Vs = وسطي المصروف من محلول هيدروكسيد الصوديوم 0.1 مول مقدراً بالميليليتر .

F = عامل التصحيح.

mEq = قيمة الميليمكافىء.

Vt = الحجم المأخوذ من العينة.

وبناءً عليه نجد أن كافة معطيات العلاقة أعلاه معلومة ويمكن تطبيقها .

1-3-2 معايرة البوراكس (تترابورات الصوديوم)

Sodium Borate; Sodium Tetraborate

$Na_2B_4O_7,10H_2O$ 381.4 *1303-96-4*

المبدأ : إن الخواص الأساسية للبوراكس تمكننا من معايرته مباشرة باستخدام محلول عياري من حمض كلور الماء باستخدام مشعر أحمر الميثيل وفق التفاعل التالي :

$$Na_2B_4O_7.10H_2O + 2\,HCl \longrightarrow 4H_3BO_3 + 2NaCl + 5\,H_2O$$

طريقة العمل :

انقل 20 مل من محلول البوراكس إلى وعاء زجاجي مخروطي ثم أضف له قطرتين من مشعر برتقالي الميثيل وعاير بمحلول حمض كلور الماء 0.1 مول حتى ظهور لون أصفر يتحول لبرتقالي ضعيف .

أعد المعايرة ثلاث مرات وسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

وقل رب زدني علما
جامعة دمشق
Damascus University

طريقة الحساب :

نحسب بهذه المعايرة النسبة المئوية الوزنية الحجمية (و/ح) لتترابورات الصوديوم في العينة، وذلك بتطبيق العلاقة التالية :

$$(w/v)\ \% = \frac{Vs \times F \times mEq \times 100}{Vt}$$

حيث :

Vs = وسطي المصروف من محلول حمض كلور الماء0.1 مول مقدراً بالميليليتر .

F = عامل التصحيح.

mEq = قيمة الميليمكافىء.

Vt = الحجم المأخوذ من العينة.

وبناءً عليه نجد أن كافة معطيات العلاقة أعلاه معلومة باستثناء قيمة الميليمكافىء حيث تحسب مباشرة وفقاً للمعادلة أعلاه كما يلي :

1 Mole $Na_2B_4O_7.10H_2O$ ≡ 2 Mole HCl

381.4 gram ≡ 2000 ml HCl 1 M

0.01907 gram ≡ 1ml HCl 0.1 M

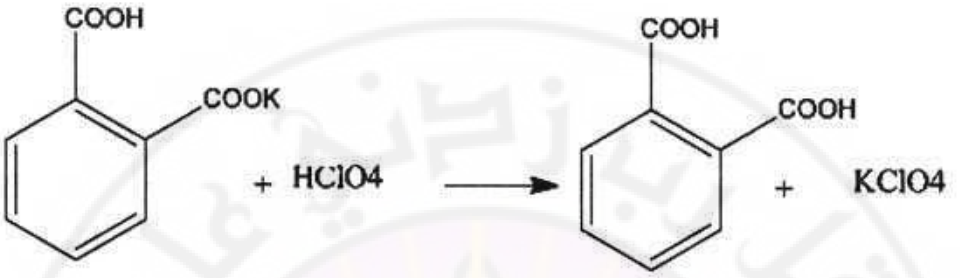
mEq = 0.01907 gram.

وقل رب زدني علما
جامعة دمشق
Damascus University

الفصل الثاني
معايرة الأدوية ذات الصفات الحمضية أو الأساسية بالوسط اللامائي

Damascus University

الخفيف ثم يبرد للدرجة 20 مئوية ويكمل لحمض الخل اللامائي] حيث يكون التفاعل كما يلي :



طريقة العمل :

انقل 50 مل من محلول فتالات البوتاسيوم الحامضة 0.1 مول (المحضر حديثاً بحمض الخل الثلجي) إلى وعاء زجاجي مخروطي، ثم أضف قطرتين من محلول البنفسجية المبلورة Crystal violet [يحضر محلول البنفسجية المبلورة بنسبة 0.5 % و/ح في بلاماء حمض الخل حيث يتغير لونها من البنفسجي(الشكل الأساسي) للون الأخضر المزرق (المعتدل) للأصفر المخضر (الحمضي)] ثم عاير بمحلول فوق الكلور مستخدماً ستالة آلية أو نصف آلية حتى انقلاب اللون للأصفر المخضر .

أعد المعايرة ثلاث مرات وسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

الفصل الثاني

معايرة الأدوية ذات الصفات الحمضية أو الأساسية بالوسط اللامائي

2-1 تحضير المحاليل :

2-1-1 تحضير محلول حمض فوق الكلور 0.1 مول /ل

2-1-1-1 تحضير محلول معاير ثانوي من حمض فوق الكلور 0.1 مول

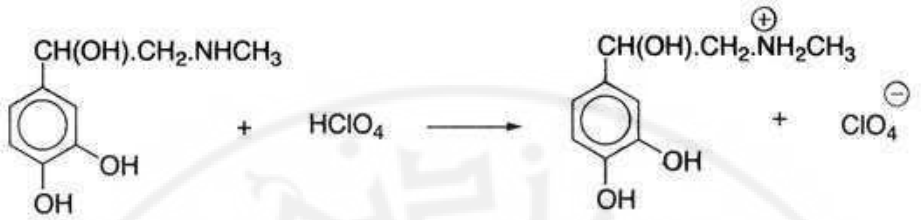
يتوفـــر حمض فوق الكلور تجارياً بتركيز يتراوح ما بين 70 – 73% (كثافته = 1.7) أي أن وزن كل 1 مل منه = 1.7 غ ويملك حمض فوق الكلور Perchloric acid الصيغة الكيميائية التالية $HClO_4$ و وزنه الجزيئي 100.5 .

ننطلق بالتحضير من الحمض التجاري أعلاه حيث يوضع 900 مل من حمض الخل الثلجي في بالون معاير سعة 1000 مل، ثم يضاف 8.5 مل من حمض فوق الكلور 70% ، وبعد المزج نضيف 30 مل من بلاماء حمض الخل، ثم نمدّد ل 1000 مل باستخدام حمض الخل الثلجي، حيث نمزج جيداً ثم نترك المحلول 24 ساعة (يحب أن لاتزيد نسبة الرطوبة بالمحلول عن 2%).

2-1-1-2 تحضير محلول معاير أولي من حمض فوق الكلور 0.1 مول /ل :

في الواقع إن المحلول المحضر بالفقرة أعلاه لايعتبر محلول معاير أولي نظراً لكون حمض فوق الكلور لايعتبر مادة معايرة أولية، لذا يتوجب علينا حساب عامل التصحيح لهذا المحلول لنتمكن من استخدامه كمحلول معاير أولي، وهنا نستخدم محلول فتالات البوتاسيوم الحامضة ذي التركيز 0.1 مول /1 ليتر حمض خل ثلجي [يحضر هذا المحلول بحل 20.42 غ من مادة $C_8H_5O_4K$ (ذي الوزن الجزيئي 204.2) بحدود 800 مل من حمض الخل بمساعدة التسخين

وُيمكننا إجمال المراحل الثلاث بمعادلة واحدة كما يلي :



وبناءً على هذه المعادلة يُمكن حساب الميلمكافىء بحال استخدام حمض فوق الكلور 0.1 مول كما يلي :

1 mole Adrenaline ≡ 1 mole $HClO_4$
183.2 gram ≡ 1000 ml 1 M $HClO_4$
0.01832 gram ≡ 1 ml 0.1 M $HClO_4$

طريقة العمل :

يوزن 0.3 غرام من مسحوق الأدرينالين وتوضع في وعاء مخروطي زجاجي ثم تُحل في 50 مل من حمض الخل الثلجي وتحرك حتى الذوبان، ثم يُضاف 2 قطرة من مشعر البنفسجية المبلورة، وتتم المعايرة بحمض فوق الكلور 0.1 مول حتى يتغير اللون من البنفسجي للأصفر المخضر .

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

نحسب بداية نظامية حمض فوق الكلور من العلاقة :

$$N_1V_1 = N_2\ V_2$$

حيث N_1 نظامية حمض فوق الكلور ، وهي مجهولة .

V_1 الحجم الذي صرف من الستالة من حمض فوق الكلور (مل).

N_2 تركيز محلول فتالات البوتاسيوم الحامضة المضافة للدورق وتساوي 0.1 مول .

V_2 حجم محلول فتالات البوتاسيوم المضافة للدورق(مل) .

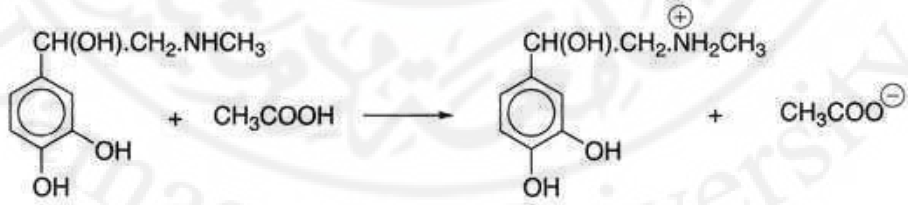
بعد ذلك نحسب عامل التصحيح من العلاقة :

$$\text{عامل التصحيح (F)} = \frac{\text{التركيز الفعلي (العملي)}}{\text{التركيز النظري}}$$

مع ملاحظة مراعاة درجة حرارة التحضير والعمل .

2-1-2 معايرة الأدرينالين Adrenaline

يُعاير الأدرينالين كونه أساس ضعيف مباشرة بالوسط اللامائي بحمض فوق الكلور بوجود مشعر البنفسجية المبلورة وفق المعادلات التالية :

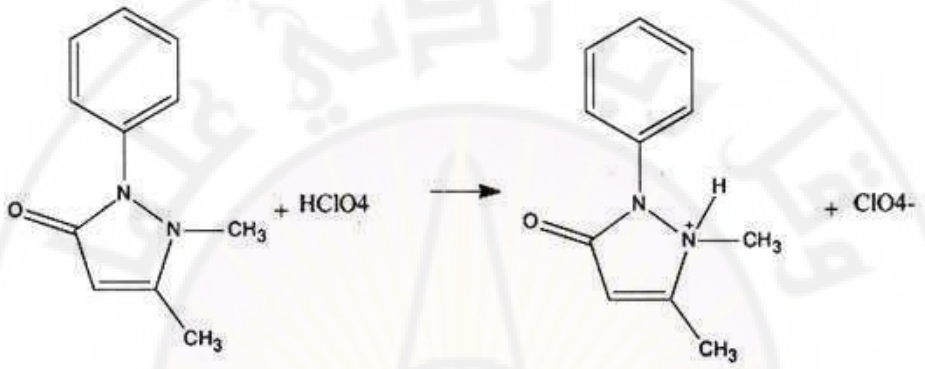
1. 

2. $HClO_4 + CH_3COOH \longrightarrow CH_3COOH_2^{\oplus} + ClO_4^{\ominus}$

3. $CH_3COO^{\ominus} + CH_3COOH_2^{\oplus} \longrightarrow 2CH_3COOH$

المبدأ :

يبدي الفينازون (البيرازولين Pyrazoline) خواصاً كافية عند حله بوسط لامائي، مما يجعل إمكانية معايرته المباشرة بحمض فوق الكلور ممكنة وفق التفاعل التالي :



طريقة العمل :

يوزن بدقة 150 ملغ من الفينازون وتحل في 15 مل من حمض الخل الثلجي باستخدام وعاء زجاجي مخروطي ثم يضاف قطرتان من مشعر البنفسجية المبلورة Crystal Violet وبعدها تعاير بمحلول حمض فوق الكلور 0.1 مول، مستخدمين ستالة آلية أو نصف آلية حتى انقلاب اللون للأصفر المخضر .

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

نحسب بهذه المعايرة النسبة المئوية الوزنية (و/و) للأدرينالين في العينة، وذلك بتطبيق العلاقة التالية :

$$(w/w)\ \% = \frac{Vs \times F \times mEq \times 100}{Wt}$$

حيث :

Vs = وسطي المصروف من حمض فوق الكلور مقدراً بالميليليتر .

F = عامل التصحيح.

mEq = (قيمة الميليمكافىء).

Wt = الوزن المأخوذ من العينة.

وبناءً عليه نجد أن كافة معطيات العلاقة أعلاه تغدو معلومة بعد انتهاء المعايرة ويمكن تطبيقها مع الأخذ بعين الاعتبار أن الوحدة الوزنية للعينة والميليمكافىء يجب أن تكون متجانسة..

3-1-2 معايرة الفينازون Phenazone



$C_{11}H_{12}N_2O$ 188.2

طريقة الحساب :

نحسب بهذه المعايرة النسبة المئوية الوزنية (و/ و) للأدرينالين في العينة، وذلك بتطبيق العلاقة التالية :

$$(w/w)\ \% = \frac{Vs \times F \times mEq \times 100}{Wt}$$

حيث :

Vs = وسطي المصروف من حمض فوق الكلور مقدراً بالميليليتر .

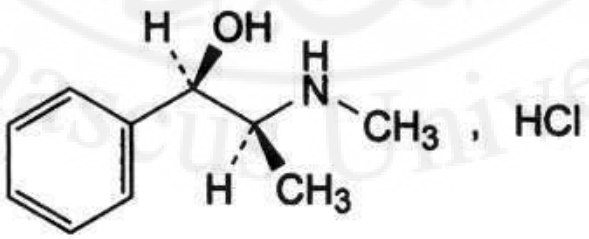
F = عامل التصحيح.

mEq = (قيمة الميليمكافىء).

Wt = الوزن المأخوذ من العينة.

وبناءً عليه نجد أن كافة معطيات العلاقة أعلاه تغدو معلومة بعد انتهاء المعايرة باستثناء قيمة الميليمكافىء والتي تحسب بناءً على معادلة التفاعل أعلاه آخذين بعين الاعتبار أن كل واحد مول من الفينازون يتفاعل مع 1 مول من حمض فوق الكلور، فتكون قيمة الميليمكافىء هي 0.018822 غرام .

4-1-2 معايرة الأيفيدرين هيدروكلوريد



$C_{10}H_{15}NO,HCl$ 201.7

مبدأ المعايرة :

يتم استبدال شاردة الكلور في مادة الأيفيدرين هيدروكلوريد بشاردة الخلات، باستخدام خلات الزئبق ثم نعاير بحمض فوق الكلور بوجود مشعر أحمر الميثيل وفق المعادلات التالية :

$$2Cl^- + (CH_3COO)_2Hg \longrightarrow HgCl_2 + CH_3COO^-$$

$$2CH_3COO^- + CH_3COOH_2^+ \longrightarrow 4CH_3COOH$$

طريقة العمل :

يحل 170 ملغ من الأيفيدرين هيدروكلوريد في 10 مل من محلول خلات الزئبق الدافئة [يحضرمحلول 0.05 مول بحل 15.93 غ من خلات الزئبق الثنائية في 5 مل من حمض الخل الثلجي ويكمل ل 1000 مل] ، ثم يضاف 20 مل من الأسيتون وثلاث قطرات من أحمر الميثيل (المحضر بالأسيتون بنسبة 0.1 % و/ح) كمشعر ، وبعدها نُعاير بمحلول حمض فوق الكلور 0.1 نظامي حتى الحصول على محلول أحمر .

تُعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

نحسب بهذه المعايرة النسبة المئوية الوزنية (و/ و) لنقاوة الأيفيدرين هيدروكلوريد في العينة، وذلك بتطبيق العلاقة التالية :

$$(w/w)\ \% = \frac{Vs \times F \times mEq \times 100}{Wt}$$

حيث :

Vs = وسطي المصروف من حمض فوق الكلور 0.1 مول مقدراً بالميليليتر .

F = عامل التصحيح .

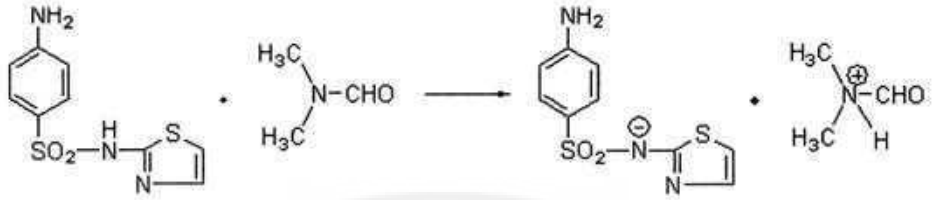
mEq = (قيمة الميليمكافىء)

Wt = الوزن المأخوذ من العينة.

وبناءً عليه نجد أن كافة معطيات العلاقة أعلاه تغدو معلومة بعد انتهاء المعايرة باستثناء قيمة الميليمكافىء والتي تحسب بناءً على معادلة التفاعل أعلاه آخذين بعين الاعتبار أن كل واحد مول من الأيفيدرين هيدروكلوريد يتفاعل مع 1 مول من حمض فوق الكلور، فتكون قيمة الميليمكافىء هي 0.0217 غرام من الأيفيدرين هيدروكلوريد .

2-5 معايرة السلفاتيازول

تعاير السلفوناميدات Sulphonamides بشكل عام بوسط لامائي باستخدام محلول قلوي هو ميثوكسيد الصوديوم كمحلول قياس ، حيث يتم حل العينة في محلول ثنائي ميثيل الفورم أميد (DMF) بوجود مشعر أزرق التيمول وذلك وفق المعادلات التالية :





طريقة العمل :

يوزن بدقة 200 ملغ من السلفاتيازول وتوضع في وعاء زجاجي مخروطي، ثم يضاف 20 مل من محلول ثنائي ميثيل الفورم أميد (DMF) ويحرك الوعاء حتى انحلال العينة ، ثم تضاف قطرتان من مشعر أزرق التيمول (المحضر بمحلول DMF بنسبة 0.1 % و/ح) ويعاير بمحلول ميثوكسيد الصوديوم (Sodium methoxide) 0.1 مول حتى يتغير اللون من الأصفر للأزرق. [يحضر هذا المحلول بتبريد 175 مل من الميثانول بالثلج ثم يضاف حوالي2.5 غ من قطع الصوديوم ، وبعد تمام الانحلال يضاف كمية كافية من التولوين toluene لغاية 1000 مل]

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

نحسب بهذه المعايرة النسبة المئوية الوزنية (و/ و) لنقاوة السلفاتيازول في العينة، وذلك بتطبيق العلاقة التالية :

$$(w/w)\ \% = \frac{Vs \times F \times mEq \times 100}{Wt}$$

حيث :

Vs = وسطي المصروف من محلول ميثوكسيد الصوديوم 0.1 مول مقدراً بالميليليتر .

F = عامل التصحيح لمحلول ميثوكسيد الصوديوم .

mEq = (قيمة الميليمكافىء).

Wt = الوزن المأخوذ من العينة.

وبناءً عليه نجد أن كافة معطيات العلاقة أعلاه تغدو بعد انتهاء المعايرة معلومة باستثناء قيمة الميليمكافىء والتي تحسب بناءً على معادلة التفاعل أعلاه آخذين بعين الاعتبار أن كل واحد مول من السلفاتيازول يتفاعل مع 1 مول من ميثوكسيد الصوديوم، فتكون قيمة الميليمكافىء هي 0.025532 غرام من السلفاتيازول .

وقل رب زدني علما
جامعة دمشق
Damascus University

الفصل الثالث

معايرة الأدوية حجمياً بالترسيب

Damascus University

وقل رب زدني علما
جامعة دمشق
Damascus University

الفصل الثالث

معايرة الأدوية حجمياً بالترسيب

3-1 : تحضير المحاليل

3-1-1 تحضير محلول نترات الفضة 0.1 مول

3-1-1-1 تحضير محلول معاير ثانوي من نترات الفضة 0.1 مول

الوزن الجزيئي لنترات الفضة Silver Nitrate هو 169.9 وصيغتها هي $AgNO_3$.

يتم تحضير محلول معاير ثانوي (تقريبي) بتركيز 0.1 مول من نترات الفضة بوزن 17 غرام بدقة فائقة ثم توضع في بالون معاير سعة 1000 مل وتحل بقليل من الماء المقطر ثم يكمّل الحجم ل 1000 مل بعد تمام الانحلال مع المزج الجيد.

3-1-1-2 تحضير محلول معاير أولي من نترات الفضة 0.1 مول .

يتم ذلك من خلال حسام عامل التصحيح للمحلول الثانوي وذلك باستخدام محلول معاير أولي من كلور الصوديوم 0.1 مول وفق التفاعل التالي :

$$AgNO_3 + NaCl \longrightarrow AgCl \downarrow + NaNO_3$$

راسب

طريقة العمل :

ينقل 25 مل من محلول كلور الصوديوم 0.1 مول [5.844 غ تكمل ل 1000 مل بالماء المقطر] إلى وعاء مخروطي زجاجي سعة 250 مل ثم يضاف 1 مل من محلول مشعر كرومات البوتاسيوم Potassium Chromate

(5% وزن/ حجم بالماء المقطر) وبعدها نعاير بمحلول نترات الفضة (المعاير الثانوي) مع التحريك المستمر حتى يتشكل راسب أحمر أجري لايزول مع الخض الشديد .

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

نحسب بداية نظامية محلول نترات الفضة الفعلية (العملية) من العلاقة :

$$N_1 V_1 = N_2 V_2$$

حيث N_1 نظامية محلول نترات الفضة، وهي مجهولة .

V_1 الحجـــم الذي صرف من الستالة من محلول نترات الفضة 0.1 مول (0.1 ن).

N_2 نظامية محلول كلور الصوديوم المضافة للدورق وتساوي 0.1 ن .

V_2 حجم محلول كلور الصوديوم المضافة للدورق وتساوي 25 مل .

بعد ذلك نحسب عامل التصحيح من العلاقة :

$$\text{عامل التصحيح (F)} = \frac{\text{التركيز الفعلي (العملي) مقدرا بالنظامية}}{\text{التركيز النظري مقدرا بالنظامية}}$$

وفي مثالنا يكون :

$$F(AgNO_3) = \frac{N1}{0.1}$$

حيث يدون الرقم الناتج على محلول نترات الفضة ويصحح حجمه عند كل استخدام ليغدو محلولاً معايراً أولياً .

3-1-2 تحضير محلول معاير ثانوي من ثيوسيانات الأمونيوم 0.1 مول .

تملك مادة ثيوثيانات الأمونيوم الصيغة الكيميائية التالية NH_4SCN ووزنها الجزيئي 76.12 غ ، ولهذا لكي نحضر محلول 0.1 مول من هذه المادة نقوم بوزن 7.62 غ ونضعها في بالون معاير سعة 1000 مل ثم نحلها بقليل من الماء المقطر ونكمل الحجم ل 1000 مل مع المزج الجيد .

3-1-3 تحضير محلول معاير أولي من من ثيوسيانات الأمونيوم 0.1 مول .

نظراً لأن مادة ثيوسيانات الأمونيوم لا تعتبر من المواد المعايرة الأولية لذا فإن محاليها تعتبر محاليل معايرة ثانوية ولابد من إجراء عملية ضبط لهذه المحاليل من خلال حساب عامل التصحيح وذلك باستخدام محلول معاير أولي من نترات الفضة، حيث يتفاعل نترات الفضة مع ثيوسيانات الأمونيوم وفق التفاعل التالي :

$$NH_4SCN + AgNO_3 \longrightarrow AgSCN\downarrow + NH_4NO_3$$

وبغية التعرف على نقطة نهاية المعايرة فإننا نستخدم محلول شب الحديد النشادري 10 %

[(Ferric ammonium sulphate; $NH_4Fe(SO_4)_2,12H_2O$ = 482.2 (*7783-83-7*)]

وذلك لأن شوارد الحديد تعطي لون أحمر غامق مع آثار من شوارد ثيوسيانات الأمونيوم .

طريقة العمل :

انقل 25 مل من محلول نترات الفضة 0.1 مول إلى وعاء زجاجي مخروطي باستخدام الستالة، ثم أضف 5 مل من حمض الآزوت المركز باستخدام الأسطوانة المدرجة (الميجرة) ثم أضف 3 مل من محلول شب الحديد النشادري كمشعر، وأخيراً أضف 100 مل من الماء المقطر وعاير بمحلول ثيوسيانات الأمونيوم المراد تصحيح تركيزه حتى الحصول على لون أحمر بني لا يزول بالخض الشديد.

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

نحسب بداية نظامية محلول ثيوسيانات الأمونيوم الفعلية (العملية) من العلاقة :

$$N_1V_1 = N_2\,V_2$$

حيث N_1 نظامية محلول ثيوسيانات الأمونيوم ، وهي مجهولة .

V_1 الحجم الذي صرف من الستالة من محلول ثيوسيانات الأمونيوم 0.1 مول (0.1 ن).

N_2 نظامية محلول نترات الفضة المضافة للدورق وتساوي 0.1 ن .

V_2 حجم محلول نترات الفضة المضافة للدورق وتساوي 25 مل .

بعد ذلك نحسب عامل التصحيح من العلاقة :

$$\text{عامل التصحيح (F)} = \frac{\text{التركيز الفعلي (العملي) مقدرا بالنظامية}}{\text{التركيز النظري مقدرا بالنظامية}}$$

وفي مثالنا يكون :

$$F_{(NH_4SCN)} = \frac{N1}{0.1}$$

حيث يدون الرقم الناتج على محلول ثيوسيانات الأمونيوم ويصحح حجمه عند كل استخدام ليغدو محلولاً معايراً أولياً .

3-2 معايرة كلور الأمونيوم بشراب كلور الأمونيوم بطريقة فولهارد

في واقع الأمر يملك محلول كلور الأمونيوم المائي خواص حمضية ضعيفة تحول دون معايرته مباشرة لذا نقوم بمعايرته بالرجوع وفق طريقة فولهارد باستخدام محلول نترات الفضة وبوجود شب الحديد النشادري حيث نضيف كمية فائضة من نترات الفضة ثم نعاير القسم الفائض بمحلول ثيوسيانات الأمونيوم وفق المعادلات التالية :

$$NH_4Cl + AgNO_3 \longrightarrow AgCl + NH_4NO_3$$

(كمية فائضة)

$$AgNO_3 + NH_4SCN \longrightarrow AgSCN + NH_4NO_3$$

(القسم الفائض)

طريقة العمل :

انقل 10 مل من محلول كلور الأمونيوم إلى وعاء زجاجي مخروطي مصنفر، ثم أضف 15 مل من محلول حمض الأزوت الممد ثم أضف 25 مل من محلول نترات الفضة 0.1 مول، مستخدماً الستالة، ثم خض الوعاء لمدة دقيقة بعد إغلاقه بشكل جيد ثم رشح المحلول واغسل الراسب بقليل من الماء المحمض قليلاً (حوالي 20 مل) ثم أضف هذه الغسالة على الرشاحة الناتجة، عندها أضف 3 مل من مشعر شب الحديد لنشادري وعاير بمحلول ثيوسيانات الأمونيوم 0.1 مول مع المزج الجيد حتى الوصول على لون أحمر بني باهت .

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

نحسب بهده المعايرة النسبة المئوية الوزنية الحجمية (و/ح) لكلور الأمونيوم في العينة، وذلك بتطبيق العلاقة التالية :

$$(w/v)\ \% = \frac{[25 \times F(AgNO_3) - Vs \times F(NH_4SCN)\ mEq \times 100}{vt}$$

حيث :

Vs = وسطي المصروف من ثيوسيانات الأمونيوم 0.1 مول مقدراً بالميليليتر .

F = عامل التصحيح.

mEq = (قيمة الميليمكافىء)

t = الحجم المأخوذ من العينة مقدراً بالميليليتر.

وبناءً عليه نجد أن كافة معطيات العلاقة أعلاه تغدو معلومة بعد انتهاء المعايرة باستثناء قيمة الميليمكافىء الذي يحسب كما يلي :

NH_4Cl	≡	$AgNO_3$
53.5 g	≡	1000 ml 1 mol
0.00533 g	≡	1 ml 0.1 mol

وبالتالي فإن قيمة الميليمكافىء هي 0.00535 غرام من كلور الأمونيوم .

3-3 معايرة كلور الأمونيوم في شراب كلور الأمونيوم بطريقة فاجان :

المبدأ : تعتمد هذه المعايرة على استخدام مشعر بآلية الأدمزاز (الأدمصاص) حيث إن تغير اللون في هذه الحالة عند نهاية المعايرة يكون سطح جزيئات راسب كلور الفضة وليس بالمحلول :

$$NH_4Cl + AgNO_3 \longrightarrow NH_4NO_3 + AgCl$$

وشرط أساسي لهذه المعايرة هو تعديل أو تخفيف حموضة محلول كلور الأمونيوم .

طريقة العمل :

انقل 10 مل من محلول كلور الأمونيوم إلى وعاء زجاجي مخروطي ومدد إلى 100 مل بالماء ثم أضف 10 نقط من محلول الفلوريسين Flurescein كمشعر [0.5 % و/ح محلول مائي من الملح الصودي] وعاير بمحلول نترات الفضة 0.1 مول حتى الحصول على لون أحمر أجري .

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

نحسب بهذه المعايرة النسبة المئوية الحجمية (و/ح) لمحلول كلور الأمونيوم وذلك بتطبيق العلاقة التالية :

$$(w/v)\ \% = \frac{Vs \times F \times mEq \times 100}{Vt}$$

حيث :

Vs = وسطي المصروف من محلول نترات الفضة 0.1 مول مقدراً بالميليليتر .

F = عامل تصحيح محلول نترات الفضة .

mEq = قيمة الميليمكافىء [عدد الغرامات أو المليغرامات من المادة (كلور الأمونيوم) التي تكافىء 1 مل من محلول القياس]

Vt = الحجم المأخوذ من العينة مقدراً بالميليليتر .

وبناءً عليه نجد أن كافة معطيات العلاقة أعلاه معلومة باستثناء قيمة mEq والتي تحسب من معادلة المعايرة كما يلي :

1 Mole	NH_4Cl	≡	1 Mole $AgNO_3$
53.5	g NH_4Cl	≡	1000 ml 1 M $AgNO_3$
53.5	g NH_4Cl	≡	10000 ml 0.1 M $AgNO_3$
0.00533	g NH_4Cl	≡	1 ml 0.1 M $AgNO_3$

وبالتالي فإن قيمة الميليمكافىء هي 0.00535 غرام من كلور الأمونيوم .

وقل رب زدني علما
جامعة دمشق
Damascus University

الفصل الرابع
معايرة الأدوية بمقياس المعقدات

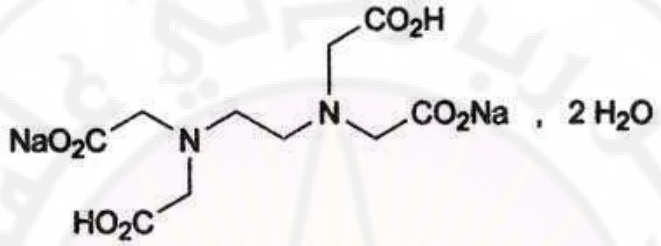
Damascus University

وقل رب زدني علما
Damascus University

الفصل الرابع

معايرة الأدوية بمقياس المعقدات

4-1 تحضير محلول أولي من إيديدات الصوديوم 0.1 مول



Disodium dihydrogen ethylenediaminetetra-acetate; sodium edetate; $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8, 2H_2O = 372.2$

يوزن 37.5 غ وتوضع في بالون معاير سعة 1000 مل ثم يضاف 500 مل من الماء المقطر وبعد تمام الانحلال يكمل الحجم بالماء المقطر وبعد ذلك يتم تصحيح تركيز المحلول من خلال معايرته مع محلول أولي من كلور الزنك حيث يتشكل معقد ثابتاً مع الزنك.

طريقة العمل :

انقل 25 مل من محلول كلور الزنك $ZnCl_2$ ذي التركيز 0.05 مول إلى وعاء زجاجي مخروطي، ثم أضف 5 مل من محلول وقاء الأمونيوم /كلور الأمونيوم (pH=10) [يحل 5.4 غ كلور الأمونيوم في 70 مل من محلول الأمونيا 5 مول وتمدد ل 100 مل بالماء المقطر] ثم أضف قطرتين من محلول أسود الأيروكروم T [يحل 0.2 غ في 15 مل ثلاثي ايتانول أمين و5 مل من الكحول المطلق] وعاير بمحلول إيديدات الصوديوم حتى يتغير اللون من الأحمر الآجري إلى اللون الأزرق مروراً باللون النهدي Mauve.

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

نحسب بداية التركيز المولي العملي لمحلول إيديدات الصوديوم وذلك بتطبيق القانون :

$$M_1 V_1 = M_2 V_2$$

حيث

M_1 هو التركيز المولي العملي (الآني) لمحلول إيديدات الصوديوم .

M_2 التركيز المولي لمحلول كلور الزنك ويساوي 0.1 مول

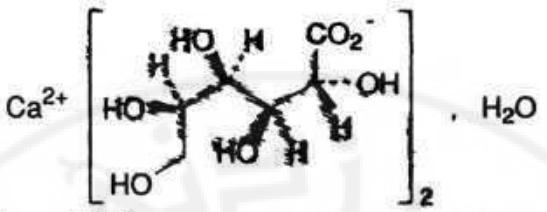
V_1 الحجم المصروف من محلول الأيديدات .

V_2 حجم محلول كلور الزنك المستخدم ويعادل 25 مل

بعد ذلك يمكن حساب عامل التصحيح بتقسيم التركيز المولي العملي الذي حصلنا عليه على 0.1 .

2-4 معايرة غلوكونات الكالسيوم

Determination of Clacium Gluconate



$C_{12}H_{22}CaO_{14},H_2O$ 448.4

يتم وزن 800 ملغ بدقة، ثم ينقل لوعاء مخروطي وتحل ب 20 مل ماء مقطر ثم تمدد ل300 مل بالماء المقطر، ثم أضف 6 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم 42% ثم يضاف حوالي 15 ملغ من مسحوق مشعرحمض كاربوكسيليك الكالكون Calconcarboxylic acid Triturate (1% في كلور الصوديوم) حتى يتحول من البنفسجي للأزرق التام .

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

نحسب بهذه المعايرة النسبة المئوية الحجمية (و/و) لغلوكونات الكالسيوم في العينة وذلك بتطبيق العلاقة التالية :

$$(w/w)\ \% = \frac{Vs \times F \times mEq \times 100}{Wt}$$

حيث :

Vs = وسطي المصروف من محلول إيديدات الصوديوم 0.1 مول مقدراً بالميليليتر .

F = عامل تصحيح محلول إيديدات الصوديوم .

mEq = قيمة الميليمكافىء [عدد الغرامات أو المليغرامات من المادة (غلوكونات الكالسيوم) التي تكافىء 1 مل من محلول القياس].

w t = الوزن المأخوذ من العينة مقدراً بالميليلغرام .

وبناءً عليه نجد أن كافة معطيات العلاقة أعلاه معلومة باستثناء قيمة mEq والتي تحسب من معادلة المعايرة كما يلي :

$$Ca^{++} + H_2Y^{--} \longrightarrow CaY^{--} + 2H^{+}$$

1 Mole Ca-Gluconate	≡	1 Mole Na-edetate
430.84 g	≡	1000 ml 1 M Na-edetate
0.0043084 g	≡	10000 ml 0.1 M Na-edetate
44.84 mg	≡	1 ml 0.1 M Na-edetate

أي أن قيمة المليمكافىء هي 44.84 ملغ من غلوكونات الكالسيوم .

3-4 معايرة اكسيد الزنك

Determination of Zinc Oxide

Zinc Oxide ZnO = 81.4

المبدأ :

تشكل ايديدات الصوديوم معقداً مع شوارد الزنك يسمح بمعايرة الزنك مباشرة باستخدام الهكزامين وبرتقالي الكزيلينول وفق المعادلة .

$$Zn^{++} + [H_2Y]^{--} \longrightarrow [ZnY]^{-} + 2H^{+}$$

طريقة العمل :

قم بوزن 150 ملغ من أكسيد الزنك بدقة عالية ثم ضعها في وعاء مخروطي سعة 500 مل، وحلها في 10 مل من حمض الخل الممد (12 % و/و بالماء) ثم مدد ل 200 مل بالماء المقطر، أضف حوالي 50 ملغ من مسحوق برتقالي الكزيلينول Xylenol Orange triturate (يحضر بنسبة 1% بنترات البوتاسيوم) والهكزامين حتى نحصل على محلول بنفسجي محمر ثم نضيف 2 غ من الهكزامين ونعاير بمحلول ايديدات الصوديوم 0.1 مول حتى يظهر لون أحمر بنفسجي يتحول للأصفر .

كل 1 مل من محلول إيديدات الصوديوم 0.1 مول يكافىء 8.14 ملغ أكسيد الزنك .

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

نحسب بهذه المعايرة النسبة المئوية الوزنية (و/و) لأكسيد الزنك في العينة وذلك بتطبيق العلاقة التالية :

$$(w/w)\ \% = \frac{Vs \times F \times mEq \times 100}{Wt}$$

حيث :

Vs = وسطي المصروف من محلول إيديدات الصوديوم 0.1 مول مقدراً بالميليليتر .

F = عامل تصحيح محلول إيديدات الصوديوم .

mEq = قيمة الميليمكافىء [عدد الغرامات أو المليغرامات من المادة (اكسيد الزنك) التي تكافىء 1 مل من محلول القياس]

w t = الوزن المأخوذ من عينة اكسيد المغنزيوم مقدراً بالميليلغرام .

4-4 معايرة مجموع شوارد الكالسيوم والمغنزيوم في الماء :

Determination of Ca^{++} and Mg^{++} in Water

المبدأ :

نقوم بداية بمعايرة مجموع شوارد الكالسيوم والمغنزيوم باستخدام محلول إيديدات الصوديوم بوجود وقاء وباستخدام مشعر أسود الأيروكروم. بعد ذلك نعاير الكالسيوم لوحده باستخدام مشعر الميروكسيد وفي وسط قلوي شديد حيث إنه ضمن هذه الشروط تشكل الأيديدات مع الكالسيوم لوحده وفق التفاعل التالي :

$$Ca^{++} + H_2Y^{-} \longrightarrow CaY^{-} + 2\,H^{+}$$

طريقة لعمل :

1- معايرة الكالسيوم لوحده :

انقل 25 مل من عينة الماء إلى وعاء زجاجي مخروطي، ثم أضف 15 مل وقاء قلوي (pH=12) وبعد إضافة ما يقارب من 50 ملغ من مسحوق مشعر الميروكسيد (المحضر مع كلور الصوديوم مسبقاً بنسبة 1%) عاير بمحلول إيديدات الصوديوم 0.05 مول ببطء مع التحريك المستمر حتى انقلاب

اللون من الأحمر الآجري إلى اللون الأرجواني Purple فيكون الحجم المصروف مكافىء لشـوارد الكالسـيوم والمغنزيوم وسنرمز لهذا الحجـم ب (Vca)

2- معايرة شوارد الكالسيوم والمغنزيوم معاً :

انقل 25 مل من عينة الماء السابقة إلى وعاء زجاجي مخروطي، ثم أضف 5 مل من الوقاء ذي ال pH=10 (وقاء الأمونيوم المركز مع كلور الأمونيوم الذي يحضر كما هو وارد بالفقرة 4-1)، وبعد تزويد الوسط بنقطتين من محلول أسود الأيروكروم (انظر طريقة التحضير بالفقرة 4-1)، عاير بمحلول إيديدات الصوديوم 0.05 مول /ل، حتى انقلاب اللون من الأحمر الآجري إلى الأزرق مروراً باللون النهدي، فيكون الحجم المصروف من محلول الأيديدات مكافئ مجموع شوارد الكالسيوم والمغنزيوم بالوسط، وسنرمز لهذا الحجم بالرمز (V total) .

طريقة الحساب :

بعد حساب الميليمكافىء لكل من الكالسيوم والمغنزيوم سنجد أن :

كل 1 مل من محلول الأيديدات 0.05 مول يكافىء 0.002 غرام من الكالسيوم .
كل 1 مل من محلول الأيديدات 0.05 مول يكافىء 0.0012 غرام من المغنزيوم .
وبالتالي نحسب النسبة المئوية الحجمية (و/ح) لكل من الكالسيوم والمغنزيوم كما يلي :

$$\%(w/v)\ Ca^{++} = \frac{V_{ca} \times F \times meq \times 100}{Vt}$$

$$\%(w/v)\ Mg^{++} = \frac{(V_{total} - V_{Ca}) X\ F\ X\ meq\ X\ 100}{Vt}$$

حيث :

F = عامل التصحيح لمحلول الأيديدات

Vt = الحجم المأخوذ من عينة الماء مقدراً بالميليليتر .

5-4 : معايرة الرصاص

Determination of Lead

المبدأ :

تتم المعايرة باستخدام مشعر أسود الأيروكروم بشكل مباشر، حيث تضاف الطرطرات لمنع ترسب الرصاص بسبب الوقاء، وأما بالنسبة لشوارد الزنك، النحاس، النيكل، الكوبالت، الحديد، الزئبق ولكاديميوم وكذلك الكميات القليلة من المنغنيز فيمكن حجبها بإضافة كمية قليلة من سيانور البوتاسيوم .

طريقة العمل :

يضاف 5 مل من محلول طرطرات الصوديوم والبوتاسيوم 1 مول إلى محلول العينة، ثم يعدل المحلول تدريجياً بالصود ثم يضاف محلول الوقاء pH=10 بمعدل 5 مل من الوقاء لكل 100 مل من العينة، وبعد إضافة مشعر أسود الآيروكروم _ T ، يسئل من محلول الأيديدات 0.1 مول حتى يتحول اللون من الأحمر للبنفسجي للأزرق .

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

يقوم الطالب بحساب النسبة المئوية الحجمية (و/ح) لشوارد الرصاص، آخذاً بعين الاعتبار أن كل 1 مل من محلول الأيديدات 0.1 مول، يكافىء 20.71 ملغ من الرصاص .

وقل رب زدني علما
جامعة دمشق
Damascus University

الفصل الخامس

معايرة الأدوية بمقياس الأكسدة والأرجاع (الأختزال)

Damascus University

وقل رب زدني علما
جامعة دمشق
Damascus University

الفصل الخامس

معايرة الأدوية بمقياس الأكسدة والأرجاع (الأختزال)

5-1 المعايرات باستخدام برمنغنات البوتاسيوم 0.1 مول

5-1-1 تحضير محلول معاير أولي من برمنغنات البوتاسيوم 0.1 مول Potassium Permanganate

$KMnO_4$ 158.0

يوزن بدقة 16 غرام من برمنغنات ابوتاسيوم وتوضع في بالون معاير سعة 1 ليتر ثم تحل بالماء المقطر ويكمل الحجم ل 1000 مل وبعدها توضع في حمام مائي وتسخن لمدة ساعة ثم ترشح عبر مرشحة زجاجية a sintered-glass filter.

وباعتبار أن مادة برمنغنات البوتاسيوم ليست مادة معايرة أولية لذلك فإن محاليلها لا تعتبر محاليل معايرة أولية ، أي أنها غير صالحة للاستخدام بالمعايرة مباشرة ولا بد من تصحيح تركيزها من خلال حساب عامل التصحيح وذلك من خلال استخدام محلول حمض الحماض Oxalic acid كمحلول معاير أولي لضبط تركيز محلول برمنغنات البوتاسيوم وفق المعادلات الثلاث التالية ، حيث تمثل المعادلة الأولى تفاعل أكسدة الحماضات والمعادلة الثانية معادلة إرجاع المنغنيز في حين تمثل المعادلة الأخيرة مجمل التفاعل :

$$\begin{array}{l} COO^- \\ | \\ COO^- \end{array} \quad -2\,e^- \longrightarrow 2CO_2$$

$$MnO_4^- + 8\,H^+ + 5\,e^- \longrightarrow Mn^{++} + 4\,H_2O$$

$$2MnO_4^- + 5 \begin{array}{l} COO^- \\ | \\ COO^- \end{array} + 16\,H^+ \longrightarrow 2\,Mn^{++} + 10\,CO_2 + 8\,H_2O$$

طريقة العمل :

يُنقل 20 مـل مـن محلـول حمض الحماض 0.1 ن [يحضر حمض الحماض ذي الصيغة $(CO_2H)_2,2H_2O$ ووزنه الجزيئي 126.1 بحل 12.6 غ بالماء المقطر لغاية 1000 مل] إلـى وعاء زجاجـي مخروطي، ثم يُضاف 5 مل من حمض الكبريت المركز، ونُسخن المحلول لحدود الدرجة 80 مئوية، وبعدها نُستل من محلول برمنغنات البوتاسيوم 0.1 ن حتى ظهور لون وردي خفيف يثبت لمدة 30 ثانية بعد المزج ، (وهنا نجد أن محلول البرمنغنات لعب دور المشعر الداخلي).

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

نحسب بداية التركيز المولي العملي لمحلول برمنغنات البوتاسيوم وذلك بتطبيق القانون :

$$M_1 V_1 = M_2 V_2$$

حيث

M_1 هو التركيز المولي العملي (الآني) لمحلول برمنغنات البوتاسيوم .

M_2 التركيز المولي لمحلول حمض الحماض ويساوي 0.1 مول.

V_1 الحجم المصروف من برمنغنات البوتاسيوم .

V_2 حجم محلول حمض الحماض ويعادل 20 مل.

بعد ذلك يمكن حساب عامل التصحيح بتقسيم التركيز المولي العملي الذي حصلنا عليه على 0.1 .

5-1-2 معايرة كبريتات الحديدي

Ferrous Sulphate Heptahydrate

$FeSO_4,7H_2O$ 278.0

المبدأ : تُؤكسد برمنغنات البوتاسيوم الحديد الثنائي إلى حديد ثلاثي كما يلي :

$$Fe^{+2} - e^- \longrightarrow Fe^{+++}$$

$$MnO_4^- + 5\,e^- + 8\,H^+ \longrightarrow Mn^{++} + 4H_2O$$

$$MnO_4^- + 6\,H^+ + 5\,Fe^{++} \longrightarrow Mn^{++} + Fe^{+3} + 4\,H_2O$$

حيث يتفاعل 5 مول من الحديدي مع 1 مول من البرمنغنات ويكون عدد الأليكترونات المتبادلة هو 5 إليكترونات .

$5\ Fe \equiv 1\ MnO_4 \equiv 5\ e^-$

$1\ Fe \equiv 1\ e^- \equiv 10000\ ml\ 0.1\ N\ KMnO_4$

طريقة العمل :

انقل 0.5 غرام من بودرة كبريتات الحديدي(موزونة بدقة) إلى وعاء زجاجي مخروطي، ثم أضف 25 مل من حمض الكبريت الممدد [بحدود ا مول، انظر 5-1-3]، وحرك المحلول حتى تنحل المادة، ثم سئل من محلول برمنغنات البوتاسيوم 0.1 ن حتى يظهر لون أحمر وردي .

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

يتم إجراء الحساب على أساس أن الميليمكافىء يساوي 0.0278 غرام ، أي أن كل 1 مل من محلول برمنغنات البوتاسيوم 0.1 مول يكافىء 0.0274

غرام من كبريتات الحديدي. وبالتالي لحساب النسبة المئوية الوزنية (و/و) لنقاوة مسحوق كبريتات الحديدي نقوم بتطبيق العلاقة :

$$C\% = \frac{Vs \times F \times 0.0278 \times 100}{Wt}$$

حيث :

F= عامل التصحيح لمحلول برمنغنات البوتاسيوم .

Wt= الوزن المأخوذ من مسحوق كبريتات الحديدي مقدراً بالغرام .

3-1-5 : معايرة الماء الأوكسجيني :

Hydrogen Peroxide (H_2O_2)

المبدأ :

يعاير الماء الأكسجيني مباشرة بمحلول برمنغنات البوتاسيوم وفق المعادلة التالية :

$$2\,MnO^-_4 + 6\,H^+ + 5H_2O_2 \longrightarrow Mn^{+2} + 8\,H_2O + 5O_2$$

$$5\,H_2O_2 \equiv 2\,MnO_4 \equiv 10\,e^-$$

$$1\,H_2O_2 \equiv 2\,e^- \equiv 2000\ ml\ 1\,N \equiv 20000\ ml\ \ 0.1N$$

طريقة العمل :

يُنقل 25 مل من محلول الماء الأكسجيني المراد معايرته إلى وعاء زجاجي مخروطي ثم يمدد ل 100 مل من الماء المقطر ويُضاف له 20 مل من حمض الكبريت الممدد (5.5 مل من حمض الكبريت الكثيف تمدد ل 60 مل ثم تكمل بالماء ل 100 مل بالماء المقطر فنحصل على حمض الكبريت الممدد

المطلوب وهو يعادل 9.8 % وزن /حجم أو 1 مول تقريباً) ثم يُستل من محلول برمنغنات البوتاسيوم 0.1 ن بالبرودة حتى يظهر لون وردي .

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

تُحسب النسبة المئوية على أساس أن كل 1 مل من محلول القياس يكافىء 0.001702 غرام من الماء الأكسجيني .

طريقة الحساب :

1- حساب النسبة المئوية للماء الأكسجيني :

$$C\% = \frac{Vs \times F \times Meq \times 100}{Vt}$$

$$C\% = \frac{Vs \times F \times 0.001702 \times 100}{25}$$

2- تحديد القوة الحجمية للماء الأكسجيني

Determine of volume strength

إن القوة الحجمية للماء الأكسجيني هي عدد ميليليترات الأكسجين التي يمكن الحصول عليها بدرجة الحرارة والضغط العادي وذلك عندما يتفكك 1 مل من المحلول ، وبما أن تفكك 1 مل من الماء الأكسجيني يتم كما يلي :

$$2\,H_2O_2 \longrightarrow 2H_2O + O_2$$

68.04 — 22400 ml

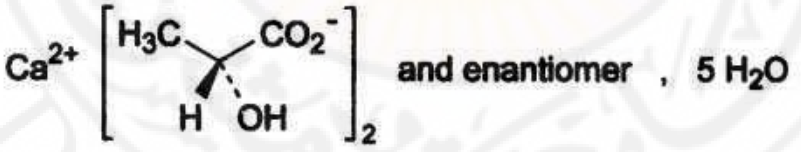
1 gram — 329.2 ml

لذلك فإن القوة الحجمية للماء الأكسجيني تُحسب من العلاقة :

$$\text{القوة الحجمية (مل)} = \frac{\text{التركيز المئوي بالغرام} \times 329.3}{100}$$

4-1-5 : معايرة لبنات (لاكتات) الكالسيوم :

Calcium Lactate Pentahydrate



$C_6H_{10}CaO_6,5H_2O$ 218.2

المبدأ :

هو إزاحة حماضات الكالسيوم المكافئة إلى لاكتات الكالسيوم بواسطة حماضات الأمونيوم ثم إزاحة حمض الحماض من حماضات الكالسيوم بواسطة حمض الكبريت ومعايرة حمض الحماض بالبرمنغنات حيث يُحل الملح المطلوب

معايرته في محل مناسب، بحيث نستطيع ترسيبه على شكل حماضات ضعيفة الانحلال، حيث يُفصل الراسب عندها بالترشيح، ثم يُغسل الفائض من الحماضات الذائبة وبعدها تُخرب بحمض الكبريت فيتحرر حمض الحماض الذي يُعاير ببرمنغنات البوتاسيوم وفق المعادلات التالية :

$$(CH_3\text{-}CHOH\text{-}COO)_2\,Ca.5H_2O + (NH4)_2C_2O_4 \longrightarrow CaC_2O_4 + 2\,CH_3\text{-}CHOH\text{-}COONH_4 + 5H_2O$$

$$CaC_2O_4 + H_2SO_4 \longrightarrow CaSO_4 + H_2C_2O_4$$

$$2C_2O4^{--} + 2\,MnO_4^- + 16H^+ \longrightarrow 2Mn^{++} + 10\,CO_2 + 8H_2O$$

طريقة العمل :

ضع 0.5 غرام من المادة موزونة بدقة في بيشر ثم أضف 100 مل من الماء، و3 مل من حمض كلور الماء المركز، ثم أضف بضع قطرات من أحمر الميثيل [0.1 % و/ح بالماء المقطر]، واجعل المحلول قلوياً خفيفاً بإضافة محلول الأمونيوم الممدد.

سخن المحلول حتى الغليان ببطء ومع التحريك المستمر ثم أضف 30 مل من محلول ساخن من حماضات الأمونيوم حتى يكتمل الترسيب .

سخن على حمام مائي غالٍ لمدة ساعة حتى يتجمع الراسب، ثم رشح كمياً، وأغسل الراسب بكمية قليلة من الماء البارد، ثم اثقب ورقة الترشيح بإستخدام قضيب زجاجي وأغسل الراسب الكلي بقليل من الماء الساخن، ثم أضف للرشاحة كمية صغيرة من حمض الكبريت الممد (8:1) ومدد ل 100 مل بالماء ثم سخن للدرجة 70 مئوية وعاير بمحلول برمنغنات البوتاسيوم 0.1 مول وسجل المصروف .

نحســب النسبة المئوية على أساس أن كل 1 مل من محلول برمنغنات البوتاسيوم 0.1 مول يكافىء 0.01542 غرام من لبنات الكالسيوم وذلك من العلاقة :

$$w/w\ \% = \frac{Vs \times F \times meq \times 100}{Wt}$$

5-2 المعايرات باستخدام أملاح السيريوم الرباعية

Ceric Sulphate Titration s

5-2-1 معايرة كبريتات الحديدي $FeSO_4,7H_2O$

المبدأ :

تؤكسد أملاح السيريوم والأمونيوم الرباعية الحديدي وتحوله إلى حديد، بينما تُرجع أملاح السيريوم إلى سيريوم ثلاثي وفق المعادلات التالية :

$$Fe^{++} \longrightarrow Fe^{+++} + e^-$$
$$Ce^{+4} + e^- \longrightarrow Ce^{+3}$$
$$Fe_{++} + Ce^{+4} \longrightarrow Fe^{+3} + Ce^{+3}$$

طريقة العمل :

انقل بدقة 0.25 غرام من مسحوق كبريتات الحديدي إلى وعاء زجاجي مخروطي ثم حل المزيج في 25 مل ماء وأضف 10 مل من حمض الكبريت الممدد وعاير مباشرة بمحلول السيريوم الرباعي 0.05 نظامي (0.05 N) (Ammonium Ceric Sulphate] تملك هذه المادة الصيغة

التالية $(2NH_4)_2SO_4,Ce(SO_4)_2,2H_2O$ ووزنها الجزيئي 632.6 حيث يتم حل 32 غ من المادة بالاستعانة بالتسخين الخفيف مع 15 مل من حمض الكبريت و500 مل من الماء المقطر، حيث يبرد المحلول ويرشح لأزالة العكر وتمدد الرشاحة ل 1000 مل بالماء المقطر] مستخدماً 1 مل من محلول الفيروئين Ferroin كمشعر [يحضر محلول هذا المشعر بحل 1.760 غ فيروئين و0.7 غ من كبريتات الحديد الثنائية بالماء المقطر لغاية 1000 مل]، حيث ياخذ المحلول لوناً برتقالياً يتحول إلى الأزرق عند نهاية المعايرة .

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

تحسب النسبة المئوية الوزنية (و/و) لنقاوة كبريتات الحديدي آخذين بالحسبان أن كل 1 مل من كبريتات السيريوم والأمونيوم 0.05 مول تكافىء 0.0139 غرام من $FeSO_4,7H_2O$

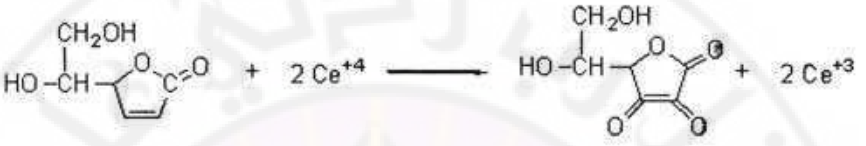
وبالتالي لحساب النسبة المئوية الوزنية نطبق العلاقة :

$$w/w\ \% = \frac{Vs \times F \times meq \times 100}{Wt}$$

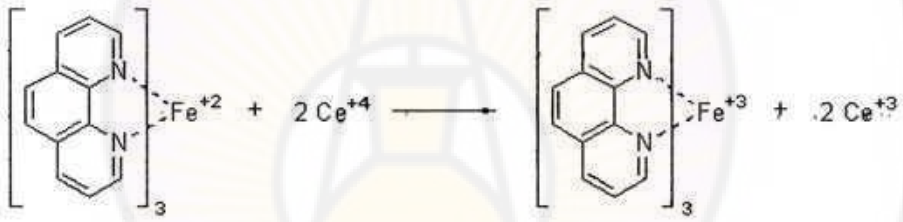
5-2-2 معايرة حمض الأسكوربي (فيتامين C) في المضغوطات .

المبدأ :

معايرة مباشرة بمقياس السيريوم وبوجود مشعر الفيروئين وفق المعادلات التالية:



فيتامين c



(Ferroin)
لون أحمر

(Ferroin)
لون أزرق

طريقة العمل :

تُوزن 20 مضغوطة وتسحق جيدًا، ثم يُؤخذ ما يكافىء 0.15 غرام من فيتامين C وتحـل في مزيج مؤلف من 30 مل ماء و 20 مل حمض الكبريت 1 مول [يحضر بتمديد 55 مل من حمض الكبريت الكثيف لغاية 1000 مل ماء مقطر]، ونُعاير بمحلول كبريتات الأمونيوم والسيريوم الرباعية 0.1 مول وباستخدام مشعر الفيروئين حتى تَحول اللون من الأحمر للأزرق .

تُعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

$$1 \text{ Mole vit. C} \equiv 2 \text{ Mole } Ce^{+4} \Longrightarrow$$

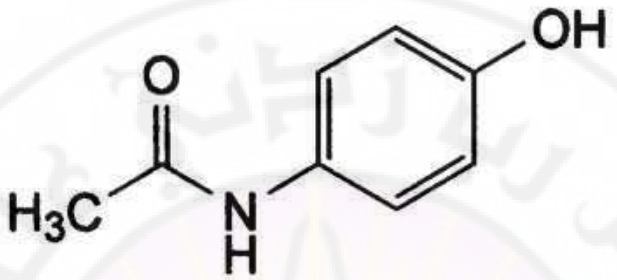
$$0.008806 \text{ gram vit.C} \equiv 1 \text{ ml } 0.1 \text{ N Amm.Ceric. } SO_4$$

بفرض أن ما صُرف من محلول السيريوم هو Vs مل وأن عامل التصحيح هو F، تكون النسبة المئوية لفيتامين C بالمضغوطة هي :

$$C\% = \frac{Vs \times 0.008806 \times F \times 100}{0.15}$$

3-2-5 معايرة الأسيتومينوفين (الباراسيتامول)

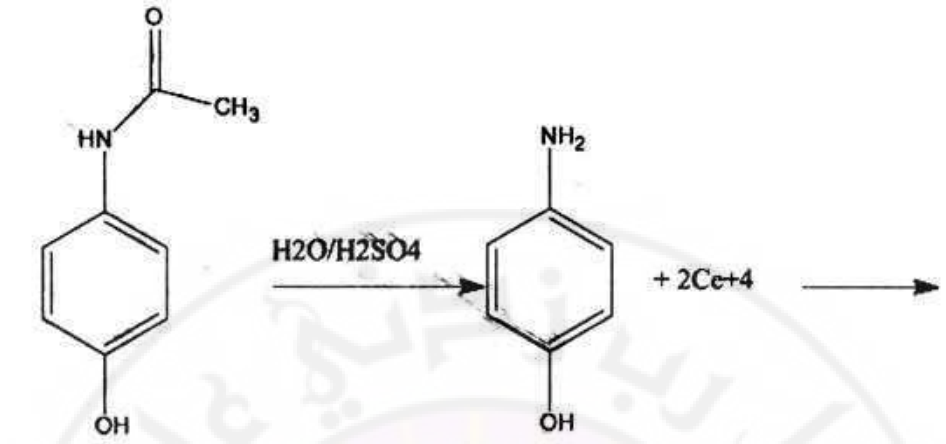
Determination of Acetaminophen (Paracetamol)



$C_8H_9NO_2$ 151.2

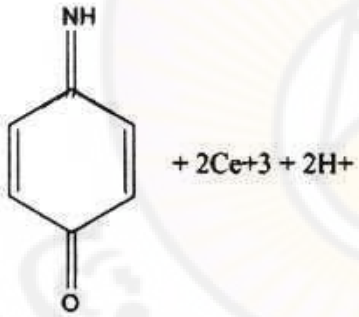
المبدأ :

لا يمكننا معايرة الأسيتامينوفين مباشرة بمحلول كبريتات السيريوم أو الأمونيوم لهذا نعمد إلى تسخينه مع حمض الكبريت حتى يتم انشطار مجموعة الأسيتيل والحصول على مركب 4- أمينوفينول الذي يتأكسد بسهولة بواسطة أملاح السيريوم حيث نستخدم مشعر الفيروئين وفق التفاعل التالي :



Acetaminophen

4-Aminophenol



p - Chinonimin

طريقة العمل :

يوزن 0.3 غرام من الباراسيتامول ويوضع في فيول مزود بسدادة ثم تحل المادة بإضافة 10 مل ماء مقطر و30 مل من حمض الكبريت 1 مول ثم يغلى المزيج لمدة ساعة بوجود مبرد صاعد، وبعد ذلك يبرد ويمدد إلى 100 مل ثم يؤخذ 20 مل من المحلول الناتج ويضاف لها 40 مل ماء و40 غ ثلج (ماء محمد) و15 مل من حمض كلور الماء 2 مول وأخيراً 0.1 مل من مشعر

الفيروئين، ثم يستل من محلول كبريتات السيريوم والأمونيوم 0.1 مول حتى تحول اللون للأصفر ويسجل المصروف .

طريقة الحساب :

إن قيمة الميليمكافىء = 0.007560 غرام، أي أن كل 1 مل من محلول السيريوم 0.1 مول من محلول السيريوم 0.1 مول تكافىء 0.007560 غرام من الباراسيتامول .

بعد ذلك نحسب النسبة المئوية الوزنية (و/و) لنقاوة الباراسيتامول، آخذين بالحسبان أننا أخذنا فقد 20 مل من أصل 100 مل، أي 5/1 من الكمية الأصلية، ولهذا لابد من ضرب النتيجة ب 5 بحيث تصبح العلاقة كما يلي :

$$w/w\ \% = \frac{Vs \times F \times X\ meq \times X100}{Wt} \times 5$$

3-5 المعايرات باستخدام ثاني كرومات البوتاسيوم Potassium Dichromate

$K_2Cr_2O_7 = 294.2 K_2Cr_2O_7 = 294.2$

5-4-1 تحضير محلول معاير أولي من ثاني كرومات البوتاسيوم 0.1 مول :

باعتبار أن مادة ثاني كرومات البوتاسيوم هي مادة عيارية أولية لذا فإن محاليلها تعتبر محاليل معايرة أولية وليست بحاجة لضبط تركيز أو تصحيح.

وبغية تحضير محلول 0.1 نظامي من هذه المادة يكفي أن نوزن بدقة 4.9032 غرام من المادة ثم نضعها في بالون معاير سعة 1 ليتر Volumetric flask، ونكمل الحجم بالماء المقطر الى 1 ليتر، وبهذا نحصل على محلول لثاني كرومات البوتاسيوم تركيزه 0.1 نظامي، ويكون ثابتاً لفترة طويلة .

5-3-2 معايرة الغليسيرين

Assay of Glycerol

المبدأ :

يتأكسد الغليسيرين بوجود فائض من الكرومات بوسط حمضي شديد إلى CO_2 و H_2O حيث يُعاير الفائض من الكرومات بمقياس اليود بعد إضافة يودور البوتاسيوم ومعايرة اليود المتحرر بمحلول عياري من تحت كبريتيت الصوديوم .

$$3C_3H_5(OH)_3 + 7K_2Cr_2O_7 + 28\ H_2SO_4 \longrightarrow 7\ Cr_2(SO_4)_3 + 7\ K_2SO_4 + 9\ CO_2 + 40\ H_2O$$

$$Cr_2O_7^{--} + 2\ S_2O_3^{--} + 14\ H^+ \longrightarrow 2\ Cr^{+3} + S_4O_6^{--} + 7\ H_2O$$

طريقة العمل :

يُنقل 10 مل غليسيرين إلى وعاء مخروطي مصنفر ويضاف لها 25 مل من محلول الكرومات 0.1 نظامي و 10 مل من حمض الكبريت الكثيف، حيث نُحرك بقضيب زجاجي ثم يُغطى الوعاء بزجاجة ساعة Watch glass ونُسخن المحلول للغليان فوق لهب خفيف لمدة 5 دقائق حيث نَغسل بعدها القضيب وزجاجة الساعة بالماء المقطر ثم نُبرد المحلول وننقله لبالون معاير سعة 250 مل ونُمدد بالماء المقطر حتى خَط العيار ثم نَمزج ونأخذ 25 مل لوعاء مخروطي ونمدده بالماء ونضيف 2 غرام من يودور البوتاسيوم ونعاير بمحلول تحت كبريتيت الصوديوم 0.1 نظامي بوجود مشعر النشاء حتى انقلاب اللون فيكون كل 1 مل من محلول الكرومات 0.1 نظامي يكافىء 0.00657 غرام غليسيرين .

5-4 المعايرات باستخدام اليود وتحت كبريتيت الصوديوم

5-4-1 تحضير محلول معاير أولي من اليود 0.1 مول

لا يُعد اليود مادة عيارية أولية ، ولذلك لابد من ضبط تركيز محاليله بإحدى الطرائق الدستورية المعتمدة ، وبما أن اليود لا ينحل بالماء إلا قليل جدًا لذلك فإننا نعمل على رفع درجة انحلاله بإضافة يودور البوتاسيوم حيث يتفاعل مع اليود ويشكل معقداً من نمط

(I_3^-) Triiodide complex حيث ينحل هذا الأخير بشكل جيد بالوسط المائي:

$$I^- + I_2 \rightleftharpoons I_3^-$$

ويحضر محلول اليود 0.1 ن عمليًا بحل 20-25 غرام من يودور البوتاسيوم في 20 مل ماء باستخدام بالون معاير سعة 1000 مل ثم يضاف 12.7 – 12,8 غرام من اليود ، ويخض حتى تمام الانحلال، ثم يكمل ل 1 ليتر بالماء المقطر ثم يُعمد بعد ذلك لضبط تركيز المحلول وحساب عامل تصحيحه .

بالنسبة لضبط تركيزمحلول اليود فإن دساتير الأدوية تَنصح باستخدام محلول أكسيد الزرنيخ الثلاثي AS_2O_3 في محلول وقاء، حيث يُحل أكسيد الزرنيخ في محلول هيدروكسيد الصوديوم 0.1 نظامي الذي يحول أكسيد الزرنيخ لشكله الأيوني ASO_3^{-3} وبعد التعديل بحمض كلور الماء الممدد تضاف كمية من بيكربونات الصوديوم ثم تُعاير الزرنيخات بمحلول اليود 0.1 نظامي حيث يُؤكسد اليود ASO_3^{-3} الى ASO_4^{-3} وفق المعادلة التالية :

$$I_2 + ASO_3^{-3} + 2OH^- \rightleftharpoons 2I^- + ASO_4^{-3} + H_2O$$

وهنا يكون كل 1 مل من محلول اليود 0.1 نظامي يكافىء 4.946 غرام من AS_2O_3 حيث يُلاحظ من التفاعل أن تركيز الهيدرجين بالوسط يلعب دورًا

كبيرًا بتحديد اتجاه التفاعل الذي يتجه لليمين بالوسط القاعدي والمعتدل ولليسار بالوسط الحمضي .

كما يمكننا ضبط محلول اليود أيضًا بمحلول معاير من تحت كبريتيت الصوديوم كما يلي :

$$2S_2O_3^{--} \longrightarrow S_4O_6^{--} + 2e^-$$
$$I_2 + 2e^- \longrightarrow 2\,I^-$$

$$2S_2O_3^{--} + I_2 \longrightarrow S_4O_6^{--} + 2\,I^-$$

ويتم ذلك عملياً بوضع 25 مل من اليود 0.1 نظامي بوعاء مخروطي مصنفر glass Stoppered conical flask ثم نُسْتل من محلول تحت كبريتيت الصوديوم 0.1 نظامي بوجود النشاء حتى ظهور لون أزرق، فيكون كل 1 مل من محلول اليود 0.1 نظامي يكافىء 0.02482 من تحت كبريتيت الصوديوم.

تُعاد المعايرة ثلاث مرات ، ويحسب عامل التصحيح كما يلي :

$$N_1V_1 = N_2V_2$$

$$F\,(I_2) = \frac{N1}{0.1}$$

5-4-2 تحضير محلول معاير أولي من تحت كبريتيت الصوديوم 0.1 مول .

$$Na_2S_2O_3,5H_2O \qquad 248.2$$

نظراً لكون مادة تحت كبريتيت الصوديوم ليست مادة معايرة أولية لذا نقوم بتحضير محلول معاير ثانوي من تحت كبريتيت الصوديوم بتركيز تقريبي 0.1 مول ثم نعمل على ضبط تركيزه حيث نحل 25 غ من مادة تحت كبريتيت

الصوديوم Sodium Thiosulphate ثم يضاف 0.2 غ فحمات الصوديوم Sodium carbonate باستخدام ماء خالي من ثاني اكسيد الكربون ويكمل الحجم ل 1000 مل. حيث يضبط هذا المحلول من خلال حساب عامل التصحيح كما يلي :

يضبط تركيز هذا المحلول دستورياً إما باستخدام محلول معايرمن بيريودات البوتاسيوم 0.1 نظامي حيث تُرجَع هذه الأخيرة بوسط حمضي معتدل وبوجود فائض من يودور البوتاسيوم الى I_2 الذي يعاير بمحلول تحت كبريتيت الصوديوم وفق التفاعل :

$$IO3^- + 5I^- + 6\,H_3O^+ \longrightarrow 3I_2 + 9H_2O$$

ويتم العمل بوزن 0.1 غرام من KIO_3 وحلها في 200 مل ماء مقطر ثم يضاف لها 1 غرام من يودور البوتاسيوم KI ويُحمض الوسط باستخدام حمض كلور الماء ثم يُستل من محلول $Na_2S_2O_3$ بوجود النشاء حتى انقلاب اللون فيكون كل 1 مل من محلول تحت كبريتيت الصوديوم 0.1 نظامي يكافىء 3.567 غرام من KIO_3 .

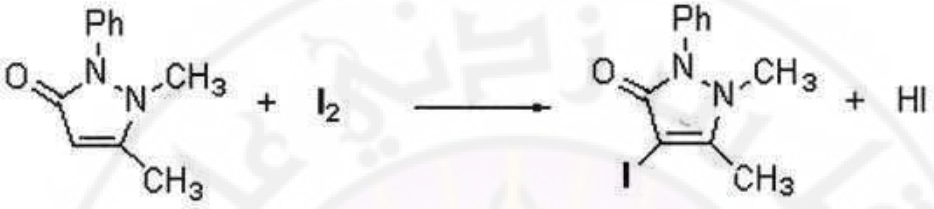
3-4-5 معايرة الفينازون Phenazone



$C_{11}H_{12}N_2O$ 188.2

المبدأ :

معايرة بالرجوع، تتم بإضافة كمية زائدة ومعلومة من اليود للفينازون، حيث يتفاعل قسم من اليود مع الفينازون (يؤكسد اليود الفينازون)، والقسم الفائض يعاير بمحلول تحت كبريتيت الصوديوم وفق المعادلات التالية :



$$2\,Na_2S_2O_3 + I_2 \longrightarrow Na_2S_4O_6 + 2\,NaI$$

طريقة العمل :

يوزن 0.15 غرام من المادة الدوائية (فينازون) وتوضع في وعاء زجاجي مخروطي مصنفر، ثم يضاف 50 مل من الماء و2 غرام من مادة فحمات الصوديوم الحامضة، ثم يخض الوعاء حتى انحلال المادة الدوائية، ثم يضاف للوعاء 30 مل من محلول اليود 0.1 نظامي مقاسة بدقة كبيرة .

يغلق الوعاء ويترك لمدة 10 دقائق ثم يعاير اليود الفائض بمحلول تحت كبريتيت الصوديوم 0.1 نظامي باستخدام النشاء الذي يلعب دور المشعر في تحديد نقطة نهاية المعايرة، حيث إن هذا الأخير يعطي لون أزرق بوجود ليود ويختفي بزواله [يحضر محلول النشاء بحل 0.2 غ من النشاء المنحل ويضاف له 0.002 غ من يود الزئبق وتحل في 1 مل ماء وتمزج ثم يضاف 90 مل ماء مقطر غالي وبعد التبريد يكمل ل 100 مل ماء مقطر].

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

لابد لنا بداية من حساب الميليمكافىء وذلك من معادلة التفاعل حيث يتوضح لنا بشكل جلي إن كل 1 مول من الفينازون يتفاعل مع 1 مول من اليود وبالتالي نستطيع القول أن كل 188.1 غرام من الفينازون تتفاعل مع 2000 مل من محلول اليود 1 مول أو مع 20000 مل من محلول اليود 0.1 مول (المحلول المستخدم بالمعايرة) وهذا يعني أن

أن كل 1 مل من محلول اليود 0.1 مول يكافىء 0.009405 غرام من الفينازون .

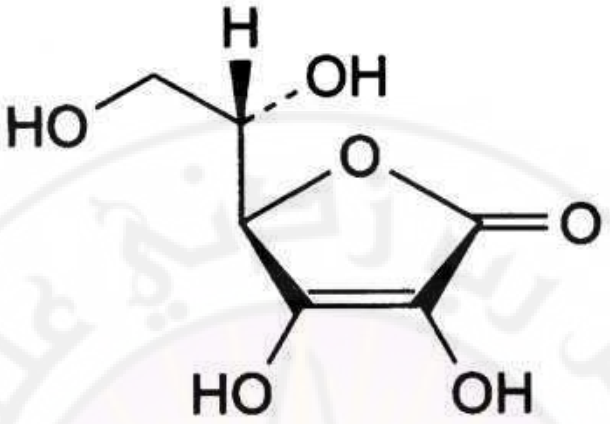
وبالتالي يتم حساب النسبة المئوية لنقاوة الفينازون بتطبيق العلاقة التالية :

$$C\% = \frac{[(30 \times F I_2) - (V S_2O_3 \times F S_2O_3)] \times Meq \times 100}{Wt.}$$

حيث :

Wt هو الوزن المأخوذ للمعايرة من الفينازون مقدراً بالغرام .

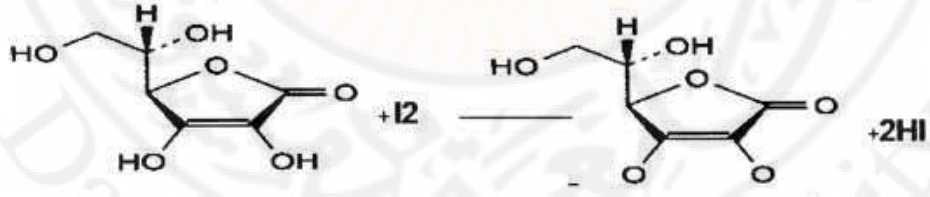
4-4-5 معايرة فيتامين C Ascorbic Acid



$C_6H_8O_6$ 176.1

المبدأ :

يعاير فيتامين C في دستور الأدوية البريطاني عندما يكون كمادة أولية باليود حيث يؤكسد اليود مباشرة فيتامين C وفق المعادلة التالية :



طريقة العمل :

يُحل 150 ملغ من حمض الأسكوربك (فيتامين C) في مزيج مؤلف من ماء خال من CO_2 و 10 مل من حمض الكبريت 1 مول، ثم نعاير بمحلول

اليود 0.05 مول بعد إضافة 1 مل من محلول النشاء ، وذلك حتى ظهور لون أزرق بنفسجي ثابت فيكون كل 1 مل من محلول اليود المستخدم يكافىء 0.00881 غرام من حمض الأسكوربي .

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

تحسب النسبة المئوية لنقاوة حمض الأسكوربي كما يلي :

$$\frac{\text{وسطي المصروف من محلول اليود} \times 0.00881 \times 100}{\text{وزن الأخيذة بالغرام}}$$

5-4-5 : معايرة الغلوكوز glucose

المبدأ :

معايرة بالإزاحة والرجوع بآن واحد فالغلوكوز لا يتفاعل مع اليود، لذلك وبعد إضافة اليود للغلوكوز بكمية فائضة نُضيف له محلول هيدروكسيد الصوديوم الذي يتفاعل مع اليود محرراً كمية مكافئة من هيبوأيوديد الصوديوم

التي تتفاعل بدورها مع الغلوكوز ويفيض قسم منها نفاعله مع حمض الكبريت فيحرر كمية مكافئة من اليود الذي نعايره بمحلول تحت كبريتيت الصوديوم بوجود محلول النشاء وفق المعادلات التالية :

$$I_2 + 2\,NaOH \longrightarrow NaIO + NaI + H_2O$$

$$C_5H_{11}O_5.CHO + NaOI \longrightarrow C_5H_{11}O_5.COOH + NaI$$

$$NaOI + NaI + H_2SO_4 \longrightarrow I_2 + Na_2SO_4 + H_2O$$

طريقة العمل :

يوضع 10 مل من محلول الغلوكوز في وعاء زجاجي مخروطي مصنفر ثم يمدد ل 50 مل بالماء المقطر، ويضاف له 40 مل من محلول اليود 0.1 نظامي ثم يضاف محلول هيدروكسيد الصوديوم 0.1 نظامي نقطة فنقطة حتى نحصل على لون أصفر (حوالي 5 مل) ثم نغلق الوعاء لمدة 10 دقائق وبعدها نضيف حمض الكبريت (5 مل) ونسثل من محلول تحت كبريتيت الصوديوم 0.1 نظامي بوجود محلول النشاء للوصول لنقطة التكافؤ ، وهنا يجب أن نجري تجربة شاهدة ويسجل مصروفها ويطرح من مصروف المعايرة بكل مرة.

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

الحسابات :

$C_5H_{11}O_5.CHO \equiv NaOH \equiv I_2 \equiv 2e- \equiv 20000\ ml\ 0.1N\ I_2$

$\Longrightarrow \quad 1\ ml\ 0.1\ N\ I_2 \equiv 0.009\ gram\ glucose$

$$C\ \%\ (w/v) = \frac{(V_{blank} - Vs)\ X\ F\ X\ Meq\ X100}{Vt}$$

حيث :

V_{blank} : المصروف من محلول تحت كبريتيت الصوديوم 0.1 نظامي للمعايرة الشاهدة .

Vs : المصروف من تحت كبريتيت الصوديوم 0.1 نظامي للمعايرة الأصلية .

F : عامل تصحيح محلول تحت كبريتيت الصوديوم.

Meq : قيمة الميليمكافىء.

Vt : حجم العينة المأخوذ.

5-5 المعايرات باستخدام يودات البوتاسيوم

5-5-1 معايرة اليود واليود الشاردي في محلول صبغة اليود المائية Iodine Tincture

المبدأ :

تتألف صبغة اليود المائية الدستورية من محلول اليود الضعيف الذي يحتوي على كلٍ من اليود ويودور البوتاسيوم ، وبهذا فإن اليود الحر Free Iodine يُعاير مباشرة بمحلول تحت كبريتيت الصوديوم 0.1 نظامي وبعد ذلك نُعاير اليود الكلي ويودور البوتاسيوم بفصل جزء من المحلول ثم تحميض الوسط والمعايرة بواسطة يودات البوتاسيوم Potassium Iodate (KIO_3).

طريقة العمل :

أ- معايرة اليود الحر I_2 :

تتم باستخدام محلول 0.1 نظامي من تحت كبريتيت الصوديوم وفق المعادلات التالية :

$$I_2 + 2\ Na_2S_2O_3 \longrightarrow Na_2S_4O_6 + 2\ NaI$$

$$2X126.9\ g\ I \equiv 2Na_2S_2O_3 \equiv 20000\ ml\ 0.1\ N$$

$$0.01269\ g\ I \equiv 1\ ml\ 0.1\ Na_2S_2O_3$$

طريقة المعايرة :

يُنقل 10 مل من محلول صبغة اليود إلى وعاء زجاجي مخروطي مصنفر glass-stoppered conical flask، ثم يمدد ب 20 مل من الماء المقطر، ثم يُستل من محلول تحت كبريتيت الصوديوم 0.1 نظامي حتى يبدأ اللون البني الغامق لليود بالتحول للأصفر عندها يضاف 1 مل من النشاء المحضر حديثاً ويتابع التستيل حتى اختفاء اللون الأزرق، ثم تُحسَب النسبة المئوية لليود الحر على أساس أن كل 1 مل من محلول تحت كبريتيت الصوديوم يكافىء 0.01269 غ من اليود .

طريقة الحساب :

$$I_2 \equiv 2\ Na_2S_2O_3$$
$$2 \times 126.9 \equiv 2000\ ml\ 1\ N$$
$$0.01269 \equiv 1\ ml\ 0.1\ N$$

ويتم الحساب باستخدام العلاقة :

$$C\ \%\ (w/v) = \frac{Vs \times F \times Meq \times 100}{Vt}$$

ب-معايرة يودور البوتاسيوم (معايرة اليود الحر واليودور معاً I_2+I^-)

المبدأ :

أولاً :

$$2I_2 + KIO_3 + 6HCl \longrightarrow KCl + 5ICl + 3H_2O$$

$$4 \times 126.9 \text{ gram I} \equiv KIO3 \equiv 20000 \text{ ml } 0.05 \text{ M } KIO_3$$

$$0.02538 \text{ gram I} \equiv 1 \text{ ml } 0.05 \ KIO_3$$

ثانياً :

$$2KI + KIO_3 + 6HCl \longrightarrow 3KCl + 3ICl + 3H_2O$$

$$2 \times 166 \text{ gram KI} \equiv KIO_3 \equiv 20000 \text{ ml } 0.05 \text{ M } KIO_3$$

$$0.0166 \text{ gram KI} \equiv 1 \text{ ml} \equiv 0.05 \ KIO_3$$

طريقة المعايرة :

يُنقل 10 مل من محلول صبغة اليود إلى وعاء زجاجي مخروطي مصنفر ثم يمدد بإضافة 10 مل من الماء المقطر، ويضاف 20 مل من حمض كلور الماء المركز ويُنبّرد تحت الماء ثم نُسْتل من محلول $0.05 \ KIO_3$ نظامي حتى يخف اللون الغامق لليود، عندها نضيف 3 مل من الكلوروفورم لكي يحل اليود الحر المتشكل، حيث تتلون طبقة الكلوروفورم بلون بنفسجي يتوضع بأسفل الوعاء على شكل كرات حيث يغلق الوعاء، نمزج بحذر، ثم نتابع إضافة كميات قليلة من محلول $0.05 \ KIO_3$ نظامي مع الخض بعد كل إضافة بشدة حتى تفقد طبقة الكلوروفورم لونها البنفسجي ويبقى فقط لون أصفر شاحب (باهت) .

طريقة الحساب :

نحسب النسبة المئوية لمحتوى يودور البوتاسيوم في صبغة اليود موضوع التحليل إما بحساب عدد ميليليترات اليودات المكافئة لليود الحر وطرحها من

المصروف الكلي ومن حساب نسبة يود البوتاسيوم، أو نقوم بتطبيق هذه العلاقة مباشرة :

$$C\ \%\ (w/v) = \frac{(VKIO_3 \times F) - (\frac{1}{2} VNa_2S_2O_3 \times F) \times Meq \times 100}{Vt}$$

وهنا نلاحظ أننا أخذنا نصف حجم تحت الكبريتيت، وذلك لأنه في المعايرة الأولى يدخل I_2 في التفاعل ، بينما في المعايرة الثانية يدخل $2I_2$.

5-6 المعايرات باستخدام البروم والبرومات

5-6-1 معايرة الأيزونيازيد Isoniazide

المبدأ :

يضاف البروم بكمية زائدة للإيزونيازيد حيث يؤكسده إلى حمض الإيزونيكوتينيك Isonicotinic acid والفائض من البروم يُحَول لكمية مكافئة له من اليود I_2 عن طريق تحميض الوسط وإضافة يودور البوتاسيوم حيث يُعاير اليود الناتج بمحلول تحت كبريتيت الصوديوم وفق المعادلات التالية :

$$(BrO_3^- + 5\,Br^- + 6H^+) \longrightarrow 3\,Br_2 + 3\,H_2O$$



$$Br_2 + 2\,I^- \longrightarrow I_2^- + 2\,Br^-$$

$$I_2 + 2\,S_2O_3^{--} \longrightarrow 2\,I^- + S_4O_6^{--}$$

طريقة العمل :

قم بوزن 0.15 غرام من مسحوق مادة الأيزونيازيد ثم ضعها في وعاء زجاجي مصنفر وحلها في 25 مل من الماء المقطر، ثم يُضاف 25 مل من محلول البروم 0.1 نظامي

(مزيج برومات + برومور) ويضاف 5 مل من حمض كلور الماء المركز، ويخض المزيج لمدة 5 دقائق، ثم يترك بالظلام بعد إغلاقه لمدة ربع ساعة بعد ذلك يضاف 1 غرام من يودور البوتاسيوم ويعاير اليود المتحرر باستخدام محلول 0.1 نظامي من تحت كبريتيت الصوديوم بوجود محلول النشاء كمشعر .

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

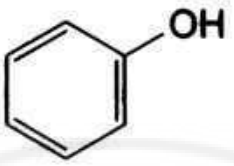
رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

الحسابات :

تحسب النسبة المئوية للإيزونيازيد على أساس أن كل 1 مل من محلول البروم 0.1 نظامي يكافىء 0.003429 غرام من الأيزونيازيد وذلك لأن :

$C_6H_7ON_3 \equiv 4\ Br_2 \equiv 40000\ ml\ 0.1\ N$

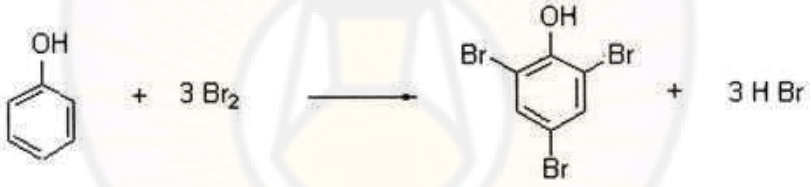
5-6-2 معايرة الفينول Phenol



C_6H_6O 94.1

المبدأ :

معايرة بالرجوع والإزاحة بآن واحد ، حيث نضيف كمية زائدة من البروم الذي يؤكسد الفينول ، ثم نعامل الفائض من البروم مع يود البوتاسيوم بوسط حمضي ، حيث يحرر كمية تكافئه من اليود الذي يعاير بتحت كبريتيت الصوديوم وفق المعادلات التالية :



Tri-bromphenol

$$Br_2 \text{ (excess)} + 2\,I^- \longrightarrow 2\,Br^- + I_2$$

$$I_2 + 2\,S_2O_3^{--} \longrightarrow 2I^- + S_4O_6^{--}$$

طريقة العمل :

ضع 10 مل من محلول الفينول في وعاء زجاجي مخروطي مصنفر، ثم أضف 25 مل من الماء و 50 مل من محلول البروم 0.1 نظامي (برومات وبرومور)، امزج ثم أضف 5 مل من محلول حمض كلور الماء المركز وأغلق الوعاء مباشرة وانتظر لمدة 15 دقيقة بمكان مظلم مع الخض بين الحين والآخر.

أضف 1 غرام من يودور البوتاسيوم و 5 مل من الكلوروفورم ثم عاير اليود المتحرر بمحلول تحت كبريتيت الصوديوم 0.1 نظامي مستخدماً النشاء كمشعر.

يتم إجراء معايرة شاهدة باستخدام 50 مل من محلول (برومات- برومور) ويسجل مصروفها ويطرح من مصروف المعايرة .

تعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

1- حساب الميليمكافىء meq :

يحسب الميليمكافىء على أساس أن :

كل 1 مل من محلول البروم 0.1 نظامي يكافىء 0.001569 غرام من الفينول وذلك لأن :

$$C_6H_5\text{-}OH \equiv \quad 3\,Br_2 \equiv \quad 3I_2 \equiv \quad 6e^-$$

2- حساب النسبة المئوية الحجمية (و/ح) للفينول :

وينم ذلك بتطبيق العلاقة :

$$(W/V)\ \% = \frac{(50 - Vs) \times F \times meq \times 100}{Vt}$$

حيث :

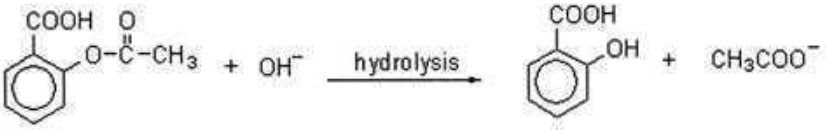
Vs = وسطي المصروف من محلول تحت كبريتيت الصوديوم 0.1 نظامي مقدراً بالميليمتر .

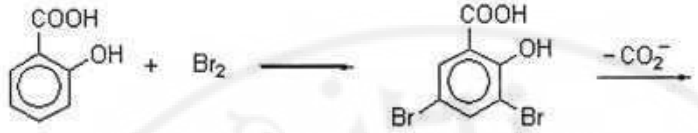
Vt = حجم العينة من محلول الفينول المآخوذ للمعايرة مقدراً بالميليليتر .

3-6-5 معايرة الأسبرين Aspirine

المبدأ :

تتم هدرجة الأسبيرين بوسط قلوي، ثم يضاف البروم الذي يؤكسد حمض الصفصاف الناتج، وبعد ذلك نضيف يودور البوتاسيوم الذي يزيح من البروم مقداراً مكافئاً لهذا الأخير من اليود الذي يعاير بمحلول تحت كبريتيت الصوديوم، وفق المعادلات التالية :











طريقة العمل :

ضع 1 غرام من الأسبيرين موزون بدقة كبيرة في وعاء زجاجي مخروطي، ثم أضف 20 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم 0.1 نظامي، وسخن على لهب خفيف لمدة 10 دقائق وبرد، وبعد ذلك اجعل الوسط جامضياً بإضافة بضع قطرات من حمض كلور الماء 0.1 نظامي مستخدماً الفينول فتاليئين لهذا الغرض، ثم مدِّد المحلول إلى 250 مل بالماء المقطر .

انقل 25 مل من المحلول الناتج لوعاء مصنفر ثم أضف 50 مل من محلول البروم 0.1 نظامي و5 مل من حمض كلور الماء المركز وامزج لمدة 10 دقائق ثم ضع المحلول بمكان مظلم لمدة 15 دقيقة .

أضف 20 مل من محلول يودور البوتاسيوم 10% ثم عاير اليود المتحرر باستخدام محلول تحت كبريتيت الصوديوم 0.1 نظامي مستخدماً الكلوروفورم كمشعر .

الحسابات :

تُجرى الحسابات على أساس أن كل 1 مل من محلول البروم 0.1 نظامي يكافىء 0.003003 غرام أسبيرين وذلك لأن :

$$C_9H_8O_4 \equiv 3\,Br_2 \equiv 3I_2 \equiv 6e^-$$

الفصل السادس
المعايرات الدوائية بمقياس الديأزة

Damascus University

وقل رب زدني علما
جامعة دمشق
Damascus University

الفصل السادس

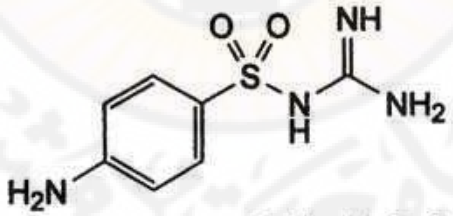
المعايرات الدوائية بمقياس الديأزة

6-1 تحضير محلول معاير أولي من نترات الصوديوم 0.1 مول :

بغية تحضير محلول نتريت الصوديوم 0.1 مول فإنه يُنقل 7 غرام من مادة نتريت الصوديوم إلى بالون معاير سعة 1000 مل ثم تُحل بقليل من الماء المقطر وتُكمل لخط العيار .

بعد ذلك يُضبط تركيز هذا المحلول ويحسب عامل التصحيح باستخدام محلول حمض السلفانيل 0.1 نظامي حيث تتم المعايرة بوجود 1 غرام من بروومور البوتاسيوم ونقطتان من مشعر التروبولين حيث نستل حتى ظهور لون أصفر .

6-2 معايرة السلفاغوانيدين Sulfaguanidine



$C_7H_{10}N_4O_2S$ 214.3

طريقة العمل :

يحل 0.5 غرام من المادة في 50 مل من الماء و10 مل من حمض كلور الماء المركز، ثم يضاف كمية من الثلج ونعاير بمحلول نتريت الصوديوم 0.1 مـــول بعد إضافة معجونة يود البوتاسيوم والنشاء حتى الحصول على لون

أزرق(يجب تقريب رأس الستالة السفلي قدر الأمكان من سطح السائل أثناء المعايرة).

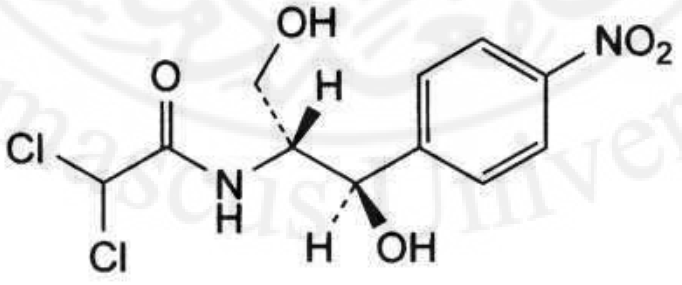
تُعاد المعايرة ثلاث مرات وتسجل في كل مرة النتائج وفق الجدول التالي :

رقم المعايرة	نقطة البداية (مل)	نقطة النهاية (مل)	حجم المحلول المصروف (مل)
1			
2			
3			
وسطي المصروف (مل)			

طريقة الحساب :

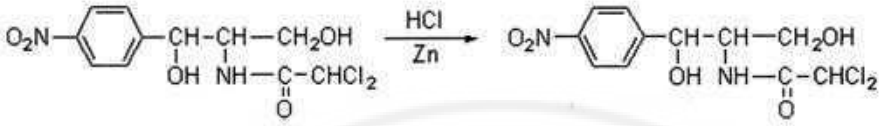
تحسب النسبة المئوية لنقاوة المادة علماً أن كل 1 مل من محلول نتريت الصوديوم 0.1 مول يكافىء 0.0214 غرام من $C_7H_{10}O_2N_4S$

3-6 معايرة الكلورامفنكول Chloramphenicol



$C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$ 323.

المبدأ : تتم المعايرة وفق المعادلات التالية :





Diazonium salt

طريقة العمل :

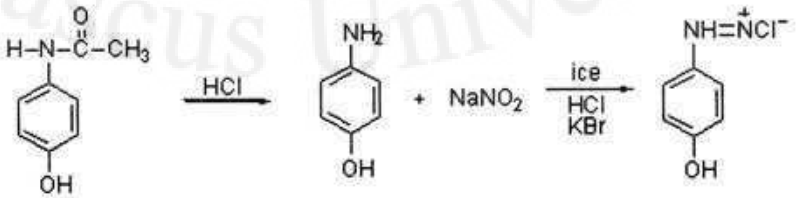
يؤخذ 250 ملغ من المادة الأولية، وتُحل في 50 مل من الماء ويضاف لها 30 مل من حمض كلور الماء و 1 غرام من غبار الزنك Zinc dust ثم نمزج ونرشح في بيشر سعة 250 مل ونضيف 20 غرام من الثلج ونُعاير بمحلول نتريت الصوديوم 0.1 نظامي مستخدمين معجون النشاء ويودور البوتاسيوم كمشعر خارجي .

الحسابات :

تُحسب النتائج على أساس أن كل 1 مل من نتريت الصوديوم يكافىء 0.0327 غرام من الكلورامفنكول .

4-6 معايرة الباراسيتامول Paracetamol

المبدأ :



طريقة العمل :

يؤخذ 0.3 غرام من الباراسيتامول وتوضع في وعاء زجاجي مخروطي مصنفر، ثم يضاف 30 مل من حمض كلور الماء الممدد و نسخن بلطف لمدة 30 دقيقة ونبرد، ثم نضيف 5 مل من حمض كلور الماء الكثيف و 3 غرام من برومور البوتاسيوم و20 غرام من الثلج ، ثم نعاير بمحلول 0.1 نظامي من نتريت الصوديوم مستخدمين معجون النشاء ويودور البوتاسيوم كمشعر .

الحسابات :

تجرى الحسابات على أساس أن كل 1 مل من محلول نتريت الصوديوم 0.1 نظامي يكافىء 0.0151 غرام من $C_8H_9NO_2$.

الفصل السابع

المعايرات الدوائية بمقياس الزئبق

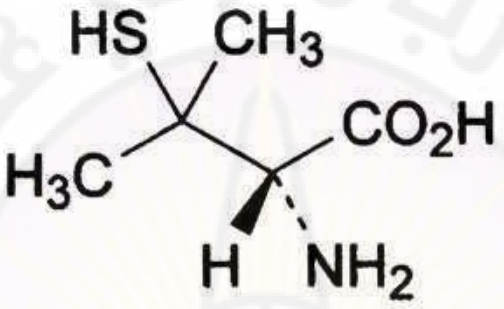
Damascus University

وقل رب زدني علما
جامعة دمشق
Damascus University

الفصل السابع

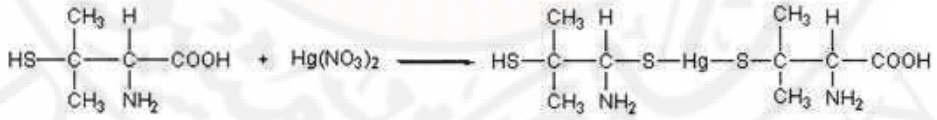
المعايرات الدوائية بمقياس الزئبق

7-1 : معايرة البنسيلامين Penicillamine



$C_5H_{11}NO_2S$ 149.2

المبدأ :



$+ 2\ HNO_3$

طريقة العمل :

يُحل 0.1 غرام من المادة في 50 مل من الماء ثـم يضاف لها 50 مل من هيدروكسيد الصوديوم و 0.2 مل من محلول الديتيزون dithizone بتركيز

0.1 % (وزن /حجم) بالأيتانول 96%، ثم نعاير بمحلول نترات الزئبق الثنائية 0.02 مول [تملك هذه المادة الصيغة $Hg(NO_3)_2$ حيث يحضر هذا المحلول بحل 6.85 غ من المادة في ماء مقطر يحتوي على 10 مل من محلول حمض الآزوت 2 مول ويمدد بالماء لغاية 1000 مل] حتى انقلاب اللون من عديم اللون إلى لون وردي .

الحسابات :

تُجرى الحسابات على أساس أن كل 1 مل من محلول نترات الزئبق الثنائية 0.02 مول تكافىء 0.005968 غرام من البنسيلامين .

الملحق

Damascus University

وقل رب زدني علما
جامعة دمشق
Damascus University

- جدول بالأوزان الذرية للعناصرورموزها حسب الدستور البريطاني

Names, Symbols and Atomic Weights of Elements

The following atomic weights are those published in 1983 by the International Union of Pure and Applied Chemistry (*Pure App. Chem.* 1983, **56**, 653).

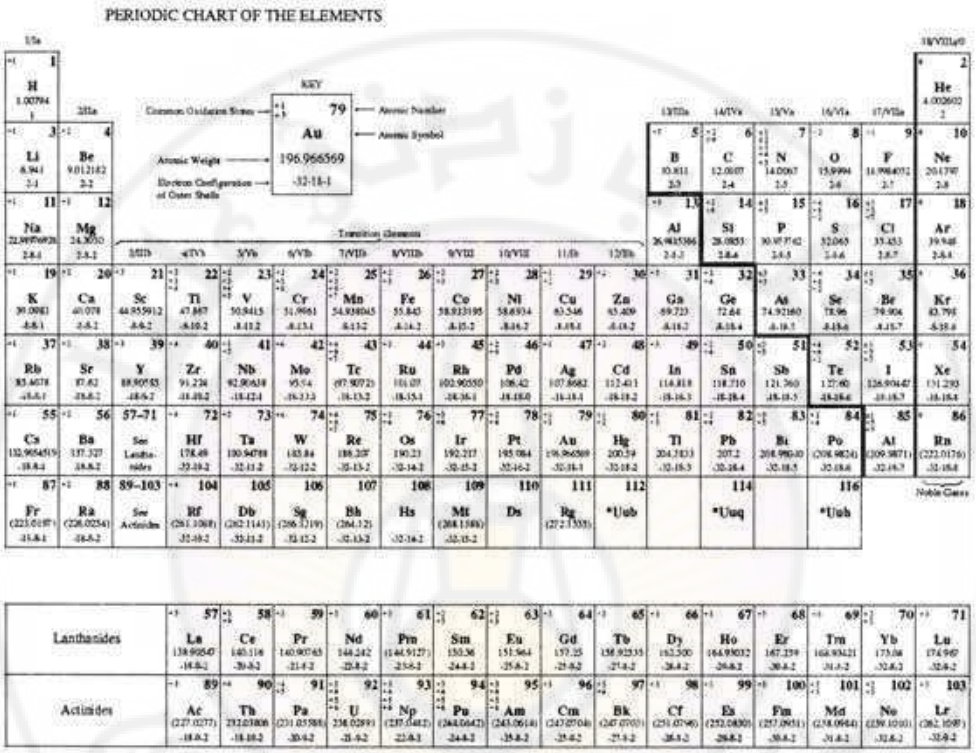
$^{12}C = 12$

Element*	Symbol	Atomic Weight	Element*	Symbol	Atomic Weight
Aluminium	Al	26.98154	Molybdenum	Mo	95.94
Antimony	Sb	121.75	Neodymium	Nd	144.24
Argon	Ar	39.948	Neon	Ne	20.179
Arsenic	As	74.9216	Nickel	Ni	58.69
Barium	Ba	137.33	Niobium	Nb	92.9064
Beryllium	Be	9.01218	Nitrogen	N	14.0067
Bismuth	Bi	208.9804	Osmium	Os	190.2
Boron	B	10.811	Oxygen	O	15.9994
Bromine	Br	79.904	Palladium	Pd	106.42
Cadmium	Cd	112.41	Phosphorous	P	30.97376
Caesium	Cs	132.9054	Platinum	Pt	195.08
Calcium	Ca	40.078	Potassium	K	39.0983
Carbon	C	12.011	Praseodymium	Pr	140.9077
Cerium	Ce	140.12	Rhenium	Re	186.207
Chlorine	Cl	35.453	Rhodium	Rh	102.9055
Chromium	Cr	51.9961	Rubidium	Rb	85.4678
Cobalt	Co	58.9332	Ruthenium	Ru	101.07
Copper	Cu	63.546	Samarium	Sm	150.36
Dysprosium	Dy	162.50	Scandium	Sc	44.95591
Erbium	Er	167.26	Selenium	Se	78.96
Europium	Eu	151.96	Silicon	Si	28.0855
Fluorine	F	18.9984003	Silver	Ag	107.8682
Gadolinium	Gd	157.25	Sodium	Na	22.98977
Gallium	Ga	69.723	Strontium	Sr	87.62
Germanium	Ge	72.59	Sulphur	S	32.066
Gold	Au	196.9665	Tantalum	Ta	180.9479
Hafnium	Hf	178.49	Technetium	Tc	(97)
Helium	He	4.002602	Tellurium	Te	127.60
Holmium	Ho	164.9304	Terbium	Tb	158.9254
Hydrogen	H	1.00794	Thallium	Tl	204.383
Indium	In	114.82	Thorium	Th	232.0381
Iodine	I	126.9045	Thulium	Tm	168.9342
Iridium	Ir	192.22	Tin	Sn	118.710
Iron	Fe	55.847	Titanium	Ti	47.88
Krypton	Kr	83.80	Tungsten	W	183.85
Lanthanum	La	138.9055	Uranium	U	238.0289
Lead	Pb	207.2	Vanadium	V	50.9415
Lithium	Li	6.941	Xenon	Xe	131.29
Lutetium	Lu	174.967	Ytterbium	Yb	173.04
Magnesium	Mg	24.305	Yttrium	Y	88.9059
Manganese	Mn	54.9380	Zinc	Zn	65.39
Mercury	Hg	200.59	Zirconium	Zr	91.224

*Elements that lack a characteristic terrestrial isotopic composition have not been included in this table.

Damascus University

- **الجدول الدوري للعناصر**



• جدول ثوابت تشرد الحموض

Dissociation Constants for Acids

Name	Formula	Dissociation constant, at 25°C			
		K_{a1}	K_{a2}	K_{a3}	K_{a4}
Acetic	CH_3COOH	1.75×10^{-5}			
Alanine	$CH_3CH(NH_2)COOH^a$	4.5×10^{-3}	1.3×10^{-10}		
Arsenic	H_3AsO_4	6.0×10^{-3}	1.0×10^{-7}	3.0×10^{-12}	
Arsenious	H_3AsO_3	6.0×10^{-10}	3.0×10^{-14}		
Benzoic	C_6H_5COOH	6.3×10^{-5}			
Boric	H_3BO_3	6.4×10^{-10}			
Carbonic	H_2CO_3	4.3×10^{-7}	4.8×10^{-11}		
Chloroacetic	$ClCH_2COOH$	1.51×10^{-3}			
Citric	$HOOC(OH)C(CH_2COOH)_2$	7.4×10^{-4}	1.7×10^{-5}	4.0×10^{-7}	
Ethylenediamine-tetraacetic	$(CO_2^-)_2NH^+CH_2CH_2NH^+(CO_2^-)_2^a$	1.0×10^{-2}	2.2×10^{-3}	6.9×10^{-7}	5.5×10^{-11}
Formic	$HCOOH$	1.76×10^{-4}			
Glycine	$H_2NCH_2COOH^b$	4.5×10^{-3}	1.7×10^{-10}		
Hydrocyanic	HCN	7.2×10^{-10}			
Hydrofluoric	HF	6.7×10^{-4}			
Hydrogen sulfide	H_2S	9.1×10^{-8}	1.2×10^{-15}		
Hypochlorous	$HOCl$	1.1×10^{-8}			
Iodic	HIO_3	2×10^{-1}			
Lactic	$CH_3CHOHCOOH$	1.4×10^{-4}			
Leucine	$(CH_3)_2CHCH_2CH(NH_2)COOH^b$	4.7×10^{-3}	1.8×10^{-10}		
Maleic	*cis*-$HOOCCH:CHCOOH$	1.5×10^{-2}	2.6×10^{-7}		

• جدول ثوابت تشرد الأسس

Dissociation Constants for Bases

Name	Formula	Dissociation constant, at 25°C	
		K_{b1}	K_{b2}
Ammonia	NH_3	1.75×10^{-5}	
Aniline	$C_6H_5NH_2$	4.0×10^{-10}	
t-Butylamine	$CH_3(CH_2)_2CH_2NH_2$	4.1×10^{-4}	
Diethylamine	$(CH_3CH_2)_2NH$	8.5×10^{-4}	
Dimethylamine	$(CH_3)_2NH$	5.9×10^{-4}	
Ethanolamine	$HOC_2H_4NH_2$	3.2×10^{-5}	
Ethylamine	$CH_3CH_2NH_2$	4.3×10^{-4}	
Ethylenediamine	$NH_2C_2H_4NH_2$	8.5×10^{-5}	7.1×10^{-8}
Glycine	$HOOCCH_2NH_2$	2.3×10^{-12}	
Hydrazine	H_2NNH_2	1.3×10^{-6}	
Hydroxylamine	$HONH_2$	9.1×10^{-9}	
Methylamine	CH_3NH_2	4.8×10^{-4}	
Piperidine	$C_5H_{11}N$	1.3×10^{-3}	
Pyridine	C_5H_5N	1.7×10^{-9}	
Triethylamine	$(CH_3CH_2)_3N$	5.3×10^{-4}	
Trimethylamine	$(CH_3)_3N$	6.3×10^{-5}	
Tris(hydroxymethyl)aminomethane	$(HOCH_2)_3CNH_2$	1.2×10^{-6}	
Zinc hydroxide	$Zn(OH)_2$		4.4×10^{-5}

- جدول كثافة حمض كلور الماء

% HCl	Dichte ϱ bei 20 °C	g HCl/l	mol HCl/l
1	1,0032	10,03	0,2751
2	1,0082	20,16	0,5529
3	1,0132	30,40	0,8338
4	1,0181	40,72	1,117
5	1,0230	51,15	1,403
6	1,0279	61,67	1,691
7	1,0328	72,30	1,983
8	1,0376	83,01	2,277
9	1,0425	93,83	2,573
10	1,0474	104,7	2,872
11	1,0524	115,8	3,176
12	1,0574	126,9	3,480
13	1,0625	138,1	3,788
14	1,0675	149,5	4,100
15	1,0726	160,9	4,413
16	1,0776	172,4	4,728
17	1,0827	184,1	5,049
18	1,0878	195,8	5,370
19	1,0929	207,7	5,697
20	1,0980	219,6	6,023
21	1,1032	231,7	6,355
22	1,1083	243,8	6,687
23	1,1135	256,1	7,024
24	1,1187	268,5	7,365
25	1,1239	281,0	7,707
26	1,1290	293,5	8,050
27	1,1341	306,2	8,398
28	1,1392	319,0	8,749
29	1,1443	331,9	9,103
30	1,1493	344,8	9,457
31	1,1543	357,8	9,813
32	1,1593	371,0	10,18
33	1,1642	384,2	10,54
34	1,1691	397,5	10,90
35	1,1740	410,9	11,27
36	1,1789	424,4	11,64
37	1,1837	438,0	12,01
38	1,1885	451,6	12,39
39	1,1933	465,4	12,76
40	1,1980	479,2	13,14

- جدول كثافة حمض فوق الكلور

% $HClO_4$	Dichte ϱ bei 15 °C	g $HClO_4$/l	mol $HClO_4$/l
1	1,0050	10,05	0,100
2	1,0109	20,22	0,201
4	1,0228	40,91	0,407
6	1,0348	62,09	0,618
8	1,0471	83,77	0,834
10	1,0597	106,0	1,055
12	1,0726	128,7	1,281
14	1,0859	152,0	1,513
16	1,0995	175,9	1,751
18	1,1135	200,4	1,995
20	1,1279	225,6	2,245
24	1,1581	277,9	2,767
28	1,1900	333,2	3,317
32	1,2239	391,7	3,899
36	1,2603	453,7	4,516
40	1,2991	519,6	5,173
45	1,3521	608,5	6,057
50	1,4103	705,2	7,019
55	1,4733	810,3	8,066
60	1,5389	923,3	9,191
65	1,6059	1043,8	10,391
70	1,6736	1171,5	11,662

- جدول كثافة حمض الكبريت

% H_2SO_4	Dichte ϱ bei 20 °C	g H_2SO_4/l	mol H_2SO_4 bzw. SO_3/l	% SO_3	g SO_3/l
93	1,8279	1700	17,33	75,92	1388
94	1,8312	1721	17,55	76,73	1405
95	1,8337	1742	17,76	77,55	1422
96	1,8355	1762	17,97	78,36	1438
97	1,8364	1781	18,16	79,18	1454
98	1,8361	1799	18,34	80,00	1469
99	1,8342	1816	18,52	80,81	1482
100	1,8305	1831	18,67	81,63	1494

- جدول كثافة النشادر

% NH_3	Dichte ϱ bei 20 °C	g NH_3/l	mol NH_3/l
1	0,9939	9,939	0,5836
2	0,9895	19,79	1,162
3	0,9853	29,56	1,736
4	0,9811	39,24	2,304
5	0,9770	48,85	2,868
6	0,9730	58,38	3,428
7	0,9690	67,83	3,983
8	0,9651	77,21	4,534
9	0,9613	86,52	5,080
10	0,9575	95,75	5,622
11	0,9538	104,9	6,160
12	0,9501	114,0	6,694
13	0,9465	123,0	7,222
14	0,9430	132,0	7,751
15	0,9396	140,9	8,273
16	0,9362	149,8	8,796
17	0,9328	158,6	9,313
18	0,9295	167,3	9,823
19	0,9262	175,8	10,32
20	0,9229	184,6	10,84
21	0,9196	193,1	11,34
22	0,9164	201,6	11,84
23	0,9132	210,0	12,33
24	0,9101	218,4	12,82
25	0,9070	226,8	13,32
26	0,9040	235,0	13,80
27	0,9010	243,3	14,29
28	0,8980	251,4	14,76
29	0,8950	259,6	15,24
30	0,8920	267,6	15,71

- جدول بقيم ثابت التشكل الشرطي لبعض المعادن مع ال EDTA

Formation Constants for Some EDTA Metal Chelates
($M^{n+} + Y^{4-} \rightleftharpoons MY^{n-4}$)

Element	*Formula*	K_f
Aluminum	AlY^-	1.35×10^{16}
Bismuth	BiY^-	1×10^{27}
Barium	BaY^{2-}	5.75×10^{7}
Cadmium	CdY^{2-}	2.88×10^{16}
Calcium	CaY^{2-}	5.01×10^{10}
Cobalt (Co^{2+})	CoY^{2-}	2.04×10^{16}
(Co^{3+})	CoY^-	1×10^{36}
Copper	CuY^{2-}	6.30×10^{18}
Gallium	GaY^-	1.86×10^{20}
Indium	InY^-	8.91×10^{24}
Iron (Fe^{2+})	FeY^{2-}	2.14×10^{14}
(Fe^{3+})	FeY^-	1.3×10^{25}
Lead	PbY^{2-}	1.10×10^{18}
Magnesium	MgY^{2-}	4.90×10^{8}
Manganese	MnY^{2-}	1.10×10^{14}
Mercury	HgY^{2-}	6.30×10^{21}
Nickel	NiY^{2-}	4.16×10^{18}
Scandium	ScY^-	1.3×10^{23}
Silver	AgY^{3-}	2.09×10^{7}
Strontium	SrY^{2-}	4.26×10^{8}
Thorium	ThY	1.6×10^{23}
Titanium (Ti^{3+})	TiY^-	2.0×10^{21}
(TiO^{2+})	$TiOY^{2-}$	2.0×10^{17}
Vanadium (V^{2+})	VY^{2-}	5.01×10^{12}
(V^{3+})	VY^-	8.0×10^{25}
(VO^{2+})	VOY^{2-}	1.23×10^{18}
Yttrium	YY^-	1.23×10^{18}
Zinc	ZnY^{2-}	3.16×10^{16}

Damascus University

- جدول الكونات النظامية

Some Standard and Formal Reduction Electrode Potentials

Half-Reaction	*E°, Volts*	*Formal potential, Volts*
$F_2 + 2H^+ + 2e^- = 2HF$	3.06	
$O_3 + 2H^+ + 2e^- = O_2 + H_2O$	2.07	
$S_2O_8^{2-} + 2e^- = 2SO_4^{2-}$	2.01	
$Co^{3+} + e^- = Co^{2+}$	1.842	
$H_2O_2 + 2H^+ + 2e^- = 2H_2O$	1.77	
$MnO_4^- + 4H^+ + 3e^- = MnO_2 + 2H_2O$	1.695	
$Ce^{4+} + e^- = Ce^{3+}$		1.70 (1 *M* $HClO_4$); 1.61 (1 *M* HNO_3); 1.44 (1 *M* H_2SO_4)
$HClO + H^+ + e^- = \frac{1}{2}Cl_2 + H_2O$	1.63	
$H_5IO_6 + H^+ + 2e^- = IO_3^- + 3H_2O$	1.6	
$BrO_3^- + 6H^+ + 5e^- = \frac{1}{2}Br_2 + 3H_2O$	1.52	
$MnO_4^- + 8H^+ + 5e^- = Mn^{2+} + 4H_2O$	1.51	
$Mn^{3+} + e^- = Mn^{2+}$		1.51 (8 *M* H_2SO_4)
$ClO_3^- + 6H^+ + 5e^- = \frac{1}{2}Cl_2 + 3H_2O$	1.47	
$PbO_2 + 4H^+ + 2e^- = Pb^{2+} + 2H_2O$	1.455	
$Cl_2 + 2e^- = 2Cl^-$	1.359	
$Cr_2O_7^{2-} + 14H^+ + 6e^- = 2Cr^{3+} + 7H_2O$	1.33	
$Tl^{3+} + 2e^- = Tl^+$	1.25	0.77 (1 *M* HCl)
$IO_3^- + 2Cl^- + 6H^+ + 4e^- = ICl_2^- + 3H_2O$	1.24	
$MnO_2 + 4H^+ + 2e^- = Mn^{2+} + 2H_2O$	1.23	
$O_2 + 4H^+ + 4e^- = 2H_2O$	1.229	
$2IO_3^- + 12H^+ + 10e^- = I_2 + 6H_2O$	1.20	
$SeO_4^{2-} + 4H^+ + 2e^- = H_2SeO_3 + H_2O$	1.15	
$Br_2(aq) + 2e^- = 2Br^-$	1.087[a]	
$Br_2(l) + 2e^- = 2Br^-$	1.065[a]	
$ICl_2^- + e^- = \frac{1}{2}I_2 + 2Cl^-$	1.06	
$VO_2^+ + 2H^+ + e^- = VO^{2+} + H_2O$	1.000	
$HNO_2 + H^+ + e^- = NO + H_2O$	1.00	
$Pd^{2+} + 2e^- = Pd$	0.987	
$NO_3^- + 3H^+ + 2e^- = HNO_2 + H_2O$	0.94	
$2Hg^{2+} + 2e^- = Hg_2^{2+}$	0.920	
$H_2O_2 + 2e^- = 2OH^-$	0.88	
$Cu^{2+} + I^- + e^- = CuI$	0.86	
$Hg^{2+} + 2e^- = Hg$	0.854	
$Ag^+ + e^- = Ag$	0.799	0.228 (1 *M* HCl); 0.792 (1 *M* $HClO_4$)
$Hg_2^{2+} + 2e^- = 2Hg$	0.789	0.274 (1 *M* HCl)
$Fe^{3+} + e^- = Fe^{2+}$	0.771	
$H_2SeO_3 + 4H^+ + 4e^- = Se + 3H_2O$	0.740	
$PtCl_4^{2-} + 2e^- = Pt + 4Cl^-$	0.73	
$C_6H_4O_2$ (quinone) $+ 2H^+ + 2e^- = C_6H_4(OH)_2$	0.699	0.696 (1 *M* HCl, H_2SO_4, $HClO_4$)
$O_2 + 2H^+ + 2e^- = H_2O_2$	0.682	
$PtCl_6^{2-} + 2e^- = PtCl_4^{2-} + 2Cl^-$	0.68	
$I_2(aq) + 2e^- = 2I^-$	0.6197[a]	
$Hg_2SO_4 + 2e^- = 2Hg + SO_4^{2-}$	0.615	
$Sb_2O_5 + 6H^+ + 4e^- = 2SbO^+ + 3H_2O$	0.581	

- جدول مجال تحول المشعرات pH-INDICATORS

pH indicators		pH transition intervals	
Cresol red	pink 0.2		1.8 yellow
m-Cresol purple	red 1.2		2.8 yellow
Thymol blue	red 1.2		2.8 yellow
p-Xylenol blue	red 1.2		2.8 yellow
2,2', 2", 4,4'-Pentamethoxy-triphenylcarbinol	red 1.2		3.2 colorless
2,4-Dinitrophenol	colorless 2.8		4.7 yellow
4-Dimethylaminoazobenzene	red 2.9		4.0 yellow-orange
Bromochlorophenol blue	yellow 3.0		4.6 purple
Bromophenol blue	yellow 3.0		4.6 purple
Methyl orange	red 3.1		4.4 yellow-orange
Bromocresol green	yellow 3.8		5.4 blue
2,5-Dinitrophenol	colorless 4.0		5.8 yellow
Alizarinsulfonic acid sodium salt	yellow 4.3		6.3 violet
Methyl red	red 4.4		6.2 yellow-orange
Methyl red sodium salt	red 4.4		6.2 yellow-orange
Chlorophenol red	yellow 4.8		6.4 purple
Hematoxylin	yellow 5.0		7.2 violet
Litmus extra pure	red 5.0		8.0 blue
Bromophenol red	orange-yellow 5.2		6.8 purple
Bromocresol purple	yellow 5.2		6.8 purple
4-Nitrophenol	colorless 5.4		7.5 yellow
Bromoxylenol blue	yellow 5.7		7.4 blue
Alizarin	yellow 5.8		7.2 red
Bromothymol blue	yellow 6.0		7.6 blue
Phenol red	yellow 6.4		8.2 red
3-Nitrophenol	colorless 6.6		8.6 yellow-orange
Neutral red	bluish-red 6.8		8.0 orange-yellow
4,5,6,7-Tetrabromophenolphthalein	colorless 7.0		8.0 purple
Cresol red	orange 7.0		8.8 purple
1-Naphtholphthalein	brownish 7.1		8.3 blue-green
m-Cresol purple	yellow 7.4		9.0 purple
Thymol blue	yellow 8.0		9.6 blue
p-Xylenol blue	yellow 8.0		9.6 blue
Phenolphthalein	colorless 8.2		9.8 red-violet
Thymolphthalein	colorless 9.3		10.5 blue
Alizarin yellow GG	light yellow 10.2		12.1 brownish-yellow
Epsilon blue	orange 11.6		13.0 violet

جدول بالأحرف اللاتينية

Greek Alphabet

Name of Letter	Capital	Lower Case	Transliteration	Name of Letter	Capital	Lower Case	Transliteration
alpha	A	α	a	nu	N	ν	n
beta	B	β	b	xi	Ξ	ξ	x
gamma	Γ	γ	g	omicron	O	ο	o short
delta	Δ	δ	d	pi	Π	π	p
epsilon	H	ε	e short	rho	P	ρ	r
zeta	Z	ζ	z	sigma	Σ	σ or ς	s
eta	H	η	e long	tau	T	τ	t
theta	Θ	θ	th	upsilon	Y	υ	y
iota	I	ι	i	phi	Φ	φ or ϕ	f
kappa	K	κ	k, c	chi	X	χ	ch as in German echt
lambda	Λ	λ	l	psi	Ψ	ψ	ps
mu	M	μ	m	omega	Ω	ω	o long

جدول بالأرقام الرومانية

Roman Numerals

I 1	II 2	III 3	IV 4	V 5	VI 6	VII 7	VIII 8	IX 9	X 10
XX 20	XXX 30	XL 40	L 50	LX 60	LXX 70	LXXX 80	XC 90	IC 99	C 100
CC 200	CCC 300	CD 400	D 500	DC 600	DCC 700	DCCC 800	CM 900	XM 990	M 1000

Damascus University

المراجع الرئيسية للكتاب :

1- Autherhof,Knabe und Holtje
Lehrbuch der Pharmazeutischen Chemie (Analytischer teil)
Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft mbH Stuttgart

2- British Pharmacopeia
London Her Majesty's Stationary office 1993,1998, 2007 and 2009

3- David G.Watson
Pharmaceutical Analysis , 2,edition
Elsever ,London ,

4- Deutsche Arzneibuch,10 Ausgabe (DAB-10) ,Deutscher Apotheker Verlag Stuttgard

5- Hermann J.Roth und Gottrified Blaschke
Pharmazeutische Analytik
Georg Thime Verlag Stuttgart.New york

6- Kunze,R.U
Grundlagen der Quantitativen analyse ,2 Auflage
Georg thieme Verlag,Stuttgart,

7- Munson,W.J
Pharmaceutical analysis
Marcel Dekker.Inc.New York

8- Poethke,W.H.C und Kupfersschnid,W
Praktikum der Mass analyse

Gustav fisher Verlage Jena

9- Roth,J.H
Arzneistoffanalyse
Georg Thime Verlag ,Stuttgart

10- Surmann,P
Quantitative Analyse von Arzneistoffen und
Arzneizuberitungen
Wissenschaftlische Verlagesgesellschaft mbH Stuttgart

11- The United States Pharmacopeia, National formulary (25 ,
30 & 32)

12- The Merck Index 2006

Damascus University

اللجنة العلمية :

أ.د. سامر حيدر

أ.د. عصام الشماع

أ.د. جليانا تراك

التدقيق اللغوي:

أ.د. أحمد جاسم الحسين

حقوق الطبع والترجمة والنشر محفوظة لمديرية الكتب والمطبوعات