

۶۱۶۳

شماره پایان نامه ۱۳۱۹

دانشگاه تهران

دانشکده داروسازی

پایان نامه

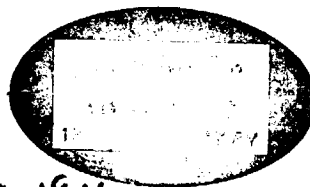
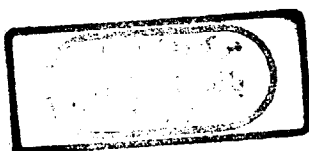
برای دریافت درجه دکتری از دانشگاه تهران

موضوع: پیدومتری و کاربرد آن در کنترل فرآورده های دارویی

براهمناعی: استاد ارجمند جناب آقای دکترستم مقصودی

نگارش: زهرا، پاك جسم پورفرد

سال تحصیلی ۱۳۵۴-۵۳



۶۱۶۳

تقدیم به :

استاد ارجمند جناب آقای دکتر رستم مقبوضی

۶۱۶۳

تقدیم بہ :

ہیئت محترم قضاة

تقدیم به :

میرمهریام که در راه تحصیل مسن

پیوسته فداکاری و کمک نموده است

تقدیم به :

پسر رومان عزیزم

شاید بدینوسیله بتوانم از زحمات چندین ساله آنها

سپاسگزاری نمایم

تقدیم به :

خواهران و برادران عزیزم

فهرست مطالب

شماره صفحه	عنوان
۱	مقدمه
۲	اساس ید و متری
۵	روشهای تیتراسیون ید و متری
۸	خطاهائیکه در تیتراسیون ید و متری ممکن است بآنها برخورد کرد
۱۱	طرز تهیه محلولهای مهم که در ید و متری بکار میروند
۱۱	طرز تهیه و خواص محلول ید
۱۲	تهیه محلول تقریبی ۰/۱ نرمال ید
۱۳	ثبات
۱۴	تکامل اکسیداسیون ید
۱۶	نقطه انتهای برای تیتراسیون ید
۲۰	طرز تهیه آمپواد امیدون و نگهداری آن
۲۱	استاندارد کردن محلول ید
۲۳	تهیه محلول استاندارد هیپوسولفیت ویدست آوردن تیتراژ آن
۲۶	تیتره نمودن محلول استاندارد هیپوسولفیت سدیم
۲۸	تیتره نمودن محلول هیپوسولفیت بوسیله بهکرومات به روش پیپیت
۳۰	طرز تهیه محلول انیدرید آرسنیو دسی نرمال
۳۱	تیتراژ انیدرید آرسنیو دسی نرمال بوسیله ید دسی نرمال

” فهرست مطالب ”

<u>شماره صفحه</u>	<u>عنوان</u>
۳۴	اجسامی که بوسیله تیتراسیون مستقیم باید تعیین مقدار میشوند
۳۵	مصارف ید استاندارد (جدول)
۳۷	تعیین مقدار روی بعد از رسوب دادن بحالت سولفور روی
۳۹	واکنش ید با یون تیوسولفات
۴۱	طرز تهیه و خواص محلول استاندارد تیوسولفات
۴۱	ثابت محلول تیوسولفات
۴۴	روش تهیه محلول ۱ / ۰ نرمال تیوسولفات
۴۴	استاندارد کردن محلول تیوسولفات
۴۷	اندازه گیری آرسنیک آنتیموان و قلع
۴۷	اندازه گیری آنتیموان در سنگ معدن این فلز
۴۹ مکرر	تعیین انیدرید آرسنیو
۵۲	محلول لیکور
۵۳	تعیین مقدار فرمالدئید در فرمل
۵۶	روش تیتراسیون به طریق برگشتی
۵۸	کاربرد متد ید و متری غیر مستقیم
۶۱	تعیین مقادیر ایت پتاسیم
۶۲	دی کرومات پتاسیم

" فهرست مطالب "

<u>شماره صفحه</u>	<u>عنوان</u>
٦٤	شناخت مس
٦٦	تعیین مقدار مس
٦٨	آنالیز مس در سنگ معدن
٧٢	شناخت مس در آلیاژ
٧٦	تعیین مقدار بی اکسید منگنز در ریپرونوزیت
٧٧	تعیین مقدار کلرورفریک
٧٩	تعیین کلرفمال
٨٠	تعیین مقدار آب اکسیژنه
٨٢	تعیین مقدار اسیدها
٨٢	محاسبه مقدار ید و رو یدات پتاس
٨٥	نتیجه
	منابع و مأخذ

.....



شیمی درمانی فصل نوبنی در پزشکی، داروسازی بازگرد که به دنبال آن نه تنها استفاده از داروهای شیمیائی برای درمان بیماریها گسترش یافت بلکه توجه را به اثرات نامطلوب و زیان آور داروهای نیز جلب نمود. با پیدایش داروهای ترکیبی جدید همراه با اثرات درمانی مفید، اثرات سمی و زیان بخش هم مورد توجه قرار گرفت و لزوم کنترل داروهای مطرح گردید پس برای تعیین ترکیب مواد مؤثره و دانستن مقدار معین این مواد در انواع فرآورده های داروئی باید که دارو از همان مراحل اولیه ساخت تا مصرف به روشهای مختلف مورد کنترل و آزمایش قرار گیرد و در این مورد با وجود متدها و دستگاههای فیزیکی مدرن و دقیق هنوز هم از روشهای شیمی که در مباحث شیمی تجزیه مورد مطالعه قرار میگیرد، استفاده های فراوانی مینمایند. یکی از طرق مختلف تعیین مقدار شیمیائی اجسام استفاده از خاصیت اکسید و رد و کسین بعضی از اجسام میباشد. از معروفترین و شاید مهمترین روشهای اکسید و رد و کسین همان روش پدومتری میباشد که اساس آن بر پایه اکسیداسیون اجسام بوسیله ید است. امید است این جمع آوری بتواند مورد استفاده داروسازان واقع شود که در زمینه کنترل داروها خدمت میکنند.

## اساس پدومتری

اصول پدومتری بر پایه اکسیداسیون اجسام بوسیله پد است و پد

$$E_0 I_2/2I^- = +0.5345 \quad \text{، عنصری است با}$$

پد تمام اجسام احیاء کننده از قبیل  $As_2O_3 \cdot HCHO \cdot CN^- \cdot S^{--} \cdot S_2O_3^{--} \cdot SO_3^{--}$

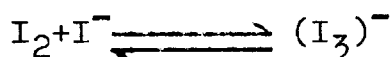
و غیره را اکسیده مینماید .

سیستم پتانسیل اکسیدورد کسیون آن کمتر از  $E_0 I_2/2I^-$  است

پد کریستال در آب کم محلول است ، باین جهت در تجزیه های کسسی از

محلول مائی پد و پد ورد و پتاس بطور مخلوط استفاده میشود .

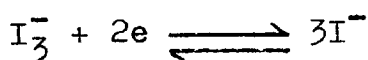
در اثر حل شدن پد در پد و پتاس ایجاد کمپلکس میشود .



پتانسیل نرمال اکسیدورد کسیون در سیستم سه  $(I_3)^-$  پد برابر است

با  $E_0 I_2/2I^-$  یعنی پتانسیل اکسیدورد کسیون را در سیستم  $I_3^-/3I^- \cdot I_2/2I^-$

ممکن است عملابرابر با هم حساب نمود .



شمای واکنش اصلی رانه در پد و متری جریان دارد به صورت زیر نمایش

میدهند . بنابراین اگر چنانچه واکنش در محیط اسید انجام گیرد ،

پتانسیل اکسید ورد و کسیون سیستم بستگی به پم هیدرژن ندارد .

اجسامی که در ترکیب خود دارای اتم هیدرژن هستند و با  $I_3^-$

با  $I^-$  وارد واکنش میشوند در حضور هیدرژن با تشکیل مولکول آب و هیدرو

میشوند به صورت زیر :



به این جهت پتانسیل اکسید ورد کسیون در اینگونه سیستم ها بستگی تمام

به هیدرژن ( $H^+$ ) در محلول دارد ، واکنش احیاء اسید آرسنیو بسطه

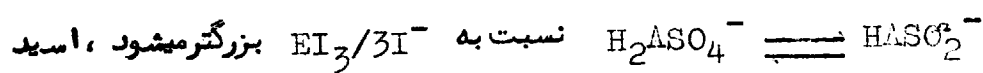
آرسنیک در محیط اسید یدید برپا ( باید ورد در محیط اسید ) به مقدار

$(H^+)$  و به مقدار پتانسیل بستگی دارد و سیستم آنرا به صورت زیر میتوان

نمایش داد .

$$E_{H_2ASO_4^- / HASO_2} = E_{H_2ASO_4^- / HASO_2} + \frac{0.059}{2} \log \frac{(H_2ASO_4^-)(H^+)^3}{(HASO_2)}$$

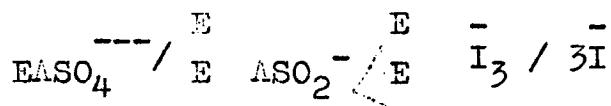
در محیط اسیدی نظریاتینکه پتانسیل اکسید ورد کسیون در سیستم



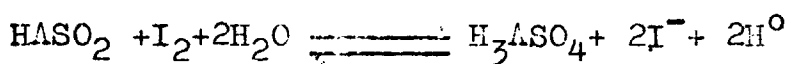
آرسنیک یون یدور را تا عنصر ید اکسیده مینماید و با یون یدور تولید یون

یدسه تائس می کند ، اگر مقدار یون  $(H^+)$  در محیط کم شود ، حتی بعد خنثی

برسد و مخصوصا در محیط قلیایی رابطه آن بدین ترتیب است :



به این جهت  $I_3^-$  یون ارسنیت را به ارسنات اکسیده مینماید .



بنابراین در رابطه فوق یک سیستم تعادل دینامیکی برقرار است که تعادل

آن بستگی تام به pH محیط دارد . جسم پایه و اصل اجسامی که در تجزیه

کمی یدومتری بعنوان احیاء کننده بکار میرود عبارت است از هیپوسولفیت

که باید بدین ترتیب وارد واکنش میشود .



هیپوسولفیت سدیم برای تیتره کردن زیادی ید نیز بکار میرود .

روشهای تیتراسیون ید و متیتری

روش تیتراسیون مستقیم:

بوسیله محلولهای استاندارد ید و یدوریتاسیم نیز اجسام احیاء

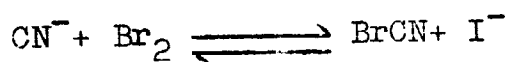
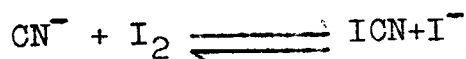
کننده رامیتوان اکسید کرد. این سیستم از نوع  $I_3^- / 3I^-$  میباشد. به

این طریق تیتراسیون روش ید و متری مستقیم میگویند.

با این روش سولفیت، تیو سولفات و سایر احیاء کننده های قوی

رامیتوان تمهین مقدار نمود. مثلاً ید در محیط قلیائی ضعیف سیانور را

کاملاً اکسید می نماید که به صورت زیر نشان داده میشود:



برم نیز مانند ید مثل رابطه بالا اثر می کند.

روش تیتراسیون برگشتی:

اجسامی را که بوسیله ید فلزی بسختی اکسید میشوند ( یعنی

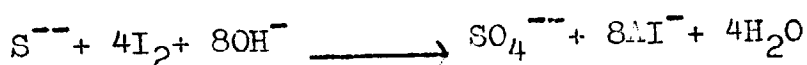
پتانسیل اکسید و رد کسین آنها نزدیک به مقدار  $E I_3^- / 3I^-$  است )

با  $K(I_3)$  مجاور نموده، پس از اینکه جسم اکسیده شد، زیادی ید را که

از  $K(I_3)$  وارد فعل و انفعال نشده است بوسیله دیپوسولفیت سدیم

تیتره مینمایند .

این روش بنام تیتره متری برگشتی بد و متری نامیده میشود و به ایسن طریق احیاء کنندگان نسبتاً ضعیف را نسبت به سولفیت و هیپو سولفیت میتوان تیتره نمود .



برای برقرار نمودن این واکنش محلول سولفیت را در محیط اسید یته وارد نموده و بهم زده و زیادی بد را که وارد واکنش نشده است بوسیله هیپو سولفیت سدیم تیتره میکنیم .

در تیتراسیون مستقیم در محیط اسید سولفیت به صورت هیدرژن سولفو<sup>ه</sup> از محیط خارج میشود ، در نتیجه نمیتوان در محاسبه مقدار بد قیقى را بسـ دست آورد .

روشهای غیر مستقیم :

در این روش اجسامی را که پتانسیل اکسید ورد کسیون در سیستم آن بزرگتر از E باشد باید ورد ریواس و یا بد ورد سدیم مجاور نموده و سپس بد آزاد شده را که اکی والان با مقدار عنصر بد است بوسیله هیپو سولفیت سدیم تیتره میکنیم ، به این ترتیب پرمنگنات کرمات ، بیکرمات ، بدات

و عناصر کلر و برم یون مس ، بی اکسید سرب و بی اکسید منگنز و سایر اکسید  
کنندگان را میتوان تیتره نمود .

مثلا در محیط اسید پرسولفات کاملا در حضور زیادی ید و در ویتهاس وارد  
واکنش میشود و رابطه آن به صورت زیر است :



و سپس ید آزاد شده را بوسیله هیپوسولفیت سدیم تیتره میکنیم .

بوسیله روشهای غیرستقیم ید و متری نیز میتوان برم را که بر پایه اثر  
برفور سیانوراست و در این عمل به اندازه اکی والان ید آزاد میشود محاسبه  
نمود .



و ید آزاد شده را بوسیله محلول استاندارد هیپوسولفیت تیتره میکنیم .

تیتراسیون بطریقه جاننشینی :

روش سوم ید و متری برای تعیین یدورها ، برمورها ، کلورها و سایر

احیاء کنندگان که پایه اکسیداسیون آنها تا حد یدات  $IO_3^-$  برات  $BrO_3^-$

و  $ICN$  و  $BrCN$  و غیر قرار دارد که پس از آنکه زیاد تا اکسیدان را از محیط

خارج نمودیم بوسیله محلول هیپوسولفیت ید را تیتره میکنیم .