

ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

Нитритометрия

ОФС.1.2.3.0013.15

Взамен ГФ XII, ч.1, ОФС 42-0054-07

Нитритометрия – метод титриметрического анализа, при котором в качестве титрованного раствора используется раствор натрия нитрита.

Применяется для количественного определения соединений, содержащих первичную или вторичную ароматическую аминогруппу, для определения гидразидов, а также ароматических нитросоединений после предварительного восстановления нитрогруппы до аминогруппы.

Методика. Если не указано иначе, точную навеску образца лекарственного средства, указанную в фармакопейной статье, растворяют в смеси 10 мл воды и 10 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3 %. Прибавляют воду до общего объема 80 мл, 1 г калия бромида и при постоянном перемешивании титруют натрия нитрита раствором 0,1 М. В начале титрования прибавляют раствор натрия нитрита со скоростью 2 мл/мин, а в конце (за 0,5 мл до эквивалентного количества) – 0,05 мл/мин.

Титрование проводят при температуре раствора 15 – 20 °С, однако в некоторых случаях требуется охлаждение до 0 – 5 °С.

При потенциометрическом титровании в качестве индикаторного применяют платиновый электрод, в качестве электродов сравнения используют хлорсеребряный или насыщенный каломельный электрод.

При амперометрическом титровании на электроды накладывают разность потенциалов 0,3 – 0,4 В, если не указано иначе в фармакопейной статье.

Точку эквивалентности определяют электрометрическими методами (потенциометрическое титрование, титрование «до полного прекращения тока») или с помощью внутренних индикаторов и внешнего индикатора (йодкрахмальная бумага).

В качестве внутренних индикаторов используют тропеолин ОО (4 капли раствора), тропеолин ОО в смеси с метиленовым синим (4 капли раствора тропеолина ОО и две капли раствора метиленового синего), нейтральный красный (две капли в начале и две капли в конце титрования).

Титрование с тропеолином ОО проводят до перехода окраски от красной к желтой, со смесью тропеолина ОО с метиленовым синим – от красно-фиолетовой к голубой, с нейтральным красным – от красно-фиолетовой к синей. Выдержку в конце титрования с нейтральным красным увеличивают до 2 мин.

Титрование с йодкрахмальной бумагой ведут до тех пор, пока капля титруемого раствора, взятая через 1 мин после прибавления натрия нитрита раствора 0,1 М, не будет немедленно вызывать синее окрашивание на бумаге. В некоторых случаях выдержка может быть увеличена, о чем должно быть указано в фармакопейной статье.

Параллельно проводят контрольный опыт.