

ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

Гидроксильное число

ОФС.1.2.3.0006.15

Вводится впервые

Гидроксильным числом (I_{OH}) называют количество калия гидроксида, выраженное в миллиграммах, эквивалентное суммарному количеству кислоты, присутствующей в растворе после ацилирования 1 г испытуемого вещества.

Гидроксильное число характеризует число гидроксильных групп в веществе.

Гидроксильное число может быть определено одним из трех методов.

Метод 1

Если не указано иначе в фармакопейной статье, точную навеску испытуемого вещества, указанную в табл. 1, помещают в колбу вместимостью 150 мл, снабженную обратным холодильником. Прибавляют 25 % раствор уксусного ангидрида в безводном пиридине в количестве, указанном в табл. 1. Нагревают колбу на водяной бане в течение 1 ч, поддерживая уровень воды в бане на 2,5 см выше уровня жидкости в колбе. Вынимают колбу из бани и оставляют охлаждаться. Прибавляют 5 мл воды через верхний конец холодильника. При появлении помутнения прибавляют пиридин до образования прозрачного раствора, отмечая прибавленный объем. Колбу встряхивают и снова помещают на водяную баню на 10 мин. Вынимают колбу из бани и оставляют охлаждаться. Промывают холодильник и стенки колбы 5 мл спирта 96 %, предварительно нейтрализованного по фенолфталеину. Содержимое колбы титруют калия гидроксида раствором

спиртовым 0,5 М, используя 0,2 мл фенолфталеина раствора 1 % в качестве индикатора. Проводят контрольный опыт в тех же условиях.

Таблица 1 – Навеска испытуемого вещества и объем ацилирующего агента в зависимости от ожидаемого гидроксильного числа

Ожидаемое гидроксильное число	Навеска испытуемого вещества, г	Объем ацилирующего агента, мл
10 – 100	2,0	5,0
100 – 150	1,5	5,0
150 – 200	1,0	5,0
200 – 250	0,75	5,0
250 – 300	0,60 или 1,20	5,0 или 10,0
300 – 350	1,0	10,0
350 – 700	0,75	15,0
700 – 950	0,5	15,0

Гидроксильное число вычисляют по формуле:

$$I_{OH} = \frac{28,05 \cdot (V_2 - V_1) + I_A}{a}, \quad (1)$$

где V_1 – объем калия гидроксида раствора спиртового 0,5 М, израсходованный на титрование в основном опыте, мл;

V_2 – объем калия гидроксида раствора спиртового 0,5 М, израсходованный в контрольном опыте, мл;

I_A – кислотное число;

a – навеска испытуемого вещества, г;

28,05 – количество калия гидроксида, содержащееся в 1 мл калия гидроксида раствора спиртового 0,5 М, мг.

Метод 2

Точную навеску испытуемого вещества, указанную в фармакопейной статье, помещают в сухую коническую колбу вместимостью 5 мл с притертой пробкой и прибавляют 2,0 мл пропионового ангидрида реактива. Колбу закрывают, встряхивают до полного растворения испытуемого вещества и оставляют на 2 ч. Затем содержимое колбы переносят в коническую колбу вместимостью 500 мл, содержащую 25,0 мл анилина раствора 0,9 % в циклогексане и 30 мл уксусной кислоты ледяной.

Содержимое колбы перемешивают круговым движением и оставляют на 5 мин. Прибавляют 0,05 мл кристаллического фиолетового раствора 0,5 % и титруют хлорной кислоты раствором 0,1 М до появления изумрудно-зеленой окраски. Проводят контрольный опыт в тех же условиях.

Гидроксильное число вычисляют по формуле:

$$I_{OH} = \frac{5,610 \cdot (V_2 - V_1)}{a}, \quad (2)$$

где V_1 – объем хлорной кислоты раствора 0,1 М, израсходованный на титрование в основном опыте, мл;

V_2 – объем хлорной кислоты раствора 0,1 М, израсходованный в контрольном опыте, мл;

a – навеска испытуемого вещества, г;

5,610 – количество калия гидроксида, соответствующее 1 мл хлорной кислоты раствора 0,1 М, мг.

Полученное значение гидроксильного числа пересчитывают с поправкой на содержание воды по формуле:

$$I_{OH} = I_{OH} - 31,1 \cdot W, \quad (3)$$

где W – содержание воды в испытуемом веществе, %.

Метод 3

Точную навеску испытуемого вещества, указанную в табл.2, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл с притертой пробкой и прибавляют 5 мл смеси свежеперегнанных пиридина и уксусного ангидрида (3:1). Присоединяют обратный холодильник и нагревают колбу на кипящей водяной бане в течение 1 ч, прибавляют 10 мл воды через холодильник и нагревают еще 10 мин. Охлаждают и прибавляют 25 мл бутанола, предварительно нейтрализованного по фенолфталеину калия гидроксида спиртовым раствором 0,5 М – сначала через холодильник прибавляют 15 мл, затем холодильник удаляют и промывают стенки колбы 10 мл бутанола.

Прибавляют 1 мл фенолфталеина раствора 1 % и титруют калия гидроксида раствором спиртовым 0,5 М. Проводят контрольный опыт в тех же условиях.

Определение свободных кислот. Около 10,0 г (точная навеска) испытуемого вещества помещают в коническую колбу вместимостью 125 мл, прибавляют 10 мл свежеперегнанного пиридина, предварительно нейтрализованного по фенолфталеину, прибавляют 1 мл фенолфталеина раствора 1 % и титруют калия гидроксида раствором спиртовым 0,5 М.

Гидроксильное число (I_{OH}) вычисляют по формуле:

$$I_{OH} = \frac{28,05}{a_1} \cdot \left[V_1 + \frac{a_1 \cdot V_2}{a_2} - V \right], \quad (4)$$

где a_1 и a_2 – навески вещества, взятые для ацилирования и для определения свободных кислот соответственно, г;

V – объем калия гидроксида раствора спиртового 0,5 М, израсходованный на титрование в основном опыте после ацилирования, мл;

V_1 – объем калия гидроксида спиртового раствора 0,5 М, израсходованный на титрование в контрольном опыте при ацилировании, мл;

V_2 – объем калия гидроксида раствора спиртового 0,5 М, израсходованный при титровании свободных кислот, мл;

28,05 – количество калия гидроксида, содержащееся в 1 мл калия гидроксида раствора спиртового 0,5 М, мг.

Таблица 2 – Навеска испытуемого вещества в зависимости от ожидаемого гидроксильного числа

Ожидаемое гидроксильное число	Навеска испытуемого вещества, г
Менее 20	10
20 – 50	5
50 – 100	3
100 – 150	2
150 – 200	1,5
200 – 250	1,25
250 – 300	1,0
300 – 350	0,75

При анализе окрашенных масел конечную точку титрования устанавливают потенциметрически.