

رقم الجلسة (1)

عنوان الجلسة

طرق معايرة المركبات العضوية الدوائية

الغاية من الجلسة:

التعريف على الطرق المختلفة لمعايرة المركبات العضوية الدوائية، وتعريف المعايير الحجمية وأنواعها تبعاً لنوع التفاعل الحاصل، وطريقة إجراء كل منها.
مقدمة:

تمثل المعايرة تحديد المحتوى الكمي من المادة أو المواد الفعالة في المستحضر، وهناك عدة طرق تستخدم لمعايرة المركبات العضوية الدوائية:

أولاً: الطرق الحجمية (التحليل الحجمي):

تعتبر الطرق الحجمية من أهم الطرق التي تستخدم في معايرة المركبات العضوية الدوائية والتي تقوم على تعيين حجم محلول من مادة معلومة التركيز (محاليل عيارية) واللازمة للتفاعل تفاعلاً تاماً مع حجم معين م مادة مجهولة التركيز يراد تعيينها وبذلك تتمكن من تحديد تركيز المادة المفحوصة بمعرفة الحجم المستهلك من المحلول العياري.

يندرج ضمن الطرق الحجمية (حسب نوع التفاعل):

- 1- معايرة بوساطة مقياس البروتون (تفاعلات الحموض-الأسس) وذلك في وسط مائي وغولي ولا مائي.
 - 2- معايرة باستخدام مقياس الفضة (التفاعلات المصحوبة بتشكيل الرواسب).
 - 3- معايرة باستخدام مقياس أكسدة - إرجاع (تفاعلات الأكسدة والإرجاع)
 - 4- معايرة باستخدام مقياس الهلجنة (مقياس تثبيت اليود والبروم)
 - 5- معايرة باستخدام مقياس تفاعلات الديأزة.
- والنوعان الأخيران مصحوبان بتشكيل المعقدات.

ثانياً: الطرق الوزنية:

يتم تحديد تركيز المادة المراد معايرتها من خلال تحديد وزنها وذلك عن طريق تفاعل هذه المادة مع أحد الكواشف الكيميائية فينتج عن التفاعل راسب.

- الشروط الواجب توفرها في الراسب حتى تتم المعايرة:

- 1- أن يكون ذو بنية معروفة تماماً حيث يمكن حساب تركيز المادة الأولية المشتقة منها بسهولة.
- 2- أن يكون عديم الانحلال أو قليل الانحلال ما أمكن.
- 3- أن يكون ثابت غير قابل للتخرب بحيث يمكن وزنه بعد غسله وتجفيفه.

من تطبيقات الطرق الوزنية:

- 1- معايرة المركبات الأزوتية.
 - 2- معايرة مركب مستخلص من مزيج مركبات بواسطة مذيبي عضوي حيث يتم بتخثير المذيب و وزن البقية.
- مثال: معايرة Vit.B1 (كلوريدات التيامين).

(a) أهم نقاط الاختلاف بين التحليل الوزني والحجمي:

- 1- يستند التحليل الحجمي بشكل أساسي على قياس الحجم في حين يقوم الآخر على تعيين الكتلة.

- 2- يقيس التحليل الحجمي حجم محلول المادة القياسية المستهلكة بالتفاعل مع المادة المجهولة في حين يقيس التحليل الوزني كتلة المادة المجهولة (المراد تعيينها) أو كتلة الراسب القليل الانحلال الحاوي على المركب المطلوب تحديده.
- 3- نستخدم في التحليل الحجمي محاليل ذات تراكيز دقيقة بينما نستخدم في التحليل الوزني محاليل أولية بتراكيز تقريبية.
- 4- تضاف المحاليل في التحليل الحجمي بكميات متكافئة بدقة بينما يضاف محلول المادة الكاشفة إلى محلول المادة الأخرى بكميات زائدة (في التحليل الوزني).
- 5- يستغرق التحليل الوزني زمنا طويلا لإنجاز عملياته الكيميائية (الترسيب.....).

ثالثاً: الطرق الفيزيائية والطرق الكيميائية:

محاسنها:

- 1- دقيقة وحساسة مثل الطرق الطيفية.
- 2- سرعة في الانجاز.
- 3- إمكانية استخدام الطريقة في فصل المركب المراد معايرته وتحديد الذاتية بنفس الوقت. (HPLC موصول مع Mass).

مساوئها:

تتطلب أجهزة غالية الثمن. منها: الامتصاص الضوئي باستخدام UV والأشعة المرئية.

الطرق الحجمية:

1- معايرة باستخدام مقياس البروتون:

تتضمن هذه المعايرة:

- (a) معايرة في وسط مائي
- (b) معايرة في وسط غولي أو في وسط لا مائي.

a) المعايرة بواسطة مقياس البروتون في وسط مائي:

وهي تتضمن معايرة: (حموض - أسس)، إسترات ، أملاح.

- 1- معايرة الحموض والأسس في وسط مائي:

نجد عدة أنواع من الأملاح الناتجة:

الأولى: حمض قوي + أساس قوي ملح معتدل (NaCl)، PH = 7، Na₂SO₄

الثانية: حمض قوي + أساس ضعيف ملح يتمتع بخواص حمضية PH < 7 مثال كلور الامونيوم NH₄Cl، البيرازين هيدروكلورايد ، اتيلين دي أمين .

الثالثة: حمض ضعيف + أساس قوي ملح يتمتع بخواص قلوية PH > 7 (خلات الصوديوم CH₃CO₂Na ، بيكربونات الصوديوم NaHCO₃

، طرطرات الصوديوم).

ملاحظة:

تتعلق درجة الـ PH بقوة الحمض أو الأساس أي بتشردھا.

تکمن أهمية تحديد درجة الـ PH عند نقطة انتهاء المعايرة في تحديد مشعر مناسب لهذه المعايرة حيث أن لكل مشعر مجال عمل ضمن درجة PH عند نقطة نهاية المعايرة.

يعود سبب تغير لون المشعر إلى تغيير في بنيته الكيميائية حيث أن كل شكل من أشكال هذا المشعر لها لون مميز.

نقطة التكافؤ: هي اللحظة التي تتساوى فيها عدد مكافئات المادة المدروسة مع مكافئات المادة العيارية.

نقطة نهاية المعايرة: هي اللحظة التي يتغير فيها لون المشعر.

المكافئ الغرامي: كتلة المادة المعبر عنها بالغرام المكافئ

1- شاردة غرامية واحدة من الهيدروجين أو OH- في التفاعلات الحمضية الأساسية.

2- عدد الالكترونات المكتسبة أو المفقودة في تفاعلات الأكسدة- إرجاع.

3- شاردة واحدة لمعدن وحيد التكافؤ أو نصف شاردة لمعدن ثنائي التكافؤ في تفاعلات تشكل الرواسب والمعقدات.

أنواع المعايرات المستخدمة في التحليل الحجمي:

1- المعايرة المباشرة.

2- المعايرة غير المباشرة (بالازاحة وبالرجوع).

2- معايرة الأملاح في وسط مائي:

تسلك العديد من المركبات العضوية الدوائية في محاليلها المائية سلوك إما حموض أو أسس وبالتالي فهي تقوم بتفاعل حمضي أو قلوي وهكذا يمكن معايرتها بشكل مباشر.

لكن بعض المركبات العضوية الدوائية في محاليلها المائية لا تسلك ولا تتمتع بخواص حمضية أو قلووية بما فيه الكفاية وبالتالي لا يمكن معايرتها بصورة مباشرة وإنما تعابير بطريقة غير مباشرة وذلك بتمريرها على مبادل الشوارد نأخذ الملح ونذيه في الماء ثم نعامله مع راتنج (مبادل الشوارد).

أ- مبادل شوارد موجبة كبريتي أو كربوكسي: Resine SO3H خواصه الحمضية ضعيفة جداً ويكون بكميات زائدة.

يكون مبادل الشوارد الكبريتي في الوسط بكميات زائدة مما يجعل التفاعل ينزاح نحو اليمين ويتشكل الحمض الذي تعاليره بعد استخلاصه باستخدام محلول الصود وبوجود مشعر الفينول فتالين.

ب- في حالة مبادل شوارد سالب (مجموعات أمونيوم رباعية أو مجموعة أمين) حيث ينتج القلوي الذي يعاليره بعد استخلاصه باستخدام حمض قوي ومشعر مناسب.

3- معايرة الاسترات:

الاسترات مركبات ناتجة عن تفاعل الأغوال أو الفينولات (OH-) مع الحموض وبالتالي يمكن استخدام هذا التفاعل في المعايرة بمقياس حمض _ أساس.

المبدأ: يتم تفاعل الأستر مع الصود (تفاعل تصبن ليتشكل ملح) حيث يتفاعل مع كمية محددة من الصود ليتم بعد ذلك قياس كمية الصود الزائدة

بمعايرتها مع حمض آخر (أي معايرة بالرجوع).

ملاحظة: يجب أن يكون المحلول المعيار معتدلاً (مثل معايرة الأسبرين حيث يتم بالبداية تعديل الخواص الحمضية للأسبرين بإضافة ماءات الصوديوم N0.1 (خفيف العياري كي لا يؤثر على الأستر)، ثم تجري تفاعل تصبن على الوظيفة الأستيرية (N1 مع التسخين) ثم تم معايرة زيادة الصود المستخدمة بوساطة حمض الكبريت أو حمض كلور الماء بوجود مشعر مناسب.

□ يمكن أيضاً إجراء المعايير الحجمية اعتماداً على مقياس البروتون في وسط لا مائي
أ. مقياس البروتون في وسط لا مائي:

- يعتبر الماء المذيب الأكثر أهمية في المعايير الكيميائية كونه معتدل لا يؤثر على منحنى المعايرة ويتم استخدامه في معظم المعايير إلا في الحالات التالية:
- 1- المادة المراد معايرتها قليلة أو عديمة الانحلال بالماء.
 - 2- معظم المركبات الدوائية هي حموض أو أسس ضعيفة لذلك من الصعب تحديد نقطة نهاية المعايرة ونهاية التفاعل لدى معايرتها. عملياً لا يمكن معايرة الأسس ذات pKa أقل من 7 والحموض ذات pKa أكثر من 7 في وسط مائي، نظراً لذلك لقد تم إيجاد مذيبات أخرى غير الماء لحل المادة أو لإظهار بعض الخواص الحمضية أو القلوية. من ناحية أخرى يفضل عدم اللجوء الى هذا النمط من المعايرة في حال التمكن من اجراءها في وسط مائي وذلك لكونها مكلفة بالإضافة لتمتع الماء بثباتة عزل عالية وقدرة مفككة عالية.
- كمثال على المعايرة في وسط لا مائي نذكر معايرة الاسبرين: يعاير الأسبرين بالإيتانول الممدد وذلك لضعف انحلاله في الماء، معايرة حمض البور في مزيج من الغليسيرول والماء لإظهار خواصه الحمضية للحمض.

ملاحظة: لكل حمض أساس مرافق والعكس صحيح قد يكون الحمض:

- غير مشحون مثل HCl
 - مشحون بشحنة إيجابية مثل البيريدينيوم
 - مشحون بشحنة سلبية كما في الحموض ثنائية التكافؤ.
- قد يكون الأساس متعادلاً كهربائياً مثل NH_3 أو مشحون بشحنة سلبية $-CL$
- الانحلالية للمواد

تتعلق انحلالية المادة في المذيب بطبيعة المذيب بعدة عوامل:

1- ثابتة العزل الكهربائي للمذيب:

ترتبط بقدرته على إظهار تشرذ المادة المحلولة حيث أن الماء ذو ثابت عزل كهربائي عالي لأن لديه قدرة عالية على إظهار تشرذ المواد المنحلة فيه. أما المذيبات العضوية فهي ذات ثابت عزل كهربائي منخفض حيث أن قدرتها على إظهار تشرذ المواد المحلولة فيه ضعيفة.

2- الفة المذيب تجاه البروتون:

إن هذه الالفة تعتمد على خواص المذيب إذا كانت حمضية فهو يسلك سلوك نحو تحرير البروتون أما إذا كانت قلوية فسلكه يتجه نحو تثبيت البروتون.

□ أنواع المذيبات:

تصنف المذيبات حسب قطبيتها وخواصها البروتونية إلى:

1. محلات غير قطبية لا بروتونية: وهي محلات لا قطبية، لا تثبت ولا تحرر بروتون وهي مذيبات خاملة كيميائياً، لا تتفاعل مع الحموض والأسس مثل: البنزن، الكلوروفورم، سيكلوهكسان، THF، ET2O

2. محلات قطبية لا بروتونية: محلات ذات خواص قطبية ولكنها غير مانحة أو مثبتة للبروتون مثل CH_3CN - أسيتون.
 3. محلات قطبية بروتينية: وهي مذيبات قطبية تمتاز بقدرتها على تثبيت أو تحرير H^+ وتقسم بدورها إلى:
 - أ- محبة للبروتون: أي تثبتت فهي ذات خواص قلوية Et_3N .
 - ب- مانحة للبروتون: أي تحرره فهي ذات خواص حمضية CH_3OH .
 - ت- مذبذبة: قادرة على تثبيت البروتون ومنحه في آن واحد H_2O ، $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$.
- دراسة المذيبات البروتونية المذبذبة:

هي مذيبات تتمتع بخاصية تثبيت البروتون أو تحريره حسب خواص المادة المنحلة فيها سواء كانت قلوية الخواص أم حمضية مثل حمض الخل الذي يعتبر حمض ضعيف وبالتالي فهو ذو تشرذ ضعيف لدينا حالتين:

الأولى: لدى إذابة حمض قوي في حمض الخل كإذابة حمض فوق الكلور في حمض الخل فهنا يسلك حمض الخل سلوك أساس يقوم بتثبيت البروتون من حمض فوق الكلور

الثانية: لدى إذابة أساس ضعيف مثل البيريدين $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$ في حمض الخل فإنه يسلك سلوك الحمض ويقوم بتحرير البروتون وبالتالي يحرز على إظهار الخواص القلوية للبيريدين فيمكننا إجراء معايرة للبيريدين المنحل في حمض الخل باستخدام حمض فوق الكلور المنحل في حمض الخل أيضاً. هنا حمض الخل يلعب دور الوسيط والمحل في آن واحد.

□ المشعرات المستخدمة في مقياس البروتون في وسط لا مائي:

أولاً - معايرة حمض ضعيف:

يستخدم مشعر أزرق التيمول المنحل في الأيتانول أو الميتانول (قلوي لونه أحمر مصفر والحمضي لونه أزرق).

ثانياً: معايرة أساس ضعيف:

نستخدم مشعر البنفسجية المبلورة أو مشعر نفتول البنزين المنحل في حمض الخل الثلجي.

البنفسجية المبلورة: لونها بنفسي في القلوي وأصفر مخضر في الحمضي (بنفسي ثم أزرق و منه أخضر لينتهي بالأصفر).

نفتول البنزين: لونها أزرق مصفر في القلوي وأخضر غامق في الحمضي.

المعايرة بطريقة غير مباشرة (بالرجوع)

معايرة بعض المركبات الآزوتية:

أ. معايرة بعض الأميدات

مثال: معايرة نيكوتين أميد تتم المعايرة وفق الخطوات التالية:

- 1- تتم حلمهة الأميدات بواسطة حمض حيث تتحول المجموعة الأميدية إلى ملح أمونيوم.
- 2- في الوسط القلوي يتحرر النشادر (في حال كان الأمين أولي) ويتم جرفه من وسط المعايرة بالتقطير.
- 3- يتم تثبيت النشادر المحروف بالتقطير بواسطة كمية زائدة ومعلومة من H_2SO_4 فتشكل كبريتات الأمونيوم.
- 4- نعاير زيادة الحمض بالرجوع باستعمال قلوي ومعاير بوجود المشعر المناسب.

ب. معايرة الآزوت العضوي: طريقة Keldal

تتم معايرة الآزوت العضوي في المركبات العضوية بعد ترقيدها (حرقها بشكل كامل والتخلص من المواد العضوية) وتتم المعايرة كما يلي:

1- يتم تسخينها (تسخين المركب العضوي) تسخيناً شديداً وبوجود H_2SO_4 المركز وبعض الوسطاء فيتحول الآزوت إلى كبريتات الأمونيوم. ملاحظة: تقوم الوسطاء مثل كبريتات النحاس و كبريتات البوتاسيوم بدور مزدوج:

1- كرافعة لدرجة الحرارة.

2- كوسيط لتفاعل الحلمة

2-عندما نحصل على كبريتات الأمونيوم يضاف الصوديوم ويغلى المزيج حيث يتحرر النشادر ثم نقوم بجرفه بالتقطير وتثبيتته بـ H_2SO_4 المعيار ثم نعاير الزيادة من الحمض بصود نظامي.

2. مقياس الفضة:

مبدأ المعايرة: بمقياس الفضة تشكيل أملاح الفضة غير المنحلة: تتغير انحلالية شوارد الفضة حسب الـ pH ، فهي منحلة في الأوساط القلوية بينما تسلك سلوك مختلف في الأوساط الحمضية، تترسب مع حمض كلور الماء بينما تكون منحلة في حمض الآزوت (المستخدم لتحميض الوسط في هذه التفاعلات).

الطرق التي يستخدم فيها المقياس:

طريقة More، طريقة Volhard فولهارد

أولاً: طريقة مور More (1874 م):

وهي طريقة تستخدم لتحديد ومعايرة كل من الشوارد التالية (-CN، -CL، -Br) باستخدام كرومات البوتاسيوم كمشعر (شاردة الكرومات ذات لون أحمر قرميدي $-CrO_4^{2-}$) لدى تفاعلها مع شوارد الفضة.

تجري هذه المعايرة في وسط معتدل أو قلوي (من 6 الى 9، يتم بإضافة القليل من ثاني كربونات الصوديوم)

تتم معايرة شوارد الكلور بأحد أملاح الفضة $AgNO_3$ وكاشف من كرومات البوتاسيوم K_2CrQ_4 وهنا يتشكل راسبان راسب $AgCl$ والثاني كرومات الفضة Ag_2CrO_4 ولكن الراسب الذي يتشكل أولاً هو $AgCl$ لأن جداء انحلال $AgCl$ أقل من جداء انحلال كرومات الفضة فيظهر في نهاية المعايرة اللون الأحمر الآجري دليل تشكيل الراسب من كلور الفضة وهي نقطة نهاية المعايرة.

ثانياً: طريقة فولهارد:

- طريقة معايرة غير مباشرة.

- تعتمد على تفاعل شوارد الفضة مع التيوسيانات باستخدام كاشف Fe^{3+} (كبريتات الحديد النشاردية) الذي يعطي لون أحمر لدى تفاعله مع الزائد من التيوسيانات بعد نقطة التكافؤ.

يضاف نترات الفضة بكمية زائدة للمحلول ثم تعارير الزيادة بوساطة التيوسيانات بوجود الكاشف وعند انتهاء كمية شوارد الفضة من الوسط يتفاعل الكاشف مع التيوسيانات ليعطي لون أحمر آجري.

3. مقياس الأكسدة والارجاع:

مقياس الأكسدة والارجاع عديدة نذكر منها:

1- مقياس الملعنة

2- مقياس اليود (معايرة Vit.c)

3- مقياس البرمنغانات

مقياس الهلجنة (اليود والبروم)

أولاً: مقياس تثبيت اليود:

مثال معايرة الأنتي بيرين: يعاير بإضافة كمية زائدة من اليود ، قسم يتفاعل مع الأنتي بيرين والقسم الزائد يعاير بتيوسلفات Na بوجود هلامة النشا كمشعر

ثانياً: مقياس البروم:

يستعمل في معايرة المركبات التي تحمل في بنيتها نواة عطرية مثل الفينولات والأمينات العطرية الأولية.

تعاير زيادة البروم بواسطة مقياس اليود ويعاير اليود المتحرر بواسطة التيوسلفات الصوديوم وهلامة النشا كمشعر.

مصدر البروم: لا يتواجد البروم بشكل حر وإنما نحصل عليه من مزج البرومات مع البرومور في وسط حمضي، يضاف يود البوتاسيوم بكميات زائدة الى التفاعل ليساعد في تحرر اليود الحر.

4. مقياس الديأزة:

تطبق هذه المعايير على المركبات العضوية التي تحمل في بنيتها مجموعة أمين أولية عطرية.

مبدأ المعايرة: التفاعل بين مجموعة الأمين الأولية العطرية وبين حمض الآزوتي. تتم المعايرة بإذابة المركب الأميني العطري الأولي في وسط حمضي وبدرجة حرارة منخفضة ثم يعاير باستخدام حمض الآزوتي ككاشف وبوجود ملح يود البوتاسيوم كمشعر وتوضع قطعة قماش مبللة بهلامة النشا حيث تتلون بالأزرق عند انتهاء التفاعل وسوف يتم تفاعل بين حمض الآزوتي ومركب الأمين العطري ليعطي مركب ثابت هو ثنائي الآزوت (ديازونيوم).

- إن إضافة قطرة زائدة من حمض الآزوتي يؤدي لأكسدة اليود (المشعر).

- يدمص اليود المتحرر على هلامة النشا فتتلون باللون الأزرق دليل الانتهاء من المعايرة.

ملاحظة: يمكن الاستفادة من تفاعل الديأزة بإجراء معايرة لونية بتحويل المركب ثنائي الآزوت(ديازونيوم) إلى مركب ملون لدى معالجته بالفينول أو بمركب أمين أولي تدرج ضمن تفاعلات التكاثف. نتيجة التكاثف نحصل على مركب آزوتي ذو لون أحمر

يتم قياس شدة لون المركب الناتج باستخدام جهاز Spectro photometer.

رقم الجلسة (2)

عنوان الجلسة

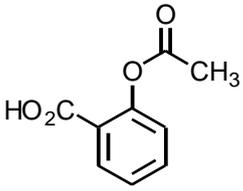
الأسبرين

الغاية من الجلسة:

معرفة الخواص الفيزيائية والكيميائية للأسبرين، وطريقة معيارته.

مقدمة:

يعد الاسبرين من مضادات الالتهاب الالاستيروئيدية حيث يعمل على تثبيط الـ COX1 و COX2 وبالتالي تثبيط اصطناع البروستاغلاندينات.



W = 180,16 g/mol

❖ الاستعمالات:

- 1- هو مضاد لتكدس الصفائح حيث يمنع تكس الصفائح الدموية "81 – 162 ملغ"، في حين يملك تأثير مسكن للألم ومضاد للالتهاب عند الجرعة (500 mg).
- 2- خافض للحرارة: يبنه مركز الوطاء وبالتالي يعمل على توسيع الأوعية الجلدية.
- 3- مسكن لآلام الأسنان والروماتيزم.

❖ التأثيرات الجانبية:

- 1- الاستعمال المتكرر للأسبرين يسبب حالات من الإقياء والغثيان.
 - 2- يهيج بطانة المعدة عند الأطفال بسبب التأثير المخرش لحمض الصفصاف في المعدة.
 - 3- عند البالغين يسبب حالات من النزف الأنفي وحالات طنين في الاذن وضيق في التنفس، لا يعطى الأسبرين لمرضى الربو لأنه يثبط عمل PG وبذلك يتحرر الهيستامين الذي يضيق الأوعية القصبية.
 - 4- مضاد استطباب هام لمرضى القرحة الهضمية حيث أنه يثبط اصطناع PG2 الذي يلعب دور في تشكيل المخاط المبطن لجدار المعدة ويحميه من تأثيرات HCl المخرشة.
- الاسبرين الفوار لا يعطى للمحميين عن الملح لأن تفاعل حمض – قلوي يزيد نسبة الملح في العضوية.

➤ الصفات الفيزيائية

مسحوق أبيض مبلور أو بلورات عديمة اللون الرائحة ذات طعم حمضي ضعيف.
الانحلالية:

g:300 ml1 ماء بارد (انحلاليته ضعيف بالماء)

1: 4,5 إيتانول. ينحل بالإيتر والكلوروفورم. ينصهر بالدرجة 140°C

الكشف الذاتي عن الأسبرين:

1- نأخذ وزنه من الأسبرين 0,2 g تحل في 4 ml ماءات الصوديوم ممددة تسخن لمدة 3 دقائق ثم نبرد ونضيف حمض الكبريت الممدد 5 ml فيتشكل لدينا راسب أبيض هو ساليسيلك أسيد. نأخذ الرشاحة ونضيف 2 ml أيتانول مع 2 ml حمض H₂SO₄ ممدد مسخن فنلاحظ انتشار رائحة خلات الايتيل وهي رائحة واخزة.

2- لا يعطي الأسبرين في محلوله المائي مع فوق كلور الحديد لونه بنفسجي مباشرة لكن الأسبرين يتحملة ببطء ويبدأ اللون البنفسجي بالظهور شيئاً فشيئاً.

العمل: نأخذ قليلاً من مسحوق الأسبرين، نحل بـ 10-15 ml ماء ونضيف بضع قطرات من محلول FeCl₃. يجب ألا يظهر لون بنفسجي مباشرة وإنما يظهر بعد دقيقة نتيجة لظهور ساليسيلك أسيد الناتج عن حلمهة الأسبرين.

3- الكشف عن الاسبرين باستخدام كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة (TLC)

تعتمد هذه الطريقة على استعمال صفيحة من الزجاج أو البلاستيك أو المعدن (غالباً الألمنيوم)، المغطاة بطبقة رقيقة من حبيبات ناعمة من السيليكا جيل القطبية. ويحدث الفصل نتيجة لفعل الامتزاز أو التوزع حيث تهاجر المواد بالخاصية الشعرية (Capillary action) وبالتالي البعد الذي تقطعه المادة هو محصلة الإلفة النسبية بين الطورين الثابت والمتحرك.

تتألف هذه الطريقة من 1- طور ثابت: طبقة السيليكا 2- طور متحرك: مذيب مناسب للمادة المدروسة 3- العينة المدروسة

لتطبيق هذه الطريقة: يتم وضع قطرة من محلول المادة المراد اختبارها ومحلول المادة العيارية في طرف الطبقة وعلى بعد 2 سم عن الحافة ثم تترك لتجف العينة. يوضع طرف الطبقة داخل المحل مع تجنب تاس العينة مع المحل. باستخدام طور متحرك يمر عبر الطبقة الرقيقة تهاجر المواد بسرعات مختلفة. في النهاية تجف الطبقة. يجب تغطية البيشر بورقة سلفان أثناء الرحلان لتجنب تطاير الطور المتحرك ويهدف إشباع الجو بالطور المتحرك وبالتالي تساوي الضغط المطبق على جوانب الطبقة.

يتم تحديد مواقع المواد المهاجرة من خلال تلوين البقع باستخدام مركبات ملونة أو يتم تحديدها باستخدام لمبة الـ UV أو عن طريق استخدام مواد مفلورة داخل الطور الثابت.

تحضير عينة الاسبرين: يتم حل العينة المدروسة والعيارية في 2 مل كلوروفورم في كل أنبوب.

مزيج الرحلان المستخدم (الطور المتحرك): كلوروفورم: ميتانول بنسبة (0.5 : 9.5)

➤ معايرة الأسبرين:

أيضاً يوجد طريقتين: دستورية، استروك.

أولاً: حسب دستور الأدوية:

نأخذ وزن معين من الأسبرين وليكن 0,2 g نحلها في 30 مل من ماءات الصوديوم 0.1 N، نغلي المزيج بحدوء من 10 - 8 دقائق ثم نعاير زيادة الصود بـ 0.1 N، H₂SO₄ بوجود مشعر الفينول فتالين. نجري في الوقت نفسه معايرة شاهد (الذي يحوي كل شيء ما عدا المادة) أي دون الأسبرين.

ثانياً: حسب طريقة استروك:

نقوم أولاً بمعايرة الوظيفة الكربوكسيلية مباشرة باستخدام الصود المعاير بوجود مشعر الفينول فتالين ثم نعاير الوظيفة الأسترية بوجود كمية زائدة من NaOH ثم معايرة الصود الزائد بالرجوع باستخدام H_2SO_4

طريقة العمل: نأخذ وزنة معينة من الاسبرين 1,8g تحل بـ 60 ml من الإيتانول (يفضل استخدام المعدل) ثم نضيف بضع قطرات من مشعر الفينول فتالين، نعاير بماءات الصوديوم 0.1 N حتى ظهور اللون الوردي. بعد ذلك نضيف للمحلول السابق 20 ml من NaOH (1 N) نسخن لمدة 16 دقيقة بعد وصل دورق المعايرة بمبرد صاعد بعد ذلك نبرد محلول المعايرة الناتج وتعاير زيادة الصود بحمض H_2SO_4 .

رقم الجلسة (3)

عنوان الجلسة

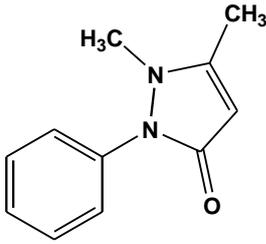
مشتقات البيرازول (الأنتي بيرين)

الغاية من الجلسة:

معرفة الخواص الفيزيائية والكيميائية للأنتي بيرين، وطريقة معايرته.

مقدمة:

يعد الالتهاب استجابة طبيعية وافية ناجمة عن الأذية النسيجية التي تحدث بسبب رض فيزيائي أو عوامل كيميائية أو أحياء دقيقة أو حتى بسبب عوامل غير ضارة مثل غبار الطلع أو استجابة مناعية كما هو الحال في الربو والتهاب المفاصل الرثياني.



1,5-Dimethyl-2-phenyl-1,2-dihydro-pyrazol-3-one

يترافق الالتهاب مع الاحمرار وارتفاع حرارة موضعي أو عام، تورم، ألم، وقد يتطور إلى فقدان وظيفة بعض الأعضاء. ويترافق الالتهاب مع تحرر مجموعة من الوسائط الكيميائية النوعية والتي تسمى الوسائط الالتهابية والتي تختلف تبعاً لنمط العملية الالتهابية وتضم الأمينات كالهيستامين، والشحوم كالبروستاغلاندينات، والببتيدات الصغيرة كالبراديكينين، والببتيدات الكبيرة كالانترلوكين)

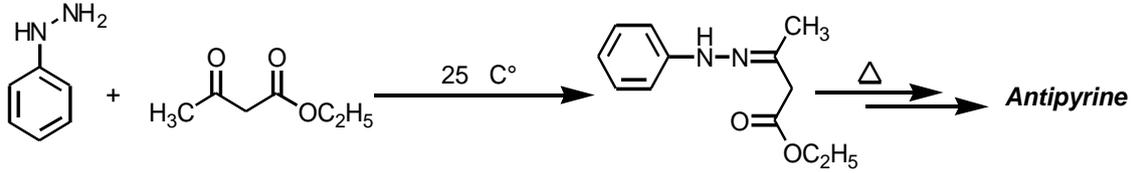
تعمل مضادات الالتهاب اللاستيروئيدية بشكل أساسي عن طريق تثبيط أنزيمات السيكلوأكسجيناز فتمنع بذلك اصطناع البرويتاغلاندينات وتصنّف إلى عدة أقسام تبعاً لدرجة الانتقائية للـ COX1 و COX2 ونذكر منها المثبطات عالية الانتقائية للـ COX2 والتي تم تطويرها بغية تقليل الآثار الجانبية الهضمية الناجمة عن الـ NSAIDs التقليدية. تتضمن هذه المجموعة ((valdecoxibe، parecoxibe، Celecoxibe)) بالإضافة لدواء الأنتي بيرين (فينازون) والذي تم سحبه من السوق لكثرة الآثار الجانبية الخطيرة (أذية كلوية، غثيان ونعاس، ندرة المحببات، نقص الكريات البيض).

الوزن الجزيئي: $M = 188.82 \text{ gr}$

الاستحصال المخبري: يتم على مرحلتين

1- التفاعل بين الفينيل هيدرازون + إيتيل أسيتوأسيتات ويعطي الفينيل هيدرازون.

2- الحصول على الأنتي بيرين اعتباراً من الفينيل هيدرازون (رفع درجة حرارة التفاعل من أجل تشكيل الحلقة).



الخواص الفيزيائية:

الانتي بيرين مسحوق أبيض خفيف مبلور أو بلورات عديمة اللون طعمه مر قليلاً عديم الرائحة ينحل بسهولة في الماء (بسبب وجود الوظيفة الكيتونية وهي مجموعة الكربونيل) أما في المحلات العضوية فينحل الأنتي بيرين في الكلوروفورم والايثانول بسهولة وهو قليل الانحلال في الايتر. مجال انصهار $110^{\circ}\text{C} - 113^{\circ}\text{C}$ ، درجة الغليان 319°C

الخواص الكيميائية:

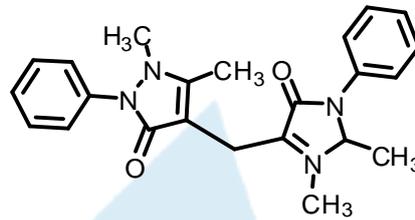
(1) الذاتية: يوجد عدة تجارب:

1.1. يقوم الأنتي بيرين بتفاعلات الأساس العضوي الأزوتي أي يقوم بالتفاعلات نفسها التي يقوم بها أي قلويده. نضع قليل من مسحوق الأنتي بيرين في أنبوب اختبار جاف ونظيف، نسخن ببطء فتتصدأ أبخرة قلوية هي أبخرة غاز النشادر والذي يعطي تفاعل قلوي مع ورقة عباد الشمس المبللة بالماء ويجول الورقة من اللون الأحمر إلى اللون الأزرق (وسط قلوي).



1.2. يحتوي الأنتي بيرين في الموقع (4) ذرة هيدروجين زلوقة نشيطة وفعالة ونتيجة هذه الخاصية فإنه يعطي تفاعلات تبادل.

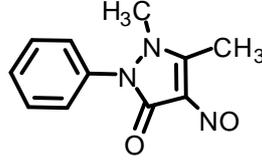
يتفاعل المحلول المائي للأنتي بيرين في وسط مائي محمض بحمض HCL مع الفورمول ببطء مع النشادر بالبرودة ويعطي راسب أبيض يسمى ميتان مضاعف الأنتي بيرين ولكنه يتطلب زمناً طويلاً. أما مع الحرارة فيتشكل هذا الراسب بسرعة كبيرة وصيغة الميتان مضاعف الأنتي بيرين.



محلول مائي للأنتي بيرين + Hcl + فورمول + نشادر \leftarrow راسب أبيض هو ميتان مضاعف الأنتي بيرين.

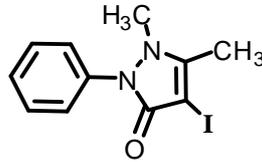
الأنتي بيرين مع حمض الأزوتي

يعطي المحلول المائي للأنتي بيرين مع حمض الأزوتي HNO2 أو NaNO2 بوسط حمض معقد أخضر اللون هو نتروزو الأنتي بيرين و مركبات ملونة حيث يمكن استخدام نتروزو الأنتي بيرين في المعايير اللونية:



محلول مائي للأنتي بيرين + حمض الآزوتي ← معقد أخضر هو نتوزو الانتي بيرين

يعطي المحلول المائي للأنتي بيرين مع اليود معقد هو يود الأنتي بيرين، أساس المعايرة عبارة عن تفاعل هلجنة (تفاعل تبادل الكتروليفي).



1.3. محلول مائي للأنتي بيرين بتركيز 0.01 مع كاشف يودور ميكورات البوتاسيوم K_2HgI_4 (مشعر خاص بالفلويدات) في الوسط الحمضي يعطي راسب أصفر وفي الوسط القلوي يعطي راسب أبيض.

1.4. محلول مائي للأنتي بيرين بتركيز 0.01 مع كاشف يودوزموتات البوتاسيوم (Dragendroff) يعطي معقد بشكل راسب برتقالي مبلور.

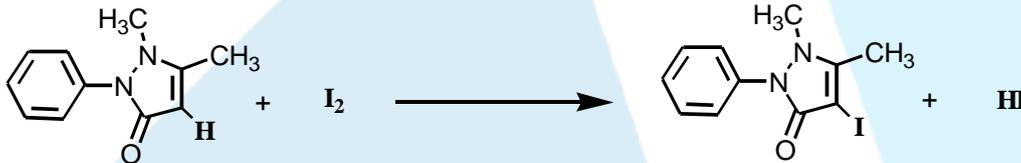
1.5. محلول مائي للأنتي بيرين مع فوق كلور الحديد $FeCl_3$

يعطي معقد بلون أحمر دموي وإضافة أحد الأحماض القلوية سيتفكك المعقد ويعطي لون أصفر دليل على تحرر الأنتي بيرين. نعود ونضيف $FeCl_3$ من جديد فيظهر لون أحمر دموي من جديد نستنتج: أن الأنتي بيرين لا يتخرب بالتفكك.

محلول مائي للأنتي بيرين + $FeCl_3$ ← معقد أحمر دموي ← زوال اللون الأحمر وظهور لون أصفر (شاردة الكبريتات).

(2) المعايرة:

المعايرة تتم وفق مقياس تثبيت اليود نأخذ وزنة محددة بدقة 0.1gr من الأنتي بيرين ونحلها في 10 ml ماء مقطر ثم نضيف 1 gr من ثاني كربونات الصوديوم و 20 ml يود 1N,0 ونقوم بتغطية الأزلنماير ونتركه في الظلام مدة ساعة تقريباً. نلاحظ تشكل راسب يودورالأنتي بيرين ولكن اليود يدمص على الراسب لذلك يجب حله ثم نضيف 1 ml من حمض الخل الثلجي مع 10 ml كلوروفورم ثم نضيف بضع قطرات من هلامة النشا ونعاير بتيوسلفات الصوديوم 0.1N حتى زوال اللون الأزرق.



إذاً: المعايرة تتم وفق مقياس تثبيت اليود وتتم بالرجوع أي إضافة كمية زائدة ومعلومة من اليود تتفاعل كمية منه مع الأنتي بيرين والزائد يعاير بالتيوسلفات.

رقم الجلسة (4)

عنوان الجلسة

الصادات الحيوية

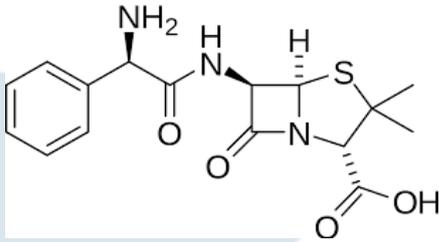
(الأمبيسيلين)

الغاية من الجلسة:

معرفة الخواص الفيزيائية والكيميائية للأمبيسيلين، وطريقة معايرته.

مقدمة:

هو صاد حيوي من زمرة البنسيلينات، واسع الطيف، يستخدم بشكل أساسي في علاج الالتهابات البكتيرية مثل التهاب الجهاز التنفسي والتهاب المسالك البولية، التهاب السحايا، داء السالمونيلا.... يُعطى عن طريق الفم أو عن طريق الحقن العضلي أو الوريدي. الآثار الجانبية: الطفح الجلدي، الغثيان، الاسهال، وقد تشمل الحساسية المفرطة لذلك لا يجب استخدامه لدى المرضى المتحسسين على البنسلين. من الممكن استخدامه أثناء الحمل والرضاعة بشكل آمن.



الأشكال الصيدلانية: كبسولات، شراب معلق، فيالات.

الجرعة: للكبار 500 ملغ كل 6 ساعات.

للصغار 25 – 50 ملغ/كغ من وزن الطفل.

علماً أن: المعالجة طويلة الأمد قد تؤدي إلى نمو الفطريات (بسبب قتل الفلورا الطبيعية في الجسم).

❖ **الصفات الفيزيائية:** مسحوق بللوري أبيض، عديم الرائحة، ذو طعم مُر.

يُعطى الملح الصودي له كل تفاعلات شاردة الصوديوم.

الانحلالية: ينحل بسهولة في الماء والأغوال.

❖ **المعايرة:**

بمقياس اليود (أكسدة – إرجاع) بالرجوع:

نحل محتوى الكبسولة (500 ملغ) في الماء المقطر مع التحريك لمدة 10 دقائق، ثم يُكمل الحجم حتى 100 مل بالماء المقطر (علل)، ثم نأخذ من المحلول السابق 5 مل ونضيف له 2 مل NaOH ونحرّك لمدة 10 دقائق (علل)، ثم نضيف 2.5 مل من HCl (1N) ونحرّك جيداً (علل).

لأننا نحتاج لوسط حمضي لذا يتم إضافته أثناء المعايرة ومن ثم نضيف 30 مل من محلول اليود (0.01 N) ويترك لمدة 10 دقائق في الظلام بعد تغطيته (علل). ثم نعاير باستخدام تيوسلفات الصوديوم (0.01N) حتى يختفي لون محلول اليود عندها نضيف مشعر هلامة النشاء (علل إضافتها مؤخراً) ليعطي لون أزرق ومن ثم نكمل المعايرة حتى اختفاء اللون.

الشاهد (علل ضرورة استخدامه): 5 مل خلاصة + 2.5 مل حمض كلور الماء + 30 مل يود ثم تغطية في الظلام لمدة 10 دقائق، ثم نعاير بالتيوسلفات وبعد فترة نضيف الهلامة.

رقم الجلسة (5)

عنوان الجلسة

كلوريدات البيريدوكسين

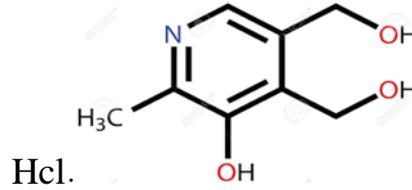
(Vit.B6)

الغاية من الجلسة:

معرفة الخواص الفيزيائية والكيميائية لكلوريدات البيريدوكسين، وطريقة معايرته.

مقدمة:

هو فيتامين الأعصاب، يوجد منه 3 أشكال فعالة: بيريدوكسال - بيريدوكسين - بيريدوكسامين، أغلب هذه الأشكال ثابتة وخاصة البيريدوكسال وهو الغالب في الأغذية. يستخدم في الوقاية من اعتلال الأعصاب المحيطي، ويستخدم أثناء الحمل والرضاعة. (شكله الدستوري: بيريدوكسين كلورهدرات)



الصفات الفيزيائية:

بلورات عديمة اللون والرائحة أو بيضاء بطعم مر ومالح بشكل خفيف، ينحل بسهولة في الماء وقابل للانحلال بالأغوال، لا ينحل بالكلوروفورم والايتر، يتفكك مع الانصهار بدرجة الحرارة 205 درجة مئوية

يحتوي المسحوق ما بين 99 إلى 101 % من كلوريدات البيريدوكسين محسوبة بالنسبة للمسحوق الجاف له.

تحديد الذاتية:

- 1- طيف الأشعة تحت الحمراء (مقارنة مع عياري) وقياس الامتصاص الأعظمي (طيف سبيكتروفوتومتر) عند طول الموجة 288 و 296 نانومتر.
- 2- يعطي المحلول المائي لفيتامين ب6 جميع شاردة الكلور.
- 3- يعطي المحلول المائي لفيتامين ب6 (5%) مع كلور الحديد معقد بلون بني محمر.
- 4- يعطي المحلول المائي لفيتامين ب6 مع حمض فوسفوتنغستين راسب ابيض.
- 5- تعادل حموضة الوسط لنفس المحلول المائي للفيتامين ب6 $pH = 2.4-3$
- 6- نضع في كل أنبوب من انبوبي اختبار 1 مل من محلول فيتامين ب6 (0.1%) مع 2مل خلات الصوديوم 20%، نضع في الأنبوب الأول 1ما ماء وفي الانبوب الثاني 1 مل بوريك أسيد 4% يبرد كلا الانبوبين حتى الدرجة 20 درجة مئوية ونضيف لكل منهما 1 مل دي كلورو كينول كلور ايمين المنحل في الغول الطبي 0.5%

في الانبوب الأول: يظهر لون أزرق (نتيجة تفاعل ب6 مع دي كلور كينول كلور ايمين في الوسط القلوي) يتحول بعد دقائق إلى لون أحمر.

في الانبوب الثاني: لا يظهر لون بسبب عدم تفاعل ب6 مع دي كلورو كينول كلور ايمين

المعايرة:

- 1- يمكن معايرة الكلور الشاردي بطريقة فوهارد.
 - 2- يمكن معايرة الأزوت بطريقة كيلدال.
 - 3- فيتامين ب6 ملح لأساس ضعيف وحيد المعادل، تتم المعايرة في وسط لامائي، كما يلي:
- تزان أحيذة من فيتامين ب6 0.15 غ في 5مل حمض الفورميك، أضف 50مل من بلا ماء حمض الخل. يعاير بحمض فوق الكلور N0.1 بوجود مشعر البنفسجية المبلورة حتى انقلاب اللون من البنفسجي الى الأزرق.
 - تزان أحيذة من فيتامين ب6 (0.3غ) في مزيج من 40-50 مل حمض الخل الثلجي و 10مل من خلاص الزئبق 5% ويعاير بحمض فوق كلور N0.1 بوجود مشعر البنفسجية المبلورة حتى انقلاب اللون من البنفسجي الى الأزرق

كل 1مل من حمض فوق كلور الماء تعادل 20.564 مغ فيتامين ب6

رقم الجلسة (6)

عنوان الجلسة

كلوريدات الثيامين (فيتامين B1)

الغاية من الجلسة:

معرفة الخواص الفيزيائية والكيميائية لفيتامين B1، وطريقة معايرته.

مقدمة:

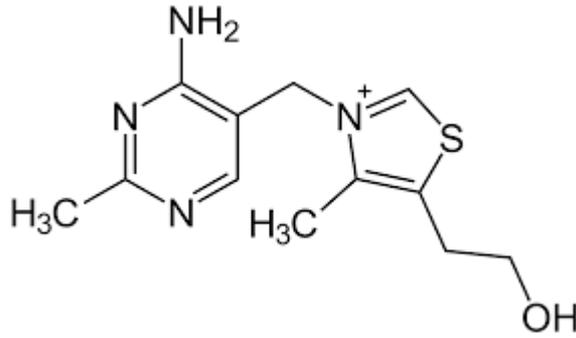
هو عنصر أساسي نحصل عليه من الغذاء، يتم تصنيفه كدواء وكمتمم غذائي.

تشمل المصادر الغذائية الحاوية عليه: الحبوب الكاملة، البقوليات، بعض اللحوم والأسماك.

الأشكال الصيدلانية والاستعمال: مضغوطات، حقن، شراب

يستخدم في حالات اضطرابات الأعصاب، عوزه يسبب اضطرابات عصبية و هضمية وتسرع في القلب (مرض الهزال الرزي "البري بري")

الحاجة اليومية: يحتاج الانسان الطبيعي يومياً 1-2 ملغ.



الوزن الجزيئي: 337.3 غ

❖ الخواص الفيزيائية:

مسحوق بلوري أبيض، مائل للاصفرار، يتميز برائحته التي تشبه رائحة الخميرة، وطعمه مر قليلاً، يتحمل درجات الحرارة حتى 100 درجة مئوية ويعتبر

أقل فيتامينات المجموعة B تحملاً للحرارة، يتأثر بالضوء والمؤكسدات والقلويدات.

الذاتية: ينحل بسهولة في الماء، الغليسيرين، الميتانول، لا ينحل في المحاللات العضوية

❖ الذاتية:

1- محلوله المائي يعطي شوارد الكلور

2- مع نترات الفضة يعطي راسب ابيض

3- مع حمض المر يعطي راسب أصفر

4- مع خلات الرصاص + NaOH يعطي راسب أصفر يتحول مع الحرارة المباشرة إلى راسب أسود هو كبريت الرصاص

5- تفاعل التيوكروم: يتم على ثلاث مراحل:

المرحلة 1: نضع 1 مل من المحلول المائي ل ب 1 + 1 مل حمض الخل الممدد + 1.5 مل NaOH مركز (1N)

المرحلة 2: ونسخن المزيج لمدة 30 دقيقة ثم نبرد ونضيف NaOH ممدد + 2 مل فري سيانور البوتاسيوم + 2 مل بوتانول

المرحلة 3: ونمزج جيداً ثم نترك الطبقتين حتى تنفصلان ثم نعرض للمبة UV فنلاحظ تألق طبقة البوتانول باللون الأزرق نتيجة تشكل التيوكروم.

عند تبيض الوسط نلاحظ زوال اللون الأزرق

في حال إضافة 1 مل كبريتيت الصوديوم إلى المرحلة الثانية لا يظهر اللون الأزرق نتيجة عدم تشكل التيوكروم

طرق معايرة الفيتامين ب1:

1- معايرة الأزوت الكلي بطريقة كيلدال

2- معايرة حمض أساس في وسط لا مائي

3- معايرة الكلور الكلي (مقياس الفضة)

4- معايرة لونية: بالتفاعل مع التيوكروم ومقارنة اللون الناتج مع محلول عياري

❖ المعايرة:

حمض أساس للشكل الملحي في وسط مائي

للمعايرة: نأخذ وزنة من كلوريدات التيامين ونخلها في 20 مل ماء مقطر ونضع بضع قطرات من مشعر الفينول فتالين ونعاير ب NaOH

(N0.1) حتى ظهور اللون الوردي

لحساب حسب دساتير الأدوية:

كل 1 مل من NaOH (N0.1) تعادل 33.73 مع من فيتامين ب1 "كلوريدات التيامين"

رقم الجلسة (7)

عنوان الجلسة

الإيبوبروفين

الغاية من الجلسة:

معرفة الخواص الفيزيائية والكيميائية للإيبوبروفين، وطريقة معايرته.

مقدمة:

هو مضاد التهاب لا ستيرويدي، له تأثير خافض للحرارة ومسكن للألم ومضاد للالتهاب. يمكن استخدامه عند البالغين والأطفال الذين لا تقل أعمارهم عن 6 أشهر. يبدي تأثيره من خلال تثبيط أنزيمات الـ COX وبالتالي تثبيط إنتاج البروستاغلاندينات وهي المواد التي يطلقها الجسم كاستجابة للمرض أو للأذية.

يستخدم لعلاج الحمى وآلام الدورة الشهرية، آلام الشقيقة، التهاب المفاصل الرثياني، ألم الأسنان والصداع.

أشكاله الصيدلانية: فموي، وريدي.

الجرعة: تتراوح بين 600 – 1200 ملغ/يوم.

الخواص الفيزيائية: مسحوق بلوري أبيض، يُشتق من حمض البروبيونيك

الانحلالية: لا ينحل في الماء، وينحل في الأسيتون والإيثانول، كما ينحل في محاليل الكربونات والمحاليل القلوية الممددة.

ملاحظة: يملك مجموعتان وظيفيتان (الكربوكسيلية والعطرية) فهو حمض ضعيف.

ملاحظة هامة: على الرغم من احتوائه على COOH إلا أنه يحوي مجموعات ألكيل غير قطبية وحلقة بنزن مما يقلل بشكل كبير من قطبيته ويجعله قابل للذوبان بشكل ضعيف جداً بالماء.

المعيرة:

1- معايرة حجمية (حمض أساس) بوسط لامائي:

نفرغ محتوى 20 الكبسولة ووزن ما يكافئ 400 ملغ من المادة الفعالة ونضيف إليها 50 مل من الإيثانول مع قطرتين من مشعر الفينول فتالين، ثم نعاير باستخدام NaOH (0.1M) حتى ظهور اللون الوردي.

طريقة ثانية: نضع الإيبوروفين عيار 400 ملغ في دورق يجوي 50 مل غليسيرول + 50 مل ماء ساخن مع بضع قطرات من مشعر الفينول فتالين ونعاير بـ NaOH حتى ظهور اللون الزهري.

2- المعايرة الطيفية للإيبوروفين:

يُحل 400 ملغ في 100 مل (NaOH 0.1N) باستخدام بالون معايرة أي أن تركيز المزيج في هذه الحالة (400 ملغ/ 100 مل) ثم نرشح للتخلص من الشوائب التي قد تؤثر على الامتصاصية، ثم نأخذ 2.5 مل ونمدد حتى 25 مل بالماء المقطر أي التركيز في هذه الرشاحة نفس تركيز المحلول الأم (4 ملغ/1مل) وتكون هنا نسبة التمديد؟

نأخذ من المحلول السابق عينة ونقيس امتصاصيتها عند طول الموجة 266 nm، ونحسب التركيز من القانون مع الانتباه للضرب بنسبة التمديد

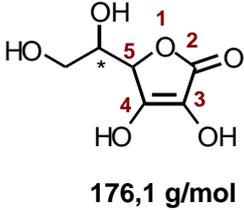
$$C \text{ للعياري} = 50 \text{ ملغ} / 100 \text{ مل أي } 0.5 \text{ ملغ} / 1 \text{ مل}$$

$$A \text{ للعياري} = 0.925$$

$$\frac{A \text{ مجهول}}{A \text{ عياري}} = \frac{C \text{ مجهول}}{C \text{ عياري}} = \text{القانون}$$

عنوان الجلسة

حمض الاسكوربيك (فيتامين C)



الغاية من الجلسة:

معرفة الخواص الفيزيائية والكيميائية لفيتامين C، وطريقة معايرته.

مقدمة:

هو أحد الفيتامينات الهامة للصحة، ويتواجد في العديد من الأطعمة خاصة الحمضيات والخضروات الورقية.

يعمل كمضاد أكسدة، يشارك في تفاعلات الأكسدة والارجاع.

يلعب دور في تشكيل الكولاجين، ضروري في نمو ونضج الكريات الحمراء

يزيد مقاومة الجسم تجاه الانتانات وينشط امتصاص الحديد (يحول $Fe + 3$ الى $Fe + 2$ الممتص في الامعاء).

يستخدم في معالجة داء الحفر أو الاسقربوط (الذي يتميز بضعف البنى الكولاجينية حيث نلاحظ تأخر شفاء الجروح، نزوف اللثة والأغشية المخاطية)

ومنه تأتي تسميته بحمض الاسكوربيك.

لمعالجة أمراض التعب العام والركام.

لا يعطى في حالات فرط كالسيوم الدم، الحصيات البولية والقصور الكلوي.

يجب تخزينه في مكان معتدل الحرارة وبعيداً عن الشمس بسبب تأثيره بالحرارة والضوء.

الآثار الجانبية: غثيان، إسهال، تشنجات معدية، حموضة معدية.

❖ الخواص الفيزيائية:

مسحوق أبيض أو أبيض مصفر، يتغير لونه لدى تعرضه للضوء والرطوبة، عديم الرائحة، طعمه حامض.

ينحل بسهولة بالماء، 33 غ/ 100 مل، بالايثانول 2 غ/ 100 مل، غليسرول 1 غ/ 100 مل، لا ينحل في الايتر الايتيلي، كلوروفورم، بنزين، ايتير البترول و الزيوت (من الفيتامينات المنحلة بالماء).

يحوي مسحوق حمض الاسكوربيك على 99.5 - 100.5 % من المادة الفعالة.

يحرف محلوله المائي النور المستقطب نحو اليمين (+20,5 - +21,5). درجة انصهاره 190 مع التخرّب.

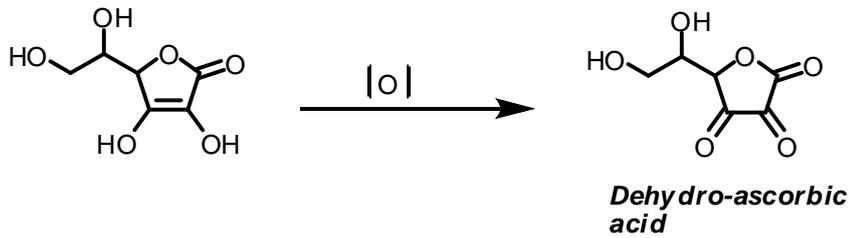
$pKa = 4,10$ و pH محلوله (5%) = 2,6 . 2,1

سريع التأكسد (يستخدم كمضاد أكسدة)، قليل الثبات (يتحطم بالحرارة) يتسرع تحطيمه بالوسط القلوي أو بوجود المحفزات (أملاح النحاس والحديد).

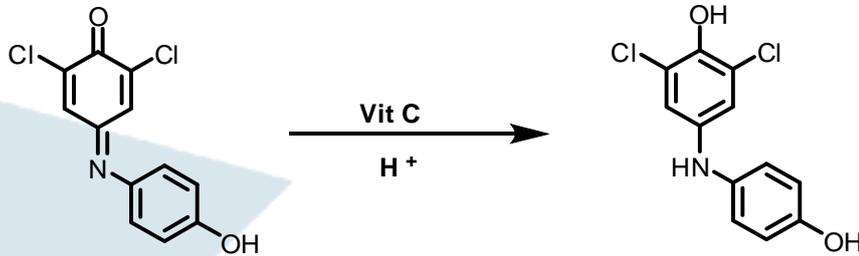
❖ الذاتية:

1. 1 مل من Vitamin C (5%) + 0,5 غ من بيكربونات الصوديوم فنلاحظ انطلاق غاز CO_2 .

2. مجموعة OH في الموقع C3 (اينول) يمتاز بخواص حمضية لوجود الكربونيل في الموقع 2 حيث تعادل حموضة حمض كربوكسيلبي $pka = 1,4$.
3. 1 مل من الفيتامين س (5%) + بضع قطرات من HNO₃ الممدد (0,2 مل) و بضع قطرات من 1 AgNO₃، 7% . فنلاحظ ظهور راسب رمادي.



4. يزيل الفيتامين C لون محلول برمنغنات البوتاسيوم و أيضاً لون محلول دي كلورور فينول اندوفينول المائي (في وسط حمضي).



5. 2 مل من الفيتامين س + 2 مل ماء و 0,1 غ من بيكربونات الصوديوم (تعديل الوسط) ثم بضع قطرات من كبريتات الحديد. نلاحظ لدى خض المزيج و تركه للراحة لبضع دقائق تشكل لون بنفسجي، هذا اللون يزول لدى إضافة 1 مل من حمض H₂SO₄.
6. 1 مل من الفيتامين س + 5 مل من الماء مع بضع قطرات من نيتروبروسيد الصوديوم (Sodium Nitro prusside) + Na₂[Fe(CN)₅NO].2H₂O + 2 مل من محلول NaOH الممدد.
- يخض المزيج (لون أصفر) بالوسط القلوي ثم نضيف قطرة قطرة حمض كلور الماء المركز نلاحظ تحول اللون الاصفر الى الازرق.

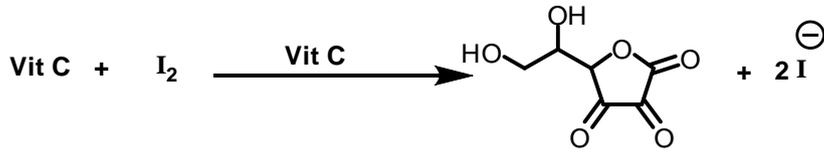
❖ المعايرة:

• معايرة الوظيفة الحمضية في الفيتامين C (OH in C3)

مع NaOH

كل 1 مل من (NaOH) (0.1N) = 0.0176 غ من فيتامين C

• Vit C هو مرجع و بالتالي فهو يعاير أيضاً بواسطة مقياس الأكسدة و الارجاع.



كل جزيئة من الفيتامين تتطلب ذرتين من اليود (أي جزيئة كاملة من I₂)

كل 1 مل من اليود 0,1 نظامي (M 0,05) تعادل 0,0088 غ من الفيتامين C