

## دانشکده داروسازی - گروه شیمی دارویی

تعداد واحد: ۲ واحد عملی	نام درس: شیمی تجزیه - عملی
مدت زمان ارائه درس: ۱۱ جلسه آزمایشگاهی	مقطع: دکترای - علوم پایه
پیش نیاز: شیمی عمومی - هم نیاز شیمی تجزیه نظری	
تدوین و ارائه برنامه: دکتر سارا رسول امینی	
تاریخ تدوین اول: نیمسال دوم ۱۳۸۵-۸۶	
تاریخ بازنگری: نیمسال اول ۱۳۸۸-۸۹	

**اهداف کلی:** انجام آزمایشات و آشنایی با روش های متداول در تعیین مقدار مواد .  
شرح درس:

ارائه روش های دقیق ساخت محلول ها و نیز روش های کمی جهت تعیین مقدار نمونه هایی از مواد در این واحد درسی آموزش داده می شود.

### Learning outcome :

در پایان دوره:

- ۱- دانشجو باید روش های مختلف استاندارد سازی محلول ها و استفاده از ابزار مناسب هر یک را بداند.
- ۲- دانشجو باید روش های مختلف تیتراسیون و تعیین مقدار بیشتر مواد با گروه های عاملی مختلف را بداند.

### محتوی درس عملی : هر جلسه ۳ ساعت

پس از دادن توصیه های کلی درباره نحوه کار صحیح در آزمایشگاه آنالیز در جلسه اول:

۱. جلسه اول: تهیه محلول سدیم هیدروکسید استاندارد - تهیه محلول اسید کلریدریک استاندارد
۲. جلسه دوم: استاندارد کردن اسید کلریدریک به وسیله کربنات سدیم به عنوان استاندارد اولیه
۳. جلسه سوم: تیتراسیون اسید سالیسیلیک به دو روش مستقیم و غیر مستقیم
۴. جلسه چهارم: تعیین غلظت اسیدها و تیتراسیون با استفاده از pH متر
۵. جلسه پنجم: تعیین مقدار اجزای مخلوط کربنات و بیکربنات
۶. جلسه ششم: بررسی خصوصیات محلولهای بافر
۷. جلسه هفتم: تعیین مقدار کلر به دو روش: روش مور (Mohr) - روش ولهارد (Volhard)
۸. جلسه هشتم: کمپلکسومتری: تهیه محلول استاندارد EDTA - تعیین مقدار کلسیم در حضور منیزیم
۹. جلسه نهم: تعیین مقدار آسپیرین به روش غیر مستقیم (تیتراسیون برگشتی)
۱۰. جلسه دهم: تعیین مقدار سولفات به روش وزن سنجی
۱۱. جلسه یازدهم: استاندارد کردن محلول تیوسولفات - تعیین مقدار مس به روش یدومتری غیر مستقیم

**هدف کلی: ۱- تهیه محلول سدیم هیدروکسید استاندارد و تهیه محلول اسید کلریدریک استاندارد**

#### **اهداف اختصاصی**

دانشجو باید بتواند:

- ۱- مواد مورد استفاده (اسید کلریدریک و سدیم هیدروکسید) را از نظر موارد احتیاط و ماهیت شیمیایی بشناسد.
- ۲- برای آزمایش این جلسه نکات لازم از مطالب کلاس نظری در زیر عنوان "تیتراسیون اسید قوی- باز قوی" را به عمل در آورد.
- ۳- محلول تیترانت و آنالیت خود را بشناسد.
- ۴- اصول لازم برای تهیه یک محلول استاندارد را نام ببرد.
- ۵- اصول اولیه و نکات قابل توجه و ابزار آزمایشگاهی مناسب برای تهیه یک محلول با غلظت مشخص را در این جلسه به کار گیرد.
- ۶- ابزار لازم برای تیتراسیون و استاندارد سازی محلول ها و نیز نحوه کار با بورت در کار تیتراسیون را بداند.
- ۷- ضمن دانستن مکانیسم عمل معرف در تیتراسیون دلیل انتخاب فنل فتالین به عنوان معرف pH در این جلسه را بداند.
- ۸- تفاوت عمل معرف های فنل فتالین و متیل اورانژ در آزمایش تیتراسیون اسید قوی باز قوی را بداند.
- ۹- تفاوت استاندارد اولیه و ثانویه را بداند.
- ۱۰- استاندارد اولیه مناسب را برای تیتراسیون پیشنهاد دهد.
- ۱۱- پرسش های داخل متن دستور کار را پاسخ کامل دهد.

**هدف کلی: ۲- استاندارد کردن اسید کلریدریک به وسیله کربنات سدیم به عنوان استاندارد اولیه**

#### **اهداف اختصاصی**

دانشجو باید بتواند:

- ۱- ضمن احاطه به تیتراسیون اسید قوی باز قوی ویژگی های یک باز دی بازیک مانند سدیم کربنات را به عنوان محلول استاندارد (تیترانت) برای تیتراسیون نام ببرد.
- ۲- معرف مناسب را معرفی نموده استدلال نماید.
- ۳- دلیل استفاده از بلانک را شرح دهد.
- ۴- نکات لازم برای دقت تیتراسیون در این جلسه را نام ببرد.
- ۵- محاسبات تعیین مقدار برای محلول اسید کلریدریک را انجام دهد.
- ۶- پرسش های داخل متن دستور کار را با استدلال پاسخ کامل دهد.

**هدف کلی: ۳- تیتراسیون اسید سالیسیلیک به دو روش مستقیم و غیر مستقیم**

#### **اهداف اختصاصی**

دانشجو باید بتواند:

- ۱- مواد مورد استفاده (اسید سالیسیلیک و سدیم هیدروکسید) را از نظر موارد احتیاط و ماهیت شیمیایی بشناسد.
- ۲- برای آزمایش این جلسه نکات لازم از مطالب کلاس نظری در عنوان "تیتراسیون اسید ضعیف- باز قوی" را به عمل در آورد.
- ۳- محلول تیترانت و آنالیت خود را بشناسد.
- ۴- تیتراسیون اسید سالیسیلیک (به عنوان یک اسید ضعیف) را با اسید کلریدریک (به عنوان یک اسید قوی) در حضور سدیم هیدروکسید به عنوان تیترانت مقایسه نماید.
- ۵- تفاوت تیتراسیون مستقیم و غیر مستقیم و موارد مصرف هر یک را برشمارد.
- ۶- دلیل مراحل مختلف در تیتراسیون اسید سالیسیلیک را بشناسد.
- ۷- تیتراسیون مستقیم و غیر مستقیم را برای اسید سالیسیلیک مقایسه کرده نتیجه گیری نماید.
- ۸- محاسبات تعیین مقدار برای محلول اسید سالیسیلیک را انجام دهد.
- ۹- نکات لازم برای افزایش دقت تیتراسیون در این جلسه را نام ببرد.
- ۱۰- پرسش های داخل متن دستور کار را پاسخ کامل دهد.

#### هدف کلی: ۴- تعیین غلظت اسیدها و تیتراسیون با استفاده از pH متر

##### اهداف اختصاصی

دانشجو باید بتواند:

- ۱- نحوه کار دستگاه pH متر را شناخته و روش کار عملی با آن را توضیح دهد.
- ۲- کالیبراسیون دستگاه pH متر را بداند.
- ۳- تیتراسیون و تعیین مقدار اسید کلریدریک با استفاده از pH متر را با دقت انجام دهد به طوری که نقطه اکیوالان را به دست آورد.
- ۴- جدول تحویلی برای رسم منحنی تیتراسیون با دستگاه pH متر را کامل نماید.
- ۵- مقدار pH را در نقاط مختلف تیتراسیون به طور نظری محاسبه کرده با اعداد خوانده شده در pH متر مقایسه کند.
- ۶- منحنی pH نسبت به حجم تیترانت را با استفاده از برنامه اکسل رسم نموده تفسیر نماید.
- ۷- تفاوت کارآبی تیتراسیون با pH متر و تیتراسیون در حضور معرف را توضیح دهد.
- ۸- پرسش های داخل متن دستور کار را پاسخ کامل دهد.

#### هدف کلی: ۵- تعیین مقدار اجزای مخلوط کربنات و بیکربنات

##### اهداف اختصاصی

دانشجو باید بتواند:

- ۱- اساس طراحی تیتراسیون برای مخلوط نمک های کربنات و بیکربنات را بداند.
- ۲- تمام مراحل تیتراسیون را استدلال نماید.
- ۳- تفاوت کاربرد معرف ها را بداند.
- ۴- محاسبات لازم برای تعیین مقدار کربنات و بیکربنات را به طور جداگانه بداند.
- ۵- تعمیم این نوع آنالیز به دیگر نمک های مشابه را بداند.
- ۶- پرسش های داخل متن دستور کار را پاسخ کامل دهد.

#### هدف کلی: ۶- بررسی خصوصیات محلولهای بافر

##### اهداف اختصاصی

دانشجو باید بتواند:

- ۱- محلول بافر را بشناسد.
- ۲- بافر استات خواسته شده در غلظت های مختلف را تهیه و تعیین مقدار نماید.
- ۳- برای هر یک از محلول ها pH را به طور نظری محاسبه نماید.
- ۴- برای تمام محلول ها pH نظری را با pH خوانده شده در دستگاه pH متر مقایسه و تفسیر نماید.
- ۵- عدد pH برای هر یک از محلول های استاتی تهیه شده را با اضافه کردن اسید قوی به دست آورده و در مقایسه با pH نظری آنها تفسیر نماید.
- ۶- عدد pH برای هر یک از محلول های استاتی تهیه شده را با اضافه کردن باز قوی به دست آورده و در مقایسه با pH نظری آنها تفسیر نماید.
- ۷- عدد pH برای هر یک از محلول های استاتی تهیه شده را با رقیق کردن به دست آورده و در مقایسه با pH نظری آنها تفسیر نماید.
- ۸- آزمایش لازم برای بررسی ظرفیت بافری را شرح داده استدلال نماید.
- ۹- منحنی تیتراسیون را برای هر یک از مراحل با استفاده از نرم افزار excel رسم نماید.
- ۱۰- پرسش های داخل متن دستور کار را با استدلال پاسخ کامل دهد.

### هدف کلی: ۷- تعیین مقدار کلر به دو روش: روش مور (Mohr) - روش ولهارد (Volhard)

#### اهداف اختصاصی

دانشجو باید بتواند:

- ۱- اساس روش های تعیین مقدار کلراید (موهر و ولهارد) را شرح دهد.
- ۲- اجزای (تیترانت و معرف) روش های تعیین مقدار کلراید (موهر و ولهارد) را شرح دهد.
- ۳- استانداردها را در هر یک از تیترانت های لازم در روش های تیتراسیون کلراید را بداند.
- ۴- محاسبات لازم برای تعیین مقدار (غلظت) کلراید را بداند.
- ۵- تفاوت روش های تیتراسیون مورد نظر (موهر و ولهارد) در این جلسه را برشمارد.
- ۶- پرسش های داخل متن دستور کار را پاسخ کامل دهد.

### هدف کلی: ۸- کمپلکسومتری: تهیه محلول استاندارد EDTA - تعیین مقدار کلسیم در حضور منیزیم

#### اهداف اختصاصی

دانشجو باید بتواند:

- ۱ - اساس روش کمپلکسومتری را بداند.
- ۲ - ویژگی های EDTA را برشمارد.
- ۳ - روش تهیه محلول استاندارد EDTA را توضیح دهد.
- ۴ - ویژگی های محلول کلرید روی ( $Zn^{2+}$ ) در کمپلکسومتری را بداند.
- ۵ - روش تعیین مقدار مجموع کلرید کلسیم و کلرید منیزیم در یک مخلوط را توضیح دهد.
- ۶ - محاسبات برای تعیین مقدار مجموع کلرید کلسیم و کلرید منیزیم در یک مخلوط را انجام دهد.
- ۷ - روش تعیین مقدار هر یک از کلرید کلسیم و یا کلرید منیزیم در یک مخلوط را شرح دهد.
- ۸ - محاسبات برای تعیین مقدار هر یک از کلرید کلسیم و یا کلرید منیزیم در یک مخلوط را انجام دهد.
- ۹ - قدرت تعمیم روش کمپلکسومتری در تعیین مقدار نمک های مشابه دیگر را داشته باشد.
- ۱۰ - پرسش های داخل متن دستور کار را با استدلال پاسخ کامل دهد.

### هدف کلی: ۹- تعیین مقدار آسپیرین (استیل سالیسیلیک اسید=ASA) به روش غیر مستقیم (تیتراسیون برگشتی)

#### اهداف اختصاصی

دانشجو باید بتواند:

- ۱ - اساس تعیین مقدار آسپیرین (استیل سالیسیلیک اسید=ASA) به روش تیتراسیون حجمی غیرمستقیم را شرح دهد.
- ۲ - مراحل مختلف تیتراسیون غیرمستقیم را با استدلال بیان کند.
- ۳ - محاسبات لازم برای تعیین مقدار استیل سالیسیلیک اسید با استفاده از نتایج تیتراسیون غیرمستقیم را انجام داده غلظت استیل سالیسیلیک اسید در محلول اولیه را گزارش نماید.
- ۴ - روشهای دیگر برای تعیین مقدار آسپیرین (استیل سالیسیلیک اسید=ASA) را جستجو کرده و پس از مقایسه با روش به کار رفته در این جلسه آنها را ارائه دهد.
- ۵ - پرسش های داخل متن دستور کار را با استدلال پاسخ کامل دهد.

### هدف کلی: ۱۰- تعیین مقدار سولفات به روش وزن سنجی

#### اهداف اختصاصی

دانشجو باید بتواند:

- ۱ - اساس تعیین مقدار به روش وزن سنجی (gravimetry) را شرح دهد.
- ۲ - دلیل پیشنهاد روش وزن سنجی برای تعیین مقدار سولفات را بیان کند.
- ۳ - محاسبات لازم برای تعیین مقدار سولفات با استفاده از نتایج روش تیتراسیون وزن سنجی را انجام داده غلظت در محلول اولیه را گزارش نماید.
- ۴ - پرسش های داخل متن دستور کار را با استدلال پاسخ کامل دهد.

**هدف کلی: ۱۱- استاندارد کردن محلول تیوسولفات - تعیین مقدار مس به روش یدومتری غیر مستقیم**  
**اهداف اختصاصی**

دانشجو باید بتواند:

- ۱ - ویژگی و اساس تیتراسیون به روش یدومتری را برشمارد.
- ۲ - روش تهیه محلول تیترانت استاندارد در یدومتری را بداند.
- ۳ - زمان اضافه کردن معرف را توجیه کند.
- ۴ - محاسبات لازم برای تعیین مقدار محلول مس ( $\text{Cu}^{2+}$ ) با استفاده از نتایج روش تیتراسیون یدومتری را انجام داده غلظت مس در محلول اولیه را گزارش نماید.
- ۵ - بداند که به چه دلیل روش یدومتری در دسته تیتراسیون غیرمستقیم طبقه بندی می شود.
- ۶ - پرسش های داخل متن دستور کار را با استدلال پاسخ کامل دهد.

- در پایان دوره دانشجو باید بتواند با استفاده از تجربه های این دوره روش یا روش های مناسب برای تعیین مقدار مواد با ماهیت شیمیایی مختلف از جمله مواد اکسید کننده- احیا کننده، مواد شیمیایی یا دارویی با ویژگی های قابل ارتباط با هر یک از موارد گفته شده در طول دوره را یافته، مقایسه کرده و پیشنهاد دهد.

در این میان از مراجع فارماکوپه (United states Pharmacopeia / British Pharmacopeia) و آنالیز دارویی از جمله (Clarke's Isolation and identification of Drugs) نیز استفاده کرده باشد.

**منابع اصلی درسی:**

1- Fundamentals of Analytical Chemistry, Skoog and West, 7<sup>th</sup>/ last Edition, USA, Saunders College Publishing, 1996 / 2005.

(نسخه ترجمه شده فارسی موجود است.)

مبانی شیمی تجزیه ، جلد اول

نویسنده : اسکوگ - وست

ترجمه : هوشنگ خلیلی

انتشارات : مرکز نشر دانشگاهی

۲- مسائل و حل مسائل مبانی شیمی تجزیه نوشته اسکوگ، وست، هولر (۱۹۸۸)، ترجمه قلی پور، رئوفی- انتشارات جهاد دانشگاهی دانشگاه تربیت معلم، چاپ سال ۱۳۷۲.

3- The Merck Index, An Encyclopedia of Chemicals, drugs and biological, Merck Research Laboratories Division of Merck & Co. INC.; Last Edition(13<sup>th</sup> Ed.), USA; 2006.

4-United states Pharmacopeia / British Pharmacopeia

5- Clarke's Isolation and identification of Drugs

### شرایط اجرا:

- ارائه تئوری و مرور مطالب نظری در انجام آزمایش
- انجام آزمایش به صورت گروه های ۲ تا ۳ نفره
- پرسش و پاسخ برای ارتباط کار عملی و مطالب نظری
- ایجاد سوال برای ارتباط نتیجه آزمایش با دیگر مواد شیمیایی مشابه
- برگزاری کونیز در کلاس و پردازش پاسخ کونیز

### امکانات آموزشی:

- وایت بورد (تخته سفید)
- ابزار آزمایشگاهی

### آموزش دهنده:

- هیئت علمی- دکتر سارا رسول امینی- استادیار گروه شیمی دارویی

### نحوه ارزیابی و محاسبه نمره کل:

- کیفیت فعالیت های عملی در گروه آزمایشگاهی
- نتیجه آزمایشات گروهی در هر جلسه
- مشارکت و پاسخ گویی به سوالات و پژوهش های مرتبط با موضوع جلسات در طول ترم در طی جلسه و به صورت گزارش کار
- نمرات کونیز کلاسی
- آزمون کتبی پایان ترم

### مقررات:

- معمولاً در بیشتر جلسات یک کوییز درباره موضوع جلسات قبل اجرا می شود که نمره آن در نمره نهایی دانشجو تاثیر مستقیم دارد.
- در جلسات آزمایشگاه غیبت مجاز نمی باشد. در صورت شرایط خاص و ناگزیر از غیبت باید کار عملی در ساعات هماهنگ شده با کارشناس آزمایشگاه انجام گردد تا امکان ادامه دوره میسر می باشد. به هر حال نمره جلسه از دست رفته می باشد.
- طرح دوره درس از دفتر EDO دانشکده و یا آدرس های زیر قابل دریافت می باشد.

<http://pharmacy.sums.ac.ir/fa/vice-chancellor/education-vic/edo>

<http://pharmacy.sums.ac.ir/fa/departments/medicinal-chemistry/rasoul-amini-educational-material.html>

- برای اخبار مربوط به کلاس شیمی تجزیه به آدرس اینترنتی صفحه اینجانب (مطابق بالا) و یا ورودی مطابق زیر مراجعه نمایید.

<http://pharmacy.sums.ac.ir/fa/vice-chancellor/education-vic/pharmD/voroudis/>

## جدول زمانبندی درس شیمی تجزیه - عملی

ردیف	سرفصل مطالب	ساعت ارایه	نحوه ارایه	منابع درسی	امکانات مورد نیاز	روش ارزشیابی
۱	تهیه محلول سدیم هیدروکسید استاندارد- تهیه محلول اسید کلریدریک استاندارد	۳	سخنرانی- مرور مطالب نظری در انجام آزمایش- طرح سوال برای خارج کلاس	دستور کار- رفرانس های ذکر شده در بالا	وایت بورد- ابزار آزمایشگاهی	کیفیت فعالیت گروهی در آزمایشگاه- نتیجه آزمایشات گروهی- پاسخ سوالات طرح شده به صورت گزارش کار- کونیز در بعضی جلسات
۲	استاندارد کردن اسید کلریدریک به وسیله کربنات سدیم به عنوان استاندارد اولیه	۳	سخنرانی- مرور مطالب نظری در انجام آزمایش- طرح سوال برای خارج کلاس	دستور کار- رفرانس های ذکر شده در بالا	وایت بورد- ابزار آزمایشگاهی	کیفیت فعالیت گروهی در آزمایشگاه- نتیجه آزمایشات گروهی- پاسخ سوالات طرح شده به صورت گزارش کار- کونیز در بعضی جلسات
۳	تیتراسیون اسید سالیسیلیک به دو روش مستقیم و غیر مستقیم	۳	سخنرانی- مرور مطالب نظری در انجام آزمایش- طرح سوال برای خارج کلاس	دستور کار- رفرانس های ذکر شده در بالا	وایت بورد- ابزار آزمایشگاهی	کیفیت فعالیت گروهی در آزمایشگاه- نتیجه آزمایشات گروهی- پاسخ سوالات طرح شده به صورت گزارش کار- کونیز در بعضی جلسات
۴	تعیین غلظت اسیدها و تیتراسیون با استفاده از pH متر	۳	سخنرانی- مرور مطالب نظری در انجام آزمایش- طرح سوال برای خارج کلاس	دستور کار- رفرانس های ذکر شده در بالا	وایت بورد- ابزار آزمایشگاهی	کیفیت فعالیت گروهی در آزمایشگاه- نتیجه آزمایشات گروهی- پاسخ سوالات طرح شده به صورت گزارش کار- کونیز در بعضی جلسات
۵	تعیین مقدار اجزای مخلوط کربنات و بیکربنات	۳	سخنرانی- مرور مطالب نظری در انجام آزمایش- طرح سوال برای خارج کلاس	دستور کار- رفرانس های ذکر شده در بالا	وایت بورد- ابزار آزمایشگاهی	کیفیت فعالیت گروهی در آزمایشگاه- نتیجه آزمایشات گروهی- پاسخ سوالات طرح شده به صورت گزارش کار- کونیز در بعضی جلسات
۶	بررسی خصوصیات محلولهای بافر	۳	سخنرانی- مرور مطالب نظری در انجام آزمایش- طرح سوال برای خارج کلاس	دستور کار- رفرانس های ذکر شده در بالا	وایت بورد- ابزار آزمایشگاهی	کیفیت فعالیت گروهی در آزمایشگاه- نتیجه آزمایشات گروهی- پاسخ سوالات طرح شده به صورت گزارش کار- کونیز در بعضی جلسات
۷	تعیین مقدار کلر به دو روش: روش مور (Mohr) - روش ولهارد (Volhard)	۳	سخنرانی- مرور مطالب نظری در انجام آزمایش- طرح سوال برای خارج کلاس	دستور کار- رفرانس های ذکر شده در بالا	وایت بورد- ابزار آزمایشگاهی	کیفیت فعالیت گروهی در آزمایشگاه- نتیجه آزمایشات گروهی- پاسخ سوالات طرح شده به صورت گزارش کار- کونیز در بعضی جلسات
۸	کمپلکسومتری: تهیه محلول استاندارد EDTA - تعیین مقدار کلسیم در حضور منیزیم	۳	سخنرانی- مرور مطالب نظری در انجام آزمایش- طرح سوال برای خارج کلاس	دستور کار- رفرانس های ذکر شده در بالا	وایت بورد- ابزار آزمایشگاهی	کیفیت فعالیت گروهی در آزمایشگاه- نتیجه آزمایشات گروهی- پاسخ سوالات طرح شده به صورت گزارش کار- کونیز در بعضی جلسات
۹	تعیین مقدار آسپیرین به روش غیر مستقیم (تیتراسیون برگشتی)	۳	سخنرانی- مرور مطالب نظری در انجام آزمایش- طرح سوال برای خارج کلاس	دستور کار- رفرانس های ذکر شده در بالا	وایت بورد- ابزار آزمایشگاهی	کیفیت فعالیت گروهی در آزمایشگاه- نتیجه آزمایشات گروهی- پاسخ سوالات طرح شده به صورت گزارش کار- کونیز در بعضی جلسات
۱۰	تعیین مقدار سولفات به روش وزن سنجی	۳	سخنرانی- مرور مطالب نظری در انجام آزمایش- طرح سوال برای خارج کلاس	دستور کار- رفرانس های ذکر شده در بالا	وایت بورد- ابزار آزمایشگاهی	کیفیت فعالیت گروهی در آزمایشگاه- نتیجه آزمایشات گروهی- پاسخ سوالات طرح شده به صورت گزارش کار- کونیز در بعضی جلسات
۱۱	استاندارد کردن محلول تیوسولفات - تعیین مقدار مس به روش یدومتری غیر مستقیم	۳	سخنرانی- مرور مطالب نظری در انجام آزمایش- طرح سوال برای خارج کلاس	دستور کار- رفرانس های ذکر شده در بالا	وایت بورد- ابزار آزمایشگاهی	کیفیت فعالیت گروهی در آزمایشگاه- نتیجه آزمایشات گروهی- پاسخ سوالات طرح شده به صورت گزارش کار- کونیز در بعضی جلسات