



## ПРОТОКОЛ АНАЛІЗУ № 1 від « \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 20\_\_ року

Назва аналізу: Аналіз якості лікарських засобів за показниками :опис, розчинність, ідентифікація, та випробування на чистоту.

## КАЛІЮ БРОМІД KALII BROMIDUM

*Potassium bromide*

KBr

М.м. 119,0

Вміст: не менше 98,5% і не більше 101,0%, у перерахунку на суху речовину.

## ВЛАСТИВОСТІ

Опис. Кристалічний порошок білого кольору або безбарвні кристали

Нормативна документація, відповідно до якої проводиться аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 2, с. 326.

Спостереження: \_\_\_\_\_

Розчинність. Легко розчинний у воді Р і гліцерині Р, мало розчинний в етанолі Р.

Нормативна документація, відповідно до якої проводиться аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 1, с. 33.

Для зазначення розчинності в даному підрозділі використовуються описові терміни, які в температурному інтервалі від 15 °С до 25 °С мають зміст, зазначений у Табл. 1.4.-1.

Нормативна документація, відповідно до якої проводиться аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 1, с. 966.

Методика проведення.

Для цього випробування необхідно не більше 111 мг субстанції (для кожного розчинника) та не більше 30 мл кожного розчинника.

## Процедура розчинення

Пробірку із вмістом ретельно струшують протягом 1 хв і поміщують у термостат, що підтримує температуру (25.0±0.5)°С протягом 15 хв. Якщо субстанція не розчинилась повністю, повторюють струшування протягом 1 хв і витримують пробірку в термостаті протягом 15 хв.

Спостереження: \_\_\_\_\_

## ІДЕНТИФІКАЦІЯ

А. Субстанція дає реакцію (а) на броміди (2.3.1).

а) Наважку випробовуваної субстанції, еквівалентну близько 3 мг бромід-іона (Br<sup>-</sup>), розчиняють у 2 мл води Р. Одержаний розчин або 2 мл розчину, зазначеного в окремій статті, підкислюють кислотою азотною розведеною Р, додають 0.4 мл розчину срібла нітрату Р1, перемішують і відстоюють; утворюється світло-жовтий сирнистий осад. Осад відокремлюють центрифугуванням і промивають трьома порціями води Р по 1 мл кожна. Ці операції проводять швидко у захищеному від яскравого світла місці, при цьому допускається, щоб рідина над осадом не була уповні прозорою. Одержаний осад суспендують у 2 мл води Р і додають 1.5 мл розчину аміаку Р; осад повільно розчиняється.

Нормативна документація, відповідно до якої проводиться аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 1, с. 174.

Рівняння реакції: \_\_\_\_\_

Спостереження: \_\_\_\_\_

В. Розчин S, приготований, як зазначено в розділі "Випробування на чистоту", дає реакції на калій (2.3.1).

Нормативна документація, відповідно до якої проводиться аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 1, с. 175.

а) До 2 мл розчину, зазначеного в окремій статті, додають 1 мл розчину натрію карбонату Р і нагрівають; осад не утворюється. До гарячого розчину додають 0.05 мл розчину натрію сульфіді Р; осад не утворюється. Розчин охолоджують у льодяній воді, додають 2 мл розчину 150 г/л кислоти винної Р і відстоюють; утворюється білий кристалічний осад.

Рівняння реакції: \_\_\_\_\_

Спостереження: \_\_\_\_\_

б) До 1 мл розчину, зазначеного в окремій статті, додають 1 мл кислоти оцтової розведеної Р і 1 мл свіжоприготованого розчину 100 г/л натрію кобальтнітрити Р; відразу утворюється жовтий або оранжево-жовтий осад.

Нормативна документація, відповідно до якої проводиться аналіз – ДФУ 2.0 вид., с. 70.

Рівняння реакції: \_\_\_\_\_

Спостереження: \_\_\_\_\_

Таблиця 1.4.-1

Термін	Приблизна кількість розчинника (мл), необхідна для розчинення 1 г речовини	
Дуже легко розчинний	до	1
Легко розчинний	більше	1 до 10
Розчинний	«	10 до 30
Помірно розчинний	«	30 до 100
Мало розчинний	«	100 до 1000
Дуже мало розчинний	«	1000 до 10 000
Практично не розчинний	«	10 000
Частково розчинний	Термін використовується для характеристики сумішей, які містять розчинні та не розчинні компоненти	
Змішується з...	Термін використовується для характеристики рідин, що змішуються із зазначеним розчинником у будь-яких співвідношеннях	

**ВИПРОБУВАННЯ**

**Розчин S.** 10.0 г субстанції розчиняють у воді, вільній від вуглецю діоксиду, P, приготований із води дистильованої P і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 100 мл.

*Нормативна документація, відповідно до якої проводиться аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 2, с. 326*

**Прозорість розчину (2.2.1).** Розчин S має бути прозорим.

*Нормативна документація, відповідно до якої проводиться аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 1, с. 47.*

*Методика проведення.*

**2.2.1. ВИЗНАЧЕННЯ ПРОЗОРОСТІ І СТУПЕНЯ КАЛАМУТНОСТІ РІДИН  
ВІЗУАЛЬНИЙ МЕТОД**

Для визначення прозорості і ступеня каламутності рідин використовують однакові пробірки з безбарвного прозорого нейтрального скла з плоским дном, що мають внутрішній діаметр від 15 мм до 25 мм. 40-мм шар випробовуваної рідини порівнюють із 40-мм шаром свіжоприготованого, як описано нижче, еталона. Порівняння рідин проводять у розсіяному денному світлі через 5 хв після приготування еталона, переглядаючи зразки вздовж вертикальної осі пробірок на чорному фоні. Розсіяння світла має бути таким, щоб еталон I легко відрізнявся від води, а еталон II легко відрізнявся від еталона I.

Випробовувану рідину вважають прозорою, якщо вона витримує порівняння з водою P або розчинником, використовуваним при приготуванні випробовуваної рідини при перегляді за описаних вище умов, або її каламутність не перевищує каламутності еталона I.

**РЕАКТИВИ**

**Розчин гідразину сульфату.** 1.0 г *гідразину сульфату* P розчиняють у воді P і доводять об'єм розчину водою P до 100.0 мл. Розчин витримують протягом 4-6 год.

**Розчин гексаметилентетраміну.** 2.5 г *гексаметилентетраміну* розчиняють у 25.0 мл води P у колбі місткістю 100 мл зі скляною притертою пробкою.

**Вихідна суспензія (суспензія формазиу).** 25.0 мл розчину гідразину сульфату додають до приготованого розчину гексаметилентетраміну, перемішують і лишають на 24 год. Суспензія стабільна протягом 2 міс при зберіганні у скляному посуді, що не має дефектів поверхні. Суспензія не має прилипати до скла, і її необхідно ретельно збовтувати перед використанням.

Таблиця 2.2.1.-1

	Еталон			
	I	II	III	IV
Основна суспензія	5.0 мл	10.0 мл	30.0 мл	50.0 мл
Вода P	95.0 мл	90.0 мл	70.0 мл	50.0 мл

**Основна суспензія.** 15.0 мл вихідної суспензії поміщають у колбу місткістю 1000.0 мл і доводять водою P до позначки. Термін придатності основної суспензії 24 год.

**Еталони.** Приготування еталонів проводять відповідно до Табл.2.2.1-1. Основну суспензію і воду P перемішують і струшують безпосередньо перед використанням.

**Спостереження:** \_\_\_\_\_

**Кольоровість розчину (2.2.2, метод II).** Розчин S має бути безбарвним.

*Нормативна документація, відповідно до якої проводиться аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 1, с. 49.*

*Методика проведення*

**2.2.2. ВИЗНАЧЕННЯ СТУПЕНЯ ЗАБАРВЛЕННЯ РІДИН**

Визначення ступеня забарвлення рідин в ряду коричневий - жовтий - червоний проводять візуально шляхом порівняння з відповідними еталонами одним з двох нижче наведених методів, що зазначають в окремій статті.

Розчин вважають безбарвним, якщо він витримує порівняння з водою P чи розчинником, або забарвлений не більш інтенсивно, ніж еталон B<sub>9</sub>.

**МЕТОД II**

40 мм шар випробовуваної рідини порівнюють з 40 мм шаром води P або розчинника, або еталона (див. таблиці еталонів ДФУ, 2 вид., с. 50-51), зазначеного в окремій статті, використовуючи однакові пробірки з безбарвного, прозорого, нейтрального скла з плоским дном, які мають внутрішній діаметр від 15 мм до 25 мм. Порівняння забарвлення проводять у розсіяному денному світлі, переглядаючи зразки вздовж вертикальної осі пробірок на білому фоні.

**Спостереження:** \_\_\_\_\_

**Кислотність або лужність.** До 10 мл розчину S додають 0.1 мл розчину бромтимолового синього P1; забарвлення розчину має змінитися при додаванні не більше 0.5 мл 0.01 розчину кислоти хлористоводневої або 0.01 розчину натрію гідроксиду.

*Нормативна документація, відповідно до якої проводиться аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 2, с. 326*

**Спостереження:** \_\_\_\_\_

**ВИСНОВОК.** \_\_\_\_\_**НАТРІЮ ГІДРОКАРБОНАТ****NATRII HYDROCARBONAS**

*Sodium hydrogen carbonate*

NaHCO<sub>3</sub>

**М.м. 84,0**

**Вміст:** не менше 99,0% і не більше 101,0%.

**ВЛАСТИВОСТІ**

**Опис.** Кристалічний порошок білого або майже білого кольору.

*Нормативна документація, відповідно до якої проводиться аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 2, с. 475*

**Спостереження:** \_\_\_\_\_

**Розчинність.** Розчинний у воді P, практично не розчинний в етанолі (96%) P.

*Нормативна документація, відповідно до якої проводиться аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 1, с. 33.*

Спостереження: \_\_\_\_\_

### ІДЕНТИФІКАЦІЯ

**А.** До 5 мл розчину S, приготованого як зазначено в розділі "Випробування", додають 0,1 мл фенолфталеїну розчину P; з'являється блідно-рожеве забарвлення. При нагріванні одержаного розчину виділяються бульбашки газу і розчин забарвлюється у червоний колір.

*Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 2, с. 475.*

**Рівняння реакції:** \_\_\_\_\_

Спостереження: \_\_\_\_\_

**В.** Субстанція дає реакцію на карбонати та бікарбонати (2.3.1)

*Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 1, с. 175-176.*

а) 0.1 г випробовуваної субстанції поміщають у пробірку і суспендують у 2 мл води P. До одержаної суспензії або до 2 мл суспензії, зазначеної в окремій статті, додають 3 мл кислоти оцтової розведеної P. Пробірку відразу закривають притертою пробкою зі скляною трубкою, двічі вигнутою під прямим кутом; спостерігається бурхливе виділення бульбашок газу без кольору і запаху. Пробірку обережно нагрівають і пропускають газ, що виділяється, крізь 5 мл розчину барію гідроксиду P; утворюється білий осад, що розчиняється при додаванні надлишку кислоти хлористоводневої PI.

**Рівняння реакції:** \_\_\_\_\_

Спостереження: \_\_\_\_\_

б) 0.2 г випробовуваної субстанції розчиняють у 2 мл води P. До одержаного розчину додають 0.5 мл насиченого розчину магнію сульфату P; утворюється білий осад (відмінність від гідрокарбонатів, розчини яких утворюють осад лише при кип'ятінні суміші).

**Рівняння реакції:** \_\_\_\_\_

Спостереження: \_\_\_\_\_

**В.** Розчин S дає реакцію (а) на натрій (2.3.1)

*Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 1, с. 176.*

а) 0.1 г випробовуваної субстанції розчиняють у 2 мл води P. До одержаного розчину або до 2 мл розчину, зазначеного в окремій статті, додають 2 мл розчину 150 г/л калію карбонату P і нагрівають до кипіння; осад не утворюється. До розчину додають 4 мл розчину калію піроантимонату P і нагрівають до кипіння, потім охолоджують у льодяній воді і, якщо необхідно, протирають внутрішні стінки пробірки скляною паличкою; утворюється густий осад білого кольору.

**Рівняння реакції:** \_\_\_\_\_

Спостереження: \_\_\_\_\_

### ВИПРОБУВАННЯ

**Розчин S.** 5.0 г субстанції розчиняють у 90.0 мл води, вільної від вуглецю діоксиду, P і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 100 мл.

*Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 2, с. 475*

**Прозорість розчину (2.2.1).** Розчин S має бути прозорим.

*Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 1, с. 47.*

Спостереження: \_\_\_\_\_

**Кольоровість розчину (2.2.2, метод II).** Розчин S має бути безбарвним.

*Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 1, с. 49.*

Спостереження: \_\_\_\_\_

**Хлориди (2.4.4).** Не більше 0.015 % (150 ppm). До 7 мл розчину S додають 2 мл кислоти азотної P і доводять об'єм розчину водою P до 15 мл.

*Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 1, с. 183.*

*Методика проведення.*

#### 2.4.4. ХЛОРИДИ

До 15 мл розчину, зазначеного в окремій статті, додають 1 мл кислоти азотної розведеної P і виливають суміш за один раз у пробірку, що містить 1 мл розчину срібла нітрату P2. Паралельно за цих самих умов готують еталон, використовуючи замість 15 мл випробовуваного розчину 10 мл еталонного розчину хлориду (5 ppm Cl) P і 5 мл води P. Пробірки поміщають у захищене від світла місце.

Через 5 хв пробірки переглядають на чорному фоні горизонтально (перпендикулярно до осі пробірок). Опалесценція випробовуваного розчину не має перевищувати опалесценцію еталона.

**Рівняння реакції:**

**Спостереження:** \_\_\_\_\_

**Сульфати (2.4.13).** Не більше 0.015 % (150 ppm). До суспензії 1.0 г субстанції у 10 мл води дистильованої Р додають кислоту хлористоводневу Р до нейтральної реакції та близько 1 мл надлишку, доводять об'єм розчину водою дистильованою Р до 15 мл.

*Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 1, с. 189.*

*Методика проведення.*

#### **2.4.13. СУЛЬФАТИ**

При приготуванні усіх розчинів, застосовуваних у даному випробуванні, має використовуватися вода дистильована Р.

До 4.5 мл еталонного розчину сульфату (10 ppm  $SO_4$ ) Р1 додають 3 мл розчину 250 г/л барію хлориду Р. Струшують і залишають на 1 хв. До 2,5 мл отриманої суспензії додають 15 мл розчину, зазначеного в монографії, і 0.5 мл оцтової кислоти Р. Паралельно за цих самих умов готують еталон, використовуючи замість зазначеного в монографії розчину 15 мл сульфату еталонного розчину (10 ppm  $SO_4$ ) Р.

Через 5 хв опалесценція випробовуваного розчину не має перевищувати опалесценцію еталона.

**Рівняння реакції:**

**Спостереження:** \_\_\_\_\_

**Амонію солі (2.4.1).** Не більше 0.002 % (20 ppm). 10 мл розчину S доводять водою Р до об'єму 15 мл. Еталон готують із використанням 5 мл води Р і 10 мл амонію еталонного розчину (1 ppm  $NH_4$ ) Р.

*Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 1, с. 181.*

*Методика проведення.*

#### **2.4.1. АМОНІЮ СОЛІ**

*Метод А застосовують, якщо немає інших зазначень в окремій статті.*

#### **МЕТОД А**

Розчин, зазначений в монографії, поміщають у пробірку, або кількість випробовуваної речовини, зазначену в монографії, у пробірці розчиняють у 14 мл води Р. Якщо необхідно, підлужують розчином натрію гідроксиду розведеним Р і доводять водою Р до 15 мл. Додають 0.3 мл розчину калію тетраїодмеркурату лужного Р. Як еталон використовують розчин, одержаний додаванням до 10 мл амонію еталонного розчину (1 ppm  $NH_4$ ) Р 5 мл води Р і 0.3 мл розчину калію тетраїодмеркурату лужного Р. Пробірки закривають.

Через 5 хв жовте забарвлення випробовуваного розчину має бути не інтенсивнішим за забарвлення еталона.

**Рівняння реакції:**

**Спостереження:** \_\_\_\_\_

**Кальцій (2.4.3).** Не більше 0.01 % (100 ppm). До суспензії 1.0 г субстанції в 10 мл води дистильованої Р додають хлористоводневу кислоту Р до нейтральної реакції і доводять об'єм розчину водою дистильованою Р до 15 мл.

*Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 1, с. 182.*

*Методика проведення.*

#### **2.4.3. КАЛЬЦІЙ**

При приготуванні всіх розчинів, застосовуваних у даному випробуванні, має використовуватися вода дистильована Р.

До 0.2 мл кальцію еталонного розчину спиртового (100 ppm Ca) Р додають 1 мл амонію оксалату розчину Р. Через 1 хв додають суміш 1 мл оцтової кислоти розведеної Р і 15 мл зазначеного в монографії розчину, або розчину, що містить зазначену в монографії кількість випробовуваної речовини, і струшують. Паралельно за цих самих умов готують еталон, використовуючи суміш 1 мл оцтової кислоти розведеної Р, 10 мл кальцію еталонного розчину водного (10 ppm Ca) Р і 5 мл води дистильованої Р.

Через 15 хв опалесценція випробовуваного розчину не має перевищувати опалесценцію еталона.

**Рівняння реакції:**

**Спостереження:** \_\_\_\_\_

**Висновок.** \_\_\_\_\_