

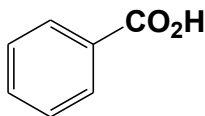
Назва аналізу:

Аналіз лікарських форм, похідних ароматичних кислот.

БЕНЗОЙНА КИСЛОТА

Acidum benzoicum

BENZOIC ACID



$C_7H_6O_2$

М.м. 122.1

Бензол карбонова кислота

Вміст: не менше 99.0 % і не більше 100.5 %

ВЛАСТИВОСТІ

Опис. Кристалічний порошок білого або майже білого кольору або безбарвні кристали.

Розчинність. Мало розчинна у воді Р, розчинна в киплячій воді Р.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ.

Методика проведення ідентифікації.

В. 1 мл розчину S, приготований як зазначено в розділі «Випробування», дає реакцію (а) на бензоати (2.3.1).

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ, 2-е вид., 2014 р., Т. 2, С. 90

Рівняння реакції:

а)

Спостереження.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ.

0.100 г субстанції розчиняють у 10 мл етанолу (96 %) Р і титрують 0.1 М розчином натрію гідроксиду до переходу забарвлення від жовтого до фіолетово-червоного, використовуючи як індикатор 0.1 мл фенолового червоного розчину Р.

1 мл 0.1 М розчину натрію гідроксиду відповідає 12.21 мг $C_7H_6O_2$.

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ, 2-е вид., 2014 р., Т. 2, С. 91

Рівняння реакції:

Розрахунки

$$s = \text{_____}; m_n = \text{_____}; V_{0,1 M NaOH} = \text{_____} \text{ МЛ}$$

$$T = \text{_____} = \text{_____}$$

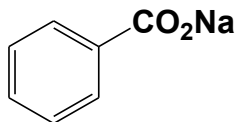
$$X(\%) = \text{_____} = \text{_____}$$

ВИСНОВКИ.

НАТРИЇО БЕНЗОАТ

Natrii benzoas

SODIUM BENZOATE



$C_7H_5NaO_2$

М.м. 144.1

Натрію бензолкарбоксилат

Вміст: не менше 99.0 % і не більше 100.5 %, у перерахунку на суху речовину.

ВЛАСТИВОСТІ

Опис. Кристалічний або гранульований порошок, або пластівці білого або майже білого кольору. Слабко гігроскопічний. Розчинність. Легко розчинний у воді Р.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ.

Методика проведення ідентифікації.

А. Субстанція дає реакції (а) і (с) на бензоати (2.3.1).

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ, 2-е вид., 2014 р., Т. 2, С. 472

Рівняння реакції:

b)

Спостереження.

c)

Спостереження.

В. Субстанція дає реакцію (а) на натрій (2.3.1).

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ, 2-е вид., 2014 р., Т. 2, С. 472

Рівняння реакції:

Спостереження.

С. 0.05 г випробовуваної субстанції розчиняють у 2 мл води Р, після чого додають 0,2 мл розчину міді сульфату; з'являється бірюзовий осад.

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

Методи ідентифікації лікарських препаратів. Максютіна Н. П та ін. Київ, «Здоров'я», 1970, С. 46

Рівняння реакції:

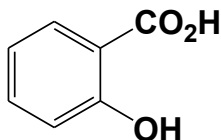
Спостереження.

ВИСНОВКИ.

САЛІЦИЛОВА КИСЛОТА

Acidum salicylicum

SALICYLIC ACID



C₇H₆O₃

М.м. 138.1

2-Гідроксибензолкарбонова кислота

Вміст: не менше 99.0 % і не більше 100.5 % , у перерахунку на суху речовину.

ВЛАСТИВОСТІ

Опис. Кристалічний порошок білого або майже білого кольору або білі або безбарвні голчасті кристали.

Розчинність. Мало розчинна у воді Р.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ.

Методика проведення ідентифікації.

А. 0,015 г субстанції розчиняють у 2,5 мл 0.05 М розчину натрію гідроксиду, якщо необхідно, нейтралізують, і доводять водою Р до об'єму 10 мл. 1 мл одержаного розчину дає реакцію (а) на саліцилати (2.3.1).

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ, 2-е вид., 2014 р., Т. 2, С. 581

Рівняння реакції:

а)

Спостереження.

В. До 1 мл розчину отриманого в випробуванні (А) додають 0,2 мл розчину міді сульфату; з'являється світло-зелене забарвлення.

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

Методи ідентифікації лікарських препаратів. Максютіна Н. П та ін. Київ, «Здоров'я», 1970, С. 51

Рівняння реакції:

Спостереження.

С. У суху пробірку поміщають 0,05 г субстанції, додають 0,05 г ацетату натрію, обережно нагрівають протягом 3-5 хвилин; відчувається запах фенолу.

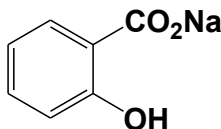
Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

Методи ідентифікації лікарських препаратів. Максютіна Н. П та ін. Київ, «Здоров'я», 1970, С. 51

Рівняння реакції:

Спостереження.

ВИСНОВКИ.

НАТРИО САЛЦИЛАТ**Natrii salicylas****SODIUM SALICYLATE** $C_7H_5NaO_3$ **М.м. 160.1**

Натрію 2-гідроксibenзолкарбоксилат

Вміст: не менше 99.0 % і не більше 101.0 %, у перерахунку на суху речовину.**ВЛАСТИВОСТІ**

Опис. Кристалічний порошок білого або майже білого кольору або дрібні безбарвні кристали, або блискучі пластівці.

Розчинність. Легко розчинний у воді Р.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ.*Методика проведення ідентифікації.*

А. Розчин S, приготований як зазначено в розділі «Випробування», дає реакції на саліцилати (2.3.1).

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ, 2-е вид., 2014 р., Т. 2, С. 483

Рівняння реакції:

а)

Спостереження.**Рівняння реакції:**

б)

Спостереження.**ВИПРОБУВАННЯ.****Прозорість розчину (2.2.1).** Розчин S має бути прозорим.**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ 2-е вид., Т. 2, С. 483

Спостереження.**Кольоровість розчину (2.2.2, метод II).** Забарвлення розчину S має бути не інтенсивніш им за еталон ВУ₆.**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ 2-е вид., Т. 2, С. 483

Спостереження.**Кислотність.** До 20 мл розчину S додають 0.1 мл фенолового червоного розчину Р, з'являється жовте забарвлення, що переходить у фіолетово-червоне при додаванні не більше 2.0 мл 0.01 М розчину натрію гідроксиду.**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ 2-е вид., Т. 2, С. 483

Спостереження.**Сульфати (2.4.13).** Не більше 0.06 % (600 ppm).

2.5 мл розчину S доводять водою дистильованою Р до об'єму 15 мл.

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ 2-е вид., Т. 2, С. 483

Рівняння реакції:**Спостереження.****ВИСНОВКИ.**

АНАЛІЗ ЛІКАРСЬКОЇ ФОРМИ:

Rp.: Natrii salicylatis 1,0
Natrii benzoatis 1,5
Aqua destillatae ad 50,0
D.S. мікстура

Ідентифікація.

Методика проведення ідентифікації.

На фільтрувальний папір наносять краплю розчину заліза (III) хлориду, після чого в центр отриманої плями поміщують краплю з досліджуваним розчином, утворюється пляма рожево-жовтого кольору (бензоат-іон), облямоване кільцем фіолетового кольору (*саліцилат-іон*).

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

Методи аналізу лікарств. Максютіна Н. П., Каган Ф. Е., Кириченко Л. А., Митченко Ф. А. - К- : Здоров'я, 1984.— 160 с.

Рівняння реакції:

Спостереження.

Виконавець _____

Викладач _____

ДОДАТОК ДО ПРОТОКОЛУ АНАЛІЗУ

РОЗЧИННІСТЬ (ДФУ 2-е вид, 2015 р. Т. 1, С.33)

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

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	більше 10	до 30
Помірно розчинний	більше 30	до 100
Мало розчинний	більше 100	до 1000
Дуже мало розчинний	більше 1000	до 10 000
Практично не розчинний	більше 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.	

ІДЕНТИФІКАЦІЯ**БЕНЗОАТИ**

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ 2-е вид., Т. 1, С. 174

Методика проведення реакції

а) До 1 мл розчину, зазначеного в монографії, додають 0.5 мл розчину заліза (III) хлориду Р1; утворюється блідо-жовтий осад.

с) 0.5 г випробовуваної субстанції розчиняють у 10 мл води Р. До одержаного розчину або до 10 мл розчину, зазначеного в монографії, додають 0.5 мл хлористоводневої кислоти Р.

НАТРІЙ

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ 2-е вид., Т. 1, С. 176

Методика проведення реакції

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

САЛЦИЛАТИ

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ 2-е вид., Т. 1, С. 177

Методика проведення реакції

а) До 1 мл розчину, зазначеного в монографії, додають 0.5 мл заліза(III) хлориду розчину Р1; з'являється фіолетове забарвлення, яке не зникає після додавання 0.1 мл оцтової кислоти Р.

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ 2-е вид., Т. 1, С. 177

Методика проведення реакції

б) 0.5 г випробовуваної субстанції розчиняють у 10 мл води Р. До одержаного розчину або до 10 мл розчину, зазначеного в монографії, додають 0.5 мл хлористоводневої кислоти Р.

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

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ 2-е вид., Т. 1, С. 47

Методика проведення

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 з 40-мм шаром свіжоприготованого, як зазначено нижче, еталона. Порівняння рідин проводять у розсіяному денному світлі через 5 хв. після приготування еталона, переглядаючи зразки уздовж вертикальної осі пробірок на чорному фоні. Розсіяння світла має бути таким, щоб еталон I легко відрізнявся від води Р, а еталон II легко відрізнявся від еталона I.

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

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

Розчин гексаметилентетраміну. 2.5 г гексаметилентетраміну Р розчиняють у 25.0 мл води Р 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 залишають на 24 год. Суспензія стабільна протягом 2 міс. при зберіганні в скляному посуді, що не має дефектів поверхні. Суспензія не має прилипати до скла, і її необхідно ретельно збовтувати перед використанням.

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

Еталони. Приготування еталонів проводять відповідно до Табл. 2.2.1-1.

Основну суспензію і воду Р перемішують і струшують безпосередньо 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 Р	95.0 мл	90.0 мл	70.0 мл	50.0 мл

2.2.2. ВИЗНАЧЕННЯ СТУПЕНЯ ЗАБАРВЛЕННЯ РІДИН

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ 2-е вид., Т. 1, С. 49

Методика проведення

Визначення ступеня забарвлення рідин в ряду коричневий-жовтий-червоний проводять візуально шляхом порівняння з відповідними еталонами одним з 2 описаних нижче методів, що зазначають в монографії. Розчин вважають безбарвним, якщо він витримує порівняння з водою Р або розчинником або забарвлений не більш інтенсивно, ніж еталон В₉.

МЕТОД II

40-мм шар випробовуваної рідини порівнюють з 40-мм шаром води Р, або розчинника, або еталона (див. Табл. еталонів), зазначеного в монографії, використовуючи однакові пробірки з безбарвного прозорого нейтральною 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.

Основні розчини

П'ять основних розчинів готують з використанням трьох вихідних розчинів (Табл.2.2.2.-1).

Таблиця 2.2.2.-1

Основні розчини

Основний розчин	Об'єм у мілілітрах			
	Жовтий розчин	Червоний розчин	Блакитний розчин	Розчин хлористоводневої кислоти (10 г/л)
В (коричневий)	3.0	3.0	2.4	1.6
ВУ (коричнювато-жовтий)	2.4	1.0	0.4	6.2
У (жовтий)	2.4	0.6	0.0	7.0
ГУ (зеленувато-жовтий)	9.6	0.2	0.2	0.0
Р (червоний)	1.0	2.0	0.0	7.0

Еталони для методу II.

Еталони готують з п'яти основних розчинів.

Таблиця 2.2.2.-2

Еталони шкали В

Еталони	Об'єм у мілілітрах	
	Основний розчин В	Розчин хлористоводневої кислоти (10 г/л)
В ₁	75.0	25.0
В ₂	50.0	50.0
В ₃	37.5	62.5
В ₄	25.0	75.0
В ₅	12.5	87.5
В ₆	5.0	95.0
В ₇	2.5	97.5
В ₈	1.5	98.5
В ₉	1.0	99.0

Таблиця 2.2.2.-3

Еталони шкали ВУ

Еталон	Об'єм у мілілітрах	
	Основний розчин ВУ	Розчин хлористоводневої кислоти (10 г/л)
ВУ ₁	100.0	0.0
ВУ ₂	75.0	25.0
ВУ ₃	50.0	50.0
ВУ ₄	25.0	75.0
ВУ ₅	12.5	87.5
ВУ ₆	5.0	95.0
ВУ ₇	2.5	97.5

Таблиця 2.2.2.-4

Еталони шкали У

Еталон	Об'єм у мілілітрах	
	Основний розчин У	Розчин хлористоводневої кислоти (10 г/л)
У ₁	100.0	0.0
У ₂	75.0	25.0
У ₃	50.0	50.0
У ₄	25.0	75.0
У ₅	12.5	87.5
У ₆	5.0	95.0
У ₇	2.5	97.5

Таблиця 2.2.2.-5

Еталони шкали ГУ

Еталон	Об'єм у мілілітрах	
	Основний розчин ГУ	Розчин хлористоводневої кислоти (10 г/л)
ГУ ₁	25.0	75.0
ГУ ₂	15.0	85.0
ГУ ₃	8.5	91.5
ГУ ₄	5.0	95.0
ГУ ₅	3.0	97.0
ГУ ₆	1.5	98.5
ГУ ₇	0.75	99.25

Таблиця 2.2.2.-6
Еталони шкали R

Еталон	Об'єм у мілілітрах	
	Основний розчин R	Розчин хлористоводневої кислоти (10 г/л)
R ₁	100.0	0.0
R ₂	75.0	25.0
R ₃	50.0	50.0
R ₄	37.5	62.5
R ₅	25.0	75.0
R ₆	12.5	87.5
R ₇	5.0	95.0

Порівняння ступеня забарвлення рідини з еталонами (B, BY, Y, GY, R)₁₋₃ звичайно проводять за методом I.

Ступінь забарвлення випробовуваного зразка не має перевищувати ступінь забарвлення відповідного еталона.

Колір випробовуваного зразка має бути максимально наближений до кольору відповідного еталона.

2.4.13. СУЛЬФАТИ

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ 2-е вид., Т. 1, С. 189

Методика проведення реакції

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

До 4.5 мл сульфату еталонного розчину спиртового (10 ppm SO₄) Р 1 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 тих самих умов готують еталон, використовуючи замість зазначеного в монографії розчину 15 мл сульфату еталонного розчину водного (10 ppm SO₄) Р.

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