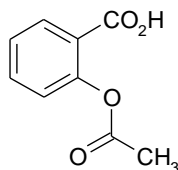


ПРОТОКОЛ АНАЛІЗУ № _____ / _____ від « _____ » _____ 20 _____ р.

Назва аналізу: *Аналіз лікарських форм, похідних ароматичних оксикислот.*
АЦЕТИЛСАЛІЦИЛОВА КИСЛОТА
Acidum acetylsalicylicum



ACETYLSALICYLIC ACID

C₉H₈O₄

М.м. 180,2

2-(Ацетилокси)бензойна кислота.

Вміст: не менше 99.5 % і не більше 101.0 %, у перерахунку на суху речовину.

ВЛАСТИВОСТІ

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

Розчинність. Мало розчинна у воді Р.

ІДЕНТИФІКАЦІЯ

Методика проведення ідентифікації.

В. До 0.2 г субстанції додають 4 мл натрію гідроксиду розчину розведеного Р, кип'яють протягом 3 хв, охолоджують і додають 5 мл сірчаної кислоти розведеної Р; утворюється кристалічний осад.

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ, 2-е вид., 2014 р., Т. 2, С. 70

Рівняння реакції:

Спостереження.

С. У пробірці змішують 0.1 г субстанції з 0.5 г кальцію гідроксиду Р. Суміш нагрівають і в парах, що з'являються, витримують шматочок фільтрувального паперу, просоченого 0.05 мл нітробензальдегіду розчину Р. Папір забарвлюється у зеленувато-блакитний або зеленувато-жовтий колір. Потім папір змочують хлористоводневою кислотою розведеною Р, папір забарвлюється у блакитний колір.

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ, 2-е вид., 2014 р., Т. 2, С. 70

Рівняння реакції:

Спостереження.

Д. Близько 20 мг осаду, одержаного у випробуванні В, розчиняють при нагріванні у 10 мл води Р; охолоджують. Одержаний розчин дає реакцію (а) на саліцилати (2.3.1).

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ, 2-е вид., 2014 р., Т. 2, С. 70

ДФУ, 2-е вид., 2015 р., Т. 1, С. 177

Рівняння реакції:

Спостереження.

ВИПРОБУВАННЯ

Хлориди (2.4.4.) 1,5 г препарату збовтують з 30 мл води і фільтрують. 15 мл фільтрату повинні витримувати випробування на хлориди (не більше 0,004 % в препараті).

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФ СРСР X, 1968 С. 41

Рівняння реакції:

Спостереження.

Втрата в масі при висушуванні (2.2.32). Не більше **0.5 %**. 1.000 г субстанції сушать у вакуумі.

КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ.

Методика проведення кількісного визначення.

Методика 1.

0,250 г субстанції поміщають у колбу з притертою скляною пробкою, розчиняють у 2,5 мл етанолу (96 %) Р і додають 12.5 мл 0.5 М розчину натрію гідроксиду. Колбу закривають і витримують протягом 1 год. Титрують 0.5 М розчином хлористоводневої кислоти, використовуючи як індикатор 0.1 мл фенолфталеїну розчину Р.

Паралельно проводять контрольний дослід.

1 мл 0.5 М розчину натрію гідроксиду відповідає 45.04 мг $C_9H_8O_4$.

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ, 2-е вид., 2014 р., Т. 2, С. 71

Рівняння реакції:

Розрахунки

$s =$ _____; $m_n =$ _____ (г); $V_{o.d. 0,5 M HCl} =$ _____ (мл); $V_{к.д. 0,5 M HCl} =$ _____ (мл)

$T =$ _____ = _____

$X(\%) =$ _____ = _____ =

Методика 2.

Близько 0,200 г препарату (точна наважка) розчиняють в 5 мл нейтралізованого за фенолфталеїном (2-3 крапель) і охолодженого до 8-10°C етанолу (96 %). Розчин титрують з тим же індикатором 0,1 М розчином натрію гідроксиду до рожевого забарвлення.

1 мл 0,1 М розчину натрію гідроксиду відповідає 0,01802 г $C_9H_8O_4$, якої в препараті повинно бути не менше 99,5% у перерахунку на суху речовину.

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФ СРСР Х вид. 1968 р., С. 42

Рівняння реакції:

Розрахунки

$$s = \text{_____}; m_n = \text{_____} (\text{г}); V_{0,1 \text{ М NaOH}} = \text{_____} (\text{мл})$$

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

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

ВИСНОВКИ.

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

САЛЦИЛАТИ

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.

ВИПРОБУВАННЯ

2.4.4. ХЛОРИДИ

До 15 мл розчину, зазначеного в монографії, додають 1 мл азотної кислоти розведеної Р і виливають суміш за один раз у пробірку, що містить 1 мл срібла нітрату розчину Р2. Паралельно за них самих умов готують еталон, використовуючи замість 15 мл випробовуваного розчину 10 мл хлоридів еталонного розчину (5ppm Cl) Р і 5 мл води Р. Пробірки поміщають у захищене від світла місце.

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