

## Додаток до заняття: Аналіз лікарських речовин, що містять елементи IV, V, III групи періодичної системи Д.І. Менделєєва.

### Ідентифікація.

#### 2.3.1. Карбонати і гідрокарбонати

а) 0,1 г випробовуваної субстанції поміщають у пробірку і суспендують у 2 мл *води P*. До одержаної суспензії або до 2 мл розчину, зазначеного в монографії, додають 3 мл *оцтової кислоти 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 *барію гідроксиду розчину P*; утворюється білий осад, що розчиняється при додаванні надлишку *хлористоводневої кислоти P1*.

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).

с) 0,2 г випробовуваної субстанції розчиняють у 2 мл *води P*. До одержаного розчину додають 0,05 мл розчину *фенолфталеїну P*; з'являється червоне забарвлення (відмінність від гідрокарбонатів, розчини яких залишаються безбарвними).

#### 2.3.1 Натрій

а) 0,1 г випробовуваної субстанції розчиняють у 2 мл *води P*. До одержаного розчину або до 2 мл розчину, зазначеного в монографії, додають 2 мл розчину 150 г/л *калію карбонату P* і нагрівають до кипіння; осад не утворюється. До розчину додають 4 мл *калію піроантимонату розчину P* і нагрівають до кипіння, потім охолоджують у крижаній воді і, якщо необхідно, потирають внутрішні стінки пробірки скляною паличкою; утворюється густий осад білого кольору.

### 2.4 Випробування на граничний вміст домішок

#### 2.4.4. Хлориди

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

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

<b>Хлориди еталонний розчин (5 ppm Cl) 5000901.</b>	<i>Хлориди еталонний розчин (5 ppm Cl)</i> безпосередньо перед використанням одержаний розчин розводять <i>водою P</i> у 100 разів	ДФУ 2-е вид., 2015 р., Т 1, с. 752
---	--	------------------------------------

#### 2.4.3. Кальцій

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

До 0,2 мл *кальцію еталонного розчину спиртового (100 ppm Ca) P* додають 1 мл *амонію оксалату розчину P*. Через 1 хв додають суміш 1 мл *оцтової кислоти розведеної P* і 15 мл зазначеного в монографії розчину або розчину, що містить зазначену в монографії кількість випробовуваної речовини, і струшують.

Паралельно за тих самих умов готують еталон, використовуючи суміш 1 мл *оцтової кислоти розведеної P*, 10 мл *кальцію еталонного розчину водного (10 ppm Ca) P* і 5 мл *води P*.

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

<b>Кальцій еталонний розчин (10 ppm Ca). 5000803.</b>	<i>Кальцію еталонний розчин (10 ppm Ca)</i> безпосередньо перед використанням одержаний розчин розводять <i>водою P</i> у 100 разів	ДФУ 2-е вид., 2015 р., Т 1, с. 748
---	---	------------------------------------

#### 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 P*. Якщо необхідно, підлужують *розчином натрію гідроксиду розведеним P* і доводять *водою P* до об'єму 15 мл. Додають 0,3 мл *калію тетраїодмеркурату розчину лужного P*.

Як еталон використовують розчин, одержаний додаванням до 10 мл *амонію еталонного розчину (1 ppm NH<sub>4</sub>) P* 5 мл *води P* і 0,3 мл *калію тетраїодомеркурату лужного розчину P*. Пробірки закривають.

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

<b>Амонію еталонний розчин (2,5 ppm NH<sub>4</sub>). 5000301.</b>	<i>Амонію еталонний розчин (2.5 ppm NH<sub>4</sub>)</i> безпосередньо перед використанням розводять <i>водою P</i> у 100 разів	ДФУ 2-е вид., 2015 р., Т 1, с. 746
<b>Амонію еталонний розчин (1 ppm NH<sub>4</sub>). 5000302.</b>	<i>Амонію еталонний розчин (2.5 ppm NH<sub>4</sub>) P</i> розводять <i>водою P</i> у 2.5 рази безпосередньо перед використанням.	ДФУ 2-е вид., 2015 р., Т 1, с. 746

#### 2.4.13. Сульфати

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

До 1.5 мл *еталонного розчину сульфату (10 ppm SO<sub>4</sub>) P1* додають 1 мл розчину 250 г/л *барію хлориду P*. Струшують і залишають на 1хв, потім додають 15 мл випробовуваного розчину, приготованого, як зазначено в окремій статті, і 0.5 мл *кислоти оцтової P*.

Паралельно за цих самих умов готують еталон, використовуючи замість випробовуваного розчину 15 мл *еталонного розчину сульфату (10 ppm SO<sub>4</sub>) P*.

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

<b>Сульфату еталонний розчин (10 ppm SO<sub>4</sub>). 5002800</b>	Безпосередньо перед використанням одержаний розчин розводять <i>водою дистильованою P</i> у 100 разів.	ДФУ 2-е вид., 2015 р., Т 1, с. 751
---	--	------------------------------------

#### 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 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 P*, а еталон II легко відрізнявся від еталона I.

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

Основна суспензія	Еталон			
	I	II	III	IV
<i>Вода P</i>	5,0 мл	10,0 мл	30,0 мл	50,0 мл
	95,0 мл	90,0 мл	70,0 мл	50,0 мл

#### 2.2.2. Визначення ступеня забарвлення рідин

*Метод II*

МЕТОД II

40-мм шар випробовуваної рідини порівнюють з 40-мм шаром *води P*, або розчинника, або еталона (див. Табл. еталонів), зазначеного в монографії, використовуючи однакові пробірки з безбарвного прозорого нейтрального скла з плоским дном, які мають внутрішній діаметр від 15 мм до 25 мм. Порівняння рідин проводять у розсіяному денному світлі, переглядаючи зразки вздовж вертикальної осі пробірок на білому фоні.