

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

Назва аналізу:

*Аналіз лікарських речовин, похідних карбонових кислот аліфатичного ряду.***КАЛЬЦІО ЛАКТАТ ПЕНТАГІДРАТ****Calcii lactas pentahydricus****CALCIUM LACTATE PENTAHYDRATE** **$C_6H_{10}CaO_6 \cdot 5H_2O$** **М.м.308.3**

Кальцію біс (2-гідроксипропаноат) або суміші кальцію (2R)-, (2S)- і (2RS)-2- гідроксипропаноатів пентагідратів.

Вміст: не менше 98.0 % і не більше 102.0 %, у перерахунку на суху речовину.*Опис.* Кристалічний або гранульований порошок білого або майже білого кольору. Злегка вивірюється.**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ 2-е вид., т. 2, 2014, с. 339

Спостереження.

Розчинність. Розчинний у воді Р, легко розчинний у киплячій воді Р, дуже мало розчинний в етанолі (96%) Р.**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ 2-е вид., т. 2, 2014, с. 339

Спостереження.

Ідентифікація.*Методика проведення ідентифікації.**В.* Субстанція дає реакцію на лактати (2.3.1).**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ вид. 2, Т. 1 с. 176

Рівняння реакції:

b)

Спостереження.

С. Субстанція дає реакцію (b) на кальцій (2.3.1)**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ вид. 2, Т. 1 с. 175

Рівняння реакції:

c)

Спостереження.

Випробування.*Розчин S.* 7.1 г субстанції, що відповідає 5.0 г сухої субстанції, при нагріванні розчиняє у воді Р, вільний від вуглецю діоксиду, Р, приготований із води дистильованої Р, охолоджують і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 100 мл.

ДФУ 2-е вид., т. 2, 2014, с. 340

Спостереження.

Кольоровість розчину (2.2.2, метод II). Забарвлення розчину S має бути не інтенсивнішим за еталон Y₆.**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ вид. 2, Т. 1 с. 49-50

Спостереження.

Прозорість (2.2.1). Розчин S після охолодження за ступенем каламутності не має перевищувати еталон II.**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ вид. 2, Т. 1 с. 47

Спостереження.

Сульфати (2.4.13). Не більше 0.04 % (400 ppm). 7.5 мл розчину S доводять водоюдистильованою P до об'єму 15 мл.

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ 2-е вид., т. 1, 2014, с. 189

Рівняння реакції:

Спостереження.

Кількісне визначення.

Кількість субстанції 0.200 г сухої субстанції розчиняють у воді P, доводять об'єм тим самим розчинником до 300 мл і проводять комплексонометричне титрування кальцію (2.5.11).

1 мл 0.1 M розчину натрію едтату відповідає 21.82 мг $C_6H_{10}CaO_6$.

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ 2-е вид., т. 1, 2014, с. 217

Рівняння реакції:

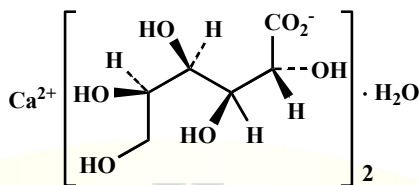
Розрахунки.

$T =$ _____ $=$ _____ $=$ _____

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

КАЛЬЦІЮ ГЛЮКОНАТ
Calcii gluconas

CALCIUM GLUCONATE

 $C_{12}H_{22}CaO_{14} \cdot H_2O$

М.м. 448,4

Кальцію біс [(2R,3S,4R,5R)-2,3,4,5,6-пентагідроксигексаноат]моногідрат (кальцію ди(D-глюконат)моногідрат).

Вміст: не менше 98.5 % і не більше 102.0 % $C_{12}H_{22}CaO_{14} \cdot H_2O$ **Опис.** Кристалічний або гранульований порошок білого або майже білого кольору.**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ 2-е вид., т. 2, 2014, с. 335

Спостереження.**Розчинність.** Помірно розчинний у воді P, легко розчинний у киплячій воді P.**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ 2-е вид., т. 1, 2014, с.33

Спостереження.**Ідентифікація.***Методика проведення ідентифікації.***В.** Розчин S, приготований, як зазначено в розділі "Випробування на чистоту", дає реакцію на кальцій (2.3.1).**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ вид. 2, Т. 2 с. 234

Рівняння реакції:

b)

Спостереження.**Рівняння реакції:**

c)

Спостереження.

d)

Спостереження.**Випробування.****Розчин S.** 1.0 г субстанції розчиняють у воді P, нагрітій до температури 60°C, і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 50 мл.

ДФУ 2-е вид., т. 2, 2014, с. 335

Кольоровість розчину (2.2.2, метод II). Забарвлення розчину S при температурі 60°C має бути не інтенсивнішим за еталон Y₆.**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ вид. 2, Т. 1 с. 49-50

Спостереження.**Прозорість (2.2.1).** Розчин S після охолодження за ступенем каламутності не має перевищувати еталон II.**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ вид. 2, Т. 1 с. 47

Спостереження.**Хлориди (2.4.4).** Не більше 0.02 % (200 ppm). 12.5 мл розчину S доводять водою P до об'єму 15 мл.**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ 2-е вид., т. 1, 2014, с. 183

Рівняння реакції:

Спостереження.

Кількісне визначення.

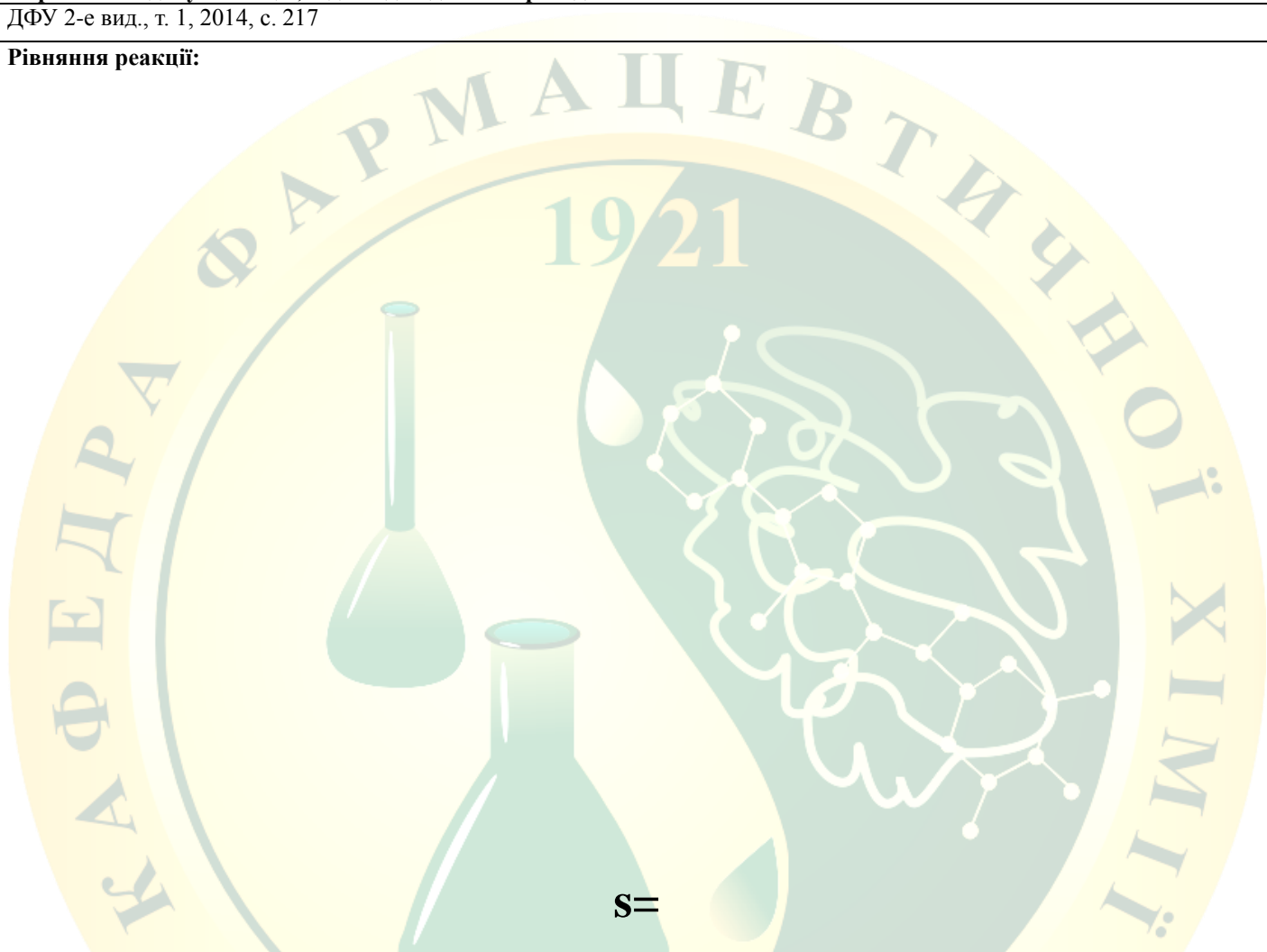
0.8000 г субстанції розчиняють у 20 мл гарячої води Р, охолоджують і доводять об'єм розчину водою Р до 300 мл. Визначення кальцію проводять методом комплексометричного титрування (2.5.11).

1 мл 0.1 М розчину натрію едетату відповідає 44.84 мг $C_{12}H_{22}CaO_{14}, H_2O$.

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ 2-е вид., т. 1, 2014, с. 217

Рівняння реакції:



S=

Розрахунки.

$T =$ _____ $=$ _____ $=$ _____

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

Висновок.

НФаУ

Виконавець _____

Викладач _____

Додаток до заняття:

Аналіз лікарських речовин, похідних карбонових кислот алифатичного ряду.

Ідентифікація.

КАЛЬЦІЙ

b) Близько 20 мг або зазначену в монографії кількість випробовуваної субстанції розчиняють у 5 мл *кислоти оцтової Р*. До одержаного розчину додають 0.5 мл *калію фуроціаніду розчину Р*; розчин залишається прозорим. До розчину додають близько 50 мг *амонію хлориду Р*; утворюється **білий кристалічний осад**.

N

c) До 1 мл розчину, що містить випробовувану субстанцію у кількості 2-20 мг кальцію (Ca^{2+}), додають 1 мл розчину 40 г/л *амонію оксалату Р*; утворюється **білий осад**, нерозчинний у *оцтовій кислоті розведеної Р* і *аміаку розчині Р*, розчинний у розведених мінеральних кислотах.

d) Сіль кальцію, змочена *хлористоводневою кислотою Р* і внесена у безбарвне полум'я, забарвлює його в **оранжево-червоний колір**.

ЛАКТАТИ

Наважку випробовуваної субстанції, еквівалентну близько 5 мг молочної кислоти, розчиняють у 5 мл *води Р*. До одержаного розчину або до 5 мл розчину, зазначеного в монографії, додають 1 мл *бромної води*, 0.5 мл *сірчаної кислоти розведеної Р* і нагрівають на водяній бані, періодично перемішуючи скляною паличкою, до знебарвлення розчину. До розчину додають 4 г *амонію сульфату Р* і перемішують, додають по краплях, не перемішуючи, 0.2 мл розчину 100 г/л *натрію нітропрусиду Р в сірчаній кислоті розведеної Р*, обережно додають, також не перемішуючи, 1 мл *аміаку розчину концентрованого Р* і відстоюють протягом 30 хв; на межі двох рідин утворюється темно-зелене кільце.

Випробування.

2.4.4. ХЛОРИДИ

До 15 мл розчину, зазначеного в монографії, додають 1 мл *кислоти азотної розведеної Р* і виливають суміш за один раз у пробірку, що містить 1 мл *розчину срібла нітрату Р2*.

Паралельно за цих самих умов готують еталон, використовуючи замість 15 мл випробовуваного розчину 10 мл *хлориду еталонного розчину (5 ppm Cl) Р* і 5 мл *води Р*. 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.**

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

2.4.13. СУЛЬФАТИ

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

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

Сульфату еталонний розчин (10 ppm SO₄). 5002800	Безпосередньо перед використанням одержаний розчин розводять водою дистильованою Р у 100 разів.	ДФУ 2-е вид., 2015 р., Т 1, с. 751
---	---	------------------------------------

Кількісне визначення.

2.5.11. КОМПЛЕКСОМЕТРИЧНЕ ТИТРУВАННЯ

Кальцій.

Розчин, зазначений в окремій статті, поміщають у конічну колбу місткістю 500 мл. Доводять об'єм розчину водою Р до 300 мл, додають 6.0 мл *натрію гідроксиду розчину концентрованого Р*, близько 200 мг *кальконкарбонової кислоти індикаторної суміші Р* і титрують 0.1 М розчином *натрію едетату* до переходу фіолетового забарвлення розчину в синє. 1 мл 0.1 М розчину *натрію едетату* відповідає 4.008 мг Са.

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ 2-е вид., т. 1, 2014, с. 217