



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*

**КВr**

**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.

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

**Спостереження:** \_\_\_\_\_

**ІДЕНТИФІКАЦІЯ**

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

*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», дає реакцію (b) на калій (2.3.1).

*Нормативна документація, відповідно до якої проводиться аналіз – ДФУ 2.0 вид., с. 175.*

**Рівняння реакції:**

**Спостереження:** \_\_\_\_\_

**ВИПРОБУВАННЯ**

**Розчин S.** 10.0 г субстанції розчиняють у воді, вільній від вуглецю діоксиду, Р, приготованій із води дистильованої Р 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.*

**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.*

**Спостереження:** \_\_\_\_\_

**Кислотність або лужність.** До 10 мл розчину S додають 0.1 мл бромтимолового синього розчину Р1; забарвлення розчину має змінитися при додаванні не більше 0.5 мл 0.01 М розчину хлористоводневої кислоти або 0.01 М розчину натрію гідроксиду.

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

**Спостереження:** \_\_\_\_\_

**ВИСНОВОК.** \_\_\_\_\_

*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 Р.

*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 Р; з'являється блідо-рожеве забарвлення. При нагріванні одержаного розчину виділяються бульбашки газу, і розчин забарвлюється у червоний колір.

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

**Рівняння реакції:**

**Спостереження:** \_\_\_\_\_

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

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

**Рівняння реакції:**

**Спостереження:** \_\_\_\_\_

**ВИПРОБУВАННЯ**

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

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

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

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

**Спостереження:** \_\_\_\_\_

Студент \_\_\_\_\_ група \_\_\_\_\_ курс \_\_\_\_\_

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

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

**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 проводиться аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 1, с. 189.*

**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<sub>4</sub>) Р.

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

**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 проводиться аналіз – ДФУ, 2 вид., Т. 1, с. 182.*

**Рівняння реакції:**

**Спостереження:** \_\_\_\_\_

**Висновок.** \_\_\_\_\_

**Виконавець** \_\_\_\_\_

**Викладач** \_\_\_\_\_

## Додаток до протоколу аналізу № 1

**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.	
Зміщується з...	Термін використовується для характеристики рідин, що змішуються із зазначеним розчинником у будь-яких співвідношеннях.	

**РЕАКЦІЇ ІДЕНТИФІКАЦІЇ (3.2.1)****Броміди**

а) Наважку випробовуваної субстанції, еквівалентну близько 3 мг бромід-іона ( $\text{Br}^-$ ), 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 РІ*, 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.

**Калії**

б) Близько 40 мг випробовуваної субстанції розчиняють у 1 мл *води Р*. До одержаного розчину або до 1 мл розчину, зазначеного в монографії, додають 1 мл *оцтової кислоти розведеної Р* і 1 мл свіжоприготованого розчину 100 г/л натрію кобальтинітрату *Р*, відразу утворюється жовтий або оранжево-жовтий осад.

**Карбонати та бікарбонати**

а) 0.1 г випробовуваної субстанції поміщають у пробірку і суспендують у 2 мл *води Р*. До одержаної суспензії або до 2 мл суспензії, зазначеної в окремій статті, додають 3 мл *кислоти оцтової розведеної Р*. 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 Р*; утворюється білий осад, що розчиняється при додаванні надлишку *кислоти хлористоводневої РІ*.

**Натрії**

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* і 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, протирають внутрішні стінки пробірки скляною паличкою; утворюється густий осад білого кольору.

**Хлориди**

а) Наважку випробовуваної субстанції, еквівалентну близько 2 мг хлориду ( $\text{Cl}^-$ ), розчиняють у 2 мл *води Р*. Одержаний розчин або 2 мл розчину, зазначеного в монографії, підкислюють *азотною кислотою розведеною Р*, додають 0.4 мл *срібла нітрату розчину РІ*, перемішують і відстоюють; утворюється білий сирнистий осад, який центрифугують і промивають трьома порціями *води Р* по 1 мл кожна. Цю операцію проводять швидко в захищеному від яскравого світла місці, при цьому допускається, щоб рідина над осадом не була цілком прозорою. Осад суспендують у 2 мл *води Р* і додають 1.5 мл *розчину аміаку розчину Р*; осад швидко розчиняється; допускається наявність декількох крупних часток, які розчиняються повільно.

**ВИПРОБУВАННЯ****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 Р* 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 формазину).** 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

**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.

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

## 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  $B_9$ .

### 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.

## ВИПРОБУВАННЯ НА ГРАНІЧНИЙ ВМІСТ ДОМШОК (2.4)

### 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.

### 2.4.13. СУЛЬФАТИ

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

До 4.5 мл *еталонного розчину сульфату (10 ppm SO<sub>4</sub>) P1* додають 3 мл розчину 250 г/л *барію хлориду P*. 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 P*. Паралельно за цих самих умов готують еталон, використовуючи замість зазначеного в монографії розчину 15 мл *сульфату еталонного розчину (10 ppm SO<sub>4</sub>) P*.

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

### 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, підлучують *розчином натрію гідроксиду розведеним P* і доводять *водою P* до 15 мл. Додають 0.3 мл розчину *калію тетраїодмеркурату 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 *розчину калію тетраїодмеркурату лужного P*. Пробірки закривають.

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

### 2.4.3. КАЛЬЦІЙ

*При приготуванні всіх 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 цих 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 дистильованої P*.

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