

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
«Харківський Політехнічний Інститут»

Навчально-науковий інститут хімічних технологій та інженерії

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

до практичних занять з курсу
«Контроль якості у виробництві фармацевтичних препаратів»

для студентів спеціальності
226 «Фармація, промислова фармація»

Харків
2021

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
«Харківський Політехнічний Інститут»

Навчально-науковий інститут хімічних технологій та інженерії

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

**до практичних занять з курсу
«Контроль якості у виробництві фармацевтичних препаратів»**

для студентів спеціальності
226 «Фармація, промислова фармація»

Затверджено
вченою радою
навчально-наукового інституту
хімічних технологій та інженерії
НТУ «ХП»,
протокол № 3 від 30.11.2021

Харків
2021

Методичні вказівки до практичних занять з курсу «Контроль якості у виробництві фармацевтичних препаратів» для студентів спеціальності 226 «Фармація, промислова фармація» / Укладачі: Т.О. Овсяннікова, В.В. Анан'єва, С.О. Петров. – Харків: НТУ «ХП», 2021. – 57 с.

Укладачі: Т.О. Овсяннікова
 В.В. Анан'єва
 С.О. Петров

Рецензент Професор кафедри
 органічної хімії, біохімії,
 лакофарбових матеріалів та покриттів
 доктор хімічних наук
 Посохов Є.О.

Кафедра органічного синтезу та нанотехнологій

ВСТУП

Основною метою аналізу лікарських речовин є контроль якості препаратів на їх відповідність вимогам діючої нормативно-технічної документації.

Фармакопейний аналіз лікарських препаратів включає в себе оцінку якості за багатьма показниками. Зокрема, встановлення справжності лікарського засобу, аналіз чистоти, визначення вмісту діючої речовини або інгредієнтів, що входять до складу лікарського засобу. На основі одержаних даних дослідник робить висновок про відповідність лікарського засобу вимогам нормативної документації і таким чином вирішує питання про можливість його використання у медичній практиці.

Методичні вказівки призначені для виконання практичних занять з дисципліни «Контроль якості у виробництві фармацевтичних препаратів» і можуть бути використані також при оцінці якості фармацевтичних препаратів у практичній діяльності.

У методичних вказівках наведені опис загальних методів оцінювання якості лікарських засобів у відповідності з вимогами Державної фармакопеї України (ДФУ) та іншої нормативно-технічної документації (НТД), затвердженої Міністерством охорони здоров'я України та методик проведення контролю якості препаратів неорганічної та органічної природи, природної сировини.

Методики аналізу, наведені у вказівках, охоплюють індивідуальні лікарські засоби синтетичного, а також рослинного походження та різноманітні лікарські форми (сухі та рідкі форми, мазі).

Методичні вказівки до практичних занять включають: ціль роботи, обладнання і реактиви, хід роботи, який включає методики проведення дослідів, рівняння реакцій, формули розрахунків, довідковий матеріал, висновки про якість препарату, контрольні питання.

Виконання завдань методичних вказівок до практичних занять з дисципліни «Контроль якості у виробництві фармацевтичних препаратів» сприятиме поглибленому засвоєнню теоретичного матеріалу та формуванню експериментальних вмінь самостійної роботи з аналізу лікарських препаратів.

ОБЛАДНАННЯ РОБОЧОГО МІСЦЯ ТА ОСНОВНІ ПРИЙОМИ РОБОТИ В ХІМІЧНІЙ ЛАБОРАТОРІЇ

1. Обладнання робочого місця

На робочому місці студента повинен бути постійний комплект посуду, матеріалів та реактивів, які використовуються у більшості дослідів, а саме: штатив Бунзена з лапками та кільцями, газовий пальник, водяна баня з гніздами для пробірок, штативи зі звичайними та маленькими пробірками, промивалка з дистильованою водою, маленька лійка, невелика фарфорова чашка діаметром 5-7 см, капілярна піпетка, градуйовані піпетки, бюретка, невелике годинникове скло, скляні палички, шпателя.

Також в лабораторії повинні бути прилади та установки для загального використання: терези, мікроскопи, сушильні шафи, прилади для визначення температури плавлення, кипіння та фільтрування під вакуумом. Установки для перегонки монтують окремо.

На полках над столами розташовують склянки з реактивами, які часто використовуються: розведені розчини сульфатної та хлоридної кислот, лугів, калій перманганату, аргентум нітрату, ферум (III) хлориду та ін. Крім того, на полках повинні бути крапельниці з розчинами індикаторів, індикаторні папірці, кип'ятильні камінці. Крім реактивів, що використовуються постійно, на полках розміщують реактиви, що необхідні для виконання запропонованих дослідів.

Концентровані розчини кислот, лугів, амоніаку, галогеніди фосфору, розчини бром у воді і тетрахлоорокарбоні та інші отруйні речовини і речовини, які мають неприємний запах, зберігають у витяжній шафі.

2. Основні прийоми роботи в хімічній лабораторії

У лабораторії студенти дуже часто виконують наступні операції.

Очищення та миття посуду. Після закінчення досліду весь посуд необхідно очистити та вимити. Якщо забруднюючі речовини розчинні у воді, посуд необхідно мити під краном холодною або гарячою водою, використовуючи йоржик і розчин соди або мийні засоби. Для очищення посуду, що забруднений жирами, жирними кислотами, фенолами та іншими речовинами кислотного характеру, використовують холодний або гарячий розчин натрій гідроксиду. Потім посуд необхідно промити водою до повного видалення лугу. Речовини основного характеру з посуду видаляють за допомогою технічної хлоридної кислоти. Для більшості забруднюючих речовин використовують органічні розчинники: бензен, бензин, спирт, ацетон та ін. Найбільш розповсюдженим універсальним засобом миття є хромова суміш. Вимитий посуд споліскують дистильованою водою та сушать.

Зборка приладів. Акуратна та правильна зборка приладів – обов'язкова умова успішної та безпечної роботи. При збиранні приладів підбирають

реакційні посудини (колби, пробірки) такого розміру, щоб реагуючі речовини заповнювали не більше половини їх об'єму. Спочатку збирають окремі вузли приладу, підганяють пробки. Закріплюють газовідвідні трубки, крапельні лійки, термометри та холодильники, потім з'єднують окремі частини приладу та закріплюють їх у лапках штативу. Прилади треба закріплювати дуже обережно: при туго зажатих лапках і напруженості трубок, які з'єднують окремі вузли, часто виникають поломки, нещасні випадки. Холодильники та з'єднуючі трубки необхідно закріплювати під нахилом, щоб рідина стікала у приймач, не контактуючи з пробками. При роботі з леткими рідинами або газами прилад повинен сполучатися з атмосферою через холодильник.

Насичення рідини газом. Для насичення рідини газом у рідину занурюють трубку, яка з'єднана з джерелом газу. Кінець трубки занурений у рідину приблизно до середини. Для насичення рідини, що налита у маленьку пробірку, використовують газовідвідну трубку з вузьким кінцем, з якої виходять маленькі бульбашки, не викидаючи рідину з пробірки. Для запобігання засмоктування рідини у газовідвідну трубку необхідно витягти її з рідини до припинення нагрівання або відключення джерела газу. При поглинанні газів рідиною реакційний посуд краще охолоджувати у посудині з льодом.

Нагрівання. Посудини, в яких нагрівають реагуючі речовини, повинні бути сухими ззовні. Нагрівати слід поступово: спочатку рівномірно прогріти стінки посудини, а потім ту її частину, де знаходяться реагуючі речовини. Леткі речовини нагрівають у посудинах зі зворотним холодильником на водяній бані. Якщо температура кипіння рідини, яка нагрівається, перевищує 150 °С, використовують зворотний повітряний холодильник. Для нагрівання речовин до температури 100-250 °С часто використовують гліцеролові бані. Для нагрівання до більш високих температур використовують піщані або масляні бані. При нагріванні на газових пальниках та електричних плитках слід використовувати азбестові сітки. При кип'ятінні у пробірках треба направляти їх отвір у бік від себе та сусідів і не заглядати у них зверху. Пробірку краще тримати нахилено. При нагріванні концентрованих розчинів кислот та лугів, сплавленні твердих речовин, реакціях з металевим натрієм, а також при перегонці у вакуумі слід використовувати захисні окуляри і працювати у витяжній шафі.

Гарячі посудини треба ставити на азбестову сітку або дерев'яну дошку. Посудини з горючими речовинами треба тримати подалі від полум'я. Забороняється нагрівати легкозаймисті речовини (етер, ацетон, спирт тощо) на відкритому полум'ї.

Мірний посуд. Щоб відміряти необхідний об'єм рідини використовують мірні циліндри, мірні пальчики, піпетки. Мірні циліндри (мірні пальчики) використовують для приблизного відмірювання рідини.

Піпетки і бюретки використовують для точного відмірювання певного об'єму рідини. Піпетки бувають прості та градуйовані, кінцеві та некінцеві.

Терези та зважування. В лабораторії використовують технохімічні та аналітичні терези. Кожні терези мають свої важки. На кожній гирьці важків позначена її маса. При зважуванні речовини вміщують у попередньо зважений посуд: фарфорову чашку, хімічний стакан, бюкс тощо. При зважуванні треба звертати увагу, щоб речовина не потрапляла на чашку терезів.

Димлячі рідини та рідини, що мають непріємний запах, слід зважувати у витяжній шафі!

Заняття № 1

Визначення фізичних властивостей лікарських препаратів

Ціль роботи: Сформувати вміння проводити опис, визначати однорідність маси і об'єму одиниці дозованого лікарського засобу, температуру кипіння, температуру плавлення, розчинність, лужність та кислотність лікарських препаратів.

Завдання:

1. Провести опис лікарських препаратів.
2. Визначити однорідність маси і об'єму одиниці дозованого лікарського засобу.
3. Визначити температуру кипіння лікарських препаратів.
4. Визначити температуру плавлення лікарських препаратів.
5. Визначити розчинність лікарських препаратів.
6. Визначити кислотність і лужність лікарських препаратів.

Обладнання та реактиви: аналітичні терези, технохімічні терези, мікроскопи, прилад для простої перегонки, прилад для визначення температури плавлення, термометри, бюкси, градуйовані піпетки ємністю 1 см³, 2 см³, 5 см³, 10 см³, 25 см³, прості піпетки ємністю 50 см³, мірні циліндри ємністю 50 см³, 100 см³, 250 см³, шприци, конічні колби з притертою скляною пробкою ємністю 50 см³, 100 см³, 250 см³, годинникові скельця (діаметр 6-8 см), капіляри, скляні трубки, гумові кільця, кип'ятильники, розчин хлоридної кислоти [C(HCl) = 0,02 моль/дм³], розчин хлоридної кислоти [C(HCl) = 0,05 моль/дм³], розчин натрій гідроксиду [C(NaOH) = 0,01 моль/дм³], розчин натрій гідроксиду [C(NaOH) = 0,02 моль/дм³], розчин натрій гідроксиду [C(NaOH) = 0,05 моль/дм³], розчин магній сульфату [w(MgSO₄) = 10 %], етиловий спирт, формальдегід, настойка валеріани, гліцерол, ацетон, кислота борна, кислота саліцилова, кислота глютамінова, кислота бензойна, кислота ацетилсаліцилова, резорцинол, новокаїн, хлороформ, нафтизин, магній оксид, натрій хлорид, калій бромід, калій хромат, купрум сульфат пентагідрат, йод, вода Р, розчин

фенолфталеїну [$w(\text{ф-ф}) = 1 \%$], розчин метилового червоного, розчин бромтимолового синього.

Хід роботи

1. Опис препарату

Досліджувану субстанцію масою 0,5-2,0 г або об'ємом 0,5-1 см³ розподілити тонким шаром на годинниковому склі діаметром 6-8 см та визначити її зовнішній вигляд: форму кристалів (якщо порошок кристалічний), вигляд аморфної речовини, забарвлення, смак (для деяких препаратів для внутрішнього вживання). Через 15 хв визначити запах або зробити висновок про його відсутність (у випадку легколетких рідин нанести рідину об'ємом 0,5 см³ на фільтрувальний папір і запах визначити відразу після нанесення, якщо немає інших вказівок у часній фармакопейній статті).

У опису також фіксувати: гігроскопічність, леткість, горючість. Рідку речовину визначати на дотик. Для таблеток визначити колір, для драже – колір і форму, для мазей – контистенцію, колір, запах та ін.

Тверді субстанції можуть бути крупнокристалічними (не більше 40 % частинок порошку повинно бути розміром менше 0,4 мм), кристалічними (не менше 95 % частинок порошку повинно бути розміром менше 0,4 мм та не більше 40 % розміром менше 0,2 мм), дрібнокристалічними (не менше 95 % частинок порошку повинно бути розміром менше 0,2 мм).

Речовина називається аморфною, якщо при обертанні столика мікроскопа не спостерігається відбиття світла.

Запах характеризувати термінами: «без запаху», «з характерним запахом», «зі слабким характерним запахом».

Завдання. Провести опис запропонованих препаратів

Препарати: етиловий спирт, формальдегід (формалін), кислота глютамінова, настойка валеріани, хлороформ, натрій хлорид, йод, калій бромід, калій хромат, купрум сульфат пентагідрат.

Зробити висновок.

2. Визначення однорідності маси і об'єму одиниці дозованого лікарського засобу

2.1 Визначення однорідності маси одиниці дозованого лікарського засобу 20 одиниць дозованого лікарського засобу або вміст кожного з 20 контейнерів, у випадку однодозових лікарських засобів в індивідуальних контейнерах, відібрати за статистично обґрунтованою схемою, зважити кожен окремо і розрахувати середню масу.

Лікарський засіб витримав випробування, якщо не більше двох індивідуальних мас відхиляються від середньої маси на величину, яка перевищує значення, зазначене у таблиці 1.1.

При цьому жодна індивідуальна маса не повинна відхилитися від середньої маси на величину, що у два рази перевищує значення, зазначене в таблиці 1.1.

Таблиця 1.1 – Допустимі відхилення у масі одиниці дозованого лікарського засобу

Лікарська форма	Середня маса, мг	Припустиме відхилення, %
Таблетки (без оболонки і покриті плівковою оболонкою)	менше 80	± 10
	від 80 до 250	± 7,5
	більше 250	± 5
Капсули, гранули (без покриття, однодозові) і порошки (однодозові)	менше 300	± 10
	більше 300	± 7,5
Стерильні порошки для парентерального застосування* (однодозові)	більше 40	± 10
Супозиторії і песарії	Для всіх випадків	± 5

*Якщо середня маса стерильного порошку для парентерального застосування дорівнює 40 мг і менше, препарат підлягає випробуванню на однорідність вмісту діючої речовини в одиниці дозованого лікарського засобу і не підлягає випробуванню на однорідність маси. Для капсул і стерильних порошків для парентерального застосування випробування проводять, як описано нижче.

Капсули

Зважити нерозпаковану капсулу. Потім розпаковати капсулу в такий спосіб, щоб не була втрачена будь-яка частина оболонки і видалити якомога повніше її вміст. Якщо капсули з м'якою оболонкою, промити оболонку етером або іншим підходящим розчинником і залишити на повітрі до видалення запаху розчинника. Потім зважити оболонку. За різницею зважувань розрахувати масу вмісту капсулу. Повторити процедуру з іншими 19 капсулами.

Стерильні порошки для парентерального застосування

Видалити паперову етикетку з поверхні контейнера. Контейнер вимити і висушити.

Потім контейнер розкрити і відразу зважити. Обережним постукуванням звільнити якомога повніше контейнер від вмісту, обполіснути його, якщо необхідно, водою Р і розчином спирту Р [$w(C_2H_5OH) = 96\%$], і сушити при температурі від 100 °С до 105 °С протягом 1 год або, якщо природа контейнера не дозволяє використовувати нагрівання при такій

температурі, сушити при більш низькій температурі до постійної маси. Після цього охолодити в ексикаторі і зважити. За різницею зважувань розрахувати масу вмісту контейнера. Повторити процедуру з іншими 19 контейнерами.

Випробування «Однорідність маси для одиниці дозованого лікарського засобу» не застосовують у тих випадках, коли для всіх діючих речовин дозованого лікарського засобу проводять випробування «Однорідність вмісту діючої речовини в одиниці дозованого лікарського засобу», якщо немає інших зазначень в окремій статті.

Середня маса та відхилення у масі окремих таблеток

Зважити 20 таблеток з точністю до 0,001 г та одержаний результат поділити на 20. Маса окремих таблеток визначити зважуванням поодиноці 20 таблеток з точністю до 0,001 г. Визначити відхилення між середньою масою таблетки та масою окремих таблеток. Відхилення у масі окремих таблеток наведені у таблиці 1.2.

Таблиця 1.2 – Допустимі відхилення у масі окремих таблеток

Маса таблетки, г	Похибка, %
менше 0,1	± 10
від 0,1 до 0,3	± 7,5
від 0,3 і більше	± 5

2.2 Визначення однорідності об'єму одиниці дозованого лікарського засобу

Вимоги до об'єму, що витягається, поширюються на ін'єкційні та інфузійні лікарські засоби для парентерального застосування.

Ін'єкційні засоби

Однодозові препарати можуть випускатися в однодозових контейнерах, картриджах або попередньо наповнених шприцах.

Однодозові контейнери

Об'єм ін'єкційного розчину в однодозовому контейнері має бути достатнім для гарантованого добування номінальної дози. Цей об'єм більший за номінальний, що може бути небезпечним у випадку введення всього вмісту.

Відповідність вимозі до об'єму, що витягається, гарантована шляхом одержання об'єму наповнення більшого за номінальний об'єм на величину, визначувану характеристиками препарату.

Суспензії та емульсії необхідно струсити перед відбором вмісту та перед визначенням густини.

Масляні або в'язкі препарати, якщо необхідно, нагріти і ретельно струсити безпосередньо перед відбором вмісту. Перед визначенням вміст охолодити.

Контейнери з номінальним об'ємом менше 5 см³

Відібрати шість контейнерів: п'ять для проведення випробування і один для обполіскування використовуваних шприца та голки. Вибрати шприц ємністю не більший за подвійний вимірюваний об'єм і насадити підходящу голку. Набрати у шприц невеликий об'єм випробовуваного ін'єкційного лікарського засобу з контейнера, призначеного для обполіскування, і вилити рідину з шприца, тримаючи його вертикально голкою догори для вилучення повітря. Витягнути максимально можливий об'єм вмісту одного з п'яти контейнерів, використовуваних для випробування, видалити бульбашки повітря і перенести цей об'єм, уникаючи випорожнення голки, у сухий зважений контейнер; зважити і визначити масу вмісту. Процедуру повторити з чотирма іншими контейнерами.

Визначення густини провести при тій самій температурі, що і визначення об'єму, що витягається. Об'єм, що витягається, розрахувати діленням маси вмісту кожного контейнера на густину препарату.

Препарат витримує випробування на об'єм, що витягається, якщо об'єм, розрахований для кожного з п'яти контейнерів, не менший за номінальний.

Контейнери з номінальним об'ємом 5 см³ і більше

Відібрати шість контейнерів: п'ять для проведення випробування і один для обполіскування використовуваних шприца та голки. Вибрати шприц ємністю не більший за подвійний вимірюваний об'єм і насадити підходящу голку. Набрати у шприц невеликий об'єм випробовуваного ін'єкційного лікарського засобу з контейнера, призначеного для обполіскування, і вилити рідину з шприца, утримуючи його вертикально голкою догори для вилучення повітря.

Витягти максимально можливий об'єм вмісту одного з п'яти контейнерів, використовуваних для випробування, видалити бульбашки і перенести цей об'єм, уникаючи випорожнення голки, у сухий мірний циліндр такої ємності, щоб вимірюваний об'єм заповнив не менше ніж 40 % номінального об'єму циліндра. Вимірити об'єм, що витягається.

Процедуру повторити з чотирма іншими контейнерами.

Препарат витримує випробування на об'єм, що витягається, якщо об'єм, виміряний у кожному з п'яти контейнерів, не менший за номінальний.

Картриджі та попередньо наповнені шприци

Об'єм ін'єкційного лікарського засобу, який міститься у картриджі або попередньо наповненому шприці, має бути достатнім для відбору номінальної дози.

Суспензії та емульсії необхідно струсити перед відбором вмісту і перед визначенням густини.

Масляні або в'язкі препарати, якщо необхідно, нагріти і ретельно струсити безпосередньо перед відбором вмісту. Перед визначенням вміст охолодити.

Відібрати п'ять контейнерів. Якщо треба, до контейнера приєднати приладдя (голку, поршень, шприц), необхідне для його використання, і перенести увесь вміст, уникаючи випорожнення голки, у сухий зважений контейнер шляхом повільного і постійного тиску на поршень. Зважити і визначити масу вмісту.

Процедуру повторити з чотирма іншими контейнерами.

Визначення густини провести при тій самій температурі, що і визначення об'єму, що витягається. Об'єм, що витягається, розрахувати діленням маси вмісту кожного контейнера на густину препарату.

Препарат витримує випробування на об'єм, що витягається, якщо розрахований об'єм для кожного з п'яти контейнерів не менший за номінальний.

Внутрішньовенні інфузійні лікарські засоби

Відібрати один контейнер. Перенести вміст у сухий мірний циліндр такої ємності, щоб визначуваний об'єм заповнив не менше ніж 40 % номінального об'єму циліндра. Вимірити об'єм, що витягається.

Об'єм, що витягається, має бути не меншим за номінальний об'єм, зазначений на контейнері.

Кожний контейнер для ін'єкційних лікарських засобів наповнити об'ємом, що перевищує номінальний. Надлишковий об'єм наведений у таблиці 1.3.

Таблиця 1.3 – Надлишковий об'єм

Номінальний об'єм, см ³	надлишковий об'єм, см ³	
	для рухомої рідини	для в'язких рідин
0,5	0,10	0,12
1,0	0,10	0,15
2,0	0,15	0,25
5,0	0,30	0,50
10,0	0,50	0,70
20,0	0,60	0,90
30,0	0,80	1,20
50,0 і більше	2 %	3 %

Завдання. Визначити однорідність маси і об'єму одиниці дозованого лікарського засобу.

Препарати: таблетки, капсули, ампули, склянки з ліками.

Зробити висновок.

3. Визначення температури кипіння лікарських препаратів

Температура кипіння являє собою температуру, при якій тиск парів рідини становить 101,3 кПа.

Прилад, використовуваний для визначення температури кипіння, аналогічний приладу, використовуваному для визначення температурних меж перегонки (рис. 2.1).

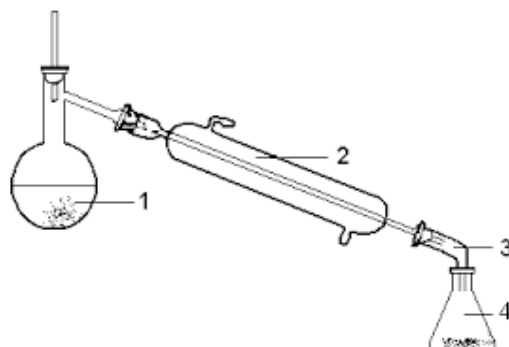


Рис. 1. Прилад для простої перегонки:

1 – колба Вюрца; 2 – холодильник; 3 – алонж; 4 – приймач.

Особливістю використовуваного приладу є те, що термометр у шийку колби вставляють таким чином, щоб нижній кінець ртутної кульки знаходився на рівні нижнього кінця шийки перегінної колби, а також те, що колбу поміщають на плиту з ізоляційного матеріалу, яка має отвір у центрі діаметром 3-5 мм.

У колбу Вюрца ємністю 100 см³ помістити випробовувану рідину об'ємом 20 см³ і кілька шматочків пористого матеріалу (кип'ятильників).

Рідину в колбі швидко довести до кипіння і відзначити температуру (T₂), при якій рідина починає надходити з відповідної трубки в холодильник.

Внести поправку для приведення відзначеної температури до нормального тиску, яку обчислити за формулою (1.1):

$$T_1 = T_2 + k(101,3 - P), \quad (1.1)$$

де T₁ – температура кипіння з урахуванням поправки, °С;

T₂ – температура кипіння при барометричному тиску P, °С;

P – барометричний тиск під час перегонки, кПа;

k – коефіцієнт поправки (табл. 1.4).

Таблиця 1.4 – Коефіцієнт поправки для приведення температури до нормального тиску

Температура, °С	Коефіцієнт поправки k
до 100	0,30
від 100 до 140	0,34
від 140 до 190	0,38
від 190 до 240	0,41
вище 240	0,45

Завдання. Визначити температуру кипіння запропонованих препаратів
Препарати: етиловий спирт, гліцерол, ацетон.
Зробити висновок.

4. Визначення температури плавлення лікарських препаратів

Визначення температури плавлення покладено в основу одного з методів ідентифікації речовини – встановлення її тотожності з вже відомою речовиною, або того, що різні методи синтезу ведуть до утворення однієї і тієї ж сполуки.

Для визначення температури плавлення користуються різними приладами.

Температуру плавлення найчастіше визначають нагріванням речовини в капілярі, який опущений разом з термометром у спеціальну посудину (рис. 2), що нагрівається. Цей метод простий, доступний, потребує невеликої кількості речовини, незначних витрат часу і дає досить добрі результати. Для роботи користуються тонкостінними запаяними з одного боку капілярами. Довжина капіляра 60-80 мм, внутрішній діаметр 0,8-1 мм.

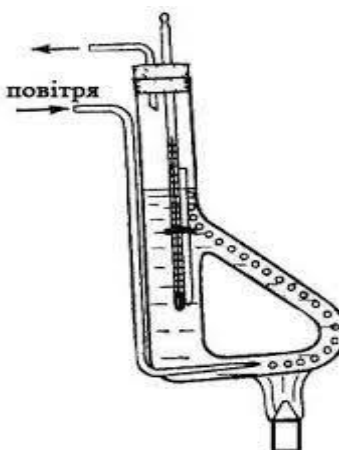


Рис. 2. Прилад для визначення температури плавлення

Для проведення роботи використовують прилад, зображений на рисунку 2. Залежно від температури плавлення досліджуваної речовини прилад наповнюють різними рідинами: при температурі плавлення 150-200 °С – гліцеролом ($T_{\text{кип.}} 290 \text{ }^\circ\text{C}$), 200-300 °С – концентрованою сульфатною кислотою ($T_{\text{кип.}} 338 \text{ }^\circ\text{C}$) або вазеліновим маслом.

При визначенні температури плавлення в таких приладах (особливо в приладах з сульфатною кислотою) слід бути дуже обережним, працювати обов'язково в захисних окулярах.

Визначення температури плавлення провести таким чином:

1. Наповнити капіляр, для чого його занурити відкритим кінцем у добре розтерту на годинниковому склі речовину, повернути отвором догори і легенько постукуючи, заповнити його так, щоб порошок перемістився в його

нижню частину. Це повторити кілька разів, наповнюючи капіляр так, щоб стовпчик речовини у капілярі був 3-5 мм. Щоб ущільнити речовину, капіляр кілька разів (5-10) кинути запаяним кінцем вниз у вертикально вставлену на жорстку підставку скляну (діаметром 10-15 мм) трубку. Після ущільнення висота стовпчика повинна бути 2-3 мм. Капіляр з речовиною прикріпити до термометра тоненьким гумовим кільцем або тонкою мідною дротинкою так, щоб наповнена частина капіляра була на рівні середини кульки термометра.

2. Термометр з капіляром за допомогою гумової пробки з прорізом проти шкали термометра закріпити у приладі або використати термометр з шліфом.

3. Повільно підігрівати прилад, користуючись для цього газовим пальником (через азбестову сітку). Швидкість нагрівання має бути такою, щоб температура підвищувалась на 4-6 °С, а поблизу від точки плавлення на 1-2 °С за хвилину. Відмітити показання термометра в момент «змокання» речовини (початок плавлення) і зникнення кристалів, тобто утворення прозорого розплаву (як кінець плавлення).

Прилад частково охолодити, потім замінити капіляр з речовиною і повторити визначення.

Провести не менше двох визначень. За температуру плавлення беруть середнє значення. Розбіжність не повинна перевищувати 1 °С.

Завдання. Визначити температуру плавлення запропонованих препаратів. Зробити висновок.

Препарати: кислоти саліцилова, бензойна, ацетилсаліцилова.

5. Визначення розчинності лікарських препаратів

Розчинність – властивість речовини розчинятися у різних розчинниках. Показники розчинності наведені у окремих статтях. Якщо розчинність є показником чистоти препарату, то в окремій статті є про це спеціальні вказівки.

Для позначення розчинності речовини прийняті умовні терміни (у перерахунку на 1 г) (табл. 1.5).

Таблиця 1.5 – Умовні терміни розчинення

Умовні терміни	Об'єм розчинника (см ³) необхідного для розчинення речовини масою 1 г
дуже легко розчинний (д.л.р.)	до 1
легко розчинний (л.р.)	більше 1 до 10
розчинний (р)	більше 10 до 30
помірно розчинний (п.р.)	більше 30 до 100
мало розчинний (м.р.)	більше 100 до 1000
дуже мало розчинний (д.м.р.)	більше 1000 до 10000
практично нерозчинний (п.н.)	більше 10000

Загальна методика визначення розчинності

Наважку препарату зважити на технохімічних терезах з точністю до 0,01 г, з таким рахунком, щоб на встановлення розчинності витрачалася води не більше 100 см³, а органічних розчинників – не більше 10-20 см³.

У конічну колбу певної ємності помістити відмірений об'єм розчинника, внести наважку розтертого препарату масою 1 г і безперервно струшувати протягом 10 хв при температурі 20±2 °С. Речовини, що повільно розчиняються (більше 10 хв), можна нагріти на водяній бані до температури 30 °С. Спостереження провести після охолодження до 20±2 °С та енергійного струшування протягом 1-2 хв. Якщо речовина повністю не розчиняється додати ще певний об'єм розчинника та повторити усі операції.

Препарат вважати розчинним, якщо у розчині при спостереженні у світлі, що проходить, не виявляються частинки речовини.

Завдання. Дослідити розчинність препарату, дуже легко розчинного у воді. Зробити висновок.

Наважку резорцинолу масою 1,0 г помістити у конічну колбу ємністю 50 см³ і додати воду об'ємом 1 см³, струсити. Препарат повинен розчинитися.

Наважку резорцинолу масою 1,0 г помістити у конічну колбу ємністю 50 см³, додати гліцерол об'ємом 10 см³, струсити і додати ще гліцерол об'ємом 20 см³ (всього 30 см³).

Струшувати до повного розчинення. Препарат вважати розчинним, якщо у розчині при спостереженні неозброєним оком не виявляються частинки речовини.

Наважку новокаїну масою 0,05 г помістити у конічну колбу ємністю 100 см³ і додати хлороформ спочатку об'ємом 5 см³, а потім хлороформ об'ємом 45 см³ до максимального об'єму 50 см³. Струшувати протягом 1-2 хв і спостерігати за розчиненням новокаїну.

Завдання. Дослідити розчинність препарату, розчинного у воді. Зробити висновок.

Наважку борної кислоти масою 1,0 г помістити у конічну колбу ємністю 50 см³ і додати воду об'ємом 10 см³, струсити. Препарат частково розчиняється. Додати ще воду об'ємом 15 см³ до максимального об'єму 25 см³, струсити до повного розчинення борної кислоти.

Наважку борної кислоти масою 1,0 г помістити у конічну колбу ємністю 50 см³ і додати гліцерол об'ємом 7 см³, нагріти суміш на водяній бані до температури 30 °С. Охолодити до температури 20 °С та спостерігати за розчиненням.

Завдання. Дослідити розчинність препарату, нерозчинного у воді. Зробити висновок. Результати дослідження розчинності порівняти з даними таблиці 1.6.

Наважку магній оксиду масою 0,02 г помістити у конічну колбу ємністю 250 см³ і додати воду об'ємом 200 см³. Струшувати протягом 1-2 хв і спостерігати за розчиненням магній оксиду.

Наважку магній оксиду масою 0,5 г помістити у конічну колбу ємністю 50 см³ і додати розчин розведеної хлоридної кислоти об'ємом 5 см³, струсити. Потім додати ще розчин розведеної хлоридної кислоти об'ємом 10 см³ (до максимального загального об'єму – 15 см³). Струшувати протягом 1-2 хв спостерігати за розчиненням магній оксиду.

Таблиця 1.6 – Розчинність деяких лікарських препаратів згідно ДФУ та ГФХ

Найменування препарату	H ₂ O	H ₂ O (кипляча)	Спирт	Етер	Хлороформ	NaOH (р-н)	HCl розв	Гліцерол	Жирні олії
Глюкоза б/в	л.р.		п.р.	п.н.					
Калій бромід	1:1,7		м.р.					л.р.	
Калій йодид	1:0,75		1:12					1:2,5	
Калій хлорид	1:3		п.н.						
Кальцій глюконат	1:50 (повільно)	1:5	п.н.	п.н.					
Кислота аскорбінова	л.р.		р.	п.н.	п.н.				
Кислота ацетилсаліцилова	м.р.		л.р.	р.	р.	р.			
Кислота борна	1:25	1:4	1:25					повільно 1:7	
Кислота саліцилова	м.р.	р.	л.р.	л.р.	п.р.				
Магній оксид	п.н.		п.н.				р.		
Натрій бензоат	л.р.		п.р. (90 %)						
Натрій бромід	1:1,5		1:10						
Натрій гідрогенкарбонат	р.		п.н.						
Натрій саліцилат	д.л.р.		п.р.	п.н.				л.р.	
Натрій тетраборат	р.	д.л.р.	п.н.					л.р.	
Натрій хлорид	1:3		1:1,5						
Новокаїн	д.л.р.		р.	п.н.	м.р.				
Резорцинол	д.л.р.		д.л.р.	л.р.	д.м.р.			р.	р.
Рибофлавін	д.м.р.		п.н.	п.н.	п.н.	р.			
Хлорамін	л.р.		п.н.	п.н.	п.н.				

6. Визначення кислотності або лужності лікарських препаратів

Водні розчини багатьох препаратів виявляють кислотні або лужні властивості, що використовують для ідентифікації та оцінки їх доброякісності. Інколи наявність домішок або продуктів розкладу спричиняє

зміни у реакції середовища препаратів, тому визначення цієї константи є дуже важливою частиною фармакопейного аналізу.

Найчастіше за все, визначення кислотності або лужності проводять за допомогою кислотно-лужних індикаторів, які є електролітами та існують у двох таутомерних формах. В залежності від реакції середовища, переважає та чи інша форма індикатора, що зумовлює його відповідне забарвлення. Однак забарвлення, що утворюється при додаванні індикатора, вказує на неточне значення рН, а тільки приблизне. Тому у відповідній фармакопейній статті надані вказівки на об'єм титрованого розчину кислоти чи лугу, який необхідно додати до забарвленого розчину, і одразу вказується, як повинно змінитися при цьому забарвлення індикатора (табл. 1.7).

Таблиця 1.7 – Інтервали рН і зміни кольору індикаторів

Назва індикатора	Інтервал рН переходу кольору	Зміна кольору
Метилловий фіолетовий	0,1-1,5	жовтий – зелений
Малахітовий зелений	0,1-2,0	жовтий – зеленувато-блакитний
Крезоловий червоний	0,2-1,8	червоний – жовтий
Крезоловий пурпуровий	1,2-2,8	рожево-червоний – жовтий
Тимоловий синій	1,2-2,8	червоний – жовтий
Метилловий фіолетовий	1,5-3,2	зелений – фіолетовий
Диметилловий жовтий	3,0-4,0	червоний – жовтий
Метилловий оранжевий	3,0-4,4	червоний – жовтий
Бромфеноловий синій	3,0-4,6	жовтий – синій
Конго червоний	3,0-5,2	синьо-фіолетовий – червоний
Бромкрезоловий зелений	3,8-5,4	жовтий – синій
Алізариновий червоний С	4,6-6,0	жовтий – пурпурово-червоний
Метилловий червоний	4,2-6,2	червоний – жовтий
Лакмоїд	4,4-6,2	червоний – синій
Бромкрезоловий пурпуровий	5,2-6,8	жовтий – пурпуровий
Бромтимоловий синій	6,0-7,6	жовтий – синій
Нейтральний червоний	6,8-8,0	червоний – жовтий
Феноловий червоний	6,8-8,4	жовтий – червоний
Крезоловий червоний	7,2-8,8	жовтий – пурпурово-червоний
α -Нафтолфталеїн	7,4-8,6	жовто-рожевий – зеленувато-синій
Крезоловий пурпуровий	7,4-9,0	жовтий – пурпурово-червоний
Тимоловий синій	8,0-9,6	жовтий – синій
Фенолфталеїн	8,2-10,0	безбарвний – яскраво-рожевий
Тимолфталеїн	9,4-10,6	безбарвний – синій
Алізариновий жовтий Р	10,0-12,0	світло-жовтий – червоно-оранжевий
Малахітовий зелений	11,4-13,0	зеленувато-блакитний – безбарвний
Індигокармін	11,6-14,0	синій – жовтий

Приклад визначення кислотності або лужності

Розчин магnezії сірчаноkислої [$w(\text{MgSO}_4) = 10 \%$] об'ємом 5 см^3 помістити у пробірку, додати воду об'ємом 5 см^3 і розчин фенолфталеїну [$w(\text{ф-ф}) = 1 \%$] об'ємом 2 краплі. Розчин повинен бути безбарвним. Знайти за таблицю 2.7 «Інтервали рН і зміни кольору індикаторів» рН досліджуваного розчину.

Спостереження: розчин безбарвний.

Висновок: рН розчину 8,2, а може бути і нижче, тому що до значення рН = 8,2 фенолфталеїн безбарвний.

Додати до розчину магnezії з фенолфталеїном розчин натрій гідроксиду [$C(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ моль/см}^3$] об'ємом не більше ніж $0,1 \text{ см}^3$, повинно з'явитися рожеве забарвлення.

Спостереження: рожеве забарвлення не з'явилося.

Висновок: розчин має рН нижче, ніж допускається.

Завдання. Визначити кислотність або лужність натрій хлориду. Зробити висновок.

Натрій хлорид масою 16 г помістити у конічну колбу ємністю 250 см^3 і розчинити у воді об'ємом 160 см^3 . Відібрати аліквоту розчину об'ємом 50 см^3 , помістити у конічну колбу ємністю 100 см^3 , додати розчин бромтимолового синього об'ємом 5 крапель і розчин натрій гідроксиду [$C(\text{NaOH}) = 0,02 \text{ моль/см}^3$] об'ємом $0,1 \text{ см}^3$.

Відібрати аліквоту розчину об'ємом 50 см^3 , помістити у конічну колбу ємністю 100 см^3 , додати розчин бромтимолового синього об'ємом 5 крапель і розчин хлоридної кислоти [$C(\text{HCl}) = 0,02 \text{ моль/см}^3$] об'ємом $0,1 \text{ см}^3$.

Завдання. Визначити кислотність або лужність нафтизину. Зробити висновок.

Наважку нафтизину масою 0,2 г помістити у конічну колбу ємністю 50 см^3 , розчинити у свіжопрокип'яченій і охолодженій воді об'ємом 20 см^3 і розчин метилового червоного об'ємом 2 краплі (рН 4,2-6,2 від червоного до жовтого). Якщо з'явиться жовте забарвлення, додати розчин хлоридної кислоти [$C(\text{HCl}) = 0,05 \text{ моль/см}^3$] об'ємом не більше $0,1 \text{ см}^3$ і спостерігати зміну забарвлення.

Якщо при додаванні індикатора з'явиться червоне забарвлення, то додати розчин натрій гідроксиду [$C(\text{NaOH}) = 0,05 \text{ моль/см}^3$] об'ємом не більше $0,1 \text{ см}^3$ і спостерігати зміну забарвлення.

Контрольні питання:

1. Якими методами визначаються запах, температура кипіння, температура плавлення, розчинності, лужності та кислотності препаратів?
2. Яким чином визначаються однорідності маси і об'єму одиниці дозованого лікарського засобу?

Заняття № 2

Визначення фізичних властивостей лікарських препаратів (продовження)

Ціль роботи: Сформувати вміння визначати прозорість, каламутність, забарвлення рідин та однорідність мазей.

Завдання:

1. Приготувати вихідні, основні та еталонні розчини для визначення прозорості, каламутності та забарвлення рідин.
2. Визначити прозорість та каламутність рідин.
3. Визначити забарвлення рідин.
4. Визначити однорідність мазей.

Обладнання та реактиви: аналітичні терези, мірні колби ємністю 100 см³ зі скляною притертою пробкою, мірні колби ємністю 1000 см³, градуйовані піпетки ємністю 1 см³, 2 см³, 5 см³, 10 см³, 25 см³, прості піпетки ємністю 20 см³, 50 см³, мірні циліндри ємністю 100 см³, конічні колби з притертою скляною пробкою ємністю 250 см³, бюкси, пробірки з безбарвного прозорого нейтрального скла з плоским дном зовнішнім діаметром 12 мм, предметні скельця, розчин натрій тіосульфату [C(1/2Na₂S₂O₃) = 0,1 моль/дм³], концентрована хлоридна кислота, розведений розчин сульфатної кислоти, розведений розчин оцтової кислоти, розчин натрій гідроксиду Р [ρ(NaOH) = 300 г/дм³], ферум(III) хлорид гексагідрат (FeCl₃·6H₂O), калій йодид (KI), мідний купорос (CuSO₄·5H₂O), кобальт(II) хлорид гексагідрат Р (CoCl₂·6H₂O), гідразин сульфат Р, розведений розчин гідроген пероксиду Р, гексаметилентетрамін Р, вода Р, розчин крохмалю [w(крохмаль) = 1 %].

Хід роботи

1. Визначення прозорості та ступеня каламутності рідин

1.1 Приготування розчинів

Розчин гідразин сульфату. Гідразин сульфат Р масою 1,0 г помістити у мірну колбу ємністю 100 см³, розчинити у воді Р і довести об'єм розчину водою Р до 100 см³. Розчин витримати протягом 4-6 год.

Розчин гексаметилентетраміну. Гексаметилентетрамін Р масою 2,5 г розчинити у воді

Р об'ємом 25 см³ у колбі ємністю 100 см³ зі скляною притертою пробкою.

Вихідна суспензія. Розчин гідразин сульфату об'ємом 25 см³ додати до приготованого розчину гексаметилентетраміну, перемішати і залишити на 24 год. Суспензія стабільна протягом 2 місяців при зберіганні у скляному посуді. Суспензія не має прилипати до скла, і її необхідно ретельно збовтувати перед використанням.

Основна суспензія. Вихідну суспензію об'ємом 15 см³ помістити у мірну колбу ємністю 1000 см³ і довести водою до позначки. Термін придатності основної суспензії – 24 години.

Еталони. Приготування еталонів проводити відповідно до таблиці 2.1.

Таблиця 2.1 – Еталони прозорості

	Еталон			
	I	II	III	IV
Основна суспензія, см ³	5,0	10,0	30,0	50,0
Вода Р, см ³	95,0	90,0	70,0	50,0

Основну суспензію і воду Р перемішувати і струшувати безпосередньо перед використанням.

1.2 Методика визначення прозорості та ступеня каламутності рідин

Для визначення прозорості і ступеня каламутності рідин використовувати однакові пробірки з безбарвного прозорого нейтрального скла з плоским дном, що мають внутрішній діаметр від 15 до 25 мм. Шар випробовуваної рідини товщиною 40 мм порівнювати із шаром свіжовиготовленого еталона товщиною 40 мм. Порівняння рідин проводити у розсіяному денному світлі через 5 хв після приготування еталона, переглядаючи зразки вздовж вертикальної вісі 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 вважати прозорою, якщо вона витримує порівняння з водою або розчинником, використовуваним при приготуванні випробовуваної рідини при перегляді за описаних вище умов, або її каламутність не перевищує каламутності еталона I.

2. Визначення забарвлення

Колір потрібно характеризувати назвами: білий, синій, зелений, жовтий, жовтогарячий, червоний тощо. Якщо колір має відтінок, то на першому місці вказувати колір, який міститься у меншій частці, а потім через дефіс – переважаючий колір (наприклад, червоно-коричневий).

Слабкозабарвлені зразки мають відтінок кольору, назву якого характеризувати суфіксом «-уват» (наприклад, жовтуватий) або вказувати «світло-» (наприклад, світло-жовтий).

2.1 Визначення ступеня забарвлення рідин

2.1.1 Приготування розчинів

Вихідні розчини:

1. Жовтий розчин. Ферум (III) хлорид гексагідрат Р (FeCl₃·6H₂O) масою 46 г помістити у мірну колбу ємністю 1000 см³ і розчинити у суміші кислота

хлоридна – вода Р (25:975) об'ємом 900 см³. Довести об'єм розчину цією самою сумішшю до позначки і перемішати.

Визначити концентрацію одержаного розчину і розбавити розчин цією самою сумішшю таким чином, щоб маса ферум(III) хлориду гексагідрату в розчині об'ємом 1 см³ дорівнювала 45,0 мг. Розчин зберігати у захищеному від світла місці.

Визначення концентрації

Одержаний розчин об'ємом 10 см³ помістити в конічну колбу з притертою скляною пробкою ємністю 250 см³, додати воду Р об'ємом 15 см³, кислоти хлоридну Р об'ємом 5 см³ і калій йодид Р масою 4 г. Колбу закрити пробкою, перемішати і залишити на 15 хв у темному місці. Додати воду Р об'ємом 100 см³ і йод, що виділиться, титрувати розчином натрій тіосульфату [$C(1/2Na_2S_2O_3) = 0,1$ моль/дм³], додати наприкінці титрування розчин крохмалю Р [$w(\text{крохмаль}) = 1 \%$] об'ємом 0,5 см³. $T(Na_2S_2O_3/FeCl_3 \cdot 6H_2O) = 0,02703$ г/см³.

2. Червоний розчин. Кобальт(II) хлорид гексагідрат Р ($CoCl_2 \cdot 6H_2O$) масою 60 г помістити у мірну колбу ємністю 1000 см³ і розчинити у суміші кислота хлоридна – вода Р (25:975) об'ємом 900 см³. Довести об'єм розчину цією самою сумішшю до позначки і перемішати. Визначити концентрацію одержаного розчину і розбавити розчин цією самою сумішшю таким чином, щоб маса кобальт(II) хлориду гексагідрату в розчині об'ємом 1 см³ дорівнювала 59,5 мг.

Визначення концентрації

Одержаний розчин об'ємом 5 см³ помістити в конічну колбу з притертою скляною пробкою ємністю 250 см³, додати розведений розчин гідроген пероксиду Р об'ємом 5 см³ і розчин натрій гідроксиду Р [$\rho(NaOH) = 300$ г/дм³] об'ємом 10 см³. Обережно кип'ятити 10 хв, охолодити і додати розведений розчин сульфатної кислоти об'ємом 60 см³ і калій йодид Р масою 2 г. Колбу закрити і обережно струшувати до повного розчинення осаду. Йод, що виділиться, титрувати розчином натрій тіосульфату [$C(1/2Na_2S_2O_3) = 0,1$ моль/дм³], додати наприкінці титрування розчин крохмалю Р [$w(\text{крохмаль}) = 1 \%$] об'ємом 0,5 см³. Титрувати до блідо-рожевого забарвлення. $T(Na_2S_2O_3/CoCl_2 \cdot 6H_2O) = 0,02379$ г/см³.

3. Блакитний розчин. Мідний купорос Р масою 63 г помістити у мірну колбу ємністю 1000 см³ і розчинити у суміші кислота хлоридна – вода Р (25:975) об'ємом 900 см³. Довести об'єм розчину цією самою сумішшю до позначки і перемішати. Визначити концентрацію одержаного розчину і розбавити розчин цією самою сумішшю таким чином, щоб маса $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ в розчині об'ємом 1 см³ дорівнювала 62,4 мг.

Визначення концентрації

Одержаний розчин об'ємом 10 см³ помістити в конічну колбу з притертою скляною пробкою ємністю 250 см³, додати воду Р об'ємом 50 см³, розведений розчин оцтової кислоти Р об'ємом 12 см³ і калій йодид масою 3 г. Колбу закрити і обережно струшувати до повного розчинення осаду. Йод, що виділиться, титрувати розчином натрій тіосульфату [$C(1/2Na_2S_2O_3) = 0,1$ моль/дм³], додати наприкінці титрування розчин крохмалю Р [w(крохмаль) = 1 %] об'ємом 0,5 см³. Титрувати до блідо-коричневого забарвлення. $T(Na_2S_2O_3/CuSO_4 \cdot 5H_2O) = 0,02497$ г/см³.

Основні розчини

П'ять основних розчинів готувати з використанням трьох вихідних розчинів згідно таблиці 2.2.

Таблиця 2.2 – Основні розчини

Об'єм, см ³				
Основний розчин	Жовтий розчин	Червоний розчин	Блакитний розчин	Розчин хлоридної кислоти (10 г/дм ³)
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

Еталони готувати з п'яти основних розчинів (табл. 2.3-2.7).

Таблиця 3.3 – Еталони шкали В

Об'єм, см ³		
Еталон	Основний розчин В	Розчин хлоридної кислоти (10 г/дм ³)
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 3.4 – Еталони шкали ВУ

Об'єм, см ³		
Еталон	Основний розчин В	Розчин хлоридної кислоти (10 г/дм ³)
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 3.5 – Еталони шкали У

Об'єм, см ³		
Еталон	Основний розчин В	Розчин хлоридної кислоти (10 г/дм ³)
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 3.6 – Еталони шкали ГУ

Об'єм, см ³		
Еталон	Основний розчин В	Розчин хлоридної кислоти (10 г/дм ³)
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	97,5
ГУ ₆	1,5	98,5
ГУ ₇	0,75	99,25

Таблиця 3.7 – Еталони шкали R

Об'єм, см ³		
Еталон	Основний розчин В	Розчин хлоридної кислоти (10 г/дм ³)
R ₁	100,0	0,0
R ₂	75,0	25,0
R ₃	50,0	50,0
R ₄	35,5	62,5
R ₅	25,0	75,0
R ₆	12,5	87,5
R ₇	5,0	95,0

Еталони для визначення ступеня забарвлення рідин зберігати в запаяних пробірках з безбарвного прозорого нейтрального скла із зовнішнім

діаметром 12 мм, у захищеному від світла місці. Термін придатності основних і вихідних розчинів – 1 рік.

2.1.2 Методика визначення ступеня забарвлення рідин

Визначення ступеня забарвлення рідин в ряду коричневий-жовтий-червоний проводити візуально шляхом порівняння з відповідними еталонами. Випробовувану рідину об'ємом 2 см³ порівнювати з водою Р, або розчинником, або еталонном об'ємом 2 см³, використовуючи однакові пробірки з безбарвного прозорого нейтрального скла з зовнішнім діаметром 12 мм. Порівняння проводити у розсіяному денному світлі, переглядаючи зразки горизонтально (перпендикулярно вісі пробірок) на білому фоні.

Розчин вважати безбарвним, якщо він витримує порівняння з водою Р чи розчинником, або забарвлений не більш інтенсивно, ніж еталон В₉.

Ступінь забарвлення випробовуваного зразка не має перевищувати ступінь забарвлення відповідного еталона. Колір випробовуваного зразка має бути максимально наближеним до кольору відповідного еталона.

2.2 Визначення забарвлення твердих речовин

Колір твердих речовин визначати на матово-білому фоні (білий або фільтрувальний папір) при розсіяному денному світлі в умовах мінімального прояву тіні. Невелику кількість речовини помістити на білий папір і без надавлювання рівномірно розподілити по поверхні паперу (обережно розрівняти шпателем) таким чином, щоб поверхня залишалась плоскою.

3. Методика визначення однорідності мазей

Мазі повинні бути однорідними. Для визначення однорідності мазей необхідно взяти 4 проби масою по 0,02-0,03 г, помісти їх по 2 проби на предметне скло. Покрити другим предметним склом та щільно притиснути до утворення плям діаметром близько 2 см.

При розгляді одержаних плям неозброєним оком (на відстані близько 30 см від очей) у 3 з 4 проб не повинні з'являтися видимі частинки. Якщо частинки з'являються у більшості плям, визначення проводять на 8 пробах. При цьому допускається наявність видимих частинок не більше ніж у 2 плямах.

4. Висновок про прозорість, ступінь каламутності, забарвлення досліджуваних речовин та однорідність мазей.

Контрольні питання:

1. Які існують методи визначення прозорості та каламутності рідин?
2. Які існують методи визначення забарвлення рідин?
3. Які існують методи визначення однорідності мазей?

Заняття № 3

Визначення справжності та чистоти води очищеної “in bulk” H₂O

Ціль роботи: Сформувати вміння досліджувати фізичні властивості та визначати чистоту води очищеної.

Завдання:

1. Визначити колір, прозорість, запах води очищеної.
2. Визначити рН, густину і температуру кипіння води очищеної.
3. Визначити чистоту води очищеної.

Воду очищену одержують із води питної дистиляцією, йонним обміном або будь-яким іншим придатним способом.

Обладнання та реактиви: терези аналітичні, шафа сушильна, плитки електричні, водяні бані, льодяні бані, мікропіпетки, градуйовані піпетки ємністю 1 см³, 2 см³, 5 см³, 10 см³, циліндри ємністю 100 см³, 200 см³, конічні колби ємністю 50 см³, 250 см³, склянки хімічні ємністю 200 см³, пробірки ємністю 20 см³ з плоским дном, пробірки з боросилікатного скла, чашки кварцові ємністю 100 см³, скляні випарювальні чашки, еталонний розчин нітрату (2 ррм NO₃), еталонний розчин свинцю (1 ррм Pb), еталонний розчин амонію (1 ррт NH₄), розчин калій перманганату [C(1/5KMnO₄) = 0,02 моль/дм³], розчин натрій едетату [C(1/2C₁₀H₁₄N₂O₈Na₂) = 0,01 моль/дм³], розчин аргентум нітрату [C(1/1AgNO₃) = 0,1 моль/дм³], розведений розчин сульфатної кислоти, розведений розчин хлоридної кислоти, розведений розчин нітратної кислоти, розчин калій хлориду [ρ(KCl) = 100 г/см³], розчин барій хлориду [ρ(BaCl₂) = 36,5 г/см³], розчин тіоацетаміду [ρ(тіоацетамід) = 40 г/см³], лужний розчин калій тетраіодомеркурату, вода Р, амоніачний буферний розчин рН 10,0, буферний розчин рН 3,0, розчин метилового червоного, розчин бромтимолового синього, протравний чорний 11 (індикаторна суміш), розчин дифеніламіну [w(дифеніламін) = 0,1 %].

Хід роботи

1. Визначення фізичних властивостей води очищеної
 - 1.1 Визначення кольору, прозорості, запаху

2. Випробування на чистоту
 - 2.1 Визначення кислотності або лужності

До свіжопрокип'яченої у пробірці з боросилікатного скла і охолодженої до кімнатної температури субстанції об'ємом 10 см³ додати розчин метилового червоного об'ємом 0,05 см³.

Одержаний розчин не повинен забарвлюватися у червоний колір.

До свіжопрокип'яченої у пробірці з боросилікатного скла і охолодженої до кімнатної температури субстанції об'ємом 10 см³ додати розчин бромтимолового синього об'ємом 0,1 см³.

Одержаний розчин не повинен забарвлюватися у синій колір.

2.2 Визначення речовин, що окиснюються

Помістити у конічну колбу ємністю 250 см³ дистильовану воду об'ємом 100 см³, додати розчин розведеної сульфатної кислоти об'ємом 10 см³, розчин калій перманганату [C(KMnO₄) = 0,02 моль/дм³] об'ємом 0,1 см³ і кип'ятити протягом 5 хв.

Розчин має залишатися слабо-рожевим.

2.3 Визначення нітратів (не більше 0,00002 % (0,2 ppm))

Субстанцію об'ємом 5 см³ помістити у пробірку, яка занурена у льодяну баню, додати розчин калій хлориду [$\rho(\text{KCl}) = 100 \text{ г/см}^3$] об'ємом 0,4 см³, розчин дифеніламіну [$w(\text{дифеніламін}) = 0,1 \%$] об'ємом 0,1 см³ і по краплях при перемішуванні розчин розведеної сульфатної кислоти вільної від азоту об'ємом 5 см³. Потім пробірку перенести у водяну баню, нагріту до температури 50 °С. Через 15 хв блакитне забарвлення випробовуваного розчину має бути не інтенсивнішим за забарвлення еталона.

Паралельно за тих самих умов приготувати еталон, використовуючи суміш води, вільної від нітратів, об'ємом 4,5 см³ та еталонного розчину нітрату (2 ppm NO₃) об'ємом 0,5 см³.

2.4 Визначення важких металів (не більше 0,00001 % (0,1 ppm))

Субстанцію об'ємом 200 см³ упарювати у скляній випарювальній чашці на водяній бані до об'єму 20 см³. До одержаного розчину об'ємом 12 см³ додати буферний розчин рН 3 об'ємом 2 см³, перемішати. Одержану суміш додати до розчину тіоацетаміду [$\rho(\text{тіоацетамід}) = 40 \text{ г/см}^3$] об'ємом 1,2 см³ та негайно перемішати.

Паралельно за тих самих умов приготувати еталон, використовуючи замість випробовуваного розчину об'ємом 12 см³, суміш еталонного розчину свинцю (1 ppm або 2 ppm Pb) об'ємом 10 см³, як зазначено в окремій статті, і випробовуваний розчин об'ємом 2 см³.

Приготувати холостий розчин, використовуючи суміш води об'ємом 10 см³ і випробовуваного розчину об'ємом 2 см³.

Через 2 хв коричневе забарвлення випробовуваного розчину має бути не інтенсивнішим за забарвлення еталона.

2.5 Визначення хлоридів

Субстанцію об'ємом 10 см³ помістити у пробірку, додати розведений розчин нітратної кислоти об'ємом 1 см³ і розчин аргентум нітрату [C(1/1AgNO₃) = 0,1 моль/дм³] об'ємом 0,2 см³.

Протягом 15 хв не повинно бути видимих змін розчину.

2.6 Визначення вмісту сульфатів

Субстанцію об'ємом 10 см^3 помістити у пробірку, додати розведений розчин хлоридної кислоти об'ємом $0,1 \text{ см}^3$ і розчин барій хлориду [$\rho(\text{BaCl}_2) = 36,5 \text{ г/см}^3$] об'ємом $0,1 \text{ см}^3$.

Протягом 1 год не повинно бути видимих змін розчину.

2.7. Визначення солей амонію (не більше $0,00002 \%$ ($0,2 \text{ ppm}$))

Субстанцію об'ємом 20 см^3 помістити у конічну колбу ємністю 50 см^3 , додати розчин калій тетраіодомеркурату об'ємом 1 см^3 . Через 5 хв забарвлення одержаного розчину має бути не інтенсивнішим забарвлення еталона, приготованого одночасно з випробовуваним розчином додаванням розчину калій тетраіодомеркурату об'ємом 1 см^3 до суміші еталонного розчину амонію.

Як еталон використовувати розчин, одержаний додаванням до еталонного розчину амонію (1 ррт NH_4) об'ємом 10 см^3 води об'ємом 5 см^3 і лужний розчин калій тетраіодомеркурату об'ємом $0,3 \text{ см}^3$. Пробірки закрити.

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

2.8. Визначення йонів кальцію і магнію

Субстанцію об'ємом 100 см^3 помістити у конічну колбу ємністю 200 см^3 , додати амоніачний буферний розчин рН $10,0$ об'ємом 2 см^3 , протравний чорний 11 масою 50 мг і розчин натрій едетату [$\text{C}(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$] об'ємом $0,5 \text{ см}^3$.

З'являється слабко-синє забарвлення.

2.9. Визначення сухого залишку

Субстанцію об'ємом 100 см^3 упарити насухо у випарювальній чашці на водяній бані та висушити при температурі $100-105 \text{ }^\circ\text{C}$. Маса сухого залишку не повинна перевищувати 1 мг ($0,001\%$).

3. Висновок про якість води

Контрольні питання:

1. Яка роль води в організмі людини?
2. Які існують методи визначення фізичних властивостей води очищеної?
3. Які існують методи визначення чистоти води очищеної?
4. Умови зберігання води очищеної.

Заняття № 4
Аналіз розчину водню пероксиду 3 % (Solutio hydrogenii peroxydi diluta 3 %) H₂O₂

Ціль роботи: Сформувати вміння виконувати аналіз розчину водню пероксиду.

Завдання:

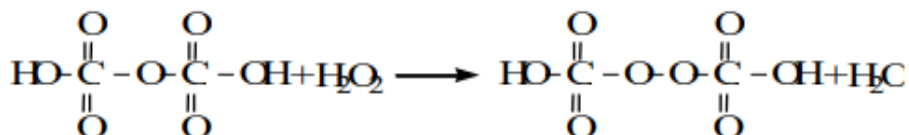
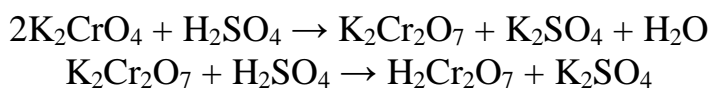
1. Визначити фізичні властивості розчину водню пероксиду.
2. Визначити об'єм лікарської форми.
3. Провести реакції ідентифікації водню пероксиду.
4. Визначити вміст водню пероксиду у розчині методом перманганатометрії.

Обладнання та реактиви: аналітичні терези, мірні колби ємністю 100 см³, бюретки ємністю 25 см³, піпетки ємністю 1 см³, 2 см³, 10 см³, конічні колби ємністю 100 см³, пробірки ємністю 20 см³, пробірки з плоским дном, бюкси, розчин калій перманганату [C(1/5 KMnO₄) = 0,1 моль/дм³], розведений розчин сульфатної кислоти, розчин калій дихромату [ρ(K₂Cr₂O₄) = 50 г/дм³], ефір (діетиловий етер), вода Р.

Хід роботи

1. Визначення фізичних властивостей розчину водню пероксиду (кольору, прозорості)
2. Визначення об'єму лікарської форми
3. Ідентифікація водню пероксиду

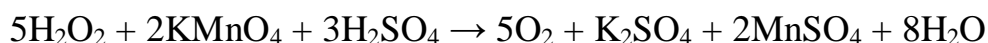
До препарату об'ємом 1 см³ додати розведений розчин сульфатної кислоти об'ємом 0,2 см³, етер об'ємом 2 см³, розчин калій дихромату [ρ(K₂Cr₂O₄) = 50 г/дм³] об'ємом 0,2 см³ і перемішати. Шар етеру забарвлюється у синій колір:



4. Кількісне визначення водню пероксиду

Відібрати розчин водню пероксиду об'ємом 10 см³ і зважити його. Зважений розчин кількісно перенести у мірну колбу ємністю 100 см³ і довести об'єм розчину водою Р до мітки. До одержаного розчину об'ємом 10 см³ додати розчин розведеної сульфатної кислоти об'ємом 5 см³ і

титрувати розчином калій перманганату [$C(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$] до слабо-рожевого забарвлення:



Розрахунки провести за формулою (4.1):

$$v(\text{H}_2\text{O}_2) = \frac{V(\text{KMnO}_4) \cdot K \cdot T \cdot V(\text{м.к.}) \cdot 100}{V(a) \cdot m(n)}, \quad (4.1)$$

де $V(\text{KMnO}_4)$ – об'єм розчину калій перманганату, витрачений на титрування досліджуваного розчину, см^3 ;

K – коефіцієнт поправки;

T – титр розчину калій перманганату ($T(\text{KMnO}_4/\text{H}_2\text{O}_2) = 0,001701 \text{ г/см}^3$);

$V(a)$ – аліквота досліджуваного розчину, см^3 ;

$V(\text{м.к.})$ – об'єм мірної колби, см^3 ;

$m(n)$ – маса наважки водню пероксиду, г.

Масова частка водню пероксиду у препараті згідно вимог ДФУ може знаходитись в межах 2,7-3,3 %.

5. Висновок про якість препарату

Контрольні питання:

1. Фізіологічна роль і застосування водню пероксиду.
2. Назвіть реакції ідентифікації водню пероксиду.
3. Які існують методи кількісного визначення водню пероксиду?
4. Метод перманганатометрії.

Заняття № 5

Аналіз розчину натрію хлориду (Solutio Natrii chloridi) 0,9 % (ізотонічний), 10 % для ін'єкцій в ампулах по 10 см^3 № 10 NaCl

Ціль роботи: Сформувані вміння виконувати аналіз розчинів натрію хлориду.

Завдання:

1. Визначити фізичні властивості розчину натрію хлориду.
2. Визначити об'єм розчину лікарської форми.
3. Провести реакції ідентифікації натрію хлориду:
 - а) визначити хлорид-іони;

б) визначити натрій-іони.

4. Визначити масову частку натрію хлориду в розчині методом аргентометрії.

Обладнання та реактиви: центрифуга, плитки електричні, водяні бані, бюретки ємністю 25 см³, піпетки Мора ємністю 10 см³, піпетки градуйовані ємністю 1 см³, 2 см³, 5 см³, 10 см³, конічні колби ємністю 100 см³, пробірки ємністю 20 см³, пробірки з плоским дном, скляні палички, фарфорові чашки, фільтрувальний папір, розчин аргентум нітрату [C(1/1AgNO₃) = 0,1 моль/дм³], розведений розчин нітратної кислоти Р, розчин амоніаку Р, розчин калій карбонату [ρ(K₂CO₃) = 150 г/дм³], розчин аргентум нітрату Р1 [ρ(AgNO₃) = 42,5 г/дм³], розчин калій піроантимонату Р (калій гексагідроксистибіат), вода Р, індикатор – розчин калій хромату.

Хід роботи

1. Визначення фізичних властивостей розчину натрію хлориду (кольору, прозорості)

2. Визначення об'єму розчину лікарської форми

3. Ідентифікація

3.1. Реакція на натрій-іон

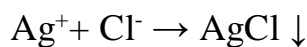
До розчину об'ємом 2 см³ (одержаного після випаровування препарату об'ємом 10 см³ у фарфоровій чашці) додати розчин калій карбонату [ρ(K₂CO₃) = 150 г/дм³] об'ємом 2 см³ і нагріти до кипіння; осад не утворюється.

Розчин препарату об'ємом 1 см³ помістити у пробірку, додати розчин калій піроантимонату Р об'ємом 4 см³ і нагріти до кипіння, потім охолодити у льодяній воді і, якщо необхідно, потерти внутрішні стінки пробірки скляною паличкою; утворюється густий осад білого кольору:



3.2. Реакція на хлорид-іони

Розчин об'ємом 2 см³ помістити у пробірку, підкислити розведеним розчином нітратної кислоти Р, додати розчин аргентум нітрату Р1 [ρ(AgNO₃) = 42,5 г/дм³] об'ємом 0,4 см³, перемішати і дати відстоятися; утворюється білий сирнистий осад, який відцентрифугувати і промити трьома порціями води Р об'ємом 1 см³. Цю операцію проводити швидко в захищеному від яскравого світла місці, при цьому допускається, щоб рідина над осадом не була повністю прозорою:



Осад помістити у пробірку, суспендувати у воді Р об'ємом 2 см³, додати розчин амоніаку Р об'ємом 1,5 см³. Осад швидко розчиняється, допускається наявність декількох крупних часток, які розчиняються повільно:



4. Кількісне визначення натрію хлориду

Препарат об'ємом 10 см³ помістити в колбу ємністю 100 см³ і титрувати розчином аргентум нітрату [$C(1/1\text{AgNO}_3) = 0,1$ моль/дм³] до оранжево-жовтого забарвлення (індикатор – розчин калій хромату).

Розрахунки провести за формулою (5.1):

$$V_{(\text{NaCl})} \frac{V(\text{AgNO}_3) \cdot K \cdot T \cdot 100}{V(n)}, \quad (5.1)$$

де $V(\text{AgNO}_3)$ – об'єм розчину аргентум нітрату, витрачений на титрування досліджуваного розчину, см³;

K – коефіцієнт поправки;

T – титр розчину аргентум нітрату ($T(\text{AgNO}_3/\text{NaCl}) = 0,005844$ г/см³);

$V(n)$ – об'єм досліджуваного розчину, см³.

5. Висновок про якість препарату

Контрольні питання:

1. Фізіологічна та патологічна роль хімічних елементів та їх сполук в організмі людини.
2. Які існують якісні реакції на справжність натрію хлориду?
3. В чому полягає сутність титриметричні методи кількісного аналізу (методи осадження)?
4. Яким чином проводиться:
 - а) техніка методу осадження;
 - б) техніка проведення аргентометрії.

Заняття № 6

Аналіз розчину глюкози (Solutio glucosi) 5 %, 10 %, 25 %, 40 % у флаконах 200,0 см³ для інфузій

Ціль роботи: Сформувані вміння виконувати аналіз розчину глюкози для зовнішнього застосування.

Завдання:

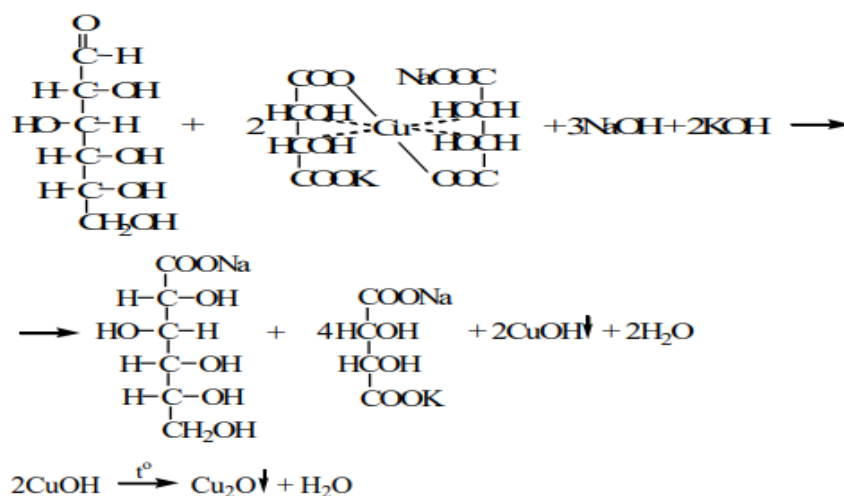
1. Визначити фізичні властивості розчину глюкози.
2. Визначити об'єм розчину лікарської форми.
3. Провести реакції ідентифікації глюкози.
4. Визначити вміст глюкози у розчині для інфузій методом рефрактометрії.

Обладнання та реактиви: рефрактометр, водяні бані, піпетки ємністю 1 см³, склянки хімічні ємністю 200 см³, пробірки з плоским дном, пробірки ємністю 20 см³, реактив Фелінга I і II (№ I – водний розчин купрум сульфату, підкислений сульфатною кислотою, № II – лужний розчин калій-натрій тартрату), вода Р.

Хід роботи

1. Визначення фізичних властивостей розчину глюкози (кольору, прозорості)
2. Визначення об'єму розчину лікарської форми
3. Ідентифікація глюкози

До розчину глюкози об'ємом 1 см³ додати реактиви Фелінга I і II об'ємами по 1 см³, нагріти на киплячій водяній бані. Утворюється цегляно-червоний осад:



4. Кількісне визначення глюкози

За допомогою рефрактометра визначити показник заломлення розчину глюкози та показник заломлення води очищеної.

Розрахунки провести за формулою (6.1):

$$w(\text{глюкози}) = \frac{n - n_0}{F}, \quad (6.1)$$

де n – показник заломлення розчину глюкози;

n_0 – показник заломлення води очищеної;

F – фактор показника заломлення розчину глюкози (знайти за таблицею показників факторів заломлення розчинів виготовлених масо-об'ємним методом), який дорівнює 0,00142.

5. Висновок про якість препарату

Контрольні питання:

1. Фізіологічна та патологічна роль вуглеводів в організмі людини.
2. Які існують якісні реакції на справжність глюкози?
3. В чому полягає сутність метода рефрактометрії?

Заняття № 7

Аналіз таблеток кислоти аскорбінової (Tablettae acidi ascorbinici) 100 мг

Ціль роботи: Сформувати вміння виконувати аналіз таблеток кислоти аскорбінової.

Завдання:

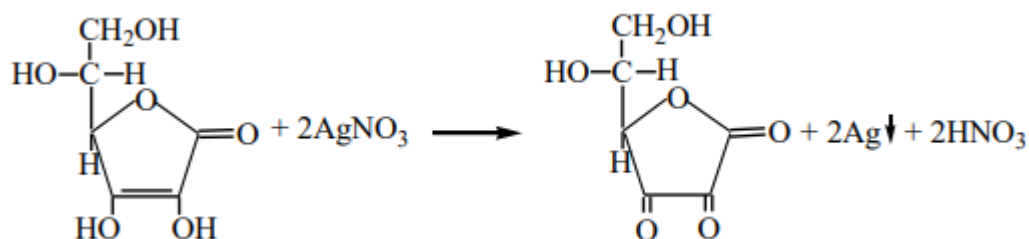
1. Визначити фізичні властивості кислоти аскорбінової.
2. Визначити середню масу таблетки.
3. Провести реакції ідентифікації кислоти аскорбінової.
4. Визначити вміст кислоти аскорбінової у таблетках методом нейтралізації.

Обладнання та реактиви: аналітичні терези, піпетки ємністю 25 см³, бюретки ємністю 25 см³, пробірки ємністю 20 см³, пробірки з плоским дном, бюкси, розчин натрій гідроксиду [C(1/1NaOH) = 0,1 моль/дм³], розчин аргентум нітрату [w(AgNO₃) = 1,0 %], вода Р, розчин фенолфталеїну [w(ф-ф) = 1,0 %].

Хід роботи

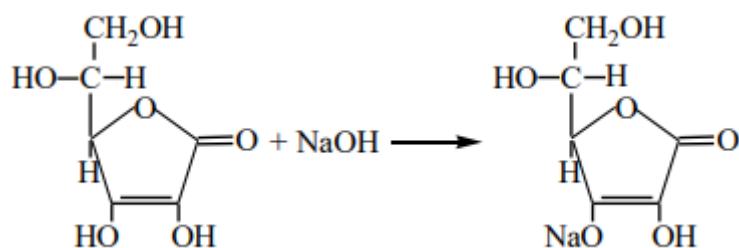
1. Визначення фізичних властивостей таблеток аскорбінової кислоти (кольору, розчинності)
2. Визначення середньої маси таблетки
3. Ідентифікація кислоти аскорбінової

Розчинити порошок розтертих таблеток масою 0,01 г у воді об'ємом 2-3 краплі у пробірці, додати розчин аргентум нітрату [w(AgNO₃) = 1,0 %] об'ємом 2-3 краплі. Випадає сірий осад металевого срібла:



4. Кількісне визначення кислоти аскорбінової

Розчинити наважку препарату масою 0,3 г у воді об'ємом 25 см³ і титрувати розчином натрій гідроксиду [C(1/1 NaOH) = 0,1 моль/дм³] до рожевого забарвлення (індикатор – фенолфталеїн [w(ф-ф) = 1,0 %]).



Розрахунки провести за формулою (7.1):

$$m(\text{аскорбінова к-та}) = \frac{V(\text{NaOH}) \cdot K \cdot T \cdot m(\text{таб})}{m(n)}, \quad (7.1)$$

де $V(\text{NaOH})$ – об'єм розчину натрій гідроксиду, витрачений на титрування розчину аскорбінової кислоти, см³;

K – коефіцієнт поправки;

T – титр розчину натрій гідроксиду ($T(\text{NaOH}/\text{к-та аскорбінова}) = 0,01761 \text{ г/см}^3$);

$m(\text{таб.})$ – середня маса таблеток, г;

$m(n)$ – наважка таблетки, г.

5. Висновок про якість препарату

Контрольні питання:

1. Фізіологічна роль кислоти аскорбінової та її застосування.
2. Які існують реакції ідентифікації кислоти аскорбінової?
3. В чому полягає сутність методів кількісного визначення кислоти аскорбінової?
4. В чому полягає сутність метода нейтралізації?

Заняття № 8

Аналіз розчину натрію тетраборату і натрію гідрокарбонату (Solutio Borax et Natrii hydrocarbonas) по 0,1 г, води 10,0 см³

Ціль роботи: Сформувати вміння аналізувати двокомпонентний розчин лікарської форми.

Завдання:

1. Визначити фізичні властивості препарату.
2. Визначити об'єм розчину лікарської форми.
3. Провести реакції ідентифікації препарату:
 - а) визначити натрій-іони;
 - б) визначити гідрокарбонат-іони;
 - в) визначити борат-іони.
4. Визначити сумарний вміст натрію тетраборату і натрію гідрогенкарбонату.
5. Визначити вміст натрію тетраборату.
6. Визначити вміст натрію гідрокарбонату.

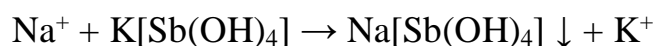
Обладнання та реактиви: водянні бані, льодяні бані, бюретки ємністю 25 см³, градуйовані піпетки ємністю 1 см³, 2 см³, 5 см³, 10 см³, конічні колби ємністю 50 см³, пробірки ємністю 20 см³, пробірки з плоским дном, фарфорові чашки ємністю 25 см³, розчин хлоридної кислоти [C(1/1HCl) = 0,1 моль/дм³], розчин натрій гідроксиду [C(1/1NaOH) = 0,1 моль/дм³], концентрована сульфатна кислота, розведений розчин хлоридної кислоти, розчин калій карбонату [$\rho(K_2CO_3) = 150$ г/дм³], розчин калій піроантимонату Р, етиловий спирт, нейтралізований гліцерол, розчин метилового оранжевого [w(м.о.) = 0,1 %], розчин фенолфталеїну [w(ф-ф) = 1 %].

Хід роботи

1. Визначення фізичних властивостей препарату (кольору, прозорості)
2. Визначення об'єму розчину лікарської форми
3. Ідентифікація

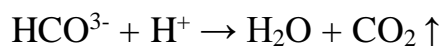
3.1. Реакція на натрій-іон

До розчину об'ємом 2 см³ (одержаного після випаровування препарату об'ємом 10 см³ у фарфоровій чашці) додати розчин калій карбонату [$\rho(K_2CO_3) = 150$ г/дм³] об'ємом 2 см³ і нагріти до кипіння; осад не утворюється. До одержаного розчину додати розчин калій піроантимонату Р об'ємом 4 см³ і нагріти до кипіння, потім охолодити у льодяній і, якщо необхідно, потерти внутрішні стінки пробірки скляною паличкою; утворюється густий осад білого кольору:



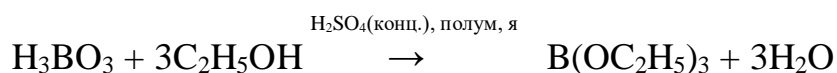
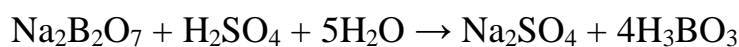
3.2. Реакція на гідрокарбонат-іон

Розчин препарату об'ємом 1 крапля вмістити у пробірку, додати розведену хлоридну кислоту об'ємом 1-2 краплі. Виділяється вуглекислий газ:



3.3. Реакція на борат-іон

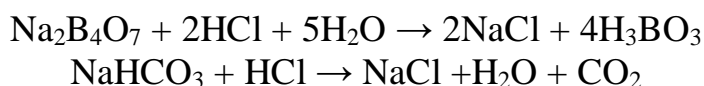
Розчин препарату об'ємом 2-3 краплі упарити досуха, додати концентровану сульфатну кислоту об'ємом 2-3 краплі, спирт об'ємом 20-30 крапель і підпалити. Полум'я має зелену обвідку:



4. Кількісне визначення компонентів препарату

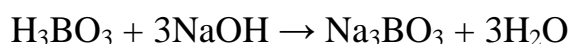
4.1. Кількісне визначення сумарного вмісту натрію тетраборату і натрію гідрокарбонату

Розчин препарату об'ємом 1 см³ вмістити в конічну колбу ємністю 50 см³, додати розчин метилового оранжевого [w(м.о.) = 0,1 %] об'ємом 1 крапля і титрувати розчином хлоридної кислоти [C(1/1HCl) = 0,1 моль/дм³] до рожевого забарвлення:



4.2. Кількісне визначення вмісту натрію тетраборату і натрію гідрокарбонату

Відтитрований розчин натрій тетраборату у конічній колбі ємністю 50 см³ нагріти до кипіння з метою видалення вуглекислого газу, додати розчин фенолфталеїну [w(ф-ф) = 1 %] об'ємом 5-6 крапель, нейтралізований гліцерол об'ємом 5 см³ і титрувати розчином натрій гідроксиду [C(1/1NaOH) = 0,1 моль/дм³] до рожевого забарвлення:



Розрахунки провести за формулою (8.1):

$$m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) = \frac{V(\text{NaOH}) \cdot K_1 T_1 \cdot V(\text{л.ф.})}{V(\Pi)}; \quad (8.1)$$

$$m(\text{NaHCO}_3) = \frac{[V(\text{HCl}) \cdot K_2 - 1/2V(\text{NaOH}) \cdot K_1] \cdot T_2 \cdot V(\text{л.ф.})}{V(\Pi)}$$

де $V(\text{NaOH})$ – об'єм розчину натрій гідроксиду, витрачений на титрування досліджуваного розчину, см^3 ;

K_1 – коефіцієнт поправки розчину натрій гідроксиду;

T_1 – титр розчину натрій гідроксиду ($T(\text{NaOH}/\text{H}_3\text{BO}_3) = 0,009535 \text{ г/см}^3$);

$V(\text{HCl})$ – об'єм розчину хлоридної кислоти, витрачений на титрування досліджуваного розчину, см^3 ;

K_2 – коефіцієнт поправки розчину хлоридної кислоти;

T_2 – титр розчину хлоридної кислоти ($T(\text{HCl}/\text{солі натрію}) = 0,0084 \text{ г/см}^3$);

$V(\text{л.ф.})$ – об'єм лікарської форми, см^3 ;

$V(n)$ – об'єм досліджуваного розчину, см^3 .

5. Висновок про якість препарату

Контрольні питання:

1. Властивості і застосування препарату.
2. Які існують реакції ідентифікації натрій-іону, гідрокарбонат-іону, борат-іону?
3. Які існують методи кількісного визначення компонентів препарату?
4. В чому полягає сутність методу нейтралізації?

Заняття № 9

Аналіз мазі ртуті амідохлориду (*Hydrargyri amidochloridum*) 2,0 г, кислоти борної (*Acidi boricum*) 0,2 г, ланоліну (*Lanolini*) 20,0 г, вазеліну (*Vasellini*) до 50,0 г

Ціль роботи: Сформувати вміння аналізувати багатокomпонентну мазь.

Завдання:

1. Визначити фізичні властивості мазі.
2. Провести реакції ідентифікації ртуті амідохлориду, борної кислоти.
3. Визначити вміст борної кислоти.
4. Визначити вміст ртуті амідохлориду.

Обладнання та реактиви: аналітичні терези, водяні бані, мірні колби ємністю 50 см^3 , бюретки ємністю 25 см^3 , мірні пальчики, піпетки ємністю

10 см³, 25 см³, конічні колби ємністю 100 см³, ділильні лійки ємністю 100 см³, пробірки ємністю 20 см³, бюкси, лійки, паличка графіту, фільтрувальний папір, розчин хлоридної кислоти [C(1/1HCl) = 0,1 моль/дм³], розчин натрій гідроксиду [C(1/1NaOH) = 0,1 моль/дм³], концентрована сульфатна кислота, розведений розчин нітратної кислоти, розчин етилового спирту [w(C₂H₅OH) = 96 %], розчин калій йодиду [w(KI) = 20 %], вода Р, розчин фенолфталеїну [w(ф-ф) = 1 %], розчин метилового оранжевого [w(м.о.) = 0,1 %].

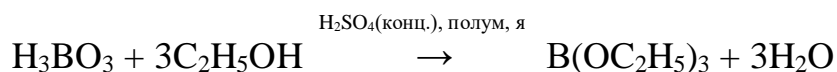
Хід роботи

1. Визначення фізичних властивостей препарату (колір, запах, розчинність, однорідність)

2. Ідентифікація

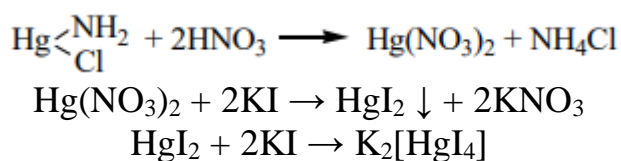
2.1 Ідентифікація борної кислоти

Мазь масою 0,3 г вмістити у пробірку, обробити гарячою водою, профільтрувати, до фільтрату додати розчин етилового спирту [w(C₂H₅OH) = 96 %] об'ємом 2-3 см³ і концентровану сульфатну кислоту об'ємом декілька крапель. Змочити графітову паличку одержаним розчином і внести її у полум'я. Облямівка полум'я забарвлюється у зелений колір:



2.2. Ідентифікація меркурій амідохлориду

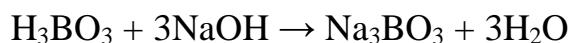
До залишку мазі після обробки водою додати розведений розчин нітратної кислоти і розчин калій йодиду [w(KI) = 20 %] об'ємом декілька крапель. З'являється червоне забарвлення, яке зникає в надлишку розчину калій йодиду:



3. Кількісне визначення компонентів препарату

3.1. Кількісне визначення вмісту борної кислоти

Мазь масою 3-4 г вмістити в конічну колбу ємністю 100 см³, обробити водою при нагріванні на киплячій водяній бані при постійному струшуванні. Водний шар відокремити, додати декілька крапель розчину фенолфталеїну [w(ф-ф) = 1 %] і титрувати розчином натрій гідроксиду [C(1/1NaOH) = 0,1 моль/дм³] до рожевого забарвлення:



Розрахунки провести за формулою (9.1):

$$m(\text{H}_3\text{BO}_3) = \frac{V(\text{NaOH}) \cdot K \cdot T \cdot m(\text{л.ф.})}{m(\text{н})}, \quad (9.1)$$

де $V(\text{NaOH})$ – об'єм розчину натрій гідроксиду, витрачений на титрування досліджуваного розчину, см^3 ;

K – коефіцієнт поправки;

T – титр розчину натрій гідроксиду ($T(\text{NaOH}/\text{H}_3\text{BO}_3) = 0,006181 \text{ г}/\text{см}^3$);

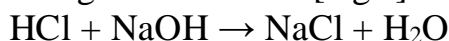
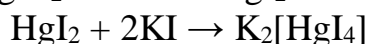
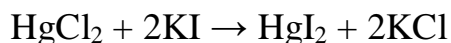
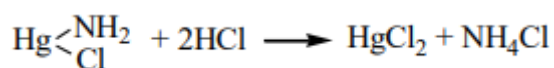
$m(\text{л.ф.})$ – маса лікарської форми, г;

$m(\text{н})$ – маса наважки, г.

3.2. Кількісне визначення вмісту ртуті амідохлориду

Мазь масою 3-4 г вмістити в конічну колбу ємністю 100 см^3 , додати розчин хлоридної кислоти [$C(1/1\text{HCl}) = 0,1 \text{ моль}/\text{дм}^3$] об'ємом 30 см^3 , розчин калій йодиду [$w(\text{KI}) = 20 \%$] об'ємом 10 см^3 і нагріти. Водний шар відокремити за допомогою ділильної лійки ємністю 100 см^3 , жирову основу продовжувати промивати водою до нейтральної реакції. Водні шари перенести у мірну колбу ємністю 50 см^3 , довести об'єм до риски водою.

В одержаному розчині об'ємом 25 см^3 визначити надлишок хлоридної кислоти титруванням розчином натрій гідроксиду [$C(1/1\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль}/\text{дм}^3$] (індикатор – метиловий оранжевий [$w(\text{м.о.}) = 0,1 \%$]).



Розрахунки провести за формулою (9.2):

$$m(\text{амідохлорид}) = \frac{[V(\text{HCl})K_1 - 2V(\text{NaOH})K_2] \cdot T_1 \cdot m(\text{л.ф.})}{m(\text{н})}, \quad (9.2)$$

де $V(\text{HCl})$ – об'єм розчину хлоридної кислоти, доданий у надлишку, см^3 ;

$V(\text{NaOH})$ – об'єм розчину натрій гідроксиду, витрачений на титрування надлишку розчину хлоридної кислоти, см^3 ;

K_1, K_2 – коефіцієнти поправки;

T_1 – титр розчину хлоридної кислоти ($T(\text{HCl}/\text{HgNH}_2\text{Cl}) = 0,0126 \text{ г}/\text{см}^3$);

$m(\text{л.ф.})$ – маса лікарської форми, г;

$m(\text{н})$ – маса наважки, г.

4. Висновок про якість препарату

Контрольні питання:

1. Охарактеризуйте властивості і застосування препарату.
2. Які існують реакції ідентифікації ртуті амідохлориду та борної кислоти?
3. Які існують методи кількісного визначення ртуті амідохлориду та борної кислоти?
4. У чому полягає сутність метод нейтралізації?

Заняття № 10

Аналіз квіток ромашки (*Flores Chamomillae*) 100,0 г у пачках

Ціль роботи: Сформувати вміння аналізувати лікарську рослинну сировину на прикладі аналізу квіток ромашки лікарської.

Завдання:

1. Визначити зовнішні ознаки квіток ромашки лікарської.
2. Визначити вологість квіток ромашки лікарської.
3. Визначити наявність мінеральних домішок в квітках ромашки лікарської.
4. Визначити наявність органічних домішок в квітках ромашки лікарської.

Обладнання та реактиви: терези аналітичні, терези технохімічні, сушильна шафа, бюкси, хімічні стакани, сита d 7 мм, d 2 мм.

Хід роботи

1. Визначення зовнішніх ознак (візуально)

У сировині визначити тип суцвіття, опушеність, потім сировину розмочити, опустивши її у гарячу воду на 1 хв і розглянути неозброєним оком будову квітки або суцвіття, звертаючи увагу на будову оцвітини, чашечки та віночка, число та форму чашолистиків, число та форму пелюстків. Розміри (діаметр квітки) визначити за допомогою вимірювальної лінійки або міліметрового паперу. Колір сировини визначити при денному освітленні, запах – при розламуванні або при розтиранні, смак – пробуючи шматочок сировини або його відвар.

За вимогами окремих статей ДФУ квітки дрібні, зібрані на кінцівках стебла та його гілок в кошики, кошики численні, ложе суцвіття дуже випукле, крайові квітки язичкові, маточкові, білі, серединні – двостатеві, трубчасті, жовті.

2. Визначення вологості

У попередньо висушеному та зваженому бюксі зважити аналітичну пробу сировини масою 3-5 г (з похибкою $\pm 0,5\%$), бюкс помістити у сушильну шафу, нагріту до 100-105 °С, висушування проводити до постійної маси, зважити. Виконати два паралельних визначення.

Розрахунки провести за формулою (10.1):

$$w(H_2O) = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_1}, \quad (10.1)$$

де m_1 – маса наважка сировини до висушування, г;

m_2 – маса наважка сировини після висушування, г.

3. Визначення сторонніх домішок

3.1. Визначення органічних домішок (сторонніх домішок рослини)

Наважку сировини масою 100 г ($\pm 0,5\%$) розподілити по поверхні тонким шаром.

Неозброєним оком виявити сторонні домішки: органи або частини органів рослини, що втратили нормальне забарвлення (побурілі, почорнілі та ін.), або органи або частини органів досліджуваної рослини, які не вважаються лікарськими, домішки рослинного походження, що не мають відношення до цільової рослини. Потім їх відокремити, кожний вид домішок зважити з похибкою $\pm 0,5\%$

Розрахунки провести за формулою (10.2):

$$w(\text{домішки}) = \frac{m(\text{дом.}) \cdot 100}{m(n)}, \quad (10.2)$$

де $m(\text{дом.})$ – маса домішок, г;

$m(n)$ – маса наважки сировини, г.

3.2. Визначення мінеральних домішок

Наважку сировини масою 100 г ($\pm 0,5\%$) розподілити по поверхні тонким шаром. Неозброєним оком виявити сторонні мінеральні домішки: (земля, пісок, камінчики та ін.). Потім їх відокремити, зважити з похибкою $\pm 0,5\%$. Розрахунки провести за формулою (10.1).

Контрольні питання:

1. Охарактеризуйте властивості квіток ромашки лікарської.
2. Які існують методи визначення вологості в рослинних лікарських засобах?
3. Які існують методи визначення мінеральних домішок в рослинних лікарських засобах?

4. Які існують методи визначення органічних домішок в рослинних лікарських засобах?
5. Застосування квіток ромашки лікарської.

ПРИГОТУВАННЯ РЕАКТИВІВ

РОЗЧИНИ СОЛЕЙ

Амоній карбонат [$w(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 = 12 \%$]

Змішати концентрований розчин амоніаку об'ємом 450 см^3 з водою об'ємом 550 см^3 .

Амоній карбонат масою 12 г розчинити у одержаному розчині об'ємом 100 см^3 .

Амоній карбонат [$w(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 = 10 \%$]

Змішати концентрований розчин амоніаку об'ємом 450 см^3 з водою об'ємом 550 см^3 .

Амоній карбонат масою 10 г розчинити у одержаному розчині об'ємом 100 см^3 .

Амоній роданід [$C(1/1\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$]

Розчинити амоній роданід масою $7,6 \text{ г}$ у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до $1000,0 \text{ см}^3$.

Амоній роданід [$C(1/1\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,02 \text{ моль/дм}^3$]

Розчинити амоній роданід масою $1,52 \text{ г}$ у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до $1000,0 \text{ см}^3$.

Амоній хлорид [$w(\text{NH}_4\text{Cl}) = 10 \%$]

Розчинити амоній хлорид масою 10 г у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 100 см^3 .

Аргентум нітрат [$C(1/1\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$]

Розчинити аргентум нітрат масою $17,00 \text{ г}$ у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до $1000,0 \text{ см}^3$.

Встановлення титру. Натрій хлорид РО масою $0,100 \text{ г}$ розчинити у воді Р об'ємом $30,0 \text{ см}^3$ і титрувати приготованим розчином аргентум нітрату потенціометрично ($T(\text{AgNO}_3/\text{NaCl}) = 0,005844 \text{ г/см}^3$).

Аргентум нітрат [$C(1/1\text{AgNO}_3) = 0,02 \text{ моль/дм}^3$]

Розчинити аргентум нітрат масою $3,4 \text{ г}$ у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до $1000,0 \text{ см}^3$.

Аргентум нітрат Р1 [$\rho(\text{AgNO}_3) = 42,5 \text{ г/дм}^3$]

Розчинити аргентум нітрат масою $42,5 \text{ г}$ у воді і довести об'єм розчину водою до $1000,0 \text{ см}^3$.

Аргентум нітрат Р2 [$\rho(\text{AgNO}_3) = 17 \text{ г/дм}^3$]

Розчинити аргентум нітрат масою 17 г у воді і довести об'єм розчину водою до $1000,0 \text{ см}^3$.

Барій хлорид Р1 [$\rho(\text{BaCl}_2) = 61 \text{ г/дм}^3$]

Барій хлорид масою 61 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до $1000,0 \text{ см}^3$.

Барій хлорид Р2 [$\rho(\text{BaCl}_2) = 36,5 \text{ г/дм}^3$]

Барій хлорид масою $36,5 \text{ г}$ розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до $1000,0 \text{ см}^3$.

Барій хлорид [$w(\text{BaCl}_2) = 5 \%$]

Барій хлорид масою 5 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 100 см^3 .

Залізоамонійні галуни [$C(1/3(\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}) = 0,275 \text{ моль/дм}^3$]

Залізоамонійні галуни масою 1 г розчинити у розчині сульфатної кислоти [$C(1/2(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,275 \text{ моль/дм}^3$] і довести об'єм розчину тим самим розчинником до $100,0 \text{ см}^3$.

Встановлення титру. До приготованого розчину залізоамонійних галунів об'ємом 25 см^3 додати кислоту хлоридну об'ємом 3 см^3 , калій йодид масою 2 г і через 10 хв титрувати розчином натрій тіосульфату [$C(1/2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$], використовуючи як індикатор розчин крохмалю [$w(\text{крохмаль}) = 1 \%$] об'ємом 1 см^3 .

Йод бромід PN [$C(\text{I}Br) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$]

Розтертий у порошок йод масою приблизно 13,2 г внести у мірну колбу з притертою пробкою ємністю 1000 см^3 . У колбу додати порціями льодяну оцтову кислоту і розчинити в ній йод при енергійному перемішуванні та нагріванні на водяній бані при температурі $60-70 \text{ }^\circ\text{C}$. Після охолодження розчину додати бром об'ємом 3 см^3 (кількість броду приблизно еквівалентна взятому йоду) і довести об'єм льодяною оцтовою кислотою до позначки.

До виготовленого розчину йод броміду об'ємом 10 см^3 додати послідовно розчин калій йодиду P [$\rho(\text{KI}) = 10 \text{ г/дм}^3$] об'ємом 20 см^3 та воду об'ємом приблизно 100 см^3 і титрувати розчином натрій тіосульфату [$C(1/2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$] (індикатор – крохмаль [$w(\text{крохмаль}) = 1 \%$]). При цьому об'єм розчину натрій тіосульфату, витрачений на титрування повинен бути приблизно 20 см^3 .

Розчин йод броміду зберігати у склянці з темного скла з притертою пробкою.

Йод хлорид PN [$C(\text{ICl}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$]

Калій йодид P масою 11,06 г і калій йодат P масою 7,10 г помістити у конічну колбу з притертою пробкою, додати воду P об'ємом 50 см^3 і концентровану хлоридну кислоту об'ємом 50 см^3 , закрити пробкою і струшувати до повного розчинення йоду, що утворюється при реакції. Розчин перенести у ділильну лійку і збовтати з хлороформом P об'ємом 10 см^3 .

Якщо хлороформний шар забарвлюється у фіолетовий колір, додати при енергійному струшуванні розчин калій йодату P [$\rho(\text{KIO}_3) = 10 \text{ г/дм}^3$] по краплях до знебарвлення хлороформного шару. Якщо хлороформний шар залишається безбарвним, то додати по краплях розчин калій йодиду P [$\rho(\text{KI}) = 10 \text{ г/дм}^3$] до появи блідо-рожевого забарвлення.

Після відстоювання водний шар злити у мірну колбу ємністю 1000 см^3 і довести об'єм розчину водою P до позначки. Одержаний розчин повинен мати світло-жовте забарвлення.

Калій гексаціаноферат(III) [$w(\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]) = 1 \%$]

Калій гексаціаноферат(III) масою 1 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 100 см³.

Калій йодид [$\rho(\text{KI}) = 100 \text{ г/дм}^3$]

Калій йодид масою 100 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см³.

Калій йодид [$w(\text{KI}) = 20 \%$]

Калій йодид масою 20 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 100 см³.

Калій карбонат [$\rho(\text{K}_2\text{CO}_3) = 150 \text{ г/дм}^3$]

Калій карбонат масою 150 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см³.

Калій перманганат [$C(1/5\text{KMnO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$]

Калій перманганат масою 16,0 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см³, одержаний розчин нагрівати на водяній бані протягом 1 год, охолодити і відфільтрувати крізь скляний фільтр.

Встановлення титру. До приготованого розчину калій перманганату об'ємом 20 см³ додати калій йодид масою 2 г, розчин розведеної сульфатої кислоти об'ємом 10,0 см³ і титрувати розчином натрій тіосульфату [$C(1/2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$], використовуючи як індикатор розчин крохмалю [$w(\text{крохмаль}) = 1 \%$] об'ємом 1 см³, який додавати наприкінці титрування.

Титр встановлювати безпосередньо перед використанням.

Калій перманганат [$C(1/5\text{KMnO}_4) = 0,02 \text{ моль/дм}^3$]

Калій перманганат масою 3,2 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см³, одержаний розчин нагрівати на водяній бані протягом 1 год, охолодити і відфільтрувати крізь скляний фільтр.

Титр встановлювати безпосередньо перед використанням.

Калій піроантимонат Р (калій гексагідроксистибіат(III))

Калій піроантимонат Р масою 2 г розчинити у гарячій воді Р об'ємом 95,0 см³, швидко охолодити, додати розчин, який містить калій гідроксид Р масою 2,5 г у воді Р об'ємом 50,0 см³, і розведений розчин натрій гідроксиду Р об'ємом 1 см³. Витримати протягом 24 год, відфільтрувати, довести водою Р до об'єму 150,0 см³.

Калій тетраіодомеркурат (II)

Меркурій (II) хлорид масою 1,35 г розчинити у воді об'ємом 50 см³, додати калій йодид масою 5 г і довести об'єм розчину водою до 100,0 см³.

Калій тетраіодомеркурат(II) (лужний розчин)

Калій йодид масою 11 г і меркурій (II) йодид масою 15 г розчинити у воді та довести об'єм розчину тим самим розчинником до 100,0 см³. Безпосередньо перед використанням одержаний розчин змішати з розчином натрій гідроксиду [$\rho(\text{NaOH}) = 250 \text{ г/дм}^3$] у співвідношенні 1:1.

Калій хлорид [$\rho(\text{KCl}) = 100 \text{ г/дм}^3$]

Калій хлорид масою 100 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до $1000,0 \text{ см}^3$.

Кальцій хлорид [$C(1/2\text{CaCl}_2) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$]

Кальцій хлорид Р масою 0,147 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до $100,0 \text{ см}^3$.

Кобальт(III) нітрат [$w(\text{Co}(\text{NO}_3)_3) = 0,5 \%$]

Кобальт(III) нітрат масою 0,5 г розчинити у воді Р і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 100 см^3 .

Магній сульфат [$w(\text{MgSO}_4) = 10 \%$]

Магній сульфат масою 10 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 100 см^3 .

Меркурій (II) нітрат [$C(1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2) = 0,02 \text{ моль/дм}^3$]

Меркурій (II) нітрат масою 6,85 г розчинити у розчині нітратної кислоти [$C(1/1\text{HNO}_3) = 1 \text{ моль/дм}^3$] об'ємом 20 см^3 і довести об'єм до $1000,0 \text{ см}^3$ водою.

Встановлення титру. Натрій хлорид РО масою 15 мг розчинити у воді Р і титрувати приготованим розчином меркурій (II) нітрату потенціометрично, використовуючи як індикаторний електрод платиновий або ртутний, а як електрод порівняння – ртуть-сульфатний ($T(\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 / \text{NaCl}) = 0,002338 \text{ г/см}^3$).

Натрій гідрогенфосфат [$w(\text{Na}_2\text{HPO}_4) = 5 \%$]

Натрій гідрогенфосфат масою 5 г розчинити у воді об'ємом 100 см^3 .

Натрій гексанітрокобальтат (III) [$\rho(\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]) = 0,2 \text{ г/см}^3$]

Натрій гексанітрокобальтат(III) масою 10 г розчинити у воді об'ємом 50 см^3 .

Натрій гексанітрокобальтат (III) ($\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$)

Натрій нітрат (III) масою 4,5 г розчинити у гарячій воді об'ємом $4,5 \text{ см}^3$. Після охолодження додати кобальт (III) нітрат масою 1,5 г та розчин оцтової кислоти [$w(\text{CH}_3\text{COOH}) = 5 \%$] об'ємом $0,75 \text{ см}^3$. Застосовувати через добу.

Натрій нітрат (III) [$w(\text{NaNO}_2) = 0,1 \%$]

Натрій нітрат (III) масою 0,1 г розчинити у воді. Об'єм розчину довести водою до 100 см^3 . Розчин повинен бути свіжовиготовлений.

Натрій тіосульфат [$C(1/2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$]

Натрій тіосульфат Р масою 25 г і натрій карбонат Р масою 0,2 г розчинити у воді Р, вільній від карбон (IV) оксиду, довести об'єм розчину тим самим розчинником до $1000,0 \text{ см}^3$.

Встановлення титру. Калій дихромат перекристалізувати з гарячої води, висушити при $130\text{-}150 \text{ }^\circ\text{C}$ до постійної ваги, ретельно розтерти. Наважку порошку 0,15 г (точну) розчинити у воді об'ємом 50 см^3 у конічній колбі ємністю 500 см^3 з притертою пробкою.

Калій йодид масою 2 г розчинити у воді об'ємом 10 см³. Одержаний розчин перенести у конічну колбу, додати концентровану хлоридну кислоту об'ємом 5 см³. Колбу закрити пробкою, змоченою розчином калій йодиду і залишити в темному місті на 10 хв. Після цього додати воду об'ємом 200 см³, обмиваючи пробку водою і титрувати приготованим розчином натрій тіосульфату до зелено-жовтого забарвлення. Потім додати розчин крохмалю [w(крохмаль) = 1 %] об'ємом 2 см³ і титрувати до переходу синього забарвлення у світло-зелене.

Розчин потрібно захищати від вуглекислого газу і світла.

Натрій тіосульфат [C(1/2Na₂S₂O₃) = 0,01 моль/дм³]

Натрій тіосульфат Р масою 2,5 г і натрій карбонат Р масою 0,02 г розчинити у воді Р, вільній від карбон (IV) оксиду, і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см³.

Ферум (III) хлорид [ρ(FeCl₃) = 18 г/дм³]

Ферум (III) хлорид гексагідрат (FeCl₃·6H₂O) масою 30 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см³.

Ферум (III) хлорид [w(FeCl₃) = 10 %] у розчині хлоридної кислоти [C(1/1HCl) = 0,1 моль/дм³]

Ферум (III) хлорид гексагідрат (FeCl₃·6H₂O) масою 16,65 г розчинити у розчині хлоридної кислоти [C(1/1HCl) = 0,1 моль/дм³] і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 100,0 см³.

Реактив Драгендорфа

Розчин I. Бісмут гідроксинітрат масою 0,85 г розчинити у воді об'ємом 40 см³ та концентрованому розчині оцтової кислоти об'ємом 10 см³.

Розчин II. Калій йодид масою 11,8 г розчинити у воді об'ємом 20 см³.

Змішати однакові об'єми розчинів I і II. До одержаної суміші об'ємом 10 см³ додати воду об'ємом 100 см³ і концентрований розчин оцтової кислоти об'ємом 20 см³.

РОЗЧИНИ КИСЛОТ

Нітратна кислота [C(1/1HNO₃) = 0,1 моль/дм³]

Розчинити концентровану нітратну кислоту об'ємом 6,2 см³ у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см³.

Встановлення титру. Натрій карбонат РО масою 1,000 г розчинити у воді Р об'ємом 50 см³, додати розчин метилового оранжевого Р [w(м.о.) = 0,1 %] об'ємом 0,1 см³ і титрувати приготованим розчином нітратної кислоти до появи червонувато-жовтого забарвлення розчину, кип'ятити протягом 2 хв. Після того як розчин набуває жовтого забарвлення, охолодити і продовжити титрування до появи червонувато-жовтого забарвлення (T(HNO₃/Na₂CO₃) = 0,0530 г/см³).

Нітратна кислота, розведений розчин

Концентровану нітратну кислоту масою 20 г довести водою до об'єму 100 см³.

Оцтова кислота [$C(\text{CH}_3\text{COOH}) = 2$ моль/дм³]

Льодяну оцтову кислоту Р об'ємом 116 см³ довести водою Р до об'єму 1000,0 см³.

Оцтова кислота, розведений розчин [$\rho(\text{CH}_3\text{COOH}) = 120\text{-}150$ г/дм³]

Льодяну оцтову кислоту Р масою 12 г розчинити у воді. Об'єм довести водою до 100 см³.

Сульфатна кислота, розведений розчин

Концентровану сульфатну кислоту об'ємом 5,5 см³ додати до води об'ємом 60 см³, охолодити і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 100,0 см³.

Хлоридна кислота, розведений розчин Р [$\rho(\text{HCl}) = 73$ г/дм³]

Хлоридну кислоту масою 20 г довести водою до об'єму 100 см³.

Хлоридна кислота, розведений розчин Р1 [$\rho(\text{HCl}) = 0,37$ г/дм³]

Розчин розведеної хлоридної кислоти Р об'ємом 1,0 см³ довести водою до об'єму 200 см³.

Хлоридна кислота [$w(\text{HCl}) = 12$ %]

Концентровану хлоридну кислоту об'ємом 38 см³ розчинити у воді. Об'єм розчину довести водою до 100 см³.

Хлоридна кислота [$C(1/1\text{HCl}) = 0,5$ моль/дм³]

Концентровану хлоридну кислоту ($\rho = 1,19$ г/см³) об'ємом 42,5 см³ розчинити у воді.

Об'єм розчину довести водою до 1000,0 см³.

Встановлення титру. Натрій карбонат масою 0,15 г розчинити у воді об'ємом 50 см³, додати розчин метилового оранжевого [$w(\text{м.о.}) = 0,1$ %] об'ємом 1 крапля і титрувати розчином хлоридної кислоти до появи рожево-оранжевого забарвлення.

Хлоридна кислота [$C(1/1\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³]

Концентровану хлоридну кислоту ($\rho = 1,19$ г/см³) об'ємом 8,5 см³ розчинити у воді.

Об'єм розчину довести водою до 1000,0 см³.

Хлоридна кислота [$C(\text{HCl}) = 0,02$ моль/дм³]

Концентровану хлоридну кислоту ($\rho = 1,19$ г/см³) об'ємом 1,7 см³ розчинити у воді. Об'єм розчину довести водою до 1000,0 см³.

Хлоридна кислота [$C(\text{HCl}) = 0,05$ моль/дм³]

Концентровану хлоридну кислоту ($\rho = 1,19$ г/см³) об'ємом 4,25 см³ розчинити у воді.

Об'єм розчину довести водою до 1000,0 см³.

РОЗЧИНИ ОСНОВ

Амоніак [$w(\text{NH}_3) = 10$ %]

Концентрований розчин амоніаку об'ємом 80 см³ змішати з водою об'ємом 120 см³.

Калій гідроксид, спиртовий розчин [$C(1/1\text{KOH}) = 0,5$ моль/дм³]

Калій гідроксид масою 35 г розчинити у воді об'ємом 20 см³ у мірній колбі ємністю 1000 см³ з гумовою пробкою і довести розчином етилового спирту [C(1/1C₂H₅OH) = 1 моль/дм³] до позначки. Розчин залишити на 24 год. Потім швидко злити прозору рідину з осаду у склянку з добре підбраною гумовою пробкою.

Встановлення титру. За допомогою бюретки відміряти розчин хлоридної кислоти [C(1/1HCl) = 0,5 моль/дм³] об'ємом 25 см³, розвести водою об'ємом 50,0 см³, додати розчин фенолфталеїну [w(ф-ф) = 1 %] об'ємом 2-3 краплі і титрувати приготованим розчином до рожевого забарвлення.

Розчин зберігати у склянках із темного скла з гумовими пробками.

Калій гідроксид, спиртовий розчин [C(1/1KOH) = 0,1 моль/дм³]

Спиртовий розчин калій гідроксиду [C(1/1KOH) = 0,5 моль/дм³] об'ємом 200 см³ розвести розчином спирту [C(1/1C₂H₅OH) = 1 моль/дм³] до 1000,0 см³.

Натрій гідроксид, концентрований розчин

Натрій гідроксид Р масою 42 г розчинити у воді Р і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 100,0 см³.

Натрій гідроксид Р [ρ(NaOH) = 300 г/дм³]

Натрій гідроксид Р масою 30 г розчинити у воді об'ємом 100 см³.

Натрій гідроксид [C(1/1NaOH) = 1 моль/дм³]

Натрій гідроксид Р масою 40,0 г розчинити у воді Р і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см³.

Встановлення титру. Приготований розчин об'ємом 20 см³ титрувати розчином хлоридної кислоти [C(1/1HCl) = 1 моль/дм³], використовуючи як індикатор розчин метилового оранжевого Р [w(м.о.) = 0,1 %] об'ємом 1 крапля.

Натрій гідроксид [C(1/1NaOH) = 0,1 моль/дм³]

Натрій гідроксид Р масою 4,0 г розчинити у воді Р і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см³.

Натрій гідроксид [C(1/1NaOH) = 0,05 моль/дм³]

Натрій гідроксид Р масою 2,0 г розчинити у воді Р і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см³.

Натрій гідроксид [C(NaOH) = 0,02 моль/дм³]

Натрій гідроксид Р масою 0,8 г розчинити у воді Р і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см³.

Натрій гідроксид [C(NaOH) = 0,01 моль/дм³]

Натрій гідроксид Р масою 0,4 г розчинити у воді Р і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см³.

Натрій гідроксид, розведений розчин

Натрій гідроксид Р масою 8,5 г розчинити у воді Р і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 100 см³.

Натрій гідроксид [w(NaOH) = 10 %]

Натрій гідроксид масою 10 г розчинити у воді, довести об'єм розчину тим самим розчинником до 100 см³.

Натрій гідроксид, метанольний розчин

Натрій гідроксид Р масою 40 мг розчинити у воді Р об'ємом 50 см³, одержаний розчин охолодити і додати метанол Р об'ємом 50 см³.

РОЗЧИНИ ОРГАНІЧНИХ РЕЧОВИН

Амоній оксалат [$w(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 = 10 \%$]

Амоній оксалат масою 10 г розчинити у воді при нагріванні. Об'єм розчину довести водою до 100 см³.

Гідроксиламін, свіжовиготовлений лужний розчин

Змішати розчин гідроксиламін гідрогенхлориду [$w(\text{гідроксиламін гідрогенхлорид}) = 13,9 \%$] і розчин натрій гідроксиду [$w(\text{NaOH}) = 12 \%$] у співвідношенні 1:2.

Дифеніламін

Розчинити 1 г дифеніламіну у концентрованій сульфатній кислоті і довести об'єм розчину концентрованою сульфатною кислотою до 1000,0 см³.

Дифеніламін Р1

Розчинити 10 г дифеніламіну у концентрованій сульфатній кислоті і довести об'єм розчину концентрованою сульфатною кислотою до 1000,0 см³.

Дифеніламін Р2

Розчинити 1 г дифеніламіну у льодяній оцтовій кислоті об'ємом 100,0 см³ і додати розчин концентрованої сульфатної кислоти об'ємом 2,75 см³.

Розчин використовувати одразу після приготування.

Дифенілкарбазид

Дифенілкарбазид масою 0,2 г розчинити в льодяній оцтовій кислоті об'ємом 10 см³.

Об'єм розчину довести до 100,0 см³ етиловим спиртом.

Мідно-тарtratний розчин (Реактив Фелінга)

Розчин I. Купрум (II) сульфат Р масою 34,6 г розчинити у воді Р, довести об'єм розчину тим самим розчинником до 500,0 см³.

Розчин II. Калій-натрій тарtrat Р масою 173 г і натрій гідроксид Р масою 50 г розчинити у воді Р об'ємом 400 см³. Нагріти до кипіння, охолодити, довести об'єм одержаного розчину водою, вільною від карбон (IV) оксиду до 500,0 см³.

Безпосередньо перед використанням змішати рівні об'єми розчинів I та II.

Натрій едетат [$C(1/2\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2) = 0,05 \text{ моль/дм}^3$]

Натрій едетат масою 18,610 г розчинити у воді, довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см³.

Встановлення титру. Металевий цинк масою 3,27 г (точна наважка) розчинити у розведеної сульфатній кислоті об'ємом 40 см³ у мірній колбі

ємністю 1000 см³, довести об'єм розчину водою до позначки. За допомогою бюретки відміряти приготований розчин цинк сульфату об'ємом 25 см³, додати амоніачний буферний розчин об'ємом 5 см³ і кислотний хром чорний спеціальний масою 0,1 г та воду об'ємом 70,0 см³. Перемішати до розчинення індикатора і титрувати розчином натрій едетату (трилону Б) [$C(1/2C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2) = 0,05$ моль/дм³] до переходу фіолетового забарвлення у яскраво-синє.

Натрій едетат [$C(1/2C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2) = 0,02$ моль/дм³]

Натрій едетат масою 7,444 г розчинити у воді довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см³.

Натрій едетат [$C(1/2C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2) = 0,01$ моль/дм³]

Натрій едетат масою 3,722 г розчинити у воді довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см³.

β-Нафтол, свіжовиготовлений лужний розчин [$w(\beta\text{-нафтол}) = 1 \%$]

β-Нафтол масою 1 г розчинити у розчині натрій гідроксиду [$w(\text{NaOH}) = 10 \%$] об'ємом 40 см³ і довести об'єм розчину водою до 100 см³. Розчин повинен бути свіжовиготовленим.

Тіоацетамід [$\rho(\text{тіоацетамід}) = 40$ г/дм³]

Тіоацетамід масою 40 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000 см³.

ЕТАЛОННІ РОЗЧИНИ

Амонію еталонний розчин (100 ppm NH₄)

Амоній хлорид масою 0,741 г у перерахунку на NH₄Cl, розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см³.

Одержаний розчин об'ємом 10 см³ довести водою до об'єму 25,0 см³ безпосередньо перед використанням.

Амонію еталонний розчин (2,5 ppm NH₄)

Амоній хлорид масою 0,741 г у перерахунку на NH₄Cl, розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см³.

Розчин розвести водою у 10 разів безпосередньо перед використанням.

Амонію еталонний розчин (1 ppm NH₄)

Еталонний розчин амонію (2,5 ppm NH₄) розвести водою у 2,5 рази безпосередньо перед використанням.

Левоміцетину стандартний розчин [$w(\text{левоміцетин}) = 0,002 \%$]

Левоміцетин масою 0,1000 г (точна наважка) розчинити у воді об'ємом 50 см³ в мірній колбі об'ємом 100 см³ при нагріванні на водяній бані. Після охолодження об'єм розчину довести водою до мітки (розчин А).

Розчин А об'ємом 10 см³ внести у мірну колбу ємністю 100 см³ і об'єм розчину довести водою до позначки (розчин Б).

До розчину Б об'ємом 5 см³ додати концентровану хлоридну кислоту об'ємом 1 см³, потім цинковий пил масою 0,1 г і залишити на 15 хв. Рідину

кількісно перенести у мірну колбу ємністю 25 см³, об'єм довести водою до позначки, перемішати, профільтрувати.

У стандартному розчині об'ємом 1 см³ міститься левоміцетин масою 0,00002 г.

Нітрату еталонний розчин (100 ppm NO₃)

Калій нітрат масою 0,815 г, у перерахунку на KNO₃, розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 500,0 см³.

Розчин розвести водою у 10 разів безпосередньо перед використанням.

Нітрату еталонний розчин (10 ppm NO₃)

Еталонний розчин нітрату (100 ppm NO₃) розвести водою у 10 разів безпосередньо перед використанням.

Нітрату еталонний розчин (2 ppm NO₃)

Еталонний розчин нітрату (10 ppm NO₃) розвести водою у 5 разів безпосередньо перед використанням.

Рибофлавіну стандартний розчин [w(рибофлавін) = 0,004 %]

Наважку рибофлавіну (точна маса 0,0100 г) розчинити у воді об'ємом 150 см³ в мірній колбі об'ємом 250 см³ при нагріванні на водяній бані. Після охолодження об'єм розчину довести водою до мітки.

Стандартний розчин об'ємом 1 см³ містить рибофлавіну масою 0,00004 г.

Розчин стійкий на протязі місяця при зберіганні в захищеному від світла місці.

Свинцю еталонний розчин (10 ppm Pb)

Плюмбум(II) нітрат масою 0,160 г розчинити у воді об'ємом 100 см³, додати нітратну кислоту об'ємом 1 см³, вільну від йонів плюмбуму, довести об'єм розчину водою 1000,0 см³.

Розчин розвести водою Р у 10 разів безпосередньо перед використанням.

Свинцю еталонний розчин (2 ppm Pb)

Еталонний розчин свинцю (10 ppm Pb) розвести водою у 5 разів безпосередньо перед використанням.

Свинцю еталонний розчин (1 ppm Pb)

Еталонний розчин свинцю (10 ppm Pb) розвести водою у 10 разів безпосередньо перед використанням.

РОЗЧИНИ ПРОСТИХ РЕЧОВИН

Йод [C(1/2I₂) = 0,5 моль/дм³]

Йод Р масою 127 г та калій йодид Р масою 200 г розчинити у воді Р і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см³. Зберігати у темному місці у склянках з темного скла.

Встановлення титру. Приготований розчин йоду об'ємом 30 см³ відміряти бюреткою у конічну колбу ємністю 250 см³ з притертою пробкою, додати воду об'ємом 30 см³ і титрувати розчином натрій тіосульфату

[$C(1/2Na_2S_2O_3) = 0,1$ моль/дм³] до появи жовтого забарвлення. Додати розчин крохмалю [$w(\text{крохмаль}) = 1\%$] об'ємом 2 см³ і продовжити титрування до знебарвлення розчину.

Йод [$C(1/2I_2) = 0,05$ моль/дм³]

Йод Р масою 12,7 г та калій йодид Р масою 20 г розчинити у воді Р і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см³.

Йод [$C(1/2I_2) = 0,01$ моль/дм³]

Калій йодид Р масою 0,3 г розчинити у розчині йоду [$C(1/2I_2) = 0,05$ моль/дм³] об'ємом 20 см³ і довести об'єм розчину водою до 100,0 см³.

РОЗЧИНИ ІНДИКАТОРІВ

Бромтимоловий синій

Бромтимоловий синій масою 50 мг розчинити в суміші розчину натрій гідроксиду [$C(NaOH) = 0,02$ моль/дм³] об'ємом 4 см³ та етилового спирту [$w(C_2H_5OH) = 96\%$] об'ємом 20 см³, довести об'єм розчину водою до 100 см³.

Еріохром чорний Т (хромоген) індикаторна суміш

Еріохром чорний Т масою 1 г змішати з натрій хлоридом масою 99 г.

Калій хромат (індикатор)

Калій хромат масою 50 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000 см³.

Кислотний хром чорний спеціальний (індикаторна суміш)

Кислотний хром чорний спеціальний масою 0,25 г змішати з натрій хлоридом масою 25 г і розтерти у ступці.

Крохмаль [$w(\text{крохмаль}) = 1\%$]

Крохмаль масою 1 г ретельно перемішати з водою об'ємом 5 см³, суміш повільно при постійному перемішуванні влити у киплячу воду об'ємом 100 см³.

Метилловий оранжевий [$w(\text{м. о.}) = 0,1\%$]

Метилловий оранжевий масою 0,1 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 100 см³.

Метилловий синій [$w(\text{м. с.}) = 0,1\%$]

Метилловий синій масою 0,1 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 100 см³.

Метилловий червоний

Метилловий червоний масою 50 мг розчинити в суміші розчину натрій гідроксиду [$C(NaOH) = 0,1$ моль/дм³] об'ємом 1,86 см³ та етилового спирту [$w(C_2H_5OH) = 96\%$] об'ємом 50 см³, довести об'єм розчину водою до 100 см³.

Натрій еозинат (еозин Н)

Розтертий натрій еозинат масою 0,1 г розчинити у воді об'ємом 100 см³.

Протравний чорний 11 (індикаторна суміш)

Протравний чорний 11 масою 1 г змішати з натрій хлоридом масою 99 г.

Фенолфталеїн [$w(\text{ф-ф}) = 1 \%$]

Фенолфталеїн масою 1 г розчинити у спирті і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 100 см^3 .

ЛІТЕРАТУРА

1. Аналіз лікарських препаратів: лабораторний практикум / О.Н. Речицький, С.Ф. Решнова, О.В. Сидоренко, С.Ю. Кот, В.А. Філіппова. – Херсон: ХДУ, 2017. – 84 с.
2. Державна Фармакопея України. – [Чинний від 01.10.2001]. – Офіц. вид. – Харків: Державне підприємство «Науково-експертний фармакопейний центр», 2001. – 531 с.
3. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія: підручник: для студ. вищ. фармац. навч. закл. і фармац. ф-тів вищ. мед.навч. закл. III–IV рівнів акредитації / За заг. ред. П.О. Безуглого.– Вінниця: НОВА КНИГА, 2008.– 560 с.
4. Ніжник Г.П. Фармацевтична хімія /Г.П. Ніжник. – К.: Медицина, 2010. – 352 с.
5. Кулешова М.И. Анализ лекарственных форм изготовляемых в аптеках / М.И. Кулешова, Л.Н. Гусева, О.К. Сивицкая. – М.: Медицина, 1989. – 288 с.
6. Архипова А.В. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии / А.В. Архипова, Л.И. Коваленко, А.Н. Кочерга и др. – М.: Медицина, 1978. – 360 с.
7. Максютин Н.П. Анализ фармацевтических препаратов и лекарственных форм / Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Ф.А. Митченко и др. – К.: Здоров'я, 1976. –247 с.
8. Максютин Н.П. Методы анализа лекарств /Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Л.А. Кириченко, Ф.А. Митченко. – К.: Здоров'я, 1984. – 224 с.

ЗМІСТ

ВСТУП.....	5
ОБЛАДНАННЯ РОБОЧОГО МІСЦЯ ТА ОСНОВНІ ПРИЙОМИ РОБОТИ В ХІМІЧНІЙ ЛАБОРАТОРІЇ.....	6
Заняття № 1. Визначення фізичних властивостей лікарських препаратів..	8
Заняття № 2. Визначення фізичних властивостей лікарських препаратів (продовження).....	20
Заняття № 3. Визначення справжності та чистоти води очищеної «in bulk» H ₂ O	26
Заняття № 4. Аналіз розчину водню пероксиду 3 % (Solutio hydrogenii peroxydi diluta 3 %) H ₂ O ₂	29
Заняття № 5. Аналіз розчину натрію хлориду (Solutio Natrii chloridi) 0,9 % (ізотонічний), 10 % для ін'єкцій в ампулах по 10 см ³ № 10 NaCl.....	30
Заняття № 6. Аналіз розчину глюкози (Solutio glucosi) 5 %, 10 %, 25 %, 40 % у флаконах 200,0 см ³ для інфузій.....	32
Заняття № 7. Аналіз таблеток кислоти аскорбінової (Tabulettae acidi ascorbinici) 100 мг.....	34
Заняття № 8. Аналіз розчину натрію тетраборату і натрію гідрокарбонату (Solutio Borax et Natrii hydrocarbonas) по 0,1 г, води 10,0 см ³	36
Заняття № 9. Аналіз мазі ртуті амідохлориду (Hydrargyri amidochloridum) 2,0 г, кислоти борної (Acidi boricum) 0,2 г, ланоліну (Lanolini) 20,0 г, вазеліну (Vaselini) до 50,0 г.....	38
Заняття № 10. Аналіз квіток ромашки (Flores Chamomillae) 100,0 г у пачках.....	41
ПРИГОТУВАННЯ РЕАКТИВІВ.....	44
ЛІТЕРАТУРА.....	56

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
«Харківський політехнічний інститут»

Навчально-науковий інститут хімічних технологій та інженерії

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

до практичних занять з курсу
«Контроль якості у виробництві фармацевтичних препаратів»

для студентів спеціальності
226 «Фармація, промислова фармація»

Харків
2021

Навчальне видання

Методичні вказівки

до практичних занять з курсу
«Контроль якості у виробництві фармацевтичних препаратів»
для студентів спеціальності
226 «Фармація, промислова фармація»

Укладачі:

ОВСЯННІКОВА Тетяна Олександрівна
АНАН'ЄВА Валерія Вікторівна
ПЕТРОВ Сергій Олександрович

Відповідальний за випуск *В.В. Анан'єва*
Роботу до видання рекомендував *Є.О. Посохов*

Підписано до друку 07.12.2021 р. Формат 60*90/16
Гарнітура Times New Roman. Папір офсетний.
Друк – цифровий. Ум. друк. арк. 3,69
Наклад 50 прим. Зам. № 141202

Видавець ТОВ «ПЛАНЕТА-ПРІНТ»
м. Харків, 61002, вул. Багалія, 16
свідоцтво суб'єкта видавничої справи ДК № 4568 від 17.06.2013 р.

Виготовлювач ФОП Черняк Л.О.
м. Харків, 61002, вул. Багалія, 16
Свідоцтво № 2400000000079553 від 16.05.2007 р.