

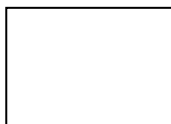
МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
ХЕРСОНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ  
Факультет природознавства, здоров'я людини і туризму  
Кафедра органічної та біологічної хімії

**Речицький О.Н., Решнова С.Ф.,  
Сидоренко О.В., Кот С.Ю., Філіппова В.А.**

# **АНАЛІЗ ЛІКАРСЬКИХ ПРЕПАРАТІВ**

*лабораторний практикум*

Херсон – 2017



УДК 615.2/3:615.07(076.5)

ББК 52.8

Р46

Рекомендовано Вченою радою Херсонського державного університету  
(протокол № 4 від 31.10.2016 р.)

**Автори:**

<i>Речицький Олександр Наумович</i>	кандидат хімічних наук, доцент кафедри органічної та біологічної хімії Херсонського державного університету
<i>Решнова Світлана Федорівна</i>	кандидат педагогічних наук, доцент кафедри органічної та біологічної хімії Херсонського державного університету
<i>Сидоренко Олександр Вікторович</i>	кандидат фармацевтичних наук, доцент кафедри органічної та біологічної хімії Херсонського державного університету
<i>Кот Сергій Юрійович</i>	викладач кафедри органічної та біологічної хімії Херсонського державного університету
<i>Філіппова Валентина Анатоліївна</i>	завідувач аптеки, провізор-спеціаліст з фаху “Організація і управління фармацією”, спеціаліст вищої кваліфікаційної категорії зі спеціальності “Аналітично-контрольна фармація”

**Рецензенти:**

*С.В. Залевський*, заступник директора аптечної мережі ТОВ “Інфініті Еліт”, викладач Херсонського базового медичного коледжу

*М.В. Шевряков*, доцент кафедри загальної та неорганічної хімії Херсонського державного університету, кандидат біологічних наук

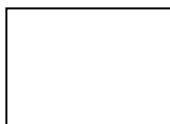
**Р 46** Аналіз лікарських препаратів: лабораторний практикум/ Речицький О.Н., Решнова С.Ф., Сидоренко О.В., Кот С.Ю., Філіппова В.А. – Херсон : ХДУ, 2017. – 84 с.

Практикум містить лабораторні роботи, які охоплюють аналіз різних груп лікарських препаратів. Велика увага приділена формуванню у студентів вмінь та навичок самостійної роботи.

Практикум призначений для студентів напряму підготовки Хімія\*, спеціалізація “Аналітичний контроль за станом навколишнього середовища, харчових продуктів та лікарських препаратів”.

УДК 615.2/3:615.07(076.5)  
ББК 52.8

© Речицький О.Н., 2017  
© Решнова С.Ф., 2017  
© Сидоренко О.В., 2017  
© Кот С.Ю., 2017  
© Філіппова В.А., 2017



## ЗМІСТ

<b>ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ І СКРОЧЕНЬ .....</b>	<b>5</b>
<b>ВСТУП.....</b>	<b>6</b>
<b>Заняття № 1.</b> Організація роботи і охорона праці в лабораторії фармацевтичної хімії.....	7
<b>Заняття № 2.</b> Визначення фізичних властивостей лікарських препаратів .....	18
<b>Заняття № 3.</b> Визначення фізичних властивостей лікарських препаратів (продовження).....	28
<b>Аналіз препаратів неорганічної природи .....</b>	<b>33</b>
<b>Заняття № 4.</b> Визначення справжності та чистоти води очищеної “in bulk” .....	33
<b>Заняття № 5.</b> Аналіз розчину водню пероксиду 3 % (Solutio hydrogenii peroxudi diluta 3 %) .....	35
<b>Заняття № 6.</b> Аналіз розчину натрію хлориду (Solutio Natrii chloridi) 0,9 % (ізотонічний), 10 % для ін’єкцій в ампулах по 10 см <sup>3</sup> № 10 .....	36
<b>Аналіз препаратів органічної природи .....</b>	<b>38</b>
<b>Заняття № 7.</b> Аналіз розчину глюкози (Solutio glucosi) 5 %, 10 %, 25 %, 40 % у флаконах 200,0 см <sup>3</sup> для інфузій.....	38
<b>Заняття № 8.</b> Аналіз таблеток кальцію глюконату (Tabulettae Calcii gluconatis) по 500 мг.....	40
<b>Заняття № 9.</b> Аналіз розчину фурациліну (Solutio Furacilini) (нітрофуралу, Nitrofurali) (1:5000) 500,0 см <sup>3</sup> для зовнішнього застосування .....	42
<b>Заняття № 10.</b> Аналіз розчину новокаїну (Novocainum) 0,25 %, 0,5 %, 1 % та 2 % для ін’єкцій по 10,0 см <sup>3</sup> .....	43
<b>Заняття № 11.</b> Аналіз таблеток левоміцетину (Tabulettae Laevomysetini) 0,25 і 0,5 г .....	45
<b>Заняття № 12.</b> Аналіз таблеток кислоти аскорбінової (Tabulettae acidi ascorbinici) 100 мг .....	47
<b>Заняття № 13.</b> Аналіз розчину амідопіріну (Solutio Amidopyrini) 0,25 %, 0,5 %, 1 %, 2 % .....	49
<b>Аналіз рідких лікарських форм .....</b>	<b>51</b>
<b>Заняття № 14.</b> Аналіз розчину натрію тетраборату і натрію гідрокарбонату (Solutio Borax et Natrii hydrocarbonas) по 0,1 г, води 10,0 см <sup>3</sup> .....	51
<b>Заняття № 15.</b> Аналіз розчину амонію броміду і калію броміду (Solutio Ammonii bromidi et Kalii bromidi) по 2,0 г, води 100,0 см <sup>3</sup> .....	53
<b>Заняття № 16.</b> Аналіз розчину фурациліну (Solutio Furacilini) 0,02 % і дикаїну (Solutio Dicaini) 0,25 %.....	55
<b>Заняття № 17.</b> Аналіз розчину Люголю (Solutio Lugoli) (йоду 1 г, калію йодиду 2 г, гліцерину 94 г, води 3 см <sup>3</sup> ) .....	58

<b>Аналіз сухих (порошкових) лікарських форм.....</b>	<b>60</b>
<b>Заняття № 18.</b> Аналіз таблеток тіаміну броміду (Thiaminum bromidum) 0,003 г, рибофлавіну (Riboflavinum) 0,003 г, цукру (Saccharum) 0,2 г.....	60
<b>Аналіз мазей.....</b>	<b>63</b>
<b>Заняття № 19.</b> Аналіз мазі кислоти саліцилової (Unguentum salicilicum) 2 % .....	63
<b>Заняття № 20.</b> 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.....	64
<b>Аналіз лікарських форм з природної сировини .....</b>	<b>66</b>
<b>Заняття № 21.</b> Аналіз квіток ромашки (Flores Chamomillae) 100,0 г у пачках .....	66
<b>Заняття № 22.</b> Аналіз риб'ячого жиру (Oleum jecoris Aselli) .....	68
<b>Аналіз лікарських форм, що виготовляються в аптеках .....</b>	<b>71</b>
<b>Заняття № 23.</b> Аналіз натрію броміду (Natrii bromidi) 2 г, магнію сульфату (Magnesii sulfatis) 5 г, розчину глюкози (Solutio glucose) 20 % 200 см <sup>3</sup> .....	71
<b>ПРИГОТУВАННЯ РЕАКТИВІВ.....</b>	<b>75</b>
<b>РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА.....</b>	<b>84</b>

## Перелік умовних позначень і скорочень

ДФУ – Державна фармакопея України

ГФ X – Государственная фармакопея СССР 10 издание

НАД – нормативно-аналітична документація

НТД – нормативно-технічна документація

*PO* – вихідні стандартні речовини для встановлення титру титрованих розчинів в об'ємному аналізі ДФУ

*P* – речовина або розчин, зазначені в статті “Реактиви” ДФУ

IUPAC (ІЮПАК) – International Union of Pure and Applied Chemistry (Міжнародна спілка теоретичної та практичної хімії)

*w* – масова частка, %

*C(X)* – молярна концентрація, моль/дм<sup>3</sup>

*C(1/z X)* – молярна концентрація еквівалента, моль/дм<sup>3</sup>

*ρ(X)* – масова концентрація, г/дм<sup>3</sup>

*pH* – показник йонів Гідрогену (водневий показник)

д.л.р. – дуже легко розчинний

л.р. – легко розчинний

р. – розчинний

п.р. – помірно розчинний

м.р. – мало розчинний

д.м.р. – дуже мало розчинний

п.н. – практично нерозчинний

ppm – одна частина на мільйон частин

*R<sub>f</sub>* – відношення шляху, пройденого речовиною, до шляху, пройденого фронтом розчинника

## 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.

Основними вимогами фармакопейного аналізу є: специфічність, точність та експресність.

Практикум містить 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 практикумі, охоплюють індивідуальні лікарські засоби синтетичного, а також рослинного походження та різноманітні лікарські форми (сухі та рідкі форми, мазі).

В залежності від об'єкту аналіз лікарських речовин може бути різноманітним, чим і пояснюється різноманітність методів, що використовуються: фізичні, хімічні, фізико-хімічні тощо.

В основу лабораторного практикуму покладено напівмікрометод, який має незаперечні переваги: скорочується час проведення аналізу, економно витрачаються реактиви та зразки фармацевтичних препаратів.

До кожного лабораторного заняття наведені: мета, завдання, питання для самопідготовки, перелік літератури, обладнання і реактиви, хід роботи, який включає методики проведення дослідів, рівняння реакцій, формули розрахунків, довідковий матеріал, висновки про якість препарату. У практикумі наведений перелік необхідних реактивів та рекомендації до їх приготування.

З метою досягнення однотиповості і узгодженості між назвами окремих речовин у практикумі назви ліків використовуються у відповідності до ДФУ, а назви реагентів – до номенклатури IUPAC. Скорочення, розчинники, титровані розчини, індикатори, реактиви, температура водяної бані тощо наведені у відповідності до ДФУ.

З метою оптимізації розрахунків у всіх розрахункових формулах використовуються однакові позначення величин.

У ДФУ не розмежовується молярна концентрація (молярність) і молярна концентрація еквівалента (нормальність), що створює певні складності у приготуванні і використанні розчинів. Для усунення виявленого недоліку виникла потреба чітко вказувати спосіб вираження вмісту розчиненої речовини у розчині. Тому у практикумі використовуються наступні способи вираження вмісту розчиненої речовини у розчині:

- масова частка ( $w$ , %);
- молярна концентрація ( $C(x)$ , моль/дм<sup>3</sup>);
- молярна концентрація еквівалента ( $C(1/z x)$ , моль/дм<sup>3</sup>);
- масова концентрація ( $\rho(x)$ , г/дм<sup>3</sup>).

В зв'язку з введенням у дію системи СІ використовуються наступні одиниці вимірювання об'єму – см<sup>3</sup>, дм<sup>3</sup> (замість мл, л).

Виконання лабораторного практикуму сприятиме поглибленому засвоєнню теоретичного матеріалу та формуванню експериментальних вмінь самостійної роботи з аналізу лікарських препаратів.

## Заняття № 1

### Організація роботи і охорона праці в лабораторії фармацевтичної хімії

**Мета:** Ознайомитися з організацією роботи і основними правилами охорони праці.

**Завдання:**

1. Ознайомитися з обладнанням робочого місця та основними прийомами роботи в лабораторії фармацевтичної хімії.
2. Ознайомитися з правилами охорони праці.
3. Ознайомитися з організацією роботи студентів в лабораторії фармацевтичної хімії.

**Питання для самостійної роботи:**

1. Обладнання та прийоми роботи у лабораторії фармацевтичної хімії.
2. Охорона праці при роботі у лабораторії фармацевтичної хімії.

**Література**

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – 556 с.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – 520 с.
3. Ніжник Г.П. Фармацевтична хімія /Г.П. Ніжник. – К.: Медицина, 2010. – С. 32-35, 37.
4. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія /П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2006. – С. 34-37.
5. Кулешова М.И. Анализ лекарственных форм изготовляемых в аптеках / М.И. Кулешова, Л.Н. Гусева, О.К. Сивицкая. – М.: Медицина, 1989. – С. 8-12.
6. Пассет Б.В. Практикум по техническому анализу и контролю в производстве химико-фармацевтических препаратов и антибиотиков /Б.В. Пассет, М.А. Антипов. – М.: Просвещение, 1981. – С. 18-27.
7. Архипова А.В. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии /А.В. Архипова, Л.И. Коваленко, А.Н. Кочерга и др.– М.: Медицина, 1978. – С. 4-10.

**Хід роботи**

*1. Обладнання робочого місця та основні прийоми роботи у лабораторії фармацевтичної хімії*

*1.1. 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 тетрахлокарбоні та інші отруйні речовини і речовини, які мають неприємний запах, зберігають у витяжній шафі.

*1.2. Основні прийоми роботи в хімічній лабораторії*

У лабораторії студенти дуже часто виконують наступні операції.

*Очищення та миття посуду.* Після закінчення дослідів весь посуд необхідно очистити та вмити. 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 луку. 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 фармацевтичної хімії 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 неприємний запах, слід зважувати у витяжній шафі!



## 2. Правила охорони праці при роботі в лабораторії

Ознайомитися на стор. 18-27 [6].

## 3. Організація роботи студентів

### 3.1. Вимоги до підготовки до лабораторного заняття:

- а) ознайомитися з темою, метою і завданням заняття;
- б) відповісти на питання самопідготовки, користуючись рекомендованою літературою;
- в) оформити лабораторний зошит.

Підготовка до кожного лабораторного заняття проводиться студентами дома або у бібліотеці за підручниками, лекційними записами та за методичними рекомендаціями до лабораторних занять.

При підготовці до лабораторних занять та при їх проведенні студенти повинні вести записи у спеціальному зошиті – лабораторному журналі. У лабораторному журналі відмічаються дата, номер лабораторного заняття, тема, мета роботи, номер та назва досліду, план виконання досліду: хімізм процесу, умови його проведення, кількість реактивів, розрахунки кількості реактивів (якщо треба), усі спостереження та зміни, короткий висновок, який пояснює спостереження.

При записі техніки досліду не слід дослівно переписувати текст навчального посібника. Треба скласти план проведення досліду, навчитися використовувати власні чіткі формулювання. Записи повинні бути лаконічними.

### 3.2. Виконання лабораторної роботи

Метою дослідження лікарських препаратів є встановлення їх якості, яка повинна відповідати вимогам ДФУ (та іншій НТД), тобто встановлення придатності їх для медичного застосування або для використання у виробництві з цих препаратів лікарських форм. Об'єктами дослідження можуть бути як хіміко-фармацевтичні препарати, так і їх лікарські форми, а також речовини рослинного і тваринного походження.

В залежності від об'єкта, який аналізують, повинен бути обраний шлях та намічений план дослідження. При дослідженні відомих лікарських засобів необхідно складати план аналізу, ґрунтуючись на вимогах ДФУ, а також іншої технічної документації.

Основна документація, яка регламентує дослідження речовин, визначає встановлення: фізичних властивостей, справжності та доброякісності, включаючи і визначення кількісного вмісту.

Визначення фізичних властивостей лікарських препаратів в залежності від об'єкта можуть включати: визначення агрегатного стану, смаку, запаху, розчинності, *pH* розчину, коефіцієнта заломлення (рефракція), питомого кута обертання.

Справжність об'єкта, що досліджується, повинна бути доведена в першу чергу за допомогою тих реакцій, які наведені у ДФУ (або в документах, що її замінюють), з неодмінним дотриманням усіх умов, що вказані в цих джерелах, так як ці умови найбільш підходять для одержання позитивних результатів. Сюди відносяться реакції на окремі катіони та аніони, на характеристичні групи і класи сполук та ін. З цією метою можуть бути також використані різноманітні фізичні константи.

Звичайний план дослідження лікарських засобів:

1. Зовнішній вигляд: колір, прозорість. Перевірка відповідності етикетки пропису ліків.
2. Органолептичний контроль: запах, смак.
3. Перевірка загальної маси (або об'єму) та маси розділених доз порошків.
4. Визначення окремих інгредієнтів, які входять до складу лікарської форми.

Контроль якості лікарських засобів (препаратів) здійснюється за трьома головними напрямками:

- 1) на справжність;
- 2) на виявлення домішок та їх відповідність гранично допустимим нормам;
- 3) кількісне визначення речовини, що досліджується.

Аналіз повинен проводитися за всіма пунктами ДФУ або іншої нормативної документації. Ніякого скорочення аналізу не допускається. Як правило, кількісне визначення виконується у двох паралельних пробах. Якщо по закінченні аналізу з'ясується, що

результати паралельних проб різняться не більше, ніж це допускається інструкцією, то з двох результатів визначається середнє; у протилежному випадку аналіз необхідно повторити.

### 3.2.1. Визначення справжності

Аналіз лікарської форми, яка складається з одного інгредієнту, простий та зводиться до проведення специфічної реакції на даний інгредієнт.

Дуже часто до складу лікарського засобу входять декілька компонентів, що викликає певні труднощі при їх ідентифікації. Складність аналізу лікарських сумішей пов'язана з тим, що один інгредієнт часто заважає відкриттю іншого за різними причинами: а) два або декілька інгредієнтів можуть реагувати з одним і тим же реактивом; б) іноді препарат неможливо виявити характерною для нього реакцією у зв'язку з тим, що речовина, яка виділяється в результаті реакції, вступає у взаємодію з іншим компонентом лікарського засобу.

У вказаних випадках часто приходиться розділяти компоненти за допомогою води, органічних розчинників (етер, хлороформ та ін.), кислот, лугів.

Однак метод розділення лікарської суміші трудомісткий та тривалий, у зв'язку з чим дуже важливо використовувати реакції, що дозволяють провести ідентифікацію одного компонента у присутності іншого, а в деяких випадках використовувати можливість визначення справжності двох і більше інгредієнтів одним реактивом або однією реакцією. Для цього використовують наступні можливості: а) реактив, що додають, взаємодіє спочатку з одним інгредієнтом, а потім з другим; б) реактив, що додають, реагує одночасно з двома інгредієнтами, забарвлюючи водний шар та шар органічного розчинника у різні кольори; в) реактив, що додають, реагуючи з одним з інгредієнтів лікарської суміші, утворює реактив на другий компонент; г) часто при додаванні реактивів для ідентифікації одного компоненту відкривають послідовно інші компоненти лікарської суміші.

### 3.2.2. Кількісний аналіз інгредієнтів

Кількісне визначення лікарської форми складається з декількох етапів:

- 1) розрахунку маси або об'єму суміші, необхідної для аналізу;
- 2) дослідження вмісту інгредієнтів з використанням хімічних та інструментальних методів аналізу;
- 3) розрахунку результатів аналізу.

#### 3.2.2.1. Розрахунок маси лікарської форми для аналізу

Якщо аналізується рідка лікарська форма, то найзручніше спочатку розрахувати вміст речовини, яку визначають, у лікарській формі об'ємом  $1 \text{ см}^3$  або масою  $1 \text{ г}$ , та поділивши масу, що знайшли, на титр, визначити, який об'єм титрованого розчину буде витрачено на титрування:

$$V_{1\text{теор.}}(\text{титрант}) = \frac{m(A)}{T},$$

де  $V_{1\text{теор.}}(\text{титрант})$  – об'єм розчину титранту, теоретично витраченого на титрування досліджуваного розчину об'ємом  $1 \text{ см}^3$ ,  $\text{см}^3$ ;

$T$  – титр розчину титранту,  $\text{г}/\text{см}^3$ ;

$m(A)$  – маса лікарської форми в досліджуваному розчині об'ємом  $1 \text{ см}^3$ ,  $\text{г}$ .

Далі необхідно визначити масу лікарської форми для аналізу та розрахувати теоретичний об'єм титрованого розчину ( $V_{\text{теор.}}(\text{титрант})$ ), що може бути витрачений на титрування:

$$V_{\text{теор.}}(\text{титрант}) = V(\text{л.ф.}) \cdot V_{1\text{теор.}}(\text{титрант}),$$

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

Наважку лікарської форми на сумарне титрування компонентів суміші розраховувати аналогічно: спочатку визначити вміст кожного компонента у мікстурі об'ємом  $1 \text{ см}^3$ , поділити на відповідний титр та скласти одержані об'єми.

При аналізі порошкових лікарських форм зручно розраховувати об'єм титрованого розчину, який буде витрачений на титрування того або іншого компонента, що міститься в одному порошку.

### 3.2.2.2. Титрування компонентів лікарської суміші

В залежності від того, який об'єм титрованого розчину може бути витрачений за розрахунком, титрування проводять або з полумікробюреток, або з бюреток. Для одержання точних результатів необхідно правильно вибрати індикатор та додавати його у відповідній кількості, наприклад, до розчину, який титрують, об'ємом 10-20 см<sup>3</sup> необхідно додати: розчин метилового оранжевого або метилового червоного об'ємом 1 крапля, розчин фенолфталеїну об'ємом 5-7 крапель, розчин залізоамонійних галунів об'ємом 15-20 крапель, розчин крохмалю об'ємом 1-2 см<sup>3</sup> і т.д.

### 3.2.2.3. Розрахунок вмісту компонентів у лікарських формах

Враховуючи, що дуже розведені розчини мають густину, яка приблизно дорівнює 1 г/см<sup>3</sup>, в експресному методі аналізу можна використовувати спрощені формули розрахунку:

$$w(A) = \frac{V(\text{титрант}) \cdot K \cdot T \cdot 100}{m(n)} ;$$

$$m(A) = \frac{V(\text{титрант}) \cdot K \cdot T \cdot m(\text{л.ф.})}{m(n)} ;$$

$$w(A) = \frac{(V_1 K_1 - V_2 K_2) \cdot T_1 \cdot 100}{m(n)} ;$$

$$m(A) = \frac{(V_1 K_1 - V_2 K_2) \cdot T_1 \cdot m(\text{л.ф.})}{m(n)} ;$$

$$w(A) = \frac{V(\text{титрант}) \cdot K \cdot T \cdot 100}{V(n)} ;$$

$$m(A) = \frac{V(\text{титрант}) \cdot K \cdot T \cdot V(\text{м.к.}) \cdot 100}{V(n) \cdot V(a)} ;$$

$$w(A) = \frac{V(\text{титрант}) \cdot K \cdot T \cdot 100}{V(n)} ;$$

$$m(A) = \frac{V(\text{титрант}) \cdot K \cdot T \cdot V(\text{м.к.}) \cdot 100}{V(n) \cdot V(a)} ;$$

$$w(A) = \frac{(V_1 K_1 - V_2 K_2) \cdot T_1 \cdot 100}{V(n) \cdot V(a)} ;$$

$$m(A) = \frac{(V_1 K_1 - V_2 K_2) \cdot T_1 \cdot V(\text{м.к.}) \cdot 100}{V(n) \cdot V(a)} ;$$

$$w(A) = \frac{(V_1 K_1 - V_2 K_2) \cdot T_1 \cdot V(\text{м.к.}) \cdot 100}{V(n) \cdot V(a)} ;$$

$$m(A) = \frac{(V_1 K_1 - V_2 K_2) \cdot T_1 \cdot V(\text{м.к.}) \cdot 100}{V(n) \cdot V(a)} ;$$

де V(титрант) – об'єм розчину титранту, витраченого на титрування досліджуваного розчину, см<sup>3</sup>;

K – коефіцієнт поправки;

T – титр розчину титранту, г/см<sup>3</sup>;

m(л.ф.) – загальна маса лікарської форми, г;

V(л.ф.) – загальний об'єм лікарської форми, см<sup>3</sup>;

m(n) – маса наважки, г;

V(n) – об'єм досліджуваного розчину, см<sup>3</sup>;

V<sub>1</sub> – об'єм розчину титранту, який додають у надлишку, см<sup>3</sup>;

V<sub>2</sub> – об'єм розчину титранту, витраченого на титрування досліджуваного розчину, см<sup>3</sup>;

V(м.к.) – ємність мірної колби, см<sup>3</sup>;

V(a) – об'єм аликвоти досліджуваного розчину, см<sup>3</sup>.

Під час використання титриметричного методу аналізу може виникнути потреба проводити контрольний дослід. У разі прямого титрування вміст визначуваної речовини розраховують з урахуванням контрольного дослідження за формулами:

$$w(A) = \frac{(V_{\text{о.д.}} - V_{\text{к.д.}}) \cdot K \cdot T_1 \cdot 100}{m(\text{н})}; \quad w(A) = \frac{(V_{\text{о.д.}} - V_{\text{к.д.}}) \cdot K \cdot T_1 \cdot 100}{V(\Pi)}; \quad (9)$$

$$m(A) = \frac{(V_{\text{о.д.}} - V_{\text{к.д.}}) \cdot K \cdot T_1 \cdot m(\text{л.ф.})}{m(\text{н})}; \quad m(A) = \frac{(V_{\text{о.д.}} - V_{\text{к.д.}}) \cdot K \cdot T_1 \cdot V(\text{л.ф.})}{V(\Pi)}; \quad (10)$$

де  $V_{\text{о.д.}}$  – об'єм розчину титранту, витраченого на титрування досліджуваного розчину,  $\text{см}^3$  (основний дослід);

$V_{\text{к.д.}}$  – об'єм розчину титранту, витраченого на титрування контрольного дослідження,  $\text{см}^3$ .

У разі зворотнього титрування з урахуванням контрольного дослідження розрахунки здійснюють за формулою:

$$w(A) = \frac{(V_{\text{к.д.}} - V_{\text{о.д.}}) \cdot K \cdot T_1 \cdot 100}{m(\text{н})}; \quad w(A) = \frac{(V_{\text{к.д.}} - V_{\text{о.д.}}) \cdot K \cdot T_1 \cdot 100}{V(\Pi)}; \quad (11)$$

$$m(A) = \frac{(V_{\text{к.д.}} - V_{\text{о.д.}}) \cdot K \cdot T_1 \cdot m(\text{л.ф.})}{m(\text{н})}; \quad m(A) = \frac{(V_{\text{к.д.}} - V_{\text{о.д.}}) \cdot K \cdot T_1 \cdot V(\text{л.ф.})}{V(\Pi)}; \quad (12)$$

де  $V_{\text{к.д.}}$  – об'єм розчину другого титранту, витраченого на титрування контрольного дослідження,  $\text{см}^3$ ;

$V_{\text{о.д.}}$  – об'єм розчину другого титранту, витраченого на титрування основного дослідження,  $\text{см}^3$ .

З метою спрощення розрахунків в експресному методі аналізу використовуються так звані фактори титрування ( $\Phi$ ).

Для визначення масової частки фактор титрування розраховують за формулою:

$$\Phi = \frac{T \cdot 100}{m(\text{н})};$$

Для визначення маси препарату ( $\Gamma$ ) фактор титрування розраховують за формулою:

$$\Phi = \frac{\Gamma \cdot m(\text{л.ф.})}{m(\text{н})};$$

При використанні фактора титрування розрахунок результатів зводиться до помноження фактора на об'єм титранту, який був витрачений на титрування:

$$w(A) = V(\text{титрант}) \cdot \Phi; \quad m(A) = V(\text{титрант}) \cdot \Phi \quad (15)$$

В деяких випадках надлишок реактиву визначають в частині фільтрату після фільтрування від осаду. Якщо надлишок титранту визначають у частині об'єму, то кількість препарату розраховують за формулами:

$$w(A) = \frac{[V_{\text{над.}}(\text{титрант}) - nV(\text{титрант})] \cdot K \cdot T \cdot 100}{m(\text{н})};$$

$$m(A) = \frac{[V_{\text{над.}}(\text{титрант}) - nV(\text{титрант})] \cdot K \cdot T \cdot m(\text{л.ф.})}{m(\text{н})};$$

$$m(A) = \frac{[V_{\text{над.}}(\text{титрант}) - nV(\text{титрант})] \cdot K \cdot T \cdot V(\text{л.ф.})}{V(\Pi)}; \quad (17)$$

де  $V_{\text{над.}}(\text{титрант})$  – об'єм розчину титранту, який додають у надлишку,  $\text{см}^3$ ;

$V(\text{титрант})$  – об'єм розчину титранту, витраченого на титрування певного об'єму фільтрату досліджуваного розчину,  $\text{см}^3$ ;

$n$  – у скільки разів зменшений об'єм аналізованого розчину.

Якщо до складу лікарської суміші входить декілька компонентів, то ті інгредієнти, які можна визначити роздільно, титрують прийнятими для них методами та їх вміст у лікарській формі розраховують за наведеними раніше формулами. Інгредієнти, які роздільно неможливо визначити, титрують разом з іншими компонентами, а їх вміст потім розраховують за різницею:

$$w(A) = \frac{[V(\text{титрант}) - V_1(\text{титрант})] \cdot K \cdot T \cdot 100}{m(n)} ;$$
$$w(A) = \frac{[V(\text{титрант}) - V_1(\text{титрант})] \cdot K \cdot T \cdot 100}{V(\pi)} ; \quad (18)$$

$$m(A) = \frac{[V(\text{титрант}) - V_1(\text{титрант})] \cdot K \cdot T \cdot m(\text{л.ф.})}{m(n)} ;$$
$$m(A) = \frac{[V(\text{титрант}) - V_1(\text{титрант})] \cdot K \cdot T \cdot V(\text{л.ф.})}{V(\pi)} ; \quad (19)$$

де  $V(\text{титрант})$  – об'єм розчину титранту, витраченого на титрування декількох інгредієнтів,  $\text{см}^3$ ;

$V_1(\text{титрант})$  – об'єм розчину титранту, витраченого на титрування одного з інгредієнтів,  $\text{см}^3$ .

Якщо для визначення одного інгредієнта і на сумарне визначення компонентів суміші взято різні маси або об'єми, то для розрахунку вмісту другого компонента їх необхідно привести до однієї маси або об'єму. Вміст другого компонента розраховують за формулами:

$$m(A) = \frac{\left[ V(\text{титрант}) - \frac{V_1(\text{титрант}) \cdot m(\text{сум.})}{m(\text{інгр.})} \right] \cdot K \cdot T \cdot m(\text{л.ф.})}{m(\text{сум.})} ;$$
$$m(A) = \frac{\left[ V(\text{титрант}) - \frac{V_1(\text{титрант}) \cdot V(\text{сум.})}{V(\text{інгр.})} \right] \cdot K \cdot T \cdot V(\text{л.ф.})}{V(\text{сум.})} ; \quad (20)$$

де  $V(\text{титрант})$  – об'єм розчину титранту, витраченого на титрування обох компонентів масою  $m(\text{сум.})$  або в об'ємі  $V(\text{сум.})$ ,  $\text{см}^3$ ;

$V_1(\text{титрант})$  – об'єм розчину титранту, витраченого на визначення одного компонента масою  $m(\text{інгр.})$  або в об'ємі  $V(\text{інгр.})$ ,  $\text{см}^3$ ;

$m(\text{сум.})$  – маса зразку для сумарного визначення компонентів, г;

$V(\text{сум.})$  – об'єм зразку для сумарного визначення компонентів,  $\text{см}^3$ ;

$m(\text{інгр.})$  – маса зразку для визначення другого компонента, г;

$V(\text{інгр.})$  – об'єм зразку для визначення другого компонента,  $\text{см}^3$ ;

$T$  – титр речовини, що розраховується за різницею,  $\text{г}/\text{см}^3$ .

#### 3.2.2.4. Розрахунок результатів дослідження і встановлення похибки

При кількісному визначенні або дослідженні з чисельно заданими межами кількості речовини, необхідної для проведення аналізу, кількість вказують приблизно (в дійсності вона може відхилитися в межах  $\pm 10\%$  від вказаного). Необхідно взяти точну наважку аналізованої речовини або відмірити її будь-яким іншим способом (об'єм речовини) та усі розрахунки проводити для цієї точної кількості. Якщо межі дослідження задані не чисельно, а визначаються шляхом порівняння зі стандартом при тих же умовах, для дослідження

потрібно використовувати точно вказані кількості речовини. Реактиви також потрібно використовувати у точно вказаних кількостях.

Якщо значення маси або об'ємів не використовують у подальших розрахунках, то точність їх відмірювання або зважування повинна співпадати з вказаною точністю у фармакопейній статті.

Точність вимірювання необхідно позначати числом десятинних знаків після коми даного числового значення. Точність зважування повинна бути  $\pm 5$  одиниць після останньої вказаної цифри, наприклад, наважку 0,25 г слід розуміти як таку, що знаходиться в інтервалі від 0,245 до 0,255 г. Об'єми відмірюють наступним чином. Якщо після коми стоїть 0 або число, яке закінчується 0 (наприклад, 10,0 см<sup>3</sup> або 0,50 см<sup>3</sup>) необхідний об'єм відміряють за допомогою піпетки, мірної колби або бюретки. В останніх випадках можна використовувати калібровані мірний циліндр або градуйовану піпетку. Мікролітри відмірюють за допомогою мікропіпетки або мікрошприца.

Точна наважка означає зважування на аналітичних терезах з похибкою  $\pm 0,0002$  г. Якщо не вказана точна наважка і точність зважування не задана числом десятинних знаків, то наважку слід зважувати з похибкою  $\pm 0,01$  г. При визначенні маси в грамах з точністю більше чотирьох десятинних знаків потрібно використовувати аналітичні терези.

При всіх кількісних визначеннях результат розраховують з точністю на два десятинних знака більше, ніж число десятинних знаків, які вказані у фармакопейній статті, якщо це дозволено з точки зору точності методу. Потім цифри округлюють до вказаного в межах кількості значущих цифр (якщо немає інших вказівок). При цьому останню цифру збільшують на одиницю, якщо цифра, що відкидається при округленні, більше або дорівнює п'яти. Якщо цифра, що відкидається при округленні, менше п'яти, останню цифру залишають незмінною.

Для встановлення похибки визначення (вимірювання) необхідно розрахувати абсолютну та відносну похибки визначення (вимірювання).

*Абсолютною похибкою визначення ( $\Delta x$ )* називають відхилення результату аналітичного визначення від істинного значення вимірюваної величини:

$$\Delta x_i = x_i - \mu \text{ або } \Delta x = x - \mu$$

де  $\mu$  – істинне значення вимірюваної величини;

$x_i$  або  $x$  – аналітичне визначення величини.

Абсолютна похибка має знак і одиниці вимірювання величини  $x$ .

*Відотною похибкою визначення ( $\delta$ )* називають відношення абсолютної похибки до істинного значення вимірюваної величини:

$$\delta = \frac{\Delta x_i}{\mu} \cdot 100 \%$$

Відносна похибка не має знака.

Норми допустимих відхилень при виготовленні ліків наведені в таблицях 1.1-1.7.

Таблиця 1.1 – Допустимі відхилення при дозуванні окремих доз, у тому числі порошків

Вказана маса, г	Відхилення, %
до 0,1	$\pm 15$
від 0,1 до 0,3	$\pm 10$
від 0,3 до 1	$\pm 5$
від 1 до 10	$\pm 3$
від 10 до 100	$\pm 3$
від 100 до 250	$\pm 2$
більше 250	$\pm 0,3$

Таблиця 1.2 – Допустимі відхилення маси окремих інгредієнтів в порошках, супозиторіях і пілюлях

Вказана маса, г	Відхилення, %
до 0,02	± 20
від 0,02 до 0,05	± 15
від 0,005 до 0,2	± 10
від 0,2 до 0,3	± 8
від 0,3 до 0,5	± 6
від 0,5 до 1	± 5
від 1 до 2	± 4
від 2 до 5	± 3
від 5 до 10	± 2
більше 10	± 1

Таблиця 1.3 – Допустимі відхилення в загальному об'ємі рідких лікарських форм при виготовленні ваговооб'ємним способом

Вказаний об'єм, см <sup>3</sup>	Відхилення, %
до 10	± 10
від 10 до 20	± 8
від 20 до 50	± 4
від 50 до 150	± 3
від 150 до 200	± 2
більше 200	± 1

Таблиця 1.4 – Допустимі відхилення маси окремих інгредієнтів в рідких лікарських формах при виготовленні ваговооб'ємним способом

Вказана маса, г	Відхилення, %
до 0,02	± 20
від 0,02 до 0,1	± 15
від 0,1 до 0,2	± 10
від 0,2 до 0,5	± 8
від 0,5 до 0,8	± 7
від 0,8 до 1	± 6
від 1 до 2	± 5
від 2 до 5	± 4
більше 5	± 3

Таблиця 1.5 – Допустимі відхилення маси окремих інгредієнтів в рідких лікарських формах при виготовленні ваговим способом та в мазях

Вказана маса, г	Відхилення, %
до 0,1	± 20
від 0,1 до 0,2	± 15
від 0,2 до 0,3	± 12
від 0,3 до 0,5	± 10
від 0,5 до 0,8	± 8
від 0,8 до 1	± 7
від 1 до 2	± 6
від 2 до 10	± 5
більше 10	± 3

Таблиця 1.6 – Допустимі відхилення в загальному об’ємі рідких лікарських форм при виготовленні ваговим способом

Вказаний об’єм, см <sup>3</sup>	Відхилення, %
до 10	± 10
від 10 до 20	± 8
від 20 до 50	± 5
від 50 до 150	± 3
від 150 до 200	± 2
більше 200	± 1

Таблиця 1.7 – Допустимі відхилення в загальній масі мазей

Вказаний об’єм, см <sup>3</sup>	Відхилення, %
до 5	± 15
від 5 до 10	± 10
від 10 до 20	± 8
від 20 до 30	± 7
від 30 до 50	± 5
від 50 до 100	± 3
більше 100	± 2

### 3.3. Вимоги до проведення лабораторної роботи:

а) знати правила охорони праці при виконанні певних дослідів; б) здійснити досліди; в) записати спостереження, зробити висновки; г) здати оформлений звіт викладачу за 10-15 хв до кінця заняття; отримати оцінку чи залік; д) здати робоче місце черговому, який дозволяє студенту бути вільним.

Перед початком роботи в лабораторії необхідно одержати та підготувати все необхідне обладнання і матеріали. Реактиви розміщуються на полках лабораторних столів та у витяжній шафі.

Під час проведення дослідів на робочому місці не повинно бути нічого зайвого, необхідно підтримувати на ньому чистоту та порядок.

Деякі досліди необхідно проводити у витяжній шафі, про що зроблені відповідні вказівки у техніці експерименту. По закінченні роботи студенти перевіряють розташування реактивів, здають лаборанту одержані реактиви, матеріали та обладнання, ретельно миють посуд та прибирають робоче місце.

Особливу увагу необхідно звернути на запис спостережень: відмічати зміну забарвлення, випадіння та розчинення осаду, появу характерного запаху та ін., а також на лаконічність висновків. Висновки повинні пояснювати спостереження. Правильно зроблені висновки на основі дослідів або групи дослідів говорять про засвоєння теоретичного матеріалу по даній темі і набуття інтелектуальних вмінь. Спостереження і короткі висновки студенти записують при проведенні дослідів в лабораторії, усі інші записи робляться попередньо при підготовці до лабораторного заняття.

Нижче наводиться зразок оформлення роботи у лабораторному журналі.



Зразок оформлення у лабораторному журналі роботи з дослідження якості лікарських препаратів:

### Заняття № 6

#### Аналіз розчину натрію хлориду 0,9 % (ізотонічний), 10 % для ін'єкцій в ампулах по 10 см<sup>3</sup> № 10

**Мета:** Сформуванню вміння виконувати аналіз розчину натрію хлориду 0,9 % для ін'єкцій.

Назва дослідження, рівняння реакції, техніка виконання	Спостереження	Висновки
<p>1. Визначення фізичних властивостей розчину натрій хлориду (кольору, прозорості, смаку, запаху)</p> <p>2. Визначення середнього об'єму ізотонічного розчину</p> <p>3. Ідентифікація</p> <p>3.1. Реакція на натрій-іон</p> <p>До розчину об'ємом 2 см<sup>3</sup> (одержаного після випаровування препарату об'ємом 10 см<sup>3</sup>) додати розчин калій карбонату об'ємом 2 см<sup>3</sup> і нагріти до кипіння.</p> <p>До розчину додати розчин калій піроантимонату Р об'ємом 4 см<sup>3</sup> і нагріти до кипіння, потім охолодити у льодяній воді і, якщо необхідно, потерти внутрішні стінки пробірки скляною паличкою:</p> $\text{Na}^+ + \text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_4] \longrightarrow \text{Na}[\text{Sb}(\text{OH})_4] \downarrow + \text{K}^+$ <p>4. Кількісне визначення натрій хлориду</p> <p>Препарат об'ємом 10 см<sup>3</sup> помістити в колбу ємністю 100 см<sup>3</sup> і титрувати розчином аргентум нітрату [(C1/1AgNO<sub>3</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>] до оранжево-жовтого забарвлення (індикатор – розчин калій хромат):</p> $\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- \longrightarrow \text{AgCl} \downarrow$ <p>Концентрацію розчину розрахувати за формулою:</p> $w(\text{NaCl}) = \frac{V(\text{AgNO}_3) \cdot K \cdot T \cdot 100}{V(\text{п})(\text{NaCl})}$ $T(\text{AgNO}_3/\text{NaCl}) = 0,005844 \text{ г/см}^3.$	<p>Безбарвний прозорий розчин, без запаху, смак – солонуватий.</p> <p><math>V_1 = 249 \text{ см}^3, V_2 = 250 \text{ см}^3, V_3 = 250 \text{ см}^3</math></p> <p>Осад не утворюється.</p> <p>Утворюється густий осад білого кольору.</p> <p>При титруванні з'являється оранжеве забарвлення, яке не зникає протягом 1 хв.</p> <p>Об'єм розчину AgNO<sub>3</sub>, витрачений на титрування:  <math>V_1 = 15,5 \text{ см}^3, V_2 = 15,6 \text{ см}^3, V_3 = 15,5 \text{ см}^3, V_{\text{сер.}} = 15,53 \text{ см}^3</math></p> $w(\text{NaCl}) = \frac{15,53 \cdot 0,9900 \cdot 0,005844 \cdot 100}{10} = 0,89 \%$ <p>Абсолютна похибка:  <math>\Delta x = 0,9 - 0,89 = 0,01</math>  Відносна похибка  <math>\delta = \frac{0,9 - 0,89}{0,9} \cdot 100 = 1,11 \%</math></p>	<p>Досліджуваний розчин відповідає вимогам.</p> <p><math>V_{\text{сер.}} = 249,6 \text{ см}^3</math></p> <p>Досліджуваний розчин містить натрій-іон.</p> <p>Вміст натрій хлориду у розчині складає 0,89 %.</p>

Після виконання всіх запланованих дослідів необхідно зробити висновок про відповідність препарату вимогам нормативної документації за наведеною схемою:

*Назва препарату в редакції ДФУ*  
 Розчин натрію хлориду 0,9 % (ізотонічний)  
*Молекулярна формула NaCl*  
*Структурна формула.*  
*Інші назви*

Показники якості	Контроль лікарських препаратів	
	Результати дослідження	Вимоги ДФУ або іншої нормативної документації
1. Характеристика зовнішнього вигляду		
а) колір	безбарвний	безбарвний
б) запах	без запаху	без запаху
в) прозорість	прозорий розчин	прозорий розчин
г) смак	солонуватий	солонуватий
2. Загальна маса або об'єм лікарського препарату	249,6 см <sup>3</sup>	250 см <sup>3</sup>
3. Розчинність		-
4. Ідентифікація		
а) реакція на натрій-іон	+	+
б) реакція на хлориди	+	+
5. Випробування на чистоту		
а)		-
б)		-
6. Кількісні показники		
а) масова частка NaCl	0,89 %	0,9 %
б)		

**Загальний висновок:** розчин натрію хлориду 0,9 % (ізотонічний) в склянках об'ємом 250 см<sup>3</sup> відповідає вимогам ДФУ.

## Заняття № 2

### Визначення фізичних властивостей лікарських препаратів

**Мета:** 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.

**Питання для самостійної підготовки:**

1. Методи визначення запаху, температури кипіння, температури плавлення, розчинності, лужності та кислотності препаратів.

## Література

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – С. 5, 25-28, 74-75, 311-484.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – С. 9, 281-486.

### Обладнання та реактиви:

аналітичні терези, технохімічні терези, мікроскопи, прилад для простої перегонки, прилад для визначення температури плавлення, термометри, бюкси, градуйовані піпетки ємністю 1 см<sup>3</sup>, 2 см<sup>3</sup>, 5 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup>, 25 см<sup>3</sup>, прості піпетки ємністю 50 см<sup>3</sup>, мірні циліндри ємністю 50 см<sup>3</sup>, 100 см<sup>3</sup>, 250 см<sup>3</sup>, шприци, конічні колби з притертою скляною пробкою ємністю 50 см<sup>3</sup>, 100 см<sup>3</sup>, 250 см<sup>3</sup>, годинникові скельця (діаметр 6-8 см), капіляри, скляні трубки, гумові кільця, кип'ятильники, розчин хлоридної кислоти [C(HCl) = 0,02 моль/дм<sup>3</sup>], розчин хлоридної кислоти [C(HCl) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup>], розчин натрій гідроксиду [C(NaOH) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>], розчин натрій гідроксиду [C(NaOH) = 0,02 моль/дм<sup>3</sup>], розчин натрій гідроксиду [C(NaOH) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup>], розчин магній сульфату [w(MgSO<sub>4</sub>) = 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(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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 амофною, 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 обгрунтованою 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 2.1.

При цьому жодна індивідуальна маса не повинна відхилитися від середньої маси на величину, що у два рази перевищує значення, зазначене в таблиці 2.1.

#### *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.

Таблиця 2.1 – Допустимі відхилення у масі одиниці дозованого лікарського засобу

<b>Лікарська форма</b>	<b>Середня маса, мг</b>	<b>Припустиме відхилення, %</b>
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 пєсарії	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 порошоків для парентерального застосування випробування проводять, як описано нижче.

#### *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 [ $w(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 96\%$ ], 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 2.2.

Таблиця 2.2 – 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 й 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 см<sup>3</sup>*

Відібрати шість контейнерів: п'ять для проведення випробування і один для обполіскування використовуваних шприца й голки. Вибрати шприц ємністю не більший за подвійний вимірюваний об'єм і насадити підхожу 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 см<sup>3</sup> і більше*

Відібрати шість контейнерів: п'ять для проведення випробування і один для обполіскування використовуваних шприца й голки. Вибрати шприц ємністю не більший за подвійний вимірюваний об'єм і насадити підхожу 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 й 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 2.3.

Таблиця 2.3 – Надлишковий об'єм

Номінальний об'єм, см <sup>3</sup>	Надлишковий об'єм, см <sup>3</sup>	
	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).

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 см<sup>3</sup> помістити випробовувану рідину об'ємом 20 см<sup>3</sup> і кілька шматочків пористого матеріалу (кип'ятильників).

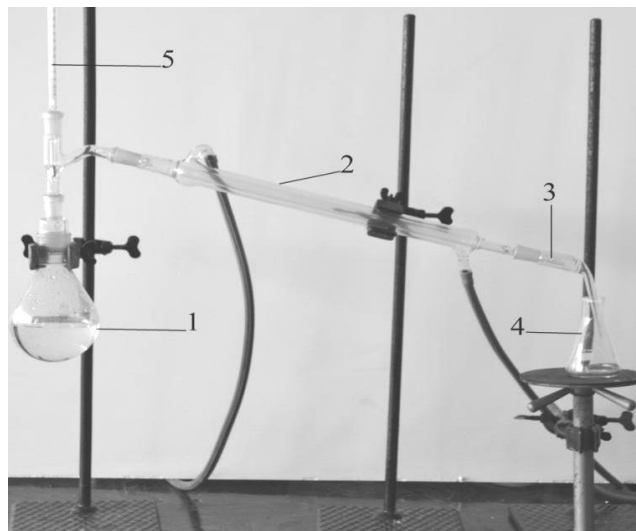


Рис. 2.1. Прилад для простої перегонки:  
1 – колба Вюрца; 2 – холодильник; 3 – алонж; 4 – приймач; 5 – термометр.

Рідину в колбі швидко довести до кипіння і відзначити температуру ( $T_2$ ), при якій рідина починає надходити з відповідної трубки в холодильник.

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

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

де  $T_1$  – температура кипіння з урахуванням поправки, °С;  
 $T_2$  – температура кипіння при барометричному тиску  $P$ , °С;  
 $P$  – барометричний тиск під час перегонки, кПа;  
 $k$  – коефіцієнт поправки (табл. 2.4).

Таблиця 2.4 – 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. 2.2), 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.

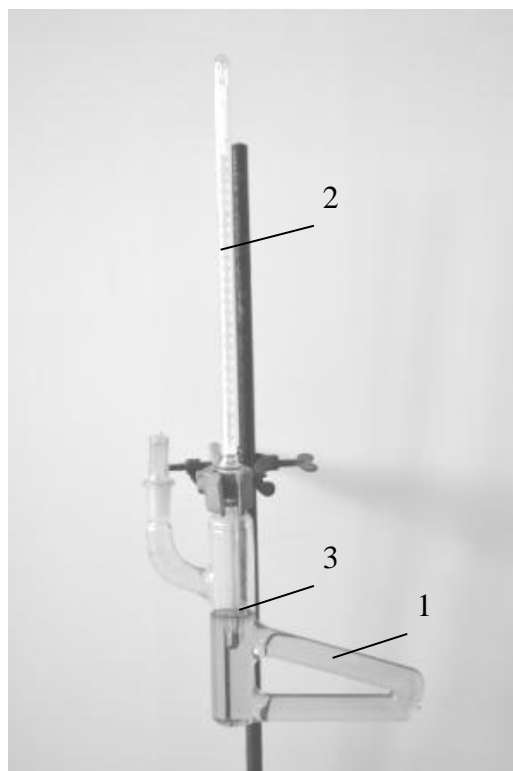


Рис. 2.2. Прилад для визначення температури плавлення:  
1 – прилад Тіле; 2 – термометр; 3 – капіляр.

Для проведення роботи використовують прилад, зображений на рисунку 2.2. Залежно від температури плавлення досліджуваної речовини прилад наповнюють різними рідинами: при температурі плавлення 150-200 °С – гліцеролом ( $T_{\text{кип.}} 290\text{ °С}$ ), 200-300 °С – концентрованою сульфатною кислотою ( $T_{\text{кип.}} 338\text{ °С}$ ) 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*

Препарати: кислоти саліцилова, бензойна, ацетилсаліцилова.

*Зробити висновок.*

#### *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. 2.5).

Таблиця 2.5 – Умовні терміни розчинення

Умовні терміни	Об'єм розчинника (см <sup>3</sup> ) 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 витрачалося води не більше 100 см<sup>3</sup>, а органічних розчинників – не більше 10-20 см<sup>3</sup>.

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*

Наважку резорцинолу масою 1,0 г помістити у конічну колбу ємністю 50 см<sup>3</sup> і додати воду об'ємом 1 см<sup>3</sup>, струсити. Препарат повинен розчинитися.

Наважку резорцинолу масою 1,0 г помістити у конічну колбу ємністю 50 см<sup>3</sup>, додати гліцерол об'ємом 10 см<sup>3</sup>, струсити і додати ще гліцерол об'ємом 20 см<sup>3</sup> (всього 30 см<sup>3</sup>). 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 см<sup>3</sup> і додати хлороформ спочатку об'ємом 5 см<sup>3</sup>, а потім хлороформ об'ємом 45 см<sup>3</sup> до максимального об'єму 50 см<sup>3</sup>. Струшувати протягом 1-2 хв і спостерігати за розчиненням новокаїну.

*Зробити висновок.*

#### *Завдання. Дослідити розчинність препарату, розчинного у воді*

Наважку борної кислоти масою 1,0 г помістити у конічну колбу ємністю 50 см<sup>3</sup> і додати воду об'ємом 10 см<sup>3</sup>, струсити. Препарат частково розчиняється. Додати ще воду об'ємом 15 см<sup>3</sup> до максимального об'єму 25 см<sup>3</sup>, струсити до повного розчинення борної кислоти.

Наважку борної кислоти масою 1,0 г помістити у конічну колбу ємністю 50 см<sup>3</sup> і додати гліцерол об'ємом 7 см<sup>3</sup>, нагріти суміш на водяній бані до температури 30 °С. Охолодити до температури 20 °С та спостерігати за розчиненням.

*Зробити висновок.*

*Завдання. Дослідити розчинність препарату, нерозчинного у воді*

Наважку магній оксиду масою 0,02 г помістити у конічну колбу ємністю 250 см<sup>3</sup> і додати воду об'ємом 200 см<sup>3</sup>. Струшувати протягом 1-2 хв і спостерігати за розчиненням магній оксиду.

Наважку магній оксиду масою 0,5 г помістити у конічну колбу ємністю 50 см<sup>3</sup> і додати розчин розведеної хлоридної кислоти об'ємом 5 см<sup>3</sup>, струсити. Потім додати ще розчин розведеної хлоридної кислоти об'ємом 10 см<sup>3</sup> (до максимального загального об'єму – 15 см<sup>3</sup>). Струшувати протягом 1-2 хв спостерігати за розчиненням магній оксиду.

*Зробити висновок.*

Результати дослідження розчинності порівняти з даними таблиці 2.6.

Таблиця 2.6 – Розчинність деяких лікарських препаратів згідно ДФУ та ГФХ

Найменування препарату	H <sub>2</sub> O	H <sub>2</sub> O (кипляча)	Спирт	Етер	Хлоро-форм	NaOH (р-н)	HCl розв.	Гліце-рол	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.		р.	п.н.	р.				

#### 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 *pH*, 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. 2.7).

*Приклад визначення кислотності або лужності*

Розчин магnezії сірчаноокислої [*w*(MgSO<sub>4</sub>) = 10 %] об'ємом 5 см<sup>3</sup> помістити у пробірку,

Таблиця 2.7 – Інтервали  $pH$  і зміни кольору індикаторів

Назва індикатора	Інтервал $pH$ переходу кольору	Зміна кольору
Метиловий 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
Метиловий фіолетовий	1,5-3,2	зелений – фіолетовий
Диметиловий жовтий	3,0-4,0	червоний – жовтий
Метиловий 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
Метиловий 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
$\alpha$ -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

додати воду об'ємом  $5 \text{ см}^3$  і розчин фенолфталеїну [ $w(\text{ф-ф}) = 1 \%$ ] об'ємом 2 краплі. Розчин повинен бути безбарвним. Знайти за таблицею 2.7 “Інтервали  $pH$  і зміни кольору індикаторів”  $pH$  досліджуваного розчину.

Спостереження: розчин безбарвний.

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

Додати до розчину магnezії з фенофталеїном 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  $pH$  нижче, ніж допускається.

*Завдання. Визначити кислотність або лужність натрій хлориду*

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

*Зробити висновок.*

*Завдання. Визначити кислотність або лужність нафтизину*

Наважку нафтизину масою 0,2 г помістити у конічну колбу ємністю 50 см<sup>3</sup>, розчинити у свіжопрочищеної і охолодженій воді об'ємом 20 см<sup>3</sup> 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 [С(НСl) = 0,05 моль/см<sup>3</sup>] об'ємом не більше 0,1 см<sup>3</sup> і спостерігати зміну забарвлення.

Якщо при додаванні індикатора з'явиться червоне забарвлення, то додати розчин натрій гідроксиду [С(NaOH) = 0,05 моль/см<sup>3</sup>] об'ємом не більше 0,1 см<sup>3</sup> і спостерігати зміну забарвлення.

*Зробити висновок.*

### Заняття № 3

#### Визначення фізичних властивостей лікарських препаратів (продовження)

**Мета:** Сформувані 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.

#### Питання для самостійної підготовки:

1. Методи визначення прозорості та каламутності рідин.
2. Методи визначення забарвлення рідин.
3. Методи визначення однорідності мазей.

#### Література

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – С. 15-17.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – 520 с.
3. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія /П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2006. – С. 61-65.
4. Ніжник Г.П. Фармацевтична хімія /Г.П. Ніжник. – К.: Медицина, 2010. – С. 21-23, 26-27.
5. Кулешова М.И. Анализ лекарственных форм изготавливаемых в аптеках / М.И. Кулешова, Л.Н. Гусева, О.К. Сивицкая. – М.: Медицина, 1989. – С. 18.
6. Пассет Б.В. Практикум по техническому анализу и контролю в производстве химико-фармацевтических препаратов и антибиотиков /Б.В. Пассет, М.А. Антипов. – М.: Просвещение, 1981. – С. 37-40.

#### Обладнання та реактиви:

аналітичні терези, мірні колби ємністю 100 см<sup>3</sup> зі скляною притертою пробкою, мірні колби ємністю 1000 см<sup>3</sup>, градуйовані піпетки ємністю 1 см<sup>3</sup>, 2 см<sup>3</sup>, 5 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup>, 25 см<sup>3</sup>, прості піпетки ємністю 20 см<sup>3</sup>, 50 см<sup>3</sup>, мірні циліндри ємністю 100 см<sup>3</sup>, конічні колби з притертою скляною пробкою ємністю 250 см<sup>3</sup>, бюкси, пробірки з безбарвного прозорого нейтрального скла з плоским дном зовнішнім діаметром 12 мм, предметні скельця, розчин натрій тіосульфату [С(1/2Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], концентрована хлоридна кислота, розведений розчин сульфатної кислоти, розведений розчин оцтової кислоти, розчин натрій гідроксиду Р [ρ(NaOH) = 300 г/дм<sup>3</sup>], ферум(III) хлорид гексагідрат (FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O), калій йодид (KI), мідний купорос (CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O), кобальт(II) хлорид гексагідрат Р (CoCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O), 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 см<sup>3</sup>, розчинити у воді Р і довести об'єм розчину водою Р до 100 см<sup>3</sup>. Розчин витримати протягом 4-6 год.

**Розчин гексаметилентетраміну.** Гексаметилентетрамін Р масою 2,5 г розчинити у воді Р об'ємом 25 см<sup>3</sup> у колбі ємністю 100 см<sup>3</sup> зі скляною притертою пробкою.

**Вихідна суспензія.** Розчин гідразин сульфату об'ємом 25 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> помістити у мірну колбу ємністю 1000 см<sup>3</sup> і довести водою до позначки. Термін придатності основної суспензії – 24 години.

**Еталони.** Приготування еталонів проводити відповідно до таблиці 3.1.

Таблиця 3.1 – Еталони прозорості

	Еталон			
	I	II	III	IV
Основна суспензія, см <sup>3</sup>	5,0	10,0	30,0	50,0
Вода Р, см <sup>3</sup>	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, оранжевий, 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 ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) масою 46 г помістити у мірну колбу ємністю 1000 см<sup>3</sup> і розчинити у суміші кислота хлоридна – вода Р (25 : 975) об'ємом 900 см<sup>3</sup>. 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 см<sup>3</sup> дорівнювала 45,0 мг. Розчин зберігати у захищеному від світла місці.

### Визначення концентрації

Одержаний розчин об'ємом 10 см<sup>3</sup> помістити в конічну колбу з притертою скляною пробкою ємністю 250 см<sup>3</sup>, додати воду Р об'ємом 15 см<sup>3</sup>, кислоту хлоридну Р об'ємом 5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> і йод, що виділиться, титрувати розчином натрій тіосульфату [C(1/2Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], додати наприкінці титрування розчин крохмалю Р [w(крохмаль) = 1 %] об'ємом 0,5 см<sup>3</sup>.

$$T(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3/\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 0,02703 \text{ г/см}^3.$$

**2. Червоний розчин.** Кобальт(II) хлорид гексагідрат Р (CoCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O) масою 60 г помістити у мірну колбу ємністю 1000 см<sup>3</sup> і розчинити у суміші кислота хлоридна – вода Р (25 : 975) об'ємом 900 см<sup>3</sup>. 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 см<sup>3</sup> дорівнювала 59,5 мг.

### Визначення концентрації

Одержаний розчин об'ємом 5 см<sup>3</sup> помістити в конічну колбу з притертою скляною пробкою ємністю 250 см<sup>3</sup>, додати розведений розчин гідроген пероксиду Р об'ємом 5 см<sup>3</sup> і розчин натрій гідроксиду Р [ρ(NaOH) = 300 г/дм<sup>3</sup>] об'ємом 10 см<sup>3</sup>. Обережно кип'ятити 10 хв, охолодити і додати розведений розчин сульфатної кислоти об'ємом 60 см<sup>3</sup> 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<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], додати наприкінці титрування розчин крохмалю Р [w(крохмаль) = 1 %] об'ємом 0,5 см<sup>3</sup>. Титрувати до блідо-рожевого забарвлення.

$$T(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3/\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 0,02379 \text{ г/см}^3.$$

**3. Блакитний розчин.** Мідний купорос Р масою 63 г помістити у мірну колбу ємністю 1000 см<sup>3</sup> і розчинити у суміші кислота хлоридна – вода Р (25 : 975) об'ємом 900 см<sup>3</sup>. 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<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O в розчині об'ємом 1 см<sup>3</sup> дорівнювала 62,4 мг.

### Визначення концентрації

Одержаний розчин об'ємом 10 см<sup>3</sup> помістити в конічну колбу з притертою скляною пробкою ємністю 250 см<sup>3</sup>, додати воду Р об'ємом 50 см<sup>3</sup>, розведений розчин оцтової кислоти Р об'ємом 12 см<sup>3</sup> 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<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], додати наприкінці титрування розчин крохмалю Р [w(крохмаль) = 1 %] об'ємом 0,5 см<sup>3</sup>. Титрувати до блідо-коричневого забарвлення.

$$T(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3/\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,02497 \text{ г/см}^3.$$

### Основні розчини

П'ять основних розчинів готувати з використанням трьох вихідних розчинів згідно таблиці 3.2.

Таблиця 3.2 – Основні розчини

Основний розчин	Об'єм, см <sup>3</sup>			
	Жовтий розчин	Червоний розчин	Блакитний розчин	Розчин хлоридної кислоти (10 г/дм <sup>3</sup> )
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 як зазначено у таблицях 3.3 – 3.7.

Таблиця 3.3 – Еталони шкали В

Об'єм, см <sup>3</sup>		
Еталон	Основний розчин В	Розчин хлоридної кислоти (10 г/дм <sup>3</sup> )
В <sub>1</sub>	75,0	25,0
В <sub>2</sub>	50,0	50,0
В <sub>3</sub>	37,5	62,5
В <sub>4</sub>	25,0	75,0
В <sub>5</sub>	12,5	87,5
В <sub>6</sub>	5,0	95,0
В <sub>7</sub>	2,5	97,5
В <sub>8</sub>	1,5	98,5
В <sub>9</sub>	1,0	99,0

Таблиця 3.4 – Еталони шкали ВУ

Об'єм, см <sup>3</sup>		
Еталон	Основний розчин ВУ	Розчин хлоридної кислоти (10 г/дм <sup>3</sup> )
ВУ <sub>1</sub>	100,0	0,0
ВУ <sub>2</sub>	75,0	25,0
ВУ <sub>3</sub>	50,0	50,0
ВУ <sub>4</sub>	25,0	75,0
ВУ <sub>5</sub>	12,5	87,5
ВУ <sub>6</sub>	5,0	95,0
ВУ <sub>7</sub>	2,5	97,5

Таблиця 3.5 – Еталони шкали У

Об'єм, см <sup>3</sup>		
Еталон	Основний розчин У	Розчин хлоридної кислоти (10 г/дм <sup>3</sup> )
У <sub>1</sub>	100,0	0,0
У <sub>2</sub>	75,0	25,0
У <sub>3</sub>	50,0	50,0
У <sub>4</sub>	25,0	75,0
У <sub>5</sub>	12,5	87,5
У <sub>6</sub>	5,0	95,0
У <sub>7</sub>	2,5	97,5

Таблиця 3.6 – Еталони шкали ГУ

Об'єм, см <sup>3</sup>		
Еталон	Основний розчин ГУ	Розчин хлоридної кислоти (10 г/дм <sup>3</sup> )
ГУ <sub>1</sub>	25,0	75,0
ГУ <sub>2</sub>	15,0	85,0
ГУ <sub>3</sub>	8,5	91,5
ГУ <sub>4</sub>	5,0	95,0
ГУ <sub>5</sub>	3,0	97,0
ГУ <sub>6</sub>	1,5	98,5
ГУ <sub>7</sub>	0,75	99,25

Таблиця 3.7 – Еталони шкали R

Об'єм, см <sup>3</sup>		
Еталон	Основний розчин R	Розчин хлоридної кислоти (10 г/дм <sup>3</sup> )
R <sub>1</sub>	100,0	0,0
R <sub>2</sub>	75,0	25,0
R <sub>3</sub>	50,0	50,0
R <sub>4</sub>	37,5	62,5
R <sub>5</sub>	25,0	75,0
R <sub>6</sub>	12,5	87,5
R <sub>7</sub>	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 см<sup>3</sup> порівнювати з водою R, або розчинником, або еталоном об'ємом 2 см<sup>3</sup>, 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 R чи розчинником, або забарвлений не більш інтенсивно, ніж еталон В<sub>9</sub>.

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



# Аналіз препаратів неорганічної природи

## Заняття № 4

### Визначення справжності та чистоти води очищеної “in bulk”

#### H<sub>2</sub>O

**Мета:** Сформувати вміння досліджувати фізичні властивості та визначати чистоту води очищеної.

#### Завдання:

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

#### Питання для самостійної підготовки:

1. Роль води в організмі людини.
2. Методи визначення фізичних властивостей води очищеної.
3. Методи визначення чистоти води очищеної.
4. Умови зберігання води очищеної.

#### Література

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – С. 187.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – С. 306-309.
3. Безуглий П.О. – Фармацевтична хімія /П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2006. – С. 43, 45, 47, 49-50, 54-56, 59-60.
4. Ніжник Г.П. Фармацевтична хімія /Г.П. Ніжник. – К.: Медицина, 2010. – С. 21-27.
5. Пассет Б.В. Практикум по техническому анализу и контролю в производстве химико-фармацевтических препаратов и антибиотиков /Б.В. Пассет, М.А. Антипов. – М.: Просвещение, 1981. – С. 37-40, 49-52.
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. – С. 91-93, 100-103, 105.

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 см<sup>3</sup>, 2 см<sup>3</sup>, 5 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup>, циліндри ємністю 100 см<sup>3</sup>, 200 см<sup>3</sup>, конічні колби ємністю 50 см<sup>3</sup>, 250 см<sup>3</sup>, склянки хімічні ємністю 200 см<sup>3</sup>, пробірки ємністю 20 см<sup>3</sup> з плоским дном, пробірки з боросилікатного скла, чашки кварцові ємністю 100 см<sup>3</sup>, скляні випарювальні чашки, еталонний розчин нітрату (2 ppm NO<sub>3</sub>), еталонний розчин свинцю (1 ppm Pb), еталонний розчин амонію (1 ppm NH<sub>4</sub>), розчин калій перманганату [C(1/5KMnO<sub>4</sub>) = 0,02 моль/дм<sup>3</sup>], розчин натрій едетату [C(1/2C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>8</sub>Na<sub>2</sub>) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>], розчин аргентум нітрату [C(1/1AgNO<sub>3</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], розведений розчин сульфатної кислоти, розведений розчин хлоридної кислоти, розведений розчин нітратної кислоти, розчин калій хлориду [ρ(KCl) = 100 г/см<sup>3</sup>], розчин барій хлориду [ρ(BaCl<sub>2</sub>) = 36,5 г/см<sup>3</sup>], розчин тіоацетаміду [ρ(тіоацетамід) = 40 г/см<sup>3</sup>], лужний розчин калій тетраіодомеркурату, вода Р, амоніачний буферний розчин *pH* 10,0, буферний розчин *pH* 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 см<sup>3</sup> додати розчин метилового червоного об'ємом 0,05 см<sup>3</sup>.

Одержаний розчин не повинен забарвлюватися у червоний колір.

До свіжопрочищеної у пробірці з боросилікатного скла і охолодженої до кімнатної температури субстанції об'ємом  $10 \text{ см}^3$  додати розчин бромтимолового синього об'ємом  $0,1 \text{ см}^3$ .

Одержаний розчин не повинен забарвлюватися у синій колір.

#### 2.2. Визначення речовин, що окиснюються

Помістити у конічну колбу ємністю  $250 \text{ см}^3$  дистильовану воду об'ємом  $100 \text{ см}^3$ , додати розчин розведеної сульфатної кислоти об'ємом  $10 \text{ см}^3$ , розчин калій перманганату [ $\text{C}(\text{KMnO}_4) = 0,02 \text{ моль/дм}^3$ ] об'ємом  $0,1 \text{ см}^3$  і кип'ятити протягом 5 хв.

Розчин має залишатися слабо-рожевим.

#### 2.3. Визначення нітратів (не більше $0,00002 \%$ ( $0,2 \text{ ppm}$ ))

Субстанцію об'ємом  $5 \text{ см}^3$  помістити у пробірку, яка занурена у льодяну баню, додати розчин калій хлориду [ $\rho(\text{KCl}) = 100 \text{ г/см}^3$ ] об'ємом  $0,4 \text{ см}^3$ , розчин дифеніламіну [ $w(\text{дифеніламін}) = 0,1 \%$ ] об'ємом  $0,1 \text{ см}^3$  і по краплях при перемішуванні розчин розведеної сульфатної кислоти вільної від азоту об'ємом  $5 \text{ см}^3$ . Потім пробірку перенести у водяну баню, нагріту до температури  $50 \text{ }^\circ\text{C}$ . 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  $4,5 \text{ см}^3$  та еталонного розчину нітрату ( $2 \text{ ppm NO}_3$ ) об'ємом  $0,5 \text{ см}^3$ .

#### 2.4. Визначення важких металів (не більше $0,00001 \%$ ( $0,1 \text{ ppm}$ ))

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

Паралельно за тих самих умов приготувати еталон, використовуючи замість випробовуваного розчину об'ємом  $12 \text{ см}^3$ , суміш еталонного розчину свинцю ( $1 \text{ ppm}$  або  $2 \text{ ppm Pb}$ ) об'ємом  $10 \text{ см}^3$ , як зазначено в окремій статті, і випробовуваний розчин об'ємом  $2 \text{ см}^3$ .

Приготувати холостий розчин, використовуючи суміш води об'ємом  $10 \text{ см}^3$  і випробовуваного розчину об'ємом  $2 \text{ см}^3$ .

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

#### 2.5. Визначення хлоридів

Субстанцію об'ємом  $10 \text{ см}^3$  помістити у пробірку, додати розведений розчин нітратної кислоти об'ємом  $1 \text{ см}^3$  і розчин аргентум нітрату [ $\text{C}(1/1\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ ] об'ємом  $0,2 \text{ см}^3$ .

Протягом 15 хв не повинно бути видимих змін розчину.

#### 2.6. Визначення вмісту сульфатів

Субстанцію об'ємом  $10 \text{ см}^3$  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  $20 \text{ см}^3$  помістити у конічну колбу ємністю  $50 \text{ см}^3$ , додати розчин калій тетраіодомеркурату об'ємом  $1 \text{ см}^3$ . Через 5 хв забарвлення одержаного розчину має бути не інтенсивнішим забарвлення еталона, приготованого одночасно з випробовуваним розчином додаванням розчину калій тетраіодомеркурату об'ємом  $1 \text{ см}^3$  до суміші еталонного розчину амонію.

Як еталон використовувати розчин, одержаний додаванням до еталонного розчину амонію ( $1 \text{ ppm NH}_4$ ) об'ємом  $10 \text{ см}^3$  води об'ємом  $5 \text{ см}^3$  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<sup>3</sup> помістити у конічну колбу ємністю 200 см<sup>3</sup>, додати амоніачний буферний розчин рН 10,0 об'ємом 2 см<sup>3</sup>, протравний чорний 11 масою 50 мг і розчин натрій едетату [C(C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>8</sub>Na<sub>2</sub>) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>] об'ємом 0,5 см<sup>3</sup>.

З'являється слабо-синє забарвлення.

### 2.9. Визначення сухого залишку

Субстанцію об'ємом 100 см<sup>3</sup> упарити насухо у випарювальній чашці на водяній бані та висушити при температурі 100-105 °С. Маса сухого залишку не повинна перевищувати 1мг (0,001%).

### 3. Висновок про якість води

## Заняття № 5

### Аналіз розчину водню пероксиду 3 % (Solutio hydrogenii peroxydi diluta 3 %)

#### H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

**Мета:** 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.

#### Питання для самостійної роботи:

1. Фізіологічна роль і застосування водню пероксиду.
2. Реакції ідентифікації водню пероксиду.
3. Методи кількісного визначення водню пероксиду.
4. Метод перманганатометрії.

#### Література

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – 556 с.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – С. 309-311.
3. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія /П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2006. – С. 85-87.
4. Ніжник Г.П. Фармацевтична хімія /Г.П. Ніжник. – К.: Медицина, 2010. – С. 50-52.
5. Кулешова М.И. Анализ лекарственных форм изготавливаемых в аптеках / М.И. Кулешова, Л.Н. Гусева, О.К. Сивицкая. – М.: Медицина, 1989. – С. 238-239.
6. Пассет Б.В. Практикум по техническому анализу и контролю в производстве химико-фармацевтических препаратов и антибиотиков /Б.В. Пассет, М.А. Антипов. – М.: Просвещение, 1981. – С. 37-40.
7. Архипова А.В. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии / А.В. Архипова, Л.И. Коваленко, А.Н. Кочерга и др. – М.: Медицина, 1978. – С. 233-235.
8. Максютин Н.П. Анализ фармацевтических препаратов и лекарственных форм / Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Ф.А. Митченко и др. – К.: Здоров'я, 1976. – С. 67.
9. Мелентьева Г.А. Фармацевтическая химия /Г.А. Мелентьева. – М.: Медицина, 1968. – С. 54-58.

#### Обладнання та реактиви:

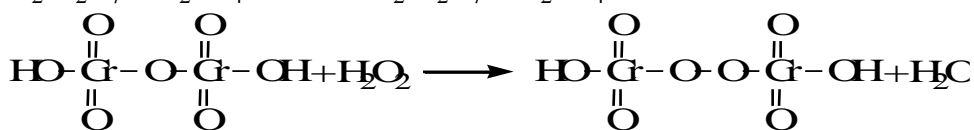
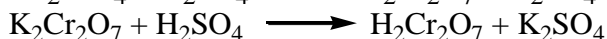
аналітичні терези, мірні колби ємністю 100 см<sup>3</sup>, бюретки ємністю 25 см<sup>3</sup>, піпетки ємністю 1 см<sup>3</sup>, 2 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup>, конічні колби ємністю 100 см<sup>3</sup>, пробірки ємністю 20 см<sup>3</sup>, пробірки з плоским дном, бюкси, розчин калій перманганату [C(1/5 KMnO<sub>4</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], розведений розчин сульфатної кислоти, розчин калій дихромату [ρ(K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) = 50 г/дм<sup>3</sup>], 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 см<sup>3</sup> додати розведений розчин сульфатної кислоти об'ємом 0,2 см<sup>3</sup>, етер об'ємом 2 см<sup>3</sup>, розчин калій дихромату [ $\rho(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_4) = 50 \text{ г/дм}^3$ ] об'ємом 0,2 см<sup>3</sup> і перемішати. Шар етеру забарвлюється у синій колір:



### 4. Кількісне визначення водню пероксиду

Відібрати розчин водню пероксиду об'ємом 10 см<sup>3</sup> і зважити його. Зважений розчин кількісно перенести у мірну колбу ємністю 100 см<sup>3</sup> і довести об'єм розчину водою Р до мітки. До одержаного розчину об'ємом 10 см<sup>3</sup> додати розчин розведеної сульфатної кислоти об'ємом 5 см<sup>3</sup> 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:

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

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

$K$  – 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<sup>3</sup>;

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

$m(n)$  – 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

## Заняття № 6

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

**Мета:** Сформувати 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.

**Питання для самостійної роботи:**

1. Фізіологічна та патологічна роль хімічних елементів та їх сполук в організмі людини.
2. Якісні реакції на справжність натрію хлориду.
3. Титриметричні методи кількісного аналізу (методи осадження):
  - а) техніка методу осадження;
  - б) техніка проведення аргентометрії.

### Література

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – С. 236, 290.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – С. 422-424.

3. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія /П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2006. – С. 46-47, 50-51, 76-77.
4. Ніжник Г.П. Фармацевтична хімія /Г.П. Ніжник. – К.: Медицина, 2010. – С. 40-42.
5. Кулешова М.И. Анализ лекарственных форм изготавливаемых в аптеках / М.И. Кулешова, Л.Н. Гусева, О.К. Сивицкая. – М.: Медицина, 1989. – С. 196-198, 231-237.
6. Максютин Н.П. Методы анализа лекарств /Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Л.А. Кириченко, Ф.А. Митченко. – К.: Здоров'я, 1984. – С. 153-154.
7. Пассет Б.В. Практикум по техническому анализу и контролю в производстве химико-фармацевтических препаратов и антибиотиков /Б.В. Пассет, М.А. Антипов. – М.: Просвещение, 1981. – С. 64-72.
8. Архипова А.В. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии / А.В. Архипова, Л.И. Коваленко, А.Н. Кочерга и др. – М.: Медицина, 1978. – С. 91, 100, 243.
9. Максютин Н.П. Анализ фармацевтических препаратов и лекарственных форм / Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Ф.А. Митченко и др. – К.: Здоров'я, 1976. – С. 148-149, 158-159.
10. Мелентьева Г.А. Фармацевтическая химия /Г.А. Мелентьева. – М.: Медицина, 1968. – С. 33-34.

### **Обладнання та реактиви:**

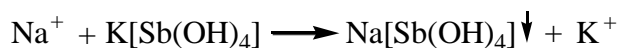
центрифуга, плитки електричні, водяні бані, бюретки ємністю 25 см<sup>3</sup>, піпетки Мора ємністю 10 см<sup>3</sup>, піпетки градуйовані ємністю 1 см<sup>3</sup>, 2 см<sup>3</sup>, 5 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup>, конічні колби ємністю 100 см<sup>3</sup>, пробірки ємністю 20 см<sup>3</sup>, пробірки з плоским дном, скляні палички, фарфорові чашки, фільтрувальний папір, розчин аргентум нітрату [C(1/1AgNO<sub>3</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], розведений розчин нітратної кислоти Р, розчин амоніаку Р, розчин калій карбонату [ρ(K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) = 150 г/дм<sup>3</sup>], розчин аргентум нітрату Р1 [ρ(AgNO<sub>3</sub>) = 42,5 г/дм<sup>3</sup>], 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

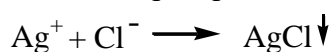
До розчину об'ємом 2 см<sup>3</sup> (одержаного після випаровування препарату об'ємом 10 см<sup>3</sup> у фарфоровій чашці) додати розчин калій карбонату [ρ(K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) = 150 г/дм<sup>3</sup>] об'ємом 2 см<sup>3</sup> і нагріти до кипіння; осад не утворюється.

Розчин препарату об'ємом 1 см<sup>3</sup> помістити у пробірку, додати розчин калій піроантимонату Р об'ємом 4 см<sup>3</sup> і нагріти до кипіння, потім охолодити у льодяній воді і, якщо необхідно, потерти внутрішні стінки пробірки скляною паличкою; утворюється густий осад білого кольору:

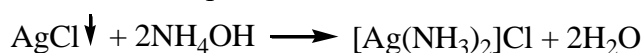


- 3.2. Реакція на хлорид-іони

Розчин об'ємом 2 см<sup>3</sup> помістити у пробірку, підкислити розведеним розчином нітратної кислоти Р, додати розчин аргентум нітрату Р1 [ρ(AgNO<sub>3</sub>) = 42,5 г/дм<sup>3</sup>] об'ємом 0,4 см<sup>3</sup>, перемішати і дати відстоятися; утворюється білий сирнистий осад, який відцентрифугувати і промити трьома порціями води Р об'ємом 1 см<sup>3</sup>. 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 см<sup>3</sup>, додати розчин амоніаку Р об'ємом 1,5 см<sup>3</sup>. Осад швидко розчиняється, допускається наявність декількох крупних часток, які розчиняються повільно:



#### 4. Кількісне визначення натрію хлориду

Препарат об'ємом 10 см<sup>3</sup> помістити в колбу ємністю 100 см<sup>3</sup> і титрувати розчином аргентум нітрату [C(1/1AgNO<sub>3</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>] до оранжево-жовтого забарвлення (індикатор – розчин калій хромату).

Розрахунки провести за формулою:

$$V(\text{AgNO}_3) = \frac{V(\text{п}) \cdot T(\text{AgNO}_3/\text{NaCl})}{K}$$

де V(AgNO<sub>3</sub>) – об'єм розчину аргентум нітрату, витрачений на титрування досліджуваного розчину, см<sup>3</sup>;

K – коефіцієнт поправки;

T – титр розчину аргентум нітрату (T(AgNO<sub>3</sub>/NaCl) = 0,005844 г/см<sup>3</sup>);

V(п) – об'єм досліджуваного розчину, см<sup>3</sup>.

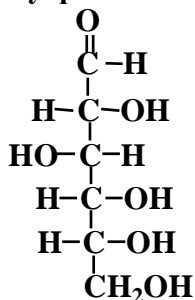
#### 5. Висновок про якість препарату

## Аналіз препаратів органічної природи

### Заняття № 7

#### Аналіз розчину глюкози (Solutio glucosi)

5 %, 10 %, 25 %, 40 % у флаконах 200,0 см<sup>3</sup> для інфузій



**Мета:** Сформувати 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.

#### Питання для самостійної роботи:

1. Фізіологічна та патологічна роль вуглеводів в організмі людини.
2. Якісні реакції на справжність глюкози.
3. Метод рефрактометрії.

#### Література

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – С. 360-361.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – 520 с.
3. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія /П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2006. – С. 68-69, 440-444.
4. Ніжник Г. П. Фармацевтична хімія /Г.П. Ніжник. – К.: Медицина, 2010. – С. 35-36, 223-226.
5. Кулешова М.И. Анализ лекарственных форм изготовляемых в аптеках / М.И. Кулешова, Л.Н. Гусева, О.К. Сивицкая. – М.: Медицина, 1989. – С. 15-18, 243.

6. Максютіна Н.П. Методи аналізу лікарств /Н.П. Максютіна, Ф.Е. Каган, Л.А. Кириченко, Ф.А. Митченко. – К.: Здоров'я, 1984. – С. 5-8.

7. Архіпова А.В. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии /А.В. Архіпова, Л.И. Коваленко, А.Н. Кочерга и др. – М.: Медицина, 1978. – С. 11-14, 113, 115-118.

8. Максютіна Н.П. Анализ фармацевтических препаратов и лекарственных форм / Н.П. Максютіна, Ф.Е. Каган, Ф.А. Митченко и др. – К.: Здоров'я, 1976. – С. 162-163.

9. Мелентьева Г.А. Фармацевтическая химия /Г.А. Мелентьева. – М.: Медицина, 1968. – С. 542-545.

#### Обладнання та реактиви:

рефрактометр, водяні бані, піпетки ємністю 1 см<sup>3</sup>, склянки хімічні ємністю 200 см<sup>3</sup>, пробірки з плоским дном, пробірки ємністю 20 см<sup>3</sup>, реактив Фелінга I і II (№ I – водний розчин купрум сульфату, підкислений сульфатною кислотою, № II – лужний розчин калій-натрій тартрату), вода Р.

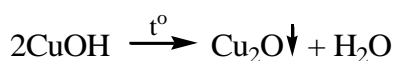
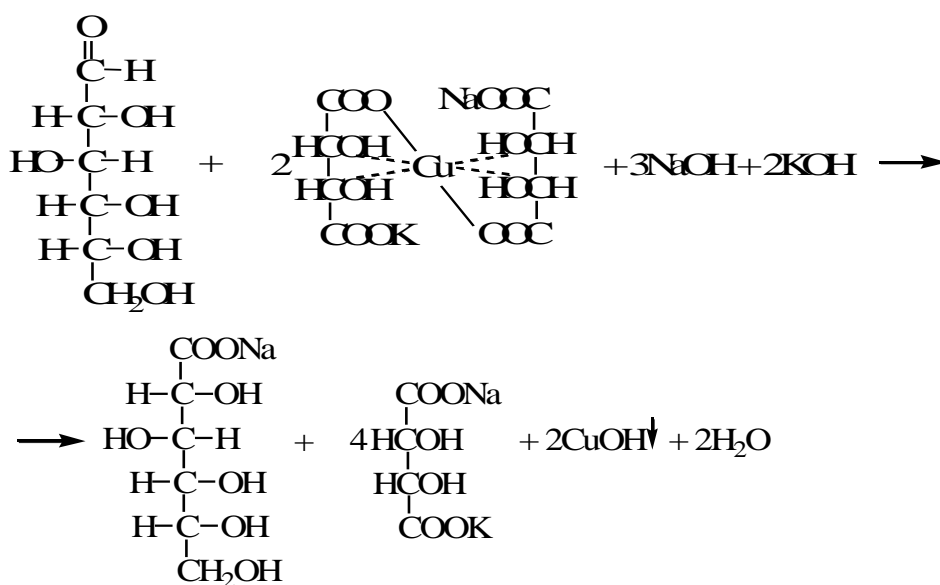
#### Хід роботи

1. Визначення фізичних властивостей розчину глюкози (кольору, прозорості)

2. Визначення об'єму розчину лікарської форми

3. Ідентифікація глюкози

До розчину глюкози об'ємом 1 см<sup>3</sup> додати реактиви Фелінга I і II об'ємами по 1 см<sup>3</sup>, 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:

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

де  $n$  – показник заломлення розчину глюкози;

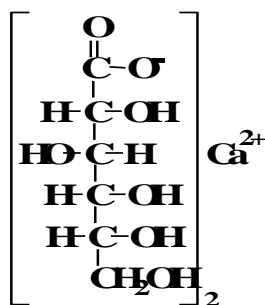
$n_0$  – показник заломлення води очищеної;

$F$  – 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

**Заняття № 8**  
**Аналіз таблеток кальцію глюконату**  
**(Tabulettae Calcii gluconatis)**

по 500 мг



**Мета:** Сформувати вміння виконувати аналіз таблеток кальцію глюконату.

**Завдання:**

1. Визначити фізичні властивості кальцію глюконату.
2. Визначити середню масу таблетки.
3. Провести реакції ідентифікації кальцію глюконату.
4. Визначити вміст кальцію глюконату у таблетках методом комплексонометрії.

**Питання для самостійної роботи:**

1. Фізіологічна роль кальцію в організмі людини і його застосування.
2. Якісні реакції на справжність кальцію глюконату.
3. Метод комплексонометрії.

**Література**

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – С. 379-381.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – 520 с.
3. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія /П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2006. – С. 55-57, 69, 151-152.
4. Ніжник Г.П. Фармацевтична хімія /Г.П. Ніжник. – К.: Медицина, 2010. – С. 227.
5. Кулешова М.И. Анализ лекарственных форм изготавливаемых в аптеках / М.И. Кулешова, Л.Н. Гусева, О.К. Силицкая. – М.: Медицина, 1989. – С. 236-237.
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. – С. 247-251.
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. – С. 97.
8. Мелентьева Г.А. Фармацевтическая химия /Г.А. Мелентьева. – М.: Медицина, 1968. – С. 215-216.

**Обладнання та реактиви:**

аналітичні терези, водяні бані, мірні колби ємністю 100 см<sup>3</sup>, піпетки градуйовані ємністю 1 см<sup>3</sup>, 2 см<sup>3</sup>, 5 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup>, піпетки Мора ємністю 50 см<sup>3</sup>, бюретки ємністю 25 см<sup>3</sup>, конічні колби ємністю 100 см<sup>3</sup>, бюкси для зважування, пробірки з плоским дном, пробірки ємністю 20 см<sup>3</sup>, лійки, паперовий фільтр “біла стрічка”, розчин трилону Б [С1/2(ТрБ) = = 0,05 моль/дм<sup>3</sup>], розчин оцтової кислоти [С(CH<sub>3</sub>COOH) = 2 моль/дм<sup>3</sup>], розведений розчин хлоридної кислоти, розчин амоній оксалату [w(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) = 10 %], розчин ферум(III) хлориду [ρ(FeCl<sub>3</sub>) = 18 г/дм<sup>3</sup>], амоніачний буферний розчин, вода Р, індикатор протравний чорний 11 (індикаторна суміш).

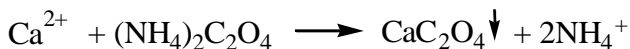
**Хід роботи**

1. Визначення фізичних властивостей кальцій глюконату (кольору, розчинності)
2. Визначення середньої маси таблетки
3. Ідентифікація



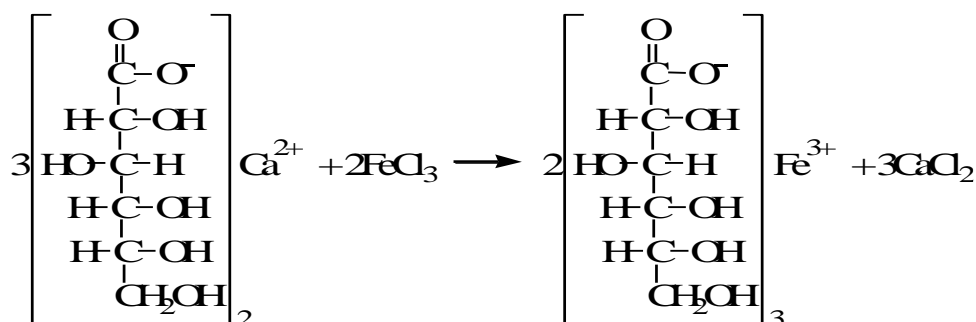
### 3.1. Ідентифікація кальцій-іонів

Порошок розтертих таблеток масою близько 0,08 г розчинити у воді об'ємом 5 см<sup>3</sup> у пробірці при нагріванні на киплячій водяній бані протягом 5 хв. Розчин охолодити до кімнатної температури та профільтрувати крізь паперовий фільтр "біла стрічка". До розчину об'ємом 1 см<sup>3</sup> додати оцтову кислоту [C(CH<sub>3</sub>COOH) = 2 моль/дм<sup>3</sup>] об'ємом 1-2 краплі і при перемішуванні – розчин амоній оксалату [w(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) = 10 %] об'ємом 1-2 краплі. Утворюється білий дрібнокристалічний осад:



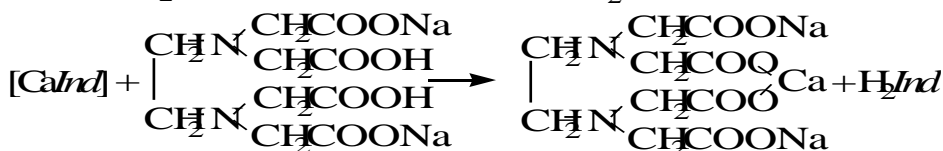
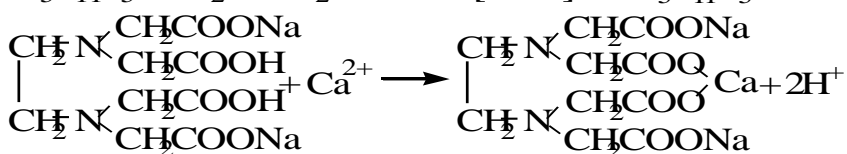
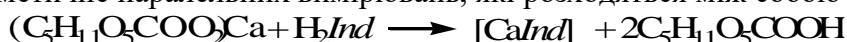
### 3.2. Ідентифікація глюконової кислоти

До порошку розтертих таблеток масою 0,2 г додати воду об'ємом 10 см<sup>3</sup>, струшувати протягом 3 хв і фільтрувати крізь паперовий фільтр. До фільтрату об'ємом 5 см<sup>3</sup> додати розчин ферум(III) хлориду [ρ(FeCl<sub>3</sub>) = 18 г/дм<sup>3</sup>] об'ємом 0,2 см<sup>3</sup>. З'являється світло-зелене забарвлення:



### 4. Кількісне визначення кальцію глюконату

Порошок розтертих таблеток масою 0,5 г (точна наважка) помістити у мірну колбу ємністю 100 см<sup>3</sup>, додати воду об'ємом 50 см<sup>3</sup>, розчин розведеної хлоридної кислоти об'ємом 10 см<sup>3</sup> та нагрівати при струшуванні на киплячій водяній бані протягом 10 хв. Розчин охолодити до кімнатної температури. Довести до позначки водою, перемішати, профільтрувати, відкинути першу порцію фільтрату об'ємом 10 см<sup>3</sup>. Фільтрат об'ємом 20 см<sup>3</sup> помістити у конічну колбу ємністю 100 см<sup>3</sup> для титрування. Додати амоніачний буферний розчин об'ємом 10 см<sup>3</sup> та індикатор протравний чорний 11 (індикаторна суміш) масою 0,1 г. Титрувати розчином трилону Б [C1/2(TrБ) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup>] до переходу фіолетового забарвлення в яскраво синє (без фіолетового відтінку). Паралельно провести контрольний дослід. Титрування повторити 2 рази. За результат вимірювання прийняти середнє арифметичне паралельних вимірювань, які розходяться між собою не більше як на 0,1 %:



Вміст C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>CaO<sub>14</sub>·H<sub>2</sub>O (кальцій глюконату) в одній таблетці обчислити у розрахунку на середню масу однієї таблетки.

Розрахунки провести за формулою:

$$w[(\text{C}_5\text{H}_{11}\text{O}_5\text{COO})_2\text{Ca} \cdot \text{H}_2\text{O}] = \frac{[V_1(\text{TrБ}) - V_2(\text{TrБ})] \cdot K \cdot T \cdot m(\text{таб.}) \cdot 100}{m(\text{н}) \cdot 20}$$

де V<sub>1</sub>(TrБ) – об'єм розчину трилону Б, витрачений на титрування дослідженого розчину, см<sup>3</sup>;

V<sub>2</sub>(TrБ) – об'єм розчину трилону Б, витрачений на титрування контрольної проби, см<sup>3</sup>;

К – коефіцієнт поправки;

Т – титр розчину трилону Б (Т(ТрБ/ кальцій глюконат) = 0,02242 г/см<sup>3</sup>);

m(таб.) – середня маса таблеток, г;

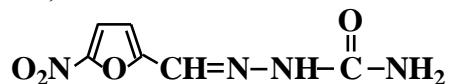
m(н) – наважка таблетки, г;

20 – перерахунок на середню масу таблетки.

5. Висновок про якість препарату

### Заняття № 9

#### Аналіз розчину фурациліну (Solutio Furacilini) (нітрофуралу, Nitrofurali) (1:5000) 500,0 см<sup>3</sup> для зовнішнього застосування



**Мета:** Сформувати вміння виконувати аналіз розчину фурациліну (нітрофуралу) (1:5000) 500,0 см<sup>3</sup> для зовнішнього застосування.

#### Завдання:

1. Визначити фізичні властивості розчину фурациліну.
2. Визначити об'єм розчину лікарської форми.
3. Провести реакції ідентифікації фурациліну.
4. Визначити вміст фурациліну в розчині для зовнішнього застосування методом йодометрії.

#### Питання для самостійної роботи:

1. Фізіологічна та патологічна роль похідних фурану в організмі людини.
2. Якісні реакції на справжність фурациліну.
3. Сутність та класифікація титриметричного кількісного аналізу, техніка йодометрії.

#### Література

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – 556 с.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – 520 с.
3. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія /П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2006. – С. 300-305.
4. Ніжник Г.П. Фармацевтична хімія /Г.П. Ніжник. – К.: Медицина, 2010. – С. 164-167.
5. Кулешова М.И. Анализ лекарственных форм изготовляемых в аптеках / М.И. Кулешова, Л.Н. Гусева, О.К. Сивицкая. – М.: Медицина, 1989. – С. 167-168.
6. Максютин Н.П. Методы анализа лекарств /Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Л.А. Кириченко, Ф.А. Митченко. – К.: Здоров'я, 1984. – С. 42-45.
7. Архипова А.В. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии / А.В. Архипова, Л.И. Коваленко, А.Н. Кочерга и др. – М.: Медицина, 1978. – С. 219-221.
8. Максютин Н.П. Анализ фармацевтических препаратов и лекарственных форм / Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Ф.А. Митченко и др. – К.: Здоров'я, 1976. – С. 212-215.
9. Мелентьева Г.А. Фармацевтическая химия /Г.А. Мелентьева. – М.: Медицина, 1968. – С. 373-374.

#### Обладнання та реактиви:

бюретки ємністю 25 см<sup>3</sup>, піпетки ємністю 2 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup>, конічні колби ємністю 100 см<sup>3</sup>, пробірки з плоским дном, пробірки ємністю 20 см<sup>3</sup>, червоний лакмусовий папірець, розчин йоду [C(1/2I<sub>2</sub>) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>], розчин натрій тіосульфату [C(1/2Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>], розведений розчин сульфатної кислоти, розчин натрій гідроксиду [w(NaOH) = 10 %], індикатор – розчин крохмалю [w(крохмаль) = 1 %].

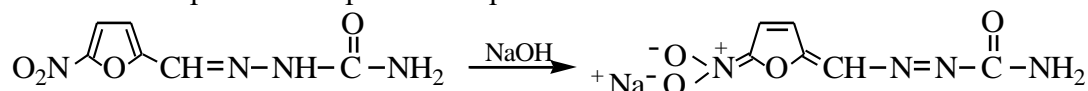
#### Хід роботи

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

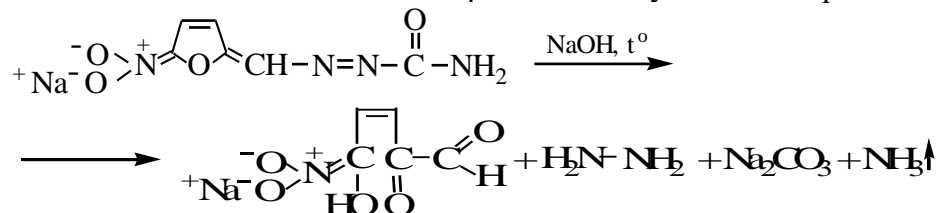
До розчину фурациліну об'ємом 10 см<sup>3</sup> додати розчин натрій гідроксиду

[w(NaOH) = 10 %] об'ємом 3 краплі.

З'являється оранжево-червоне забарвлення:

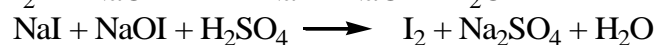
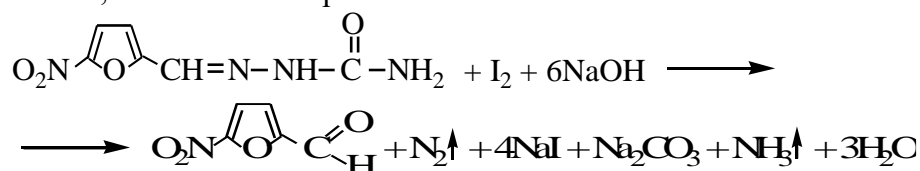


Нагріти одержаний лужний розчин фурациліну. Амоніак, що виділяється виявити за запахом або за посинінням вологого червоного лакмусового папірця:



#### 4. Кількісне визначення фурациліну

До розчину йоду [C(1/2I<sub>2</sub>) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>] об'ємом 2 см<sup>3</sup> додати по краплях розчин натрій гідроксиду [w(NaOH) = 10 %] до знебарвлення йоду та досліджуваній розчин об'ємом 2 см<sup>3</sup>, перемішати і залишити на 2-3 хв у темному місці. Потім до розчину додати розчин розведеної сульфатної кислоти об'ємом 2 см<sup>3</sup> і йод, що виділиться, титрувати розчином натрій тіосульфату [C(1/2Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>]. Під кінець титрування додати індикатор – крохмаль [w(крохмаль) = 1 %] об'ємом 2-3 краплі. Титрувати до появи синього забарвлення, яке не зникає протягом 1 хв:



Паралельно у тих самих умовах провести контрольне титрування без фурациліну.

Розрахунки провести за формулою:

$$m(\text{фурациліну}) = \frac{[V_1(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) - V_2(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)] \cdot K \cdot T \cdot V(\text{л.ф.})}{V(\Pi)}$$

де V<sub>1</sub>(Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) – об'єм розчину натрій тіосульфату, витрачений на титрування досліджуваного розчину, см<sup>3</sup>;

V<sub>2</sub>(Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) – об'єм розчину натрій тіосульфату, витрачений на титрування контрольного дослідіду, см<sup>3</sup>;

K – коефіцієнт поправки;

T – титр розчину натрій тіосульфату (T(Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/фурацилін) = 0,0004954 г/см<sup>3</sup>);

V(л.ф.) – об'єм лікарської форми, см<sup>3</sup>;

V(Π) – об'єм досліджуваного розчину фурациліну, см<sup>3</sup>.

#### 5. Висновок про якість препарату

### Заняття № 10

#### Аналіз розчину новокаїну (Novocainum)

0,25 %, 0,5 %, 1 % та 2 % для ін'єкцій по 10,0 см<sup>3</sup>



**Мета:** Сформувати вміння виконувати аналіз розчину новокаїну.

**Завдання:**

1. Визначити фізичні властивості розчину новокаїну.

2. Визначити об'єм розчину лікарської форми.
3. Побудувати калібрувальний графік.
4. Визначити вміст новокаїну у розчині методом фотоколориметрії.

#### Питання для самостійної роботи:

1. Фізіологічна роль і застосування новокаїну.
2. Побудова калібрувального графіка.
3. Метод фотоколориметрії.

#### Література

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – 556 с.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – 520 с.
3. Ніжник Г.П. Фармацевтична хімія /Г.П. Ніжник. – К.: Медицина, 2010. – С. 157.
4. Кулешова М.И. Анализ лекарственных форм изготовляемых в аптеках / М.И. Кулешова, Л.Н. Гусева, О.К. Сивицкая. – М.: Медицина, 1989. – С. 12-14, 150-151.
5. Максютин Н.П. Методы анализа лекарств /Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Л.А. Кириченко, Ф.А. Митченко. – К.: Здоров'я, 1984. – С. 33, 36-37.
6. Пассет Б.В. Практикум по техническому анализу и контролю в производстве химико-фармацевтических препаратов и антибиотиков / Б.В. Пассет, М.А. Антипов. – М.: Просвещение, 1981. – С. 196-198.
7. Архипова А.В. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии / А.В. Архипова, Л.И. Коваленко, А.Н. Кочерга и др. – М.: Медицина, 1978. – С. 44-53.
8. Максютин Н.П. Анализ фармацевтических препаратов и лекарственных форм / Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Ф.А. Митченко и др. – К.: Здоров'я, 1976. – С. 162-166.
9. Мелентьева Г.А. Фармацевтическая химия /Г.А. Мелентьева. – М.: Медицина, 1968. – С. 317-319.

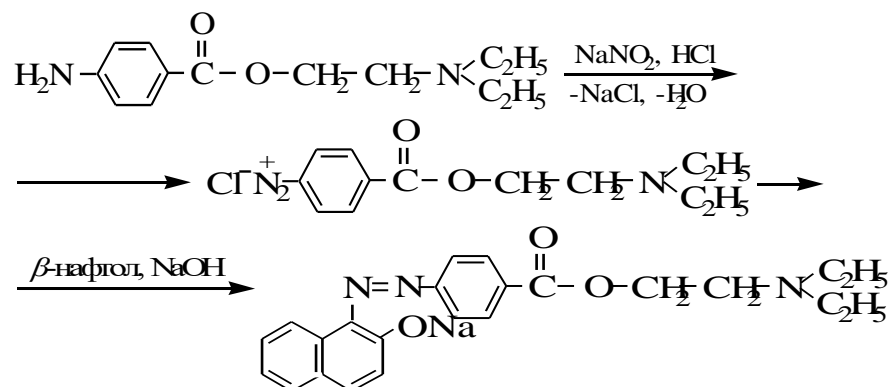
#### Обладнання та реактиви:

ФЕК, піпетки ємністю 1 см<sup>3</sup>, 25 см<sup>3</sup>, конічні колби ємністю 50 см<sup>3</sup>, пробірки з плоским дном, пробірки ємністю 20 см<sup>3</sup>, стандартний розчин новокаїну (новокаїн масою 1 мг у розчині об'ємом 1 см<sup>3</sup>), розчин калій перманганату [C(1/5 KMnO<sub>4</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], розчин натрій нітрату(III) [C(NaNO<sub>2</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], розведений розчин сульфатної кислоти, розведений розчин хлоридної кислоти, розчин хлоридної кислоти [w(HCl) = 12 %], свіжовиготовлений лужний розчин гідроксиламіну, розчин ферум(III) хлориду [w(FeCl<sub>3</sub>) = 10 %] у розчині хлоридної кислоти [C(1/1HCl) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], лужний розчин β-нафтолу [w(β-нафтолу) = 1 %], вода Р.

#### Хід роботи:

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

3.1. Розчин препарату об'ємом 4-5 крапель помістити у пробірку, додати розведений розчин хлоридної кислоти об'ємом 5-6 крапель, розчин натрій нітрату(III) [C(NaNO<sub>2</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>] об'ємом 2-3 краплі. Одержану суміш об'ємом 0,1-0,3 см<sup>3</sup> влити в лужний розчин β-нафтолу [w(β-нафтолу) = 1 %] об'ємом 1 см<sup>3</sup>. Утворюється оранжево-червоний осад:

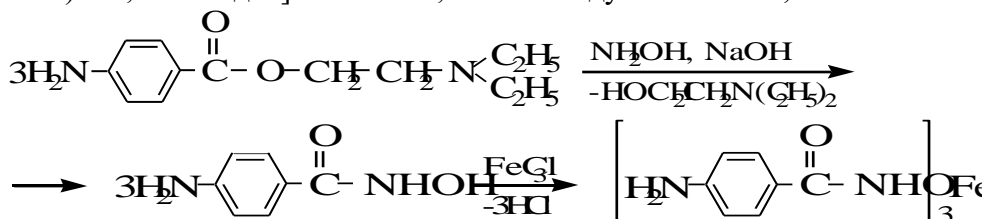


3.2. Розчин препарату об'ємом 1 см<sup>3</sup> помістити у пробірку, додати розведену сульфатну кислоту об'ємом 3 краплі, розчин калій перманганату [C(1/5 KMnO<sub>4</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>] об'ємом 1 см<sup>3</sup>. Фіолетове забарвлення миттєво зникає:



#### 4. Кількісне визначення новокаїну

У конічну колбу ємністю 50 см<sup>3</sup> внести розчин новокаїну (масою від 0,5 до 0,9 мг препарату у пробі) об'ємом 1 см<sup>3</sup>, додати лужний розчин гідроксиламіну об'ємом 0,4 см<sup>3</sup>, перемішати і залишити на 10-15 хв. Потім додати розчин хлоридної кислоти [w(HCl) = 12 %] об'ємом 0,3 см<sup>3</sup>, розчин ферум(III) хлориду [w(FeCl<sub>3</sub>) = 10 %] у розчині хлоридної кислоти [C(1/1HCl) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>] об'ємом 0,5 см<sup>3</sup> та воду об'ємом 13,8 см<sup>3</sup>.



Оптичну густина розчину червоного кольору вимірювати на ФЕК (зелений світлофільтр, кювета з товщиною шару 20 мм).

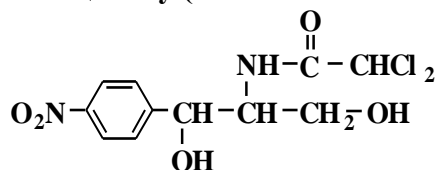
Розчин порівняння: лужний розчин гідроксиламіну об'ємом 0,4 см<sup>3</sup>, розчин хлоридної кислоти [w(HCl) = 12 %] об'ємом 0,3 см<sup>3</sup>, розчин ферум(III) хлориду [w(FeCl<sub>3</sub>) = 10 %] у розчині хлоридної кислоти [C(1/1HCl) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>] об'ємом 0,5 см<sup>3</sup> та вода об'ємом 14,8 см<sup>3</sup>.

Для побудови калібрувального графіка у ряд пробірок внести відповідно стандартний розчин новокаїну об'ємом 0,5; 0,6; 0,7; 0,8 та 0,9 см<sup>3</sup>. Додати у всі пробірки воду до об'єму 1 см<sup>3</sup>, а потім лужний розчин гідроксиламіну об'ємом по 0,4 см<sup>3</sup> та інші реактиви, як вказано вище.

#### 5. Висновок про якість препарату

### Заняття № 11

#### Аналіз таблеток левоміцетину (Tabulettae Laevomycetini) 0,25 і 0,5 г



**Мета:** Сформувати вміння виконувати аналіз таблеток левоміцетину.

**Завдання:**

1. Визначити фізичні властивості левоміцетину.
2. Визначити середню масу таблетки.
3. Провести реакції ідентифікації левоміцетину.
4. Визначити вміст левоміцетину у таблетках методом фотометрії.

#### Питання для самостійної роботи:

1. Властивості та застосування левоміцетину.
2. Реакції ідентифікації левоміцетину.
3. Методи кількісного визначення левоміцетину.
4. Метод проведення фотоколориметрії.

#### Література

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – 556 с.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – 520 с.
3. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія /П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2006. – С. 527-533.

4. Ніжник Г.П. Фармацевтична хімія /Г.П. Ніжник. – К.: Медицина, 2010. – С. 265-269.
5. Кулешова М.И. Анализ лекарственных форм изготавливаемых в аптеках / М.И. Кулешова, Л.Н. Гусева, О.К. Сивицкая. – М.: Медицина, 1989. – С. 12-14, 25-32.
6. Максютин Н.П. Методы анализа лекарств /Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Л.А. Кириченко, Ф.А. Митченко. – К.: Здоров'я, 1984. – С. 126-130.
7. Пассет Б.В. Практикум по техническому анализу и контролю в производстве химико-фармацевтических препаратов и антибиотиков /Б.В. Пассет, М.А. Антипов. – М.: Просвещение, 1981. – С. 102-116, 267-268.
8. Архипова А.В. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии / А.В. Архипова, Л.И. Коваленко, А.Н. Кочерга и др. – М.: Медицина, 1978. – С. 44-53, 173-174, 253.
9. Максютин Н.П. Анализ фармацевтических препаратов и лекарственных форм / Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Ф.А. Митченко и др. – К.: Здоров'я, 1976. – С. 85-87, 170-173.
10. Мелентьева Г.А. Фармацевтическая химия /Г.А. Мелентьева. – М.: Медицина, 1968. – С. 718-720.

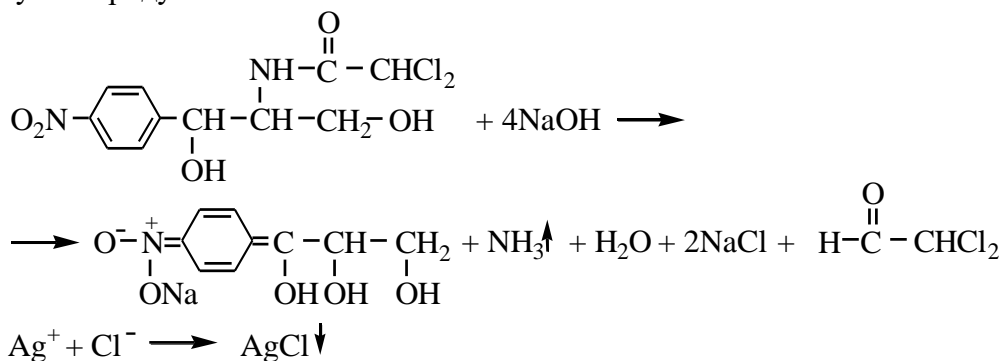
#### Обладнання та реактиви:

ФЕК, аналітичні терези, водяні бані, мірні колби ємністю 25 см<sup>3</sup>, 100 см<sup>3</sup>, піпетки Мора ємністю 50 см<sup>3</sup>, градуйовані піпетки ємністю 1 см<sup>3</sup>, 2 см<sup>3</sup>, 5 см<sup>3</sup>, мірні циліндри ємністю 50 см<sup>3</sup>, пробірки ємністю 10 см<sup>3</sup>, 20 см<sup>3</sup>, бюкси, лійки, фільтрувальний папір, стандартний розчин левоміцетину [w(левоміцетин) = 0,002 %], концентрована хлоридна кислота, розчин натрій гідроксиду [w(NaOH) = 10 %], розчин натрій нітрату(III) [w(NaNO<sub>2</sub>) = 0,1 %], свіжовиготовлений лужний розчин β-нафтолу [w(β-нафтолу) = 1%], розчин аргентум нітрату [ρ(AgNO<sub>3</sub>) = 42,5 г/дм<sup>3</sup>], вода Р, цинковий пил.

#### Хід роботи

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

Порошок розтертих таблеток масою близько 0,08 г вмістити у пробірку, розчинити у воді об'ємом 5 см<sup>3</sup> при нагріванні на киплячій водяній бані протягом 5 хв. Розчин охолодити. До розчину левоміцетину об'ємом 2-3 краплі додати розчин натрій гідроксиду [w(NaOH) = 10 %] об'ємом 2 см<sup>3</sup> і нагріти. З'являється жовте забарвлення, яке поступово перетворюється у червоно-оранжеве. При кип'ятинні розчину з'являється запах амоніаку. Одержаний розчин профільтрувати, фільтрат підкислити розведеним розчином нітратної кислоти і додати розчин аргентум нітрату [ρ(AgNO<sub>3</sub>) = 42,5 г/дм<sup>3</sup>]. Випадає білий осад аргентум хлориду:

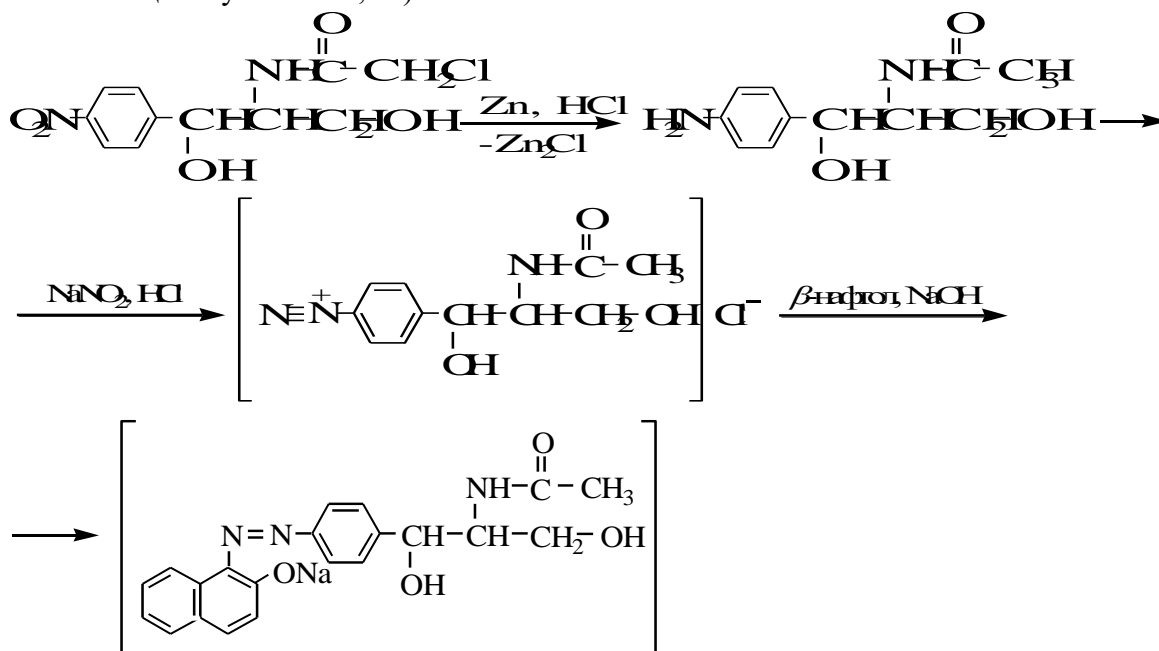


4. Кількісне визначення левоміцетину

Точну наважку (масою біля 0,1 г) левоміцетину розчинити у воді об'ємом 50 см<sup>3</sup> у мірній колбі ємністю 100 см<sup>3</sup> при нагріванні на водяній бані і після охолодження об'єм довести водою до мітки (розчин А). Розчин А об'ємом 10 см<sup>3</sup> вмістити в мірну колбу ємністю 100 см<sup>3</sup> і об'єм довести до мітки водою (розчин Б). До розчину Б об'ємом 5 см<sup>3</sup> додати концентровану хлориду кислоту об'ємом 1 см<sup>3</sup> і поступово цинковий пил масою 0,1 г. Залишити на 15 хв. Потім рідину кількісно перенести в мірну колбу ємністю 25 см<sup>3</sup> та об'єм довести водою до мітки, перемішати та профільтрувати. До фільтрату об'ємом 1,5 см<sup>3</sup> додати

розчин натрій нітрату(III) [ $w(\text{NaNO}_2) = 0,1\%$ ] об'ємом  $1\text{ см}^3$  і через 3 хв об'єм довести водою до  $8\text{ см}^3$ . Потім додати свіжовиготовлений лужний розчин  $\beta$ -нафтолу [ $w(\beta\text{-нафтолу}) = 1\%$ ] об'ємом  $2\text{ см}^3$  і перемішати. Через 10 хв виміряти оптичну густину розчину (синій світлофільтр,  $364\text{ нм}$ , кювета з товщиною шару  $5\text{ мм}$ ). Контроль: розчин натрій нітрату(III) [ $w(\text{NaNO}_2) = 0,1\%$ ] об'ємом  $1\text{ см}^3$ , вода об'ємом  $7\text{ см}^3$ , свіжовиготовлений лужний розчин  $\beta$ -нафтолу [ $w(\beta\text{-нафтолу}) = 1\%$ ] об'ємом  $2\text{ см}^3$ .

Паралельно провести реакцію з стандартним розчином левоміцетину [ $w(\text{левоміцетин}) = 0,002\%$ ] об'ємом  $1,5\text{ см}^3$ , виготовленим як фільтрат досліджуваного розчину (з точної наважки левоміцетину масою  $0,1\text{ г}$ ).



Розрахунки провести за формулою:

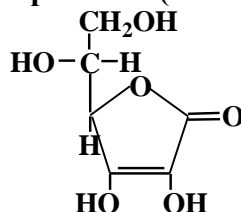
$$m(\text{левоміцетин}) = \frac{D_1 \cdot C_0 \cdot p \cdot m(\tau)}{D_0 \cdot m(\text{н}) \cdot 100}$$

де  $D_1$  – оптична густина досліджуваного розчину;  
 $D_0$  – оптична густина розчину стандартного зразку;  
 $C_0$  – концентрація розчину стандартного зразку, %;  
 $p$  – розведення досліджуваного розчину;  
 $m(\tau)$  – середня маса таблетки, г;  
 $m(\text{н})$  – маса наважки, г.

5. Висновок про якість препарату

## Заняття № 12

### Аналіз таблеток кислоти аскорбінової (Tabulettae acidi ascorbinici) 100 мг



**Мета:** 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.

### Питання для самостійної роботи:

1. Фізіологічна роль кислоти аскорбінової та її застосування.
2. Реакції ідентифікації кислоти аскорбінової.
3. Методи кількісного визначення кислоти аскорбінової.
4. Метод нейтралізації.

### Література

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – С. 179, 388-389.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – 520 с.
3. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія /П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2006. – С. 454-455.
4. Ніжник Г.П. Фармацевтична хімія /Г.П. Ніжник. – К.: Медицина, 2010. – С. 230-234.
5. Кулешова М.И. Анализ лекарственных форм изготовляемых в аптеках / М.И. Кулешова, Л.Н. Гусева, О.К. Сивицкая. – М.: Медицина, 1989. – С. 12-14, 25-32.
6. Максютин Н.П. Методы анализа лекарств /Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Л.А. Кириченко, Ф.А. Митченко. – К.: Здоров'я, 1984. – С. 106-110.
7. Архипова А.В. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии / А.В. Архипова, Л.И. Коваленко, А.Н. Кочерга и др. – М.: Медицина, 1978. – С. 159-162, 181-183, 226-227.
8. Максютин Н.П. Анализ фармацевтических препаратов и лекарственных форм / Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Ф.А. Митченко и др. – К.: Здоров'я, 1976. – С. 67, 224-227.
9. Мелентьева Г.А. Фармацевтическая химия /Г.А. Мелентьева. – М.: Медицина, 1968. – С. 586-593.

### Обладнання та реактиви:

аналітичні терези, піпетки ємністю 25 см<sup>3</sup>, бюретки ємністю 25 см<sup>3</sup>, пробірки ємністю 20 см<sup>3</sup>, пробірки з плоским дном, бюкси, розчин натрій гідроксиду [C(1/1NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], розчин аргентум нітрату [w(AgNO<sub>3</sub>) = 1,0 %], вода Р, розчин фенолфталеїну [w(ф-ф) = 1,0 %].

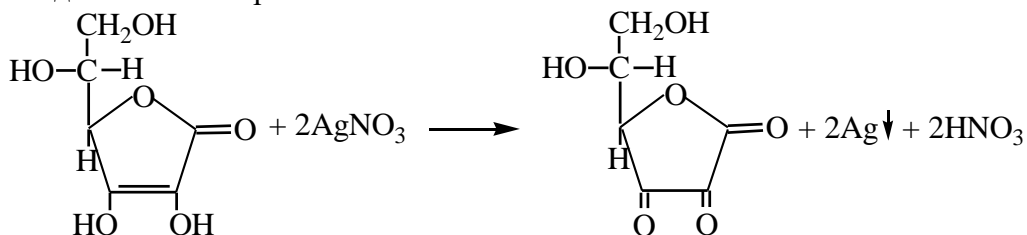
### Хід роботи

1. Визначення фізичних властивостей таблеток аскорбінової кислоти (кольору, розчинності)

2. Визначення середньої маси таблетки

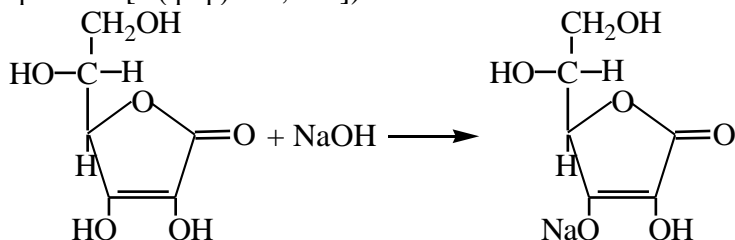
3. Ідентифікація кислоти аскорбінової

Розчинити порошок розтертих таблеток масою 0,01 г у воді об'ємом 2-3 краплі у пробірці, додати розчин аргентум нітрату [w(AgNO<sub>3</sub>) = 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 см<sup>3</sup> і титрувати розчином натрій гідроксиду [C(1/1 NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>] до рожевого забарвлення (індикатор – фенолфталеїн [w(ф-ф) = 1,0 %]).





Розрахунки провести за формулою:

$$m(\text{аскорбінова к-та}) = \frac{V(\text{NaOH}) \cdot K \cdot T \cdot m(\text{таб.})}{m(\text{н})}$$

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

$K$  – коефіцієнт поправки;

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

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

$m(\text{н})$  – наважка таблетки, г.

5. Висновок про якість препарату

### Заняття № 13

#### Аналіз розчину амідопіріну (Solutio Amidopyrini)

0,25 %, 0,5 %, 1 %, 2 %



**Мета:** Сформувати вміння ідентифікувати амідопірін.

**Завдання:**

1. Визначити фізичні властивості розчину амідопіріну.
2. Визначити об'єм розчину лікарської форми.
3. Провести реакції ідентифікації амідопіріну методом низхідної хроматографії на папері.
4. Визначити вміст амідопіріну.

**Питання для самостійної роботи:**

1. Фізіологічна роль і застосування амідопіріну.
2. Метод хроматографії.
3. Метод ацидометрії.

#### Література

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – 556 с.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – 520 с.
3. Кулешова М.И. Анализ лекарственных форм изготовляемых в аптеках / М.И. Кулешова, Л.Н. Гусева, О.К. Сивицкая. – М.: Медицина, 1989. – С. 188-189, 220-221, 242.
4. Максютин Н.П. Методы анализа лекарств / Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Л.А. Кириченко, Ф.А. Митченко. – К.: Здоров'я, 1984. – С. 47, 173-177.
5. Пассет Б.В. Практикум по техническому анализу и контролю в производстве химико-фармацевтических препаратов и антибиотиков / Б.В. Пассет, М.А. Антипов. – М.: Просвещение, 1981. – С. 125-127, 222-225.
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. – С. 200-202.
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. – С. 21-32, 138-139, 190-191.
8. Мелентьева Г.А. Фармацевтическая химия / Г.А. Мелентьева. – М.: Медицина, 1968. – С. 384-386.

**Обладнання та реактиви:**

хроматографічна камера, піпетки ємністю  $1 \text{ см}^3$ ,  $2 \text{ см}^3$ ,  $5 \text{ см}^3$ , конічні колби ємністю  $50 \text{ см}^3$ , хроматографічний папір, фільтрувальний папір, розчин хлоридної кислоти

[C(1/1HCl) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], бутиловий спирт, йод, реактив Драгендорфа, фосфатна буферна суміш, вода Р, розчин метилового оранжевого [w(м. о.) = 0,1 %], розчин метилового синього [w(м. с.) = 0,1 %].

### Хід роботи

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

Приготувати хроматографічний папір розміром 12×50 см. Папір змочити буферним розчином. У якості буферу використовувати фосфатну буферну суміш (рН у межах 4,49-9,18).

Підготовлені хроматограми віджати між аркушами фільтрувального паперу для видалення надлишку розчину і залишити для висушування при кімнатній температурі на 4-5 год. Після цього на відстані 7 см від краю нанести олівцем лінію старту. На лінії старту крапками позначити місця нанесення проб таким чином, щоб між ними була відстань 2,5-3 см, а від краю паперу 1,5-2 см.

Водний розчин амідопірину [w(амідопірин) = 2 %] нанести на папір капілярком. Діаметр плями повинен бути не більше 0,5 см. Хроматографування проводити низхідним способом. У якості рухливої фази використовувати бутиловий спирт, насичений водою. Хроматографування закінчити, коли фронт розчинника пройде 30-40 см. Лінію фронту розчинника позначити олівцем. Хроматограму сушити на повітрі. Проявлення проводити спочатку парами йоду, а потім реактивом Драгендорфа. З'являється рожево-оранжева пляма.

Розрахунки провести за формулою:

$$R_f = \frac{l(\text{амідопірин})}{l(\text{розчинник})}$$

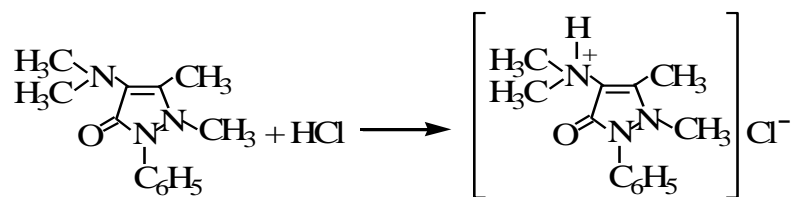
де l(амідопірин) – відстань від лінії старту до центру плями амідопірину, мм;

l(розчинник) – відстань від лінії старту до фронту розчинника, мм.

### 4. Кількісне визначення амідопірину

Об'єми розчинів амідопірину для дослідження 5 см<sup>3</sup> – 0,25 %, 2 см<sup>3</sup> – 0,5 %, 1 %, 1 см<sup>3</sup> – 2 %.

До розчину препарату певного об'єму додати розчин метилового оранжевого [w(м. о.) = 0,1 %] об'ємом 2 краплі, розчин метилового синього [w(м. с.) = 0,1 %] об'ємом 1 крапля та титрувати розчином хлоридної кислоти [C(1/1HCl) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>] до фіолетового забарвлення:



Розрахунки провести за формулою:

$$w(\text{амідопірин}) = \frac{V(\text{HCl}) \cdot K \cdot T \cdot 100}{V(\Pi)}$$

де V(HCl) – об'єм розчину хлоридної кислоти, витрачений на титрування досліджуваного розчину, см<sup>3</sup>;

K – коефіцієнт поправки;

T – титр розчину хлоридної кислоти (T(HCl/амідопірин) = 0,02313 г/см<sup>3</sup>);

V(Π) – об'єм досліджуваного розчину, см<sup>3</sup>.

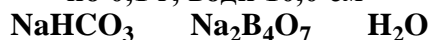
### 5. Висновок про якість препарату

## Аналіз рідких лікарських форм

### Заняття № 14

#### Аналіз розчину натрію тетраборату і натрію гідрокарбонату (Solutio Borax et Natrii hydrocarbonas)

по 0,1 г, води 10,0 см<sup>3</sup>



**Мета:** 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.

#### **Питання для самостійної підготовки:**

1. Властивості і застосування препарату.
2. Реакції ідентифікації натрій-іону, гідрокарбонат-іону, борат-іону.
3. Методи кількісного визначення компонентів препарату.
4. Метод нейтралізації.

#### **Література**

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – С. 196, 232-233, 421-422.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – С. 410-411.
3. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія /П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2006. – С. 99, 101.
4. Ніжник Г.П. Фармацевтична хімія /Г.П. Ніжник. – К.: Медицина, 2010. – С. 62-63.
5. Кулешова М.И. Анализ лекарственных форм изготавливаемых в аптеках / М.И. Кулешова, Л.Н. Гусева, О.К. Сивицкая. – М.: Медицина, 1989. – С. 196-197.
6. Максютин Н.П. Методы анализа лекарств /Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Л.А. Кириченко, Ф.А. Митченко. – К.: Здоров'я, 1984. – С. 145, 159-160, 163-165.
7. Архипова А.В. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии / А.В. Архипова, Л.И. Коваленко, А.Н. Кочерга и др. – М.: Медицина, 1978. – С. 270-285.
8. Максютин Н.П. Анализ фармацевтических препаратов и лекарственных форм / Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Ф.А. Митченко и др. – К.: Здоров'я, 1976. – С. 174-175.
9. Мелентьева Г.А. Фармацевтическая химия /Г.А. Мелентьева. – М.: Медицина, 1968. – С. 104, 134.

#### **Обладнання та реактиви:**

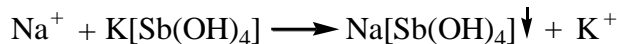
водяні бані, льодяні бані, бюретки ємністю 25 см<sup>3</sup>, градуйовані піпетки ємністю 1 см<sup>3</sup>, 2 см<sup>3</sup>, 5 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup>, конічні колби ємністю 50 см<sup>3</sup>, пробірки ємністю 20 см<sup>3</sup>, пробірки з плоским дном, фарфорові чашки ємністю 25 см<sup>3</sup>, розчин хлоридної кислоти [C(1/1HCl) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], розчин натрій гідроксиду [C(1/1NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], концентрована сульфатна кислота, розведений розчин хлоридної кислоти, розчин калій карбонату [ $\rho(\text{K}_2\text{CO}_3) = 150 \text{ г/дм}^3$ ], 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 см<sup>3</sup> (одержаного після випаровування препарату об'ємом 10 см<sup>3</sup> у фарфоровій чашці) додати розчин калій карбонату [ $\rho(\text{K}_2\text{CO}_3) = 150 \text{ г/дм}^3$ ] об'ємом 2 см<sup>3</sup> і нагріти до кипіння; осад не утворюється. До одержаного розчину додати розчин калій піроантимонату Р об'ємом 4 см<sup>3</sup> і нагріти до кипіння, потім охолодити у льодяній воді і, якщо необхідно, потерти внутрішні стінки пробірки скляною паличкою; утворюється густий осад білого кольору:



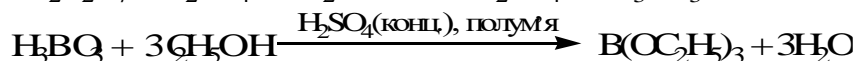
### 3.2. Реакція на гідрокарбонат-іон

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

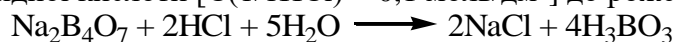
Розчин препарату об'ємом 2-3 краплі упарити досуха, додати концентровану сульфатну кислоту об'ємом 2-3 краплі, спирт об'ємом 20-30 крапель і підпалити. Полум'я має зелену обвідку:



## 4. Кількісне визначення компонентів препарату

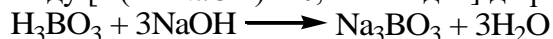
### 4.1. Кількісне визначення сумарного вмісту натрію тетраборату і натрію гідрокарбонату

Розчин препарату об'ємом 1 см<sup>3</sup> вмістити в конічну колбу ємністю 50 см<sup>3</sup>, додати розчин метилового оранжевого [ $w(\text{м.о.}) = 0,1 \%$ ] об'ємом 1 крапля і титрувати розчином хлоридної кислоти [ $C(1/1\text{HCl}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ ] до рожевого забарвлення:



### 4.2. Кількісне визначення вмісту натрію тетраборату і натрію гідрокарбонату

Відтитрований розчин натрій тетраборату у конічній колбі ємністю 50 см<sup>3</sup> нагріти до кипіння з метою видалення вуглекислого газу, додати розчин фенолфталеїну [ $w(\text{ф-ф}) = 1 \%$ ] об'ємом 5-6 крапель, нейтралізований гліцерол об'ємом 5 см<sup>3</sup> і титрувати розчином натрій гідроксиду [ $C(1/1\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ ] до рожевого забарвлення:



Розрахунки провести за формулою:

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

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

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

$K_1$  – 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<sup>3</sup>;

$K_2$  – 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<sup>3</sup>;

$V(\Pi)$  – об'єм досліджуваного розчину, см<sup>3</sup>.

### 5. Висновок про якість препарату

**Заняття № 15**  
**Аналіз розчину амонію броміду і калію броміду**  
**(Solutio Ammonii bromidi et Kalii bromidi)**  
**по 2,0 г, води 100,0 см<sup>3</sup>**  
**NH<sub>4</sub>Br KBr H<sub>2</sub>O**

**Мета:** Сформувати вміння аналізувати двокомпонентний розчин лікарської форми.

**Завдання:**

1. Визначити фізичні властивості лікарської форми.
2. Визначити об'єм розчину лікарської форми.
3. Провести реакції ідентифікації препарату:
  - а) визначити калій-іони;
  - б) визначити амоній-іони;
  - в) визначити бромід-іони.
4. Визначити вміст амонію броміду.
5. Визначити вміст калію броміду.

**Питання для самостійної підготовки:**

1. Властивості і застосування препарату.
2. Реакції ідентифікації калій-іонів, амоній-іонів, бромід-іонів.
3. Методи кількісного визначення компонентів препарату.
4. Методи нейтралізації та аргентометрії.

**Література**

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – С. 211.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – С. 360-361.
3. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія /П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2006. – С. 77.
4. Ніжник Г.П. Фармацевтична хімія /Г.П. Ніжник. – К.: Медицина, 2010. – С. 43.
5. Максютіна Н.П. Методы анализа лекарств /Н.П. Максютіна, Ф.Е. Каган, Л.А. Кириченко, Ф.А. Митченко. – К.: Здоров'я, 1984. – С. 144-146, 151-158.
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. – С. 270-285.
7. Максютіна Н.П. Анализ фармацевтических препаратов и лекарственных форм /Н.П. Максютіна, Ф.Е. Каган, Ф.А. Митченко и др. – К.: Здоров'я, 1976. – С. 190-193.
8. Мелентьева Г.А. Фармацевтическая химия /Г.А. Мелентьева. – М.: Медицина, 1968. – С. 37-39.

**Обладнання та реактиви:**

водяні бані, бюретки ємністю 25 см<sup>3</sup>, градуйовані піпетки ємністю 1 см<sup>3</sup>, 5 см<sup>3</sup>, конічні колби ємністю 50 см<sup>3</sup>, пробірки ємністю 20 см<sup>3</sup>, пробірки з плоским дном, фарфорові чашки ємністю 25 см<sup>3</sup>, розчин натрій гідроксиду [C(1/1NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], розчин калій перманганату [C(1/5KMnO<sub>4</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], розчин аргентум нітрату [C(1/1AgNO<sub>3</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], розчин оцтової кислоти [C(CH<sub>3</sub>COOH) = 2 моль/дм<sup>3</sup>], розведений розчин сульфатної кислоти, розчин натрій гексанітрокобальтату(III) [ $\rho(\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]) = 0,2 \text{ г/см}^3$ ], реактив Неслера, хлороформ, формалін, вода Р, розчин калій хромату (розчин індикатора), розчин фенолфталеїну [ $w(\text{ф-ф}) = 1 \%$ ], червоний лакмусовий папірець.

**Хід роботи**

1. Визначення фізичних властивостей препарату (кольору, прозорості)
2. Визначення об'єму розчину лікарської форми
3. Ідентифікація
  - 3.1. Реакція на калій-іон

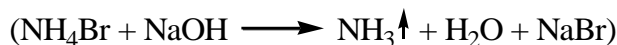
Мікстуру об'ємом декілька крапель вмістити у фарфорову чашку, упарити, а потім обережно прожарити для видалення амоній броміду. Залишок розчинити у воді об'ємом 2-3 краплі. До одержаного розчину об'ємом 1 крапля додати розчин оцтової кислоти [C(CH<sub>3</sub>COOH) = 2 моль/дм<sup>3</sup>] об'ємом 2 краплі і розчин натрій гексанітрокобальтату(III)

$[\rho(\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]) = 0,2 \text{ г/см}^3]$  об'ємом 2 краплі; утворюється жовтий кристалічний осад:

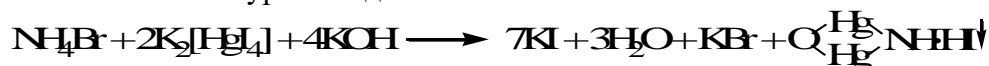


### 3.2. Реакція на амоній-іон

3.2.1. Розчин об'ємом 2-3 краплі вмістити у пробірку, додати розчин натрій гідроксиду  $[\text{C}(1/1\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3]$  об'ємом 10 крапель і обережно нагріти. Амоніак, що виділяється ідентифікувати за посинінням вологого червоного лакмусового папірця:

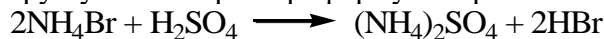


3.2.2. Препарат об'ємом 1 крапля вмістити у пробірку, додати реактив Неслера об'ємом 1 крапля. З'являється бурий осад:



### 3.3. Реакція на бромід-іон.

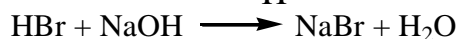
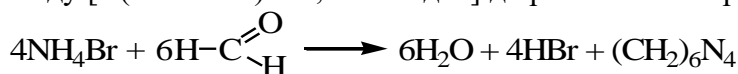
Препарат об'ємом 1 крапля вмістити у пробірку, додати воду об'ємом 20 крапель, розведений розчин сульфатної кислоти об'ємом 5 крапель, хлороформ об'ємом 0,5-1 см<sup>3</sup>. При струшуванні шар хлороформу забарвлюється у жовто-бурий колір:



## 4. Кількісне визначення компонентів препарату

### 4.1. Кількісне визначення амонію броміду

Розчин об'ємом 1 см<sup>3</sup> вмістити у конічну колбу ємністю 50 см<sup>3</sup>, додати розчин фенолфталеїну  $[\omega(\text{ф-ф}) = 1 \text{ \%}]$ , об'ємом 3-5 крапель, обережно нейтралізувати розчином натрій гідроксиду  $[\text{C}(1/1\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3]$ . Прилити нейтралізований за фенолфталеїном формалін об'ємом 5 см<sup>3</sup>, перемішувати 1-2 хв і титрувати розчином натрій гідроксиду  $[\text{C}(1/1\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3]$  до рожевого забарвлення:



Розрахунки провести за формулою:

$$m(\text{NH}_4\text{Br}) = \frac{V(\text{NaOH}) \cdot K_1 \cdot T_1 \cdot V(\text{л.ф.})}{V(\text{п})};$$

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

$K_1$  – коефіцієнт поправки розчину натрій гідроксиду;

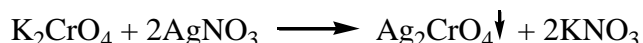
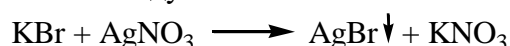
$T_1$  – титр розчину натрій гідроксиду ( $T(\text{NaOH}/\text{HBr}) = 0,009796 \text{ г/см}^3$ );

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

$V(\text{п})$  – об'єм досліджуваного розчину, см<sup>3</sup>.

### 4.2. Кількісне визначення вмісту калію броміду

До мікстури об'ємом 1 см<sup>3</sup> у конічній колбі ємністю 50 см<sup>3</sup> додати розчин калій хромату (розчин індикатора) об'ємом 2-3 краплі і суму калій і амоній бромідів титрувати розчином аргентум нітрату  $[\text{C}(1/1\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ моль/дм}^3]$  до появи оранжево-жовтого забарвлення осаду:



Вміст калій броміду розрахувати за різницею.

Розрахунки провести за формулою:

$$m(\text{KBr}) = \frac{[V(\text{AgNO}_3) \cdot K_2 - V(\text{NaOH}) \cdot K_1] \cdot T_2 \cdot V(\text{л.ф.})}{V(\text{п})}$$

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

$K_1$  – коефіцієнт поправки розчину натрій гідроксиду;

$V(\text{AgNO}_3)$  – об'єм розчину аргентум нітрату, витрачений на титрування досліджуваного розчину,  $\text{см}^3$ ;

$K_2$  – коефіцієнт поправки розчину аргентум нітрату;

$T_2$  – титр розчину аргентум нітрату ( $T(\text{AgNO}_3/\text{KBr}) = 0,01190 \text{ г/см}^3$ );

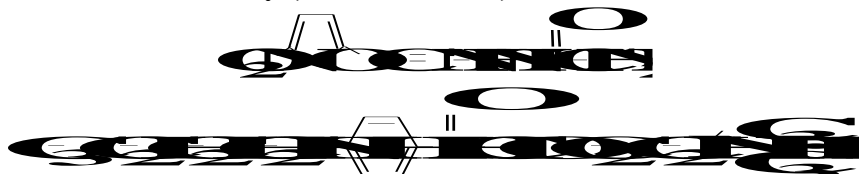
$V(\text{л.ф.})$  – об'єм лікарської форми,  $\text{см}^3$ ;

$V(\text{п})$  – об'єм досліджуваного розчину,  $\text{см}^3$ .

5. Висновок про якість препарату

### Заняття № 16

#### Аналіз розчину фурациліну (Solutio Furacilini) 0,02 % і дикаїну (Solutio Dicaini) 0,25 %



**Мета:** Сформувати вміння аналізувати двокомпонентний розчин лікарської форми.

**Завдання:**

1. Визначити фізичні властивості розчину.
2. Визначити об'єм розчину лікарської форми.
3. Провести реакції ідентифікації препарату:
  - а) визначити фурацилін;
  - б) визначити дикаїн;
  - в) визначити хлорид-іони.
4. Визначити вміст дикаїну.
5. Визначити вміст фурациліну.

**Питання для самостійної підготовки:**

1. Властивості і застосування препарату.
2. Реакції ідентифікації фурациліну, дикаїну, хлорид-іонів.
3. Методи кількісного визначення компонентів препарату.
4. Методи йодометрії і меркуриметрії.

#### Література

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – 556 с.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – 520 с.
3. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія /П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2006. – С. 260-262.
4. Ніжник Г.П. Фармацевтична хімія /Г.П. Ніжник. – К.: Медицина, 2010. – С. 160, 165.
5. Кулешова М.И. Анализ лекарственных форм изготовляемых в аптеках / М.И. Кулешова, Л.Н. Гусева, О.К. Сивицкая. – М.: Медицина, 1989. – С. 77-78, 167-168.
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. – С. 270-285.
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. – С. 214-215.
8. Мелентьева Г.А. Фармацевтическая химия /Г.А. Мелентьева. – М.: Медицина, 1968. – С. 314, 320-322, 373.

**Обладнання та реактиви:**

центрифуга, бюретки ємністю  $25 \text{ см}^3$ , градуйовані піпетки ємністю  $1 \text{ см}^3$ ,  $2 \text{ см}^3$ ,  $10 \text{ см}^3$ , конічні колби ємністю  $50 \text{ см}^3$ , пробірки ємністю  $20 \text{ см}^3$ , пробірки з плоским дном, центрифужні пробірки ємністю  $10 \text{ см}^3$ , розчин йоду [ $C(1/2\text{I}_2) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$ ], розчин натрій тіосульфату [ $C(1/2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$ ], розчин калій перманганату [ $C(1/5\text{KMnO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ ], розчин меркурій(II) нітрату [ $C(1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ ], розведений

розчин сульфатної кислоти, розведений розчин нітратної кислоти Р, розчин натрій гідроксиду [ $w(\text{NaOH}) = 10\%$ ], розчин аргентум нітрату Р1, розчин амоніаку Р, вода Р, розчин крохмалю [ $w(\text{крохмаль}) = 1\%$ ], розчин дифенілкарбазиду, червоний лакмусовий папірець.

### Хід роботи

1. Визначення фізичних властивостей препарату (кольору, прозорості)

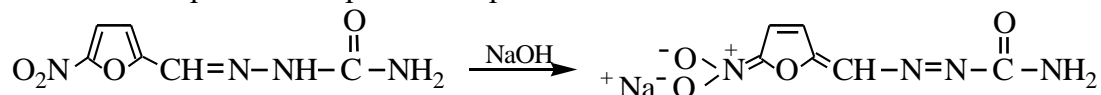
2. Визначення об'єму розчину лікарської форми

3. Ідентифікація

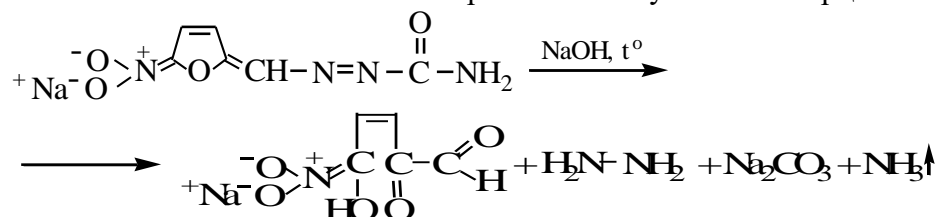
3.1. Реакція на фурацилін

Препарат об'ємом  $10 \text{ см}^3$  вмістити у пробірку, додати розчин натрій гідроксиду [ $w(\text{NaOH}) = 10\%$ ] об'ємом 3 краплі.

З'являється оранжево-червоне забарвлення:

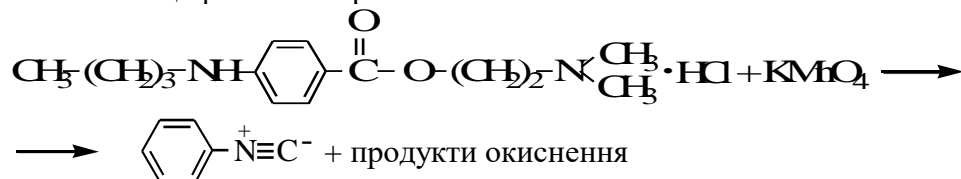


Нагріти одержаний лужний розчин фурациліну. Амоніак, що виділяється виявити за запахом або за посинінням вологого червоного лакмусового папірця:



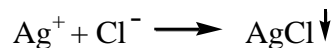
3.2. Реакція на дикаїн

Розчин препарату об'ємом 1-3 краплі вмістити у пробірку, додати розчин калій перманганату [ $C(1/5\text{KMnO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ ] об'ємом 1-2 краплі. Утворюється ізонітрил, який визначити за специфічним неприємним запахом:

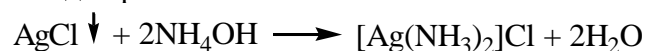


3.3. Реакція на хлорид-іон

Розчин препарату об'ємом  $2 \text{ см}^3$  вмістити у центрифужну пробірку, підкислити розведеним розчином нітратної кислоти Р, додати розчин аргентум нітрату Р1 об'ємом  $0,4 \text{ см}^3$ , перемішати і дати відстоятися; утворюється білий сирнистий осад, який відцентрифугувати і промити трьома порціями води Р об'ємом  $1 \text{ см}^3$ . Цю операцію проводити швидко в захищеному від яскравого світла місці, при цьому допускається, щоб рідина над осадом не була повністю прозорою:



Осад суспендувати у воді Р об'ємом  $2 \text{ см}^3$ , додати розчин амоніаку Р об'ємом  $1,5 \text{ см}^3$ . Осад швидко розчиняється:



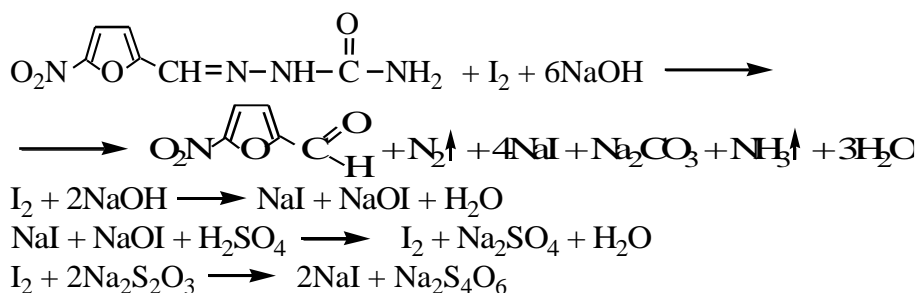
Допускається наявність декількох крупних часток, які розчиняються повільно.

4. Кількісне визначення компонентів препарату

4.1. Кількісне визначення фурациліну

Розчин йоду [ $C(1/2\text{I}_2) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$ ] об'ємом  $2 \text{ см}^3$  вмістити у конічну колбу ємністю  $50 \text{ см}^3$ , додати по краплях розчин натрій гідроксиду [ $w(\text{NaOH}) = 10\%$ ] до знебарвлення йоду. Додати досліджуваний розчин об'ємом  $2 \text{ см}^3$ , перемішати і залишити на 2-3 хв у темному місці. Потім додати розведений розчин сульфатної кислоти об'ємом  $2 \text{ см}^3$  і йод, що виділиться, титрувати розчином натрій тіосульфату [ $C(1/2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$ ]. Під кінець титрування додати індикатор – крохмаль [ $w(\text{крохмаль}) = 1\%$ ] об'ємом декілька крапель. Титрувати до появи синього забарвлення, яке не зникає протягом 1 хв:





Паралельно у тих самих умовах провести контрольне титрування без фурациліну.

Розрахунки провести за формулою:

$$w(\text{фурацилін}) = \frac{[V_1(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) - V_2(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)] \cdot K \cdot T \cdot 100}{V(\Pi)}$$

де  $V_1(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$  – об'єм розчину натрій тіосульфату, витрачений на титрування досліджуваного розчину,  $\text{см}^3$ ;

$V_2(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$  – об'єм розчину натрій тіосульфату, витрачений на титрування контрольного досліджу,  $\text{см}^3$ ;

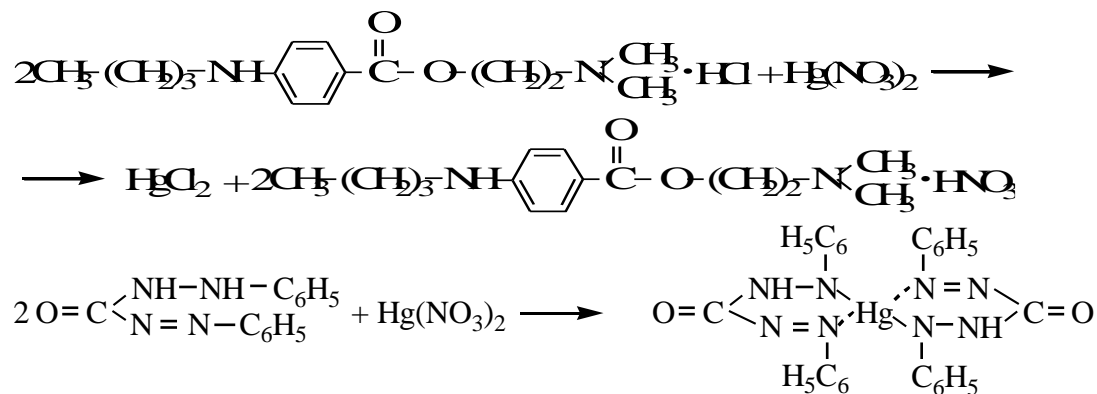
$K$  – коефіцієнт поправки;

$T$  – титр розчину натрій тіосульфату ( $T(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3/\text{фурацилін}) = 0,0004954 \text{ г/см}^3$ );

$V(\Pi)$  – об'єм досліджуваного розчину фурациліну,  $\text{см}^3$ .

#### 4.2. Кількісне визначення вмісту дикаїну

До препарату об'ємом  $5 \text{ см}^3$  у конічній колбі ємністю  $50 \text{ см}^3$  додати розчин дифенілкарбазиду (розчин індикатора) об'ємом 5-7 крапель, розведений розчин нітратної кислоти об'ємом 1-2 краплі і титрувати розчином меркурій(II) нітрату [ $\text{C}(1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ ] до фіолетового забарвлення:



Розрахунки провести за формулою:

$$w(\text{дикаїн}) = \frac{V(\text{Hg}(\text{NO}_3)_2) \cdot K \cdot T \cdot 100}{V(\Pi)}$$

де  $V(\text{Hg}(\text{NO}_3)_2)$  – об'єм розчину меркурій(II) нітрату, витрачений на титрування досліджуваного розчину,  $\text{см}^3$ ;

$K$  – коефіцієнт поправки;

$T$  – титр розчину меркурій(II) нітрату ( $T(\text{Hg}(\text{NO}_3)_2/\text{дикаїн}) = 0,03 \text{ г/см}^3$ );

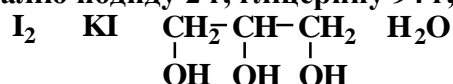
$V(\Pi)$  – об'єм досліджуваного розчину фурациліну,  $\text{см}^3$ .

#### 5. Висновок про якість препарату

## Заняття № 17

### Аналіз розчину Люголю (Solutio Lugoli)

(йоду 1 г, калію йодиду 2 г, гліцерину 94 г, води 3 см<sup>3</sup>)



**Мета:** Сформувати вміння аналізувати багатокомпонентні розчини лікарської форми.

#### Завдання:

1. Визначити фізичні властивості розчину Люголю.
2. Визначити об'єм розчину лікарської форми.
3. Провести реакції ідентифікації йоду, калію йодиду, гліцерину.
4. Визначити вміст йоду титриметричним методом.
5. Визначити вміст калію йодиду титриметричним методом

#### Питання для самостійної підготовки:

1. Властивості і застосування розчину Люголю.
2. Реакції ідентифікації йоду, калію йодиду, гліцерину.
3. Методи кількісного визначення йоду, калію йодиду.
4. Метод титрування.

#### Література

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – С. 190, 209, 212, 353-356.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – С. 356-357, 363-364.
3. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія /П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2006. – С. 79, 81, 139.
4. Ніжник Г.П. Фармацевтична хімія /Г.П. Ніжник. – К.: Медицина, 2010. – С. 44, 97.
5. Кулешова М.И. Анализ лекарственных форм изготовляемых в аптеках / М.И. Кулешова, Л.Н. Гусева, О.К. Сивицкая. – М.: Медицина, 1989. – С. 223-224.
6. Максютин Н.П. Методы анализа лекарств /Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Л.А. Кириченко, Ф.А. Митченко. – К.: Здоров'я, 1984. – С. 145-146, 151-158.
7. Архипова А.В. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии / А.В. Архипова, Л.И. Коваленко, А.Н. Кочерга и др. – М.: Медицина, 1978. – С. 270-285, 296-297, 314-315.
8. Максютин Н.П. Анализ фармацевтических препаратов и лекарственных форм / Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Ф.А. Митченко и др. – К.: Здоров'я, 1976. – С. 134-135, 144-145, 198-199.
9. Мелентьева Г.А. Фармацевтическая химия /Г.А. Мелентьева. – М.: Медицина, 1968. – С. 40, 45, 186, 406.

#### Обладнання та реактиви:

бюретки ємністю 25 см<sup>3</sup>, градуйовані піпетки ємністю 1 см<sup>3</sup>, 2 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup>, конічні колби ємністю 50 см<sup>3</sup>, пробірки ємністю 20 см<sup>3</sup>, пробірки з плоским дном, розчин натрій тіосульфату [C(1/2Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>], розчин аргентум нітрату [C(1/1AgNO<sub>3</sub>) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>], розведений розчин оцтової кислоти, розчин натрій гідроксиду [w(NaOH) = 10 %], розчин натрій гексанітрокобальтату(III), розчин купрум сульфату [w(CuSO<sub>4</sub>) = 1 %], розчин натрій еозинату (еозин Н) [w(натрій еозинат) = 0,1 %] (індикатор), хлороформ, розчин крохмалю [w(крохмаль) = 1 %], вода Р.

#### Хід роботи

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

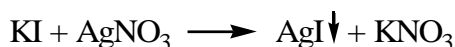
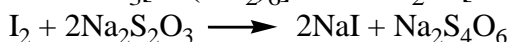
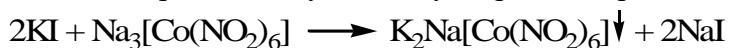
##### 3.1. Ідентифікація йоду

До розчину препарату об'ємом 1-2 краплі додати воду об'ємом 1-2 см<sup>3</sup> і розчин крохмалю [w(крохмаль) = 1 %] об'ємом 2-3 краплі. З'являється синє забарвлення.

##### 3.2. Ідентифікація калію йодиду

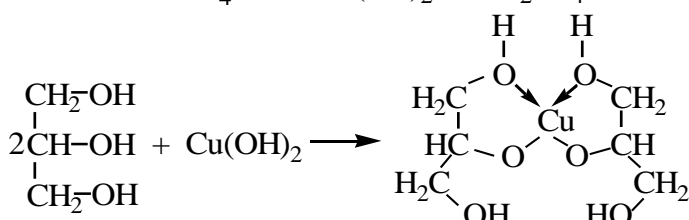
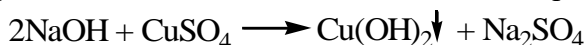
Розчин препарату об'ємом 1-2 краплі вмістити у пробірку, додати розчин розведеної

оцтової кислоти об'ємом 2-3 краплі, розчин натрій гексанітрокобальтату(III) об'ємом 1-2 краплі, хлороформ об'ємом 1-2 краплі та збовтати. Хлороформний шар набуває фіолетового забарвлення, а у водному шарі спостерігається жовтий кристалічний осад:



### 3.3. Ідентифікація гліцерину

Розчин препарату об'ємом 1 см<sup>3</sup> вмістити у пробірку, додати розчин натрій тіосульфату [ $C(1/2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01$  моль/дм<sup>3</sup>] до знебарвлення, розчин натрій гідроксиду [ $w(\text{NaOH}) = 10\%$ ] об'ємом 5-6 крапель та розчин купрум сульфату [ $w(\text{CuSO}_4) = 1\%$ ] об'ємом 5-6 крапель. З'являється інтенсивне синє забарвлення:



## 4. Кількісне визначення компонентів препарату

### 4.1. Кількісне визначення йоду

Розчин препарату масою 1 г вмістити в конічну колбу об'ємом 50 см<sup>3</sup>, додати воду об'ємом 2-3 см<sup>3</sup> та титрувати розчином натрій тіосульфату [ $C(1/2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01$  моль/дм<sup>3</sup>] до знебарвлення ( $V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ , см<sup>3</sup>).

Розрахунки провести за формулою:

$$m(\text{йод}) = \frac{V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot K_1 \cdot T_1 \cdot m(\text{л.ф.})}{m(\text{н})}$$

де  $V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$  – об'єм розчину натрій тіосульфату, витрачений на титрування надлишку розчину йоду, см<sup>3</sup>;

$K_1$  – коефіцієнт поправки;

$T_1$  – титр розчину натрій тіосульфату ( $T(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3/\text{I}_2) = 0,01269$  г/см<sup>3</sup>);

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

$m(\text{н})$  – маса наважки, г.

### 4.2. Кількісне визначення калію йодиду

До відтитрованого розчину (А) додати воду об'ємом 1-2 см<sup>3</sup>, розчин розведеної оцтової кислоти об'ємом 0,5 см<sup>3</sup>, розчин натрій еозинату (еозин Н) [ $w(\text{натрій еозинат}) = 0,1\%$ ] об'ємом 2 краплі та титрувати розчином аргентум нітрату [ $C(1/1\text{AgNO}_3) = 0,01$  моль/дм<sup>3</sup>] до рожевого забарвлення осаду ( $V_{\text{заг.}}(\text{AgNO}_3)$ , см<sup>3</sup>).

Об'єм розчину аргентум нітрату [ $C(1/1\text{AgNO}_3) = 0,01$  моль/дм<sup>3</sup>] ( $V(\text{AgNO}_3)$ , см<sup>3</sup>), що витрачений на титрування калій йодиду знайти за різницею:

$$V(\text{AgNO}_3) = V_{\text{заг.}}(\text{AgNO}_3) - V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$$

Розрахунки провести за формулою:

$$m(\text{калій йодид}) = \frac{[V(\text{AgNO}_3)K_2 - V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)K_1] \cdot T_2 \cdot m(\text{л.ф.})}{m(\text{н})}$$

де  $V_{\text{заг.}}(\text{AgNO}_3)$  – об'єм розчину аргентум нітрату, витрачений на титрування сумарного калій йодиду (калій йодид, що міститься у препараті + калій йодид, що утворився при титруванні йоду), см<sup>3</sup>;

$K_1, K_2$  – коефіцієнти поправки;

$T_2$  – титр розчину аргентум нітрату ( $T(\text{AgNO}_3/\text{KI}) = 0,066$  г/см<sup>3</sup>);

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

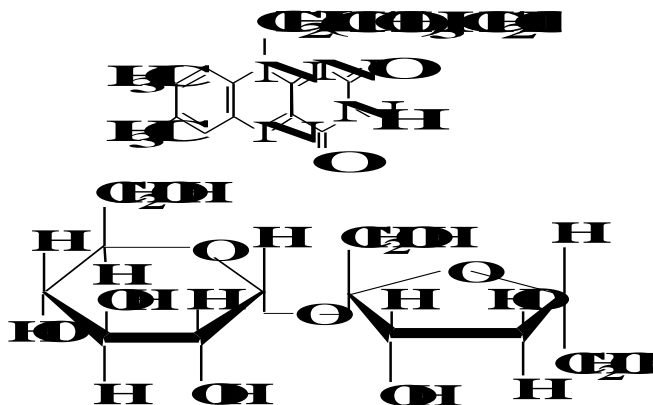
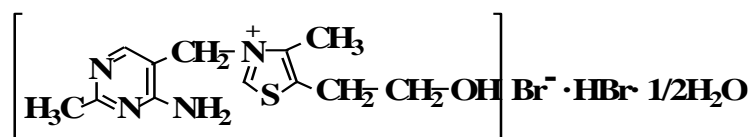
$m(\text{н})$  – маса наважки, г.

## 5. Висновок про якість препарату

## Аналіз сухих (порошкових) лікарських форм

### Заняття № 18

Аналіз таблеток тіаміну броміду (Thiaminum bromidum) 0,003 г,  
рибофлавіну (Riboflavinum) 0,003 г, цукру (Saccharum) 0,2 г



**Мета:** Сформувати вміння виконувати аналіз таблеток тіаміну броміду, рибофлавіну, цукру.

#### Завдання:

1. Визначити фізичні властивості таблеток тіаміну броміду, рибофлавіну, цукру.
2. Визначити середню масу таблетки.
3. Провести реакції ідентифікації тіаміну броміду, рибофлавіну, цукру.
4. Визначити вміст рибофлавіну у таблетках методом фотометрії.
5. Визначити вміст тіаміну броміду у таблетках методом аргентометрії.

#### Питання для самостійної роботи:

1. Властивості і застосування тіаміну броміду, рибофлавіну, цукру.
2. Реакції ідентифікації тіаміну броміду, рибофлавіну, цукру.
3. Методи кількісного визначення тіаміну броміду, рибофлавіну, цукру.
4. Методи фотокolorиметрії та аргентометрії.

#### Література

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – С. 250, 446-447, 454-456.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – С. 445-446.
3. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія /П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2006. – С. 444-445, 477, 481.
4. Ніжник Г.П. Фармацевтична хімія /Г.П. Ніжник. – К.: Медицина, 2010. – С. 243, 247.
5. Кулешова М.И. Анализ лекарственных форм изготовляемых в аптеках / М.И. Кулешова, Л.Н. Гусева, О.К. Сивицкая. – М.: Медицина, 1989. – С. 49-51.
6. Максютин Н.П. Методы анализа лекарств /Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Л.А. Кириченко, Ф.А. Митченко. – К.: Здоров'я, 1984. – С. 145-146, 151-158, 205-206.
7. Архипова А.В. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии / А.В. Архипова, Л.И. Коваленко, А.Н. Кочерга и др. – М.: Медицина, 1978. – С. 257-269, 305-306.
8. Максютин Н.П. Анализ фармацевтических препаратов и лекарственных форм / Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Ф.А. Митченко и др. – К.: Здоров'я, 1976. – С. 176-181.
9. Мелентьева Г.А. Фармацевтическая химия /Г.А. Мелентьева. – М.: Медицина, 1968. – С. 545, 642-644, 652-655.

#### Обладнання та реактиви:

ФЕК, аналітичні терези, водяні бані, кювети з товщиною шару 10 мм, піпетки ємністю 1 см<sup>3</sup>, 5 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup>, бюретки ємністю 25 см<sup>3</sup>, конічні колби ємністю 50 см<sup>3</sup>, бюкси для

зважування, ступки і товкачі, пробірки ємністю 20 см<sup>3</sup>, лійки, фільтрувальний папір, стандартний розчин рибофлавіну [*w*(рибофлавін) = 0,004 %], розчин натрій гідроксиду [C(NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], розчин амоній роданіду [C(1/1NH<sub>4</sub>SCN) = 0,02 моль/дм<sup>3</sup>], розчин залізоамонійних галунів [C(1/3FeNH<sub>4</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·12H<sub>2</sub>O) = 0,275 моль/дм<sup>3</sup>], розчин аргентум нітрату [C(AgNO<sub>3</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], розчин аргентум нітрату [C(1/1(AgNO<sub>3</sub>) = 0,02 моль/дм<sup>3</sup>], розведений розчин хлоридної кислоти, розчин калій гексаціаноферату(III) [*w*(K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>]) = 1 %], розчин кобальт(III) нітрату [*w*(Co(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>) = 0,5 %], резорцинол, хлороформ, вода Р.

### Хід роботи:

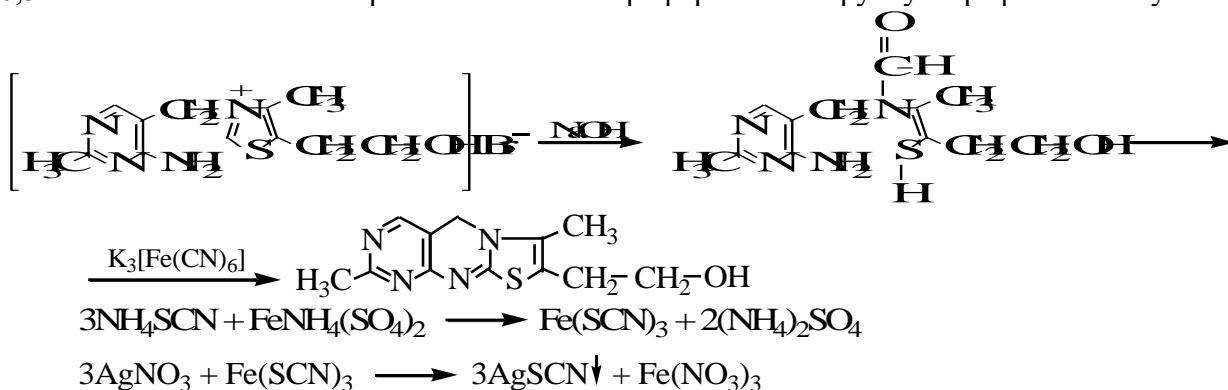
1. Визначення фізичних властивостей препарату (кольору, розчинності)

2. Визначення середньої маси таблетки

3. Ідентифікація

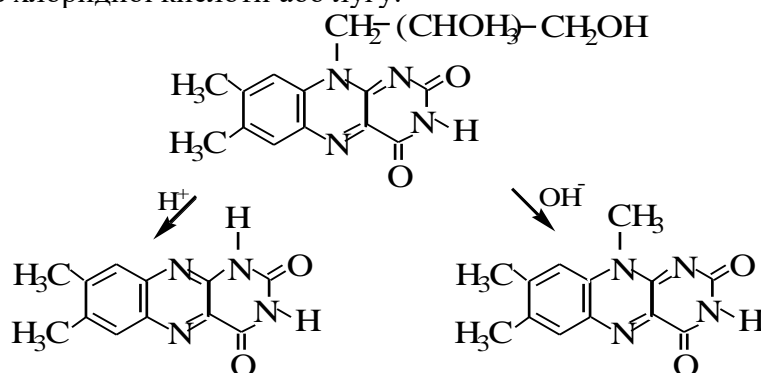
3.1. Реакція на тіамін бромід

Порошок розтертих таблеток масою 0,02 г вмістити у пробірку, додати воду об'ємом 2-3 краплі, розчин натрій гідроксиду [C(NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>] об'ємом 2-3 краплі та розчин калій гексаціаноферату(III) [*w*(K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>]) = 1 %] об'ємом 2-3 краплі, хлороформ об'ємом 0,5 см<sup>3</sup> та збовтати. Спостерігати світіння хлороформного шару в ультрафіолетовому світлі:

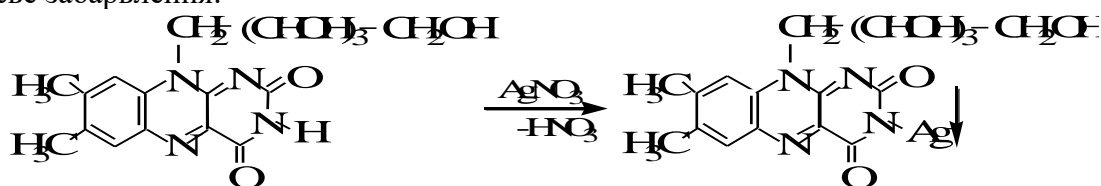


3.2. Реакція на рибофлавін

а) Порошок розтертих таблеток масою 0,01 г вмістити у пробірку, додати воду Р об'ємом 5 см<sup>3</sup>. В УФ-світлі спостерігається інтенсивна зелена флуоресценція, що зникає при додаванні розчинів хлоридної кислоти або луку:



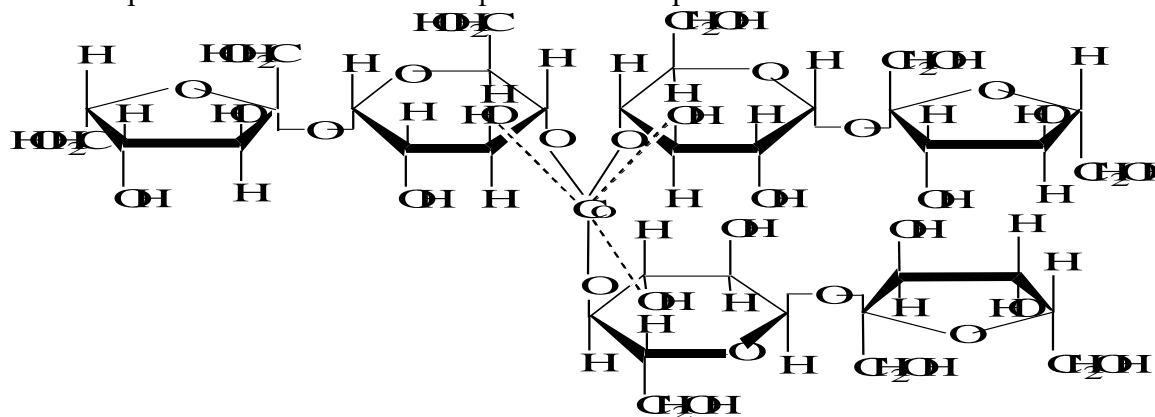
б) Порошок розтертих таблеток масою 0,05 г вмістити у пробірку, додати розчин аргентум нітрату [C(AgNO<sub>3</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>] об'ємом 5-6 крапель. Поступово з'являється оранжеве забарвлення:



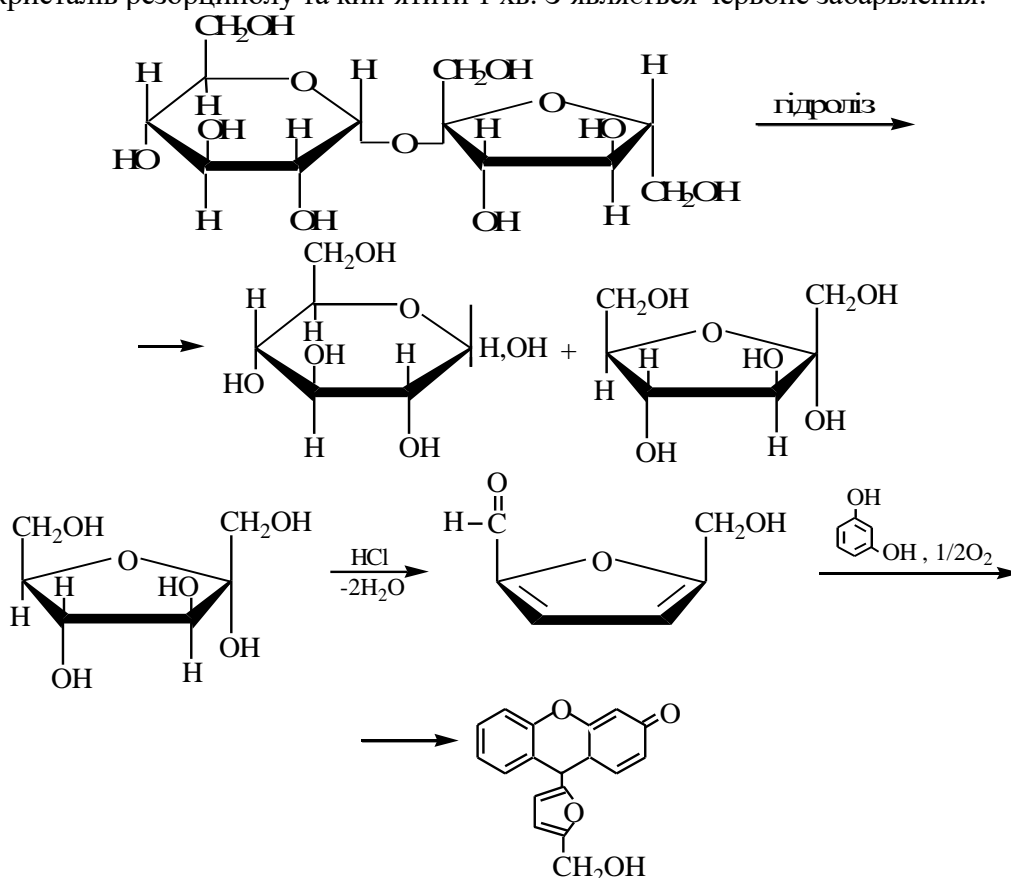
3.3. Реакція на цукор

а) Промити на фільтрі порошок розтертих таблеток масою 0,03 г водою об'ємом 0,5-1 см<sup>3</sup>. Фільтрат вмістити у пробірку, додати розчин натрій гідроксиду [C(NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>] об'ємом 2-3 краплі та розчин кобальт(III) нітрату [*w*(Co(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>) = 0,5 %]

об'ємом 1-2 краплі. З'являється синьо-фіолетове забарвлення:



б) Промити на фільтрі порошок розтертих таблеток масою 0,03 г водою об'ємом 0,5-1 см<sup>3</sup>. До фільтрату у пробірці додати розчин розведеної хлоридної кислоти об'ємом 1-2 краплі, декілька кристалів резорцинолу та кип'ятити 1 хв. З'являється червоне забарвлення:



#### 4. Кількісне визначення

##### 4.1. Кількісне визначення вмісту рибофлавіну

Розчинити на киплячій водяній бані порошок розтертих таблеток масою 0,02 г (точна маса наважки) у воді об'ємом 10 см<sup>3</sup> (розчин А). Після охолодження до розчину А об'ємом 3 см<sup>3</sup> додати воду об'ємом 7 см<sup>3</sup> та визначити оптичну густина ( $D_1$ ) одержаного розчину при довжині хвилі 445 нм в кюветі з товщиною шару 10 мм.

Розчин порівняння: вода.

Паралельно визначити оптичну густина розчину ( $D_2$ ), що містить стандартний розчин рибофлавіну [ $w(\text{рибофлавін}) = 0,004\%$ ] об'ємом 2,5 см<sup>3</sup> та воду об'ємом 7,5 см<sup>3</sup>.

Розрахунки провести за формулою:

$$m(\text{рибофлавін}) = \frac{D_1 \cdot 0,0001 \cdot 10 \cdot m(\text{сп})}{D_2 \cdot m(\text{н}) \cdot V(\text{а})}$$

де  $m(\text{сп})$  – середня маса порошку, г;

$m(n)$  – маса наважки порошку для аналізу, г;  
 $V(a)$  – об'єм розчину А взятий для аналізу,  $см^3$ .

#### 4.2. Кількісне визначення тіамін бромід

Розчинити порошок розтертих таблеток масою 0,02 г в розведеному розчині нітратної кислоти об'ємом 1-2  $см^3$  у конічній колбі ємністю 50  $см^3$ , додати розчин залізоамонійних галунів [ $C(1/3FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O) = 0,275$  моль/ $дм^3$ ] об'ємом 1  $см^3$ , розчин амоній роданіду [ $C(1/1NH_4SCN) = 0,02$  моль/ $дм^3$ ] об'ємом 0,2  $см^3$  та титрувати розчином аргентум нітрату [ $C(1/1AgNO_3) = 0,02$  моль/ $дм^3$ ] до переходу оранжевого забарвлення в жовте. Від об'єму розчину аргентум нітрату [ $C(1/1AgNO_3) = 0,02$  моль/ $дм^3$ ], витраченого на титрування відняти об'єм розчину амоній роданіду [ $C(1/1(NH_4SCN) = 0,02$  моль/ $дм^3$ ], а саме – 0,2  $см^3$ .

Розрахунки провести за формулою:

$$m(\text{тіамін бромід}) = \frac{[V(AgNO_3) \cdot K_1 - V(NH_4SCN) \cdot K_2] \cdot T \cdot m(t)}{m(n)}$$

де  $V(AgNO_3)$  – об'єм розчину аргентум нітрату, витраченого на титрування досліджуваного розчину,  $см^3$ ;

$K_1$  – коефіцієнт поправки розчину аргентум нітрату;

$V(NH_4SCN)$  – об'єм розчину амоній роданіду,  $см^3$ ;

$K_2$  – коефіцієнт поправки розчину амоній роданіду;

$T$  – титр розчину аргентум нітрату ( $T(AgNO_3/\text{тіамін бромід}) = 0,004352$  г/ $см^3$ );

$m(t)$  – середня маса таблетки, г;

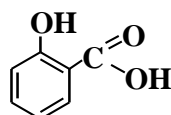
$m(n)$  – маса наважки, г.

#### 5. Висновок про якість препарату

## Аналіз мазей

### Заняття № 19

#### Аналіз мазі кислоти саліцилової (Unguentum salicilicum) 2 %



**Мета:** Сформувати вміння аналізувати однокомпонентну мазь.

**Завдання:**

1. Визначити фізичні властивості мазі.
2. Провести реакції ідентифікації саліцилової кислоти.
3. Визначити вміст саліцилової кислоти.

**Питання для самостійної підготовки:**

1. Властивості і застосування препарату.
2. Реакції ідентифікації саліцилової кислоти.
3. Методи кількісного визначення саліцилової кислоти.
4. Метод нейтралізації.

### Література

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – С. 250.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – 520 с.
3. Ніжник Г.П. Фармацевтична хімія /Г.П. Ніжник. – К.: Медицина, 2010. – С. 120.
4. Кулешова М.И. Анализ лекарственных форм изготовляемых в аптеках / М.И. Кулешова, Л.Н. Гусева, О.К. Сивицкая. – М.: Медицина, 1989. – С. 30.
5. Пассет Б.В. Практикум по техническому анализу и контролю в производстве химико-фармацевтических препаратов и антибиотиков /Б.В. Пассет, М.А. Антипов. – М.: Просвещение, 1981. – С. 199-201.
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. – С. 286-288, 320.

7. Максютіна Н.П. Аналіз фармацевтичних препаратів і лікарських форм / Н.П. Максютіна, Ф.Е. Каган, Ф.А. Митченко і др. – К.: Здоров'я, 1976. – С. 242-243.

8. Мелентьєва Г.А. Фармацевтична хімія / Г.А. Мелентьєва. – М.: Медицина, 1968. – С. 261-262.

#### Обладнання та реактиви:

аналітичні терези, градуйовані піпетки ємністю 5 см<sup>3</sup>, бюретки ємністю 25 см<sup>3</sup>, мірні пальчики, конічні колби ємністю 100 см<sup>3</sup>, бюкси, ступки і товчачі, розчин натрій гідроксиду [C(1/1NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], розчин ферум(III) хлориду [w(FeCl<sub>3</sub>) = 3 %], розчин етилового спирту [w(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH) = 96 %], розчин фенолфталеїну [w(ф-ф) = 1 %].

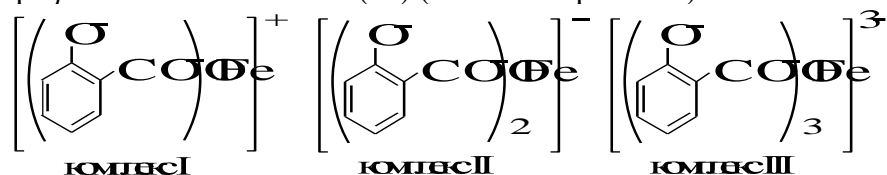
#### Хід роботи

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

2. Ідентифікація саліцилової кислоти

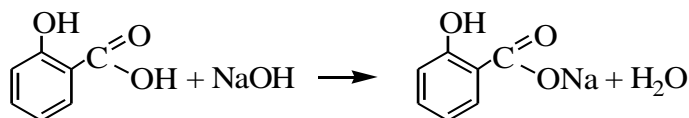
Невелику кількість мазі внести у ступку, розтерти з етиловим спиртом [C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH] = 96 % об'ємом 2-3 краплі, додати розчин ферум(III) хлориду [w(FeCl<sub>3</sub>) = 3 %] об'ємом 1-3 краплі. З'являється фіолетове забарвлення.

Склад та забарвлення комплексів, що утворюються при взаємодії саліцилової кислоти з ферум(III) хлоридом, залежить від рН середовища. При рН = 1,8-2,5 утворюється комплекс (I) (синє-фіолетове забарвлення), при рН = 4-8 – комплекс (II) (червоне-буре забарвлення), при рН = 8-11 – комплекс (III) (жовте забарвлення):



3. Кількісне визначення вмісту саліцилової кислоти

Мазь масою 0,5 г вмістити у конічну колбу ємністю 100 см<sup>3</sup>, додати етиловий спирт [C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH] = 96 % об'ємом 3-5 см<sup>3</sup>, розчин фенолфталеїну [w(ф-ф) = 1 %] об'ємом декілька крапель і титрувати розчином натрій гідроксиду [C(1/1NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>] до рожевого забарвлення:



Розрахунки провести за формулою:

$$w(\text{саліцилова к-та}) = \frac{V(\text{NaOH}) \cdot K \cdot T \cdot 100}{m(n)}$$

де V(NaOH) – об'єм розчину натрій гідроксиду, витрачений на титрування досліджуваного розчину, см<sup>3</sup>;

K – коефіцієнт поправки;

T – титр розчину натрій гідроксиду (T(NaOH/саліцилова к-та) = 0,01381 г/см<sup>3</sup>);

m(n) – маса наважки, г.

4. Висновок про якість препарату

#### Заняття № 20

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



**Мета:** 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.

**Питання для самостійної підготовки:**

1. Властивості і застосування препарату.
2. Реакції ідентифікації ртуті амідохлориду та борної кислоти.
3. Методи кількісного визначення ртуті амідохлориду та борної кислоти.
4. Метод нейтралізації.

**Література**

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – С. 392-393.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – С. 305-306.
3. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія /П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2006. – С. 100.
4. Ніжник Г.П. Фармацевтична хімія /Г.П. Ніжник. – К.: Медицина, 2010. – С. 63.
5. Кулешова М.И. Анализ лекарственных форм изготовляемых в аптеках / М.И. Кулешова, Л.Н. Гусева, О.К. Сивицкая. – М.: Медицина, 1989. – С. 27, 218.
6. Максютин Н.П. Методы анализа лекарств /Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Л.А. Кириченко, Ф.А. Митченко. – К.: Здоров'я, 1984. – С. 151-158.
7. Архипова А.В. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии / А.В. Архипова, Л.И. Коваленко, А.Н. Кочерга и др. – М.: Медицина, 1978. – С. 286-288.
8. Максютин Н.П. Анализ фармацевтических препаратов и лекарственных форм / Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Ф.А. Митченко и др. – К.: Здоров'я, 1976. – С. 138-139.
9. Мелентьева Г.А. Фармацевтическая химия /Г.А. Мелентьева. – М.: Медицина, 1968. – С. 98, 128.

**Обладнання та реактиви:**

аналітичні терези, водяні бані, мірні колби ємністю 50 см<sup>3</sup>, бюретки ємністю 25 см<sup>3</sup>, мірні пальчики, піпетки ємністю 10 см<sup>3</sup>, 25 см<sup>3</sup>, конічні колби ємністю 100 см<sup>3</sup>, ділильні лійки ємністю 100 см<sup>3</sup>, пробірки ємністю 20 см<sup>3</sup>, бюкси, лійки, паличка графіту, фільтрувальний папір, розчин хлоридної кислоти [C(1/1HCl) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], розчин натрій гідроксиду [C(1/1NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], концентрована сульфатна кислота, розведений розчин нітратної кислоти, розчин етилового спирту [w(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH) = 96 %], розчин калій йодиду [w(KI) = 20 %], вода Р, розчин фенолфталеїну [w(ф-ф) = 1 %], розчин метилового оранжевого [w(м.о.) = 0,1 %].

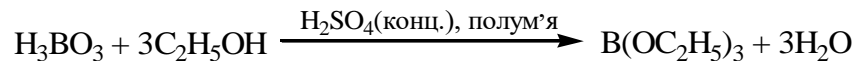
**Хід роботи**

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

2. Ідентифікація

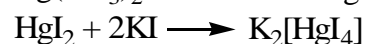
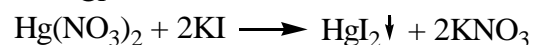
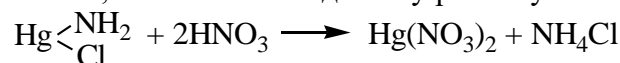
2.1. Ідентифікація борної кислоти

Мазь масою 0,3 г вмістити у пробірку, обробити гарячою водою, профільтрувати, до фільтрату додати розчин етилового спирту [w(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH) = 96 %] об'ємом 2-3 см<sup>3</sup> 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

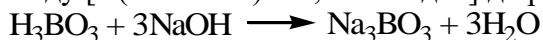
До залишку мазі після обробки водою додати розведений розчин нітратної кислоти і розчин калій йодиду [w(KI) = 20 %] об'ємом декілька крапель. З'являється червоне забарвлення, яке зникає в надлишку розчину калій йодиду:



### 3. Кількісне визначення компонентів препарату

#### 3.1. Кількісне визначення вмісту борної кислоти

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



Розрахунки провести за формулою:

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

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

$K$  – коефіцієнт поправки;

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

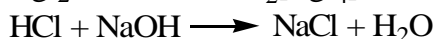
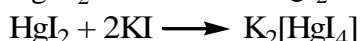
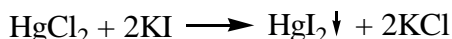
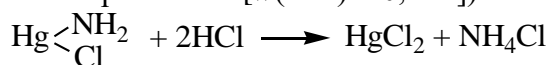
$m(\text{л.ф.})$  – маса лікарської форми, г;

$m(\text{н})$  – маса наважки, г.

#### 3.2. Кількісне визначення вмісту ртуті амідохлориду

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

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



Розрахунки провести за формулою:

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

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

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

$K_1, K_2$  – коефіцієнти поправки;

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

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

$m(\text{н})$  – маса наважки, г.

#### 4. Висновок про якість препарату

## Аналіз лікарських форм з природної сировини

### Заняття № 21

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

**Мета:** 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.

#### **Питання для самостійної підготовки:**

1. Властивості квіток ромашки лікарської.
2. Методи визначення вологості в рослинних лікарських засобах.
3. Методи визначення мінеральних домішок в рослинних лікарських засобах.
4. Методи визначення органічних домішок в рослинних лікарських засобах.
5. Застосування квіток ромашки лікарської.

#### **Література**

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – 556 с.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – С. 58-64.

#### **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 оцвіттини, 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:

$$w(\text{H}_2\text{O}) = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_1}$$

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:

$$w(\text{домішки}) = \frac{m(\text{дом.}) \cdot 100}{m(\text{н})}$$

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

$m(\text{н})$  – 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  $\pm 0,5 \%$ .

Розрахунок провести за формулою:

$$w(\text{домішки}) = \frac{m(\text{дом.}) \cdot 100}{m(\text{н})}$$

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

$m(\text{н})$  – маса наважки сировини, г.

4. *Висновок про якість препарату*

## Заняття № 22

### Аналіз риб'ячого жиру (*Oleum jecoris Aselli*)

**Мета:** Сформувати вміння виконувати аналіз жирів та олій на прикладі риб'ячого жиру.

**Завдання:**

1. Визначити справжність риб'ячого жиру.
2. Визначити об'єм лікарської форми.
3. Визначити число омилення риб'ячого жиру.
4. Визначити йодне число риб'ячого жиру.
5. Визначити кислотне число риб'ячого жиру.

**Питання для самостійної роботи:**

1. Фізіологічна роль і застосування риб'ячого жиру.
2. Реакції справжності риб'ячого жиру.
3. Методики визначення числа омилення, йодного числа, кислотного числа, ефірного числа.

### Література

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – С. 94-97.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – С. 34.
3. Смолина Т.А. Практические работы по органической химии /Т.А. Смолина, Н.В. Васильева, Н.Б. Куплетская. – М.: Просвещение, 1986. – С. 106-109.

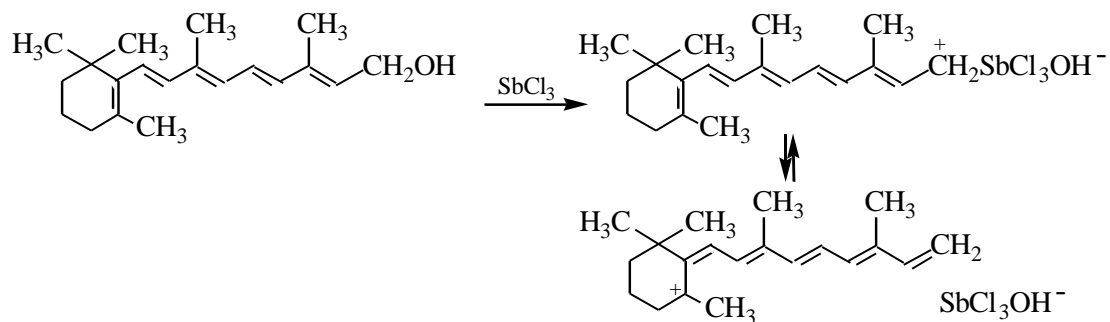
**Обладнання та реактиви:**

аналітичні терези, водяні бані, піпетки ємністю 1 см<sup>3</sup>, 2 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup>, 20 см<sup>3</sup>, 50 см<sup>3</sup>, бюретки ємністю 25 см<sup>3</sup>, круглодонні колби ємністю 100 см<sup>3</sup>, конічні колби з притертою пробкою ємністю 250 см<sup>3</sup>, колби з боросилікатного скла ємністю 250 см<sup>3</sup>, зворотні холодильники, пробірки ємністю 20 см<sup>3</sup>, розчин хлоридної кислоти [C(1/1HCl) = 0,5 моль/дм<sup>3</sup>], розчин калій гідроксиду [C(1/1KOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], спиртовий розчин калій гідроксиду [C(1/1KOH) = 0,5 моль/дм<sup>3</sup>], розчин натрій тіосульфату [C(1/2Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], концентрована сульфатна кислота, льодяна оцтова кислота Р, розчин йод броміду, розчин калій йодиду Р [ $\rho(\text{KI}) = 100 \text{ г/дм}^3$ ], розчин стибій(III) хлориду, етиловий спирт, діетилловий етер, хлороформ, вода Р, розчин крохмалю Р [ $w(\text{крохмаль}) = 1 \%$ ], розчин фенолфталеїну Р [ $w(\text{ф-ф}) = 1 \%$ ].

### Хід роботи

1. Визначення фізичних властивостей риб'ячого жиру (прозорість, колір, смак, запах)
2. Визначення об'єму лікарської форми
3. Ідентифікація риб'ячого жиру
- 3.1. Ідентифікація вітаміну А

Препарат масою 0,1 г помістити у пробірку, розчинити у хлороформі об'ємом 1 см<sup>3</sup> та додати розчин стибіум(III) хлориду. З'являється нестійке блакитне забарвлення.



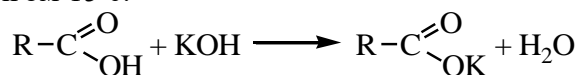
### 3.2. Ідентифікація ліпохром

Препарат об'ємом 1 крапля помістити у пробірку, розчинити у хлороформі об'ємом 20 см<sup>3</sup>, додати концентровану сульфатну кислоту об'ємом 1 крапля і струсити. Суміш забарвлюється у синє-фіолетовий колір, який швидко переходить у бурий.

### 4. Визначення кислотного числа

Кислотним числом  $I_A$  називають масу калій гідроксиду, у міліграмах, необхідну для нейтралізації вільних кислот, що містяться у випробовуваній речовині масою 1 г.

Наважку риб'ячого жиру масою близько 10,00 г помістити у круглодонну колбу ємністю 100 см<sup>3</sup> і розчинити у суміші рівних об'ємів спирту Р і етеру Р об'ємом 50 см<sup>3</sup>, попередньо нейтралізованої розчином калій гідроксиду [C(1/1 КОН) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], використовуючи як індикатор розчин фенолфталеїну Р [w(ф-ф) = 1 %] об'ємом 0,5 см<sup>3</sup>. Після розчинення випробовуваної речовини одержаний розчин титрувати розчином калій гідроксиду [C(1/1КОН) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>] до появи рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 15 с:



Розрахунки провести за формулою:

$$I_A = \frac{5,610 \cdot V(\text{KOH})}{m(n)}$$

де  $V(\text{KOH})$  – об'єм розчину калій гідроксиду, витрачений на титрування розчину, см<sup>3</sup>;

$m(n)$  – маса наважки риб'ячого жиру, г;

5,610 – маса калій гідроксиду, що міститься у розчині [C(1/1КОН) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>] об'ємом 1 см<sup>3</sup>, мг.

Якщо випробовувана речовина не розчиняється у суміші розчинників, до колби приєднати зворотний холодильник і злегка нагріти на теплій водяній бані при постійному перемішуванні до розчинення речовини. Потім визначити кислотне число як вказано вище.

Якщо об'єм розчину калій гідроксиду [C(1/1КОН) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], необхідний для титрування, менше 2 см<sup>3</sup>, відповідним способом збільшують масу наважки випробовуваної речовини або використовують більш розведений титрант (в останньому випадку вносять відповідні зміни у формулу розрахунку).

### 5. Визначення йодного числа

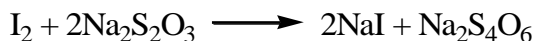
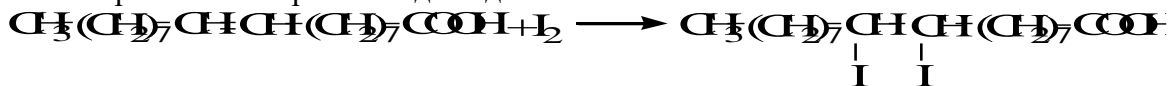
Йодним числом  $I_I$  називають масу галогену в перерахунку на йод, у грамах, необхідну для зв'язування випробовуваної речовини масою 100 г за описаних умов.

Наважку речовини (відповідно до табл. 22.1, якщо немає інших зазначень в окремій статті) помістити у конічну колбу з притертою пробкою ємністю 250 см<sup>3</sup>, попередньо висушену або промиту кислотою оцтовою льодяною Р, розчинити у хлороформі Р об'ємом 15 см<sup>3</sup>, якщо немає інших зазначень в окремій статті. До одержаного розчину повільно додати розчин йод броміду Р об'ємом 25 см<sup>3</sup>.

Таблиця 22.1 – Маса наважки олії для визначення йодного числа

Передбачуване значення $I_I$	Маса наважки речовини, г
менше 20	1,0
від 20 до 60	від 0,5 до 0,25
від 60 до 100	від 0,25 до 0,15
більше 100	від 0,15 до 0,10

Колбу закрити пробкою і витримати у темному місці при частому перемішуванні протягом 30 хв, якщо немає інших зазначень в окремій статті. Додати розчин калій йодиду Р [ $\rho(\text{KI}) = 100 \text{ г/дм}^3$ ] об'ємом  $10 \text{ см}^3$ , воду Р об'ємом  $100 \text{ см}^3$  і титрувати розчином натрій тіосульфату [ $C(1/2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ ] при інтенсивному перемішуванні до світло-жовтого забарвлення, потім додати розчин крохмалю Р [ $w(\text{крохмаль}) = 1 \%$ ] об'ємом  $5 \text{ см}^3$  і далі титрувати розчином натрій тіосульфату [ $C(1/2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ ] до знебарвлення. Паралельно провести контрольний дослід.



Розрахунки провести за формулою:

$$I_1 = \frac{1,269[V_{\text{к.д.}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) - V_{\text{о.д.}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)]}{m(\text{н})}$$

де  $V_{\text{к.д.}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$  – об'єм розчину натрій тіосульфату, витрачений на титрування розчину контрольного дослід,  $\text{см}^3$ ;

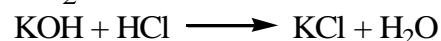
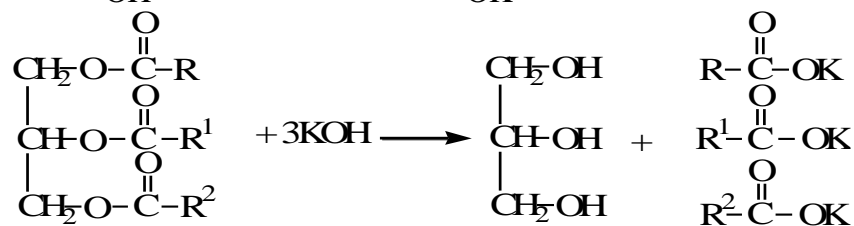
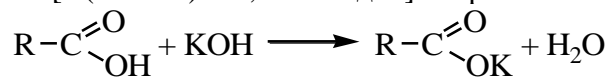
$V_{\text{о.д.}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$  – об'єм розчину натрій тіосульфату, витрачений на титрування риб'ячого жиру,  $\text{см}^3$ ;

$m(\text{н})$  – маса наважки риб'ячого жиру, г.

#### б. Визначення числа омилення

Числом омилення  $I_s$  називають масу калій гідроксиду, у міліграмах, необхідну для нейтралізації вільних кислот і омилення естерів, що містяться у випробовуваній речовині масою 1 г.

Наважку риб'ячого жиру (відповідно до таблиці 22.2, якщо немає інших зазначень в окремій статті) помістити у колбу з боросилікатного скла ємністю  $250 \text{ см}^3$ , сполучену з зворотним холодильником. Додати спиртовий розчин калій гідроксиду [ $C(1/1\text{KOH}) = 0,5 \text{ моль/дм}^3$ ] об'ємом  $25 \text{ см}^3$  і декілька скляних кульок. До колби приєднати зворотний холодильник і нагрівати на киплячій водяній бані протягом 30 хв (якщо немає інших зазначень в окремій статті). Потім додати розчин фенолфталеїну Р1 [ $w(\text{ф-ф}) = 1 \%$ ] об'ємом  $1 \text{ см}^3$  і гарячий розчин відразу титрувати розчином хлоридної кислоти [ $C(1/1\text{HCl}) = 0,5 \text{ моль/дм}^3$ ]. Паралельно провести контрольний дослід.



Розрахунки провести за формулою:

$$I_s = \frac{28,05[V_{\text{к.д.}}(\text{HCl}) - V_{\text{о.д.}}(\text{HCl})]}{m(\text{н})}$$

де  $V_{\text{к.д.}}(\text{HCl})$  – об'єм розчину хлоридної кислоти, витрачений на титрування розчину контрольного дослід,  $\text{см}^3$ ;

$V_{\text{о.д.}}(\text{HCl})$  – об'єм розчину хлоридної кислоти, витрачений на титрування риб'ячого жиру,  $\text{см}^3$ ;

$m(\text{н})$  – маса наважки риб'ячого жиру, г;

28,05 – маса калій гідроксиду, що відповідає розчину хлоридної кислоти [ $C(1/1\text{HCl}) = 0,5 \text{ моль/дм}^3$ ] об'ємом  $1 \text{ см}^3$ , мг.

Таблиця 22.2 – Маса наважки олії для визначення числа омилення

Передбачуване значення $I_s$	Маса наважки речовини, г
від 3 до 10	від 12 до 15
від 10 до 40	від 8 до 12
від 40 до 60	від 5 до 8
від 60 до 100	від 3 до 5
від 100 до 200	від 2,5 до 3
від 200 до 300	від 1 до 2
від 300 до 400	від 0,5 до 1

#### 7. Визначення ефірного числа

Ефірним числом  $I_E$  називають масу калій гідроксиду, у міліграмах, необхідну для омилення естерів, що містяться у випробовуваній речовини масою 1 г.

Розрахунки провести за формулою:

$$I_E = I_S - I_A$$

де  $I_S$  – число омилення;

$I_A$  – кислотне число.

#### 8. Висновок про якість препарату

## Аналіз лікарських форм, що виготовляються в аптеках

### Заняття № 23

Аналіз натрію броміду (Natrii bromidi) 2 г,  
магнію сульфату (Magnesii sulfatis) 5 г,  
розчину глюкози (Solutio glucose) 20 % 200 см<sup>3</sup>



**Мета:** Сформувати вміння аналізувати натрію бромід, магнію сульфат, розчин глюкози.

#### Завдання:

1. Визначити фізичні властивості лікарської форми.
2. Визначити об'єм розчину лікарської форми.
3. Провести реакції ідентифікації натрію броміду, магнію сульфату, глюкози.
4. Визначити вміст натрію броміду аргентометрією.
5. Визначити вміст магнію сульфату комплексонометрією.
6. Визначити вміст глюкози.

#### Питання для самостійної роботи:

1. Властивості і застосування натрію броміду, магнію сульфату, глюкози.
2. Реакції ідентифікації натрію броміду, магнію сульфату, глюкози.
3. Методи кількісного визначення натрію броміду, магнію сульфату, глюкози.
4. Методи аргентометрії, комплексонометрії, рефрактометрії.

#### Література

1. Державна Фармакопея України. – Харків: РІПЕГ, 2001. – С. 360-361.
2. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІПЕГ, 2004. – С. 391, 409.

3. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія /П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2006. – С. 68-69, 77, 107, 440-444.
4. Ніжник Г.П. Фармацевтична хімія /Г.П. Ніжник. – К.: Медицина, 2010. – С. 35-36, 43, 71, 223-226.
5. Кулешова М.И. Анализ лекарственных форм изготавливаемых в аптеках / М.И. Кулешова, Л.Н. Гусева, О.К. Сивицкая. – М.: Медицина, 1989. – С. 15-18, 182, 243.
6. Максютин Н.П. Методы анализа лекарств /Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Л.А. Кириченко, Ф.А. Митченко. – К.: Здоров'я, 1984. – С. 5-8, 151, 153, 155-157, 159.
7. Архипова А.В. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии / А.В. Архипова, Л.И. Коваленко, А.Н. Кочерга и др. – М.: Медицина, 1978. – С. 11-14, 91-93, 100-103, 113, 115-118.
8. Максютин Н.П. Анализ фармацевтических препаратов и лекарственных форм / Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Ф.А. Митченко и др. – К.: Здоров'я, 1976. – С. 6, 48, 150, 162-163, 194, 196, 198.
9. Мелентьева Г.А. Фармацевтическая химия /Г.А. Мелентьева. – М.: Медицина, 1968. – С. 37-38, 109, 542-545.

### **Обладнання та реактиви:**

рефрактометр, технохімічні терези, водяні бані, льодяні бані, бюретки ємністю 25 см<sup>3</sup>, піпетки ємністю 1 см<sup>3</sup>, 2 см<sup>3</sup>, 5 см<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup>, конічні колби ємністю 50 см<sup>3</sup>, бюкси, склянки хімічні ємністю 200 см<sup>3</sup>, пробірки з плоским дном, пробірки ємністю 20 см<sup>3</sup>, фарфорові чашки, скляні палички, розчин аргентум нітрату [C(1/1AgNO<sub>3</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>], розчин трилону Б [C1/2(TrB) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup>], розчин розведеної сульфатної кислоти, розчин амоній хлориду [w(NH<sub>4</sub>Cl) = 10 %], розчин натрій гідрогенфосфату [w(Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>) = 5 %], розчин амоніаку [w(NH<sub>3</sub>) = 10 %], розчин барій хлориду [w(BaCl<sub>2</sub>) = 5 %], розчин калій карбонату [ρ(K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) = 150 г/дм<sup>3</sup>], розчин калій піроантимонату Р, реактив Фелінга I і II (№ I – водний розчин купрум сульфату, підкислений сульфатною кислотою, № II – лужний розчин калій-натрій тартрату), хлороформ, вода Р, розчин калій хромату (розчин індикатора), амоніачний буферний розчин, індикаторна суміш кислотного хром чорного спеціального.

### **Хід роботи:**

1. Визначення фізичних властивостей розчину (кольору, прозорості)

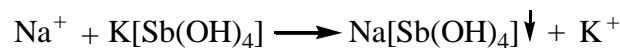
2. Визначення об'єму розчину лікарської форми

3. Ідентифікація

3.1. Ідентифікація натрію броміду

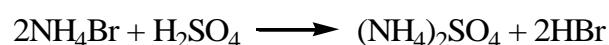
3.1.1. Реакція на натрій-іон

До розчину об'ємом 2 см<sup>3</sup> (одержаного після випаровування препарату об'ємом 10 см<sup>3</sup> у фарфоровій чашці) додати розчин калій карбонату [ρ(K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) = 150 г/дм<sup>3</sup>] об'ємом 2 см<sup>3</sup> і нагріти до кипіння; осад не утворюється. До одержаного розчину додати розчин калій піроантимонату Р об'ємом 4 см<sup>3</sup> і нагріти до кипіння, потім охолодити у льодяній воді і, якщо необхідно, потерти внутрішні стінки пробірки скляною паличкою; утворюється густий осад білого кольору:



3.1.2. Реакція на бромід-іон

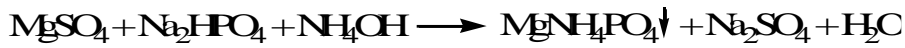
Препарат об'ємом 1 крапля вмістити у пробірку, додати воду об'ємом 20 крапель, розчин розведеної сульфатної кислоти об'ємом 5 крапель, хлороформ об'ємом 0,5-1 см<sup>3</sup>. При струшуванні шар хлороформу забарвлюється у жовто-бурий колір:



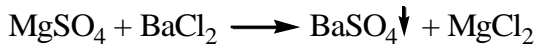
3.2. Ідентифікація магнію сульфату

3.2.1. Розчин препарату об'ємом 0,5 см<sup>3</sup> вмістити у пробірку, додати розчини амоній хлориду [w(NH<sub>4</sub>Cl) = 10 %] і натрій гідрогенфосфату [w(Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>) = 5 %] об'ємом по 5-6 крапель, розчин амоніаку [w(NH<sub>3</sub>) = 10 %] об'ємом 3-4 краплі. Утворюється білий кристалічний осад, розчинний у розведених мінеральних кислотах:



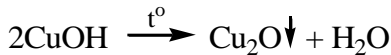
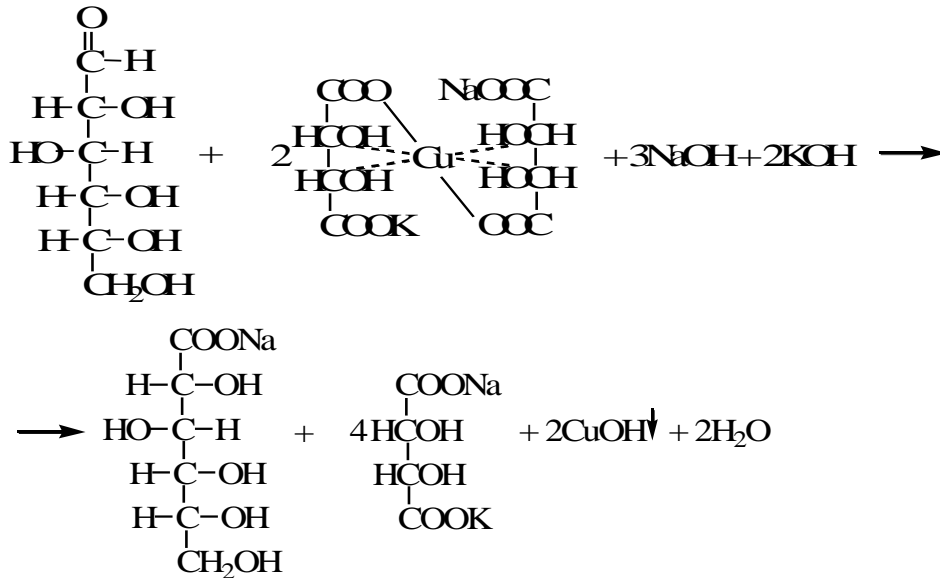


3.2.2. Розчин препарату об'ємом 0,5 см<sup>3</sup> вмістити у пробірку, додати розчин барій хлориду [w(BaCl<sub>2</sub>) = 5 %] об'ємом 5-6 крапель. Утворюється білий осад, нерозчинний у розведених мінеральних кислотах:



### 3.3. Ідентифікація глюкози

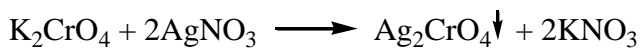
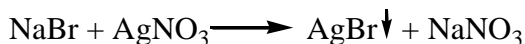
Розчин глюкози об'ємом 1 см<sup>3</sup> вмістити у пробірку, додати реактиви Фелінга I і II об'ємами по 1 см<sup>3</sup>, нагріти на киплячій водяній бані. Утворюється цегляно-червоний осад:



## 4. Кількісне визначення компонентів препарату

### 4.1. Кількісне визначення вмісту натрію броміду

До розчину препарату об'ємом 1 см<sup>3</sup> у конічній колбі об'ємом 50 см<sup>3</sup> додати розчин калій хромату (розчин індикатора) об'ємом 2-3 краплі титрувати розчином аргентум нітрату [C(1/1AgNO<sub>3</sub>) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>] до появи оранжево-жовтого забарвлення осаду:



Розрахунки провести за формулою:

$$m(\text{NaBr}) = \frac{V(\text{AgNO}_3) \cdot K \cdot T \cdot V(\text{л.ф.})}{V(\text{п})}$$

де V(AgNO<sub>3</sub>) – об'єм розчину аргентум нітрату, витрачений на титрування дослідженого розчину, см<sup>3</sup>;

K – коефіцієнт поправки розчину аргентум нітрату;

T – титр розчину аргентум нітрату (T(AgNO<sub>3</sub>/NaBr) = 0,01029 г/см<sup>3</sup>);

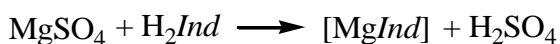
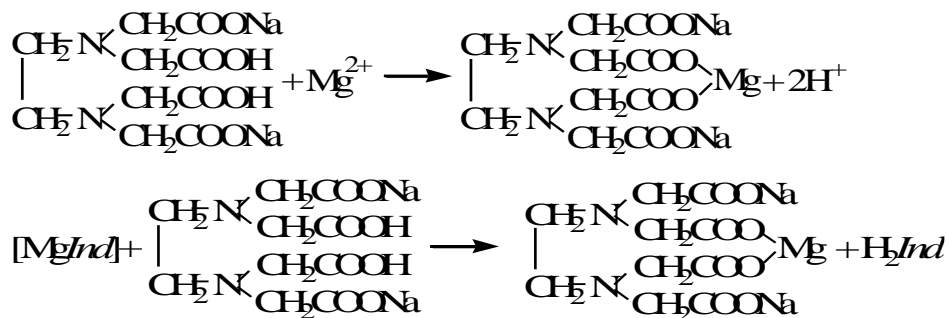
V(л.ф.) – об'єм лікарської форми, см<sup>3</sup>;

V(п) – об'єм досліджуваного розчину лікарського засобу, см<sup>3</sup>.

### 4.2. Кількісне визначення вмісту магнію сульфату

Розчин препарату об'ємом 1 см<sup>3</sup> вмістити у конічну колбу ємністю 50 см<sup>3</sup>, додати амоніачний буферний розчин об'ємом 5 см<sup>3</sup> та індикаторну суміш кислотного хром чорного спеціального масою 0,02 г. Титрувати розчином трилону Б [C1/2(TrБ) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup>] до

переходу фіолетового забарвлення в яскраво-синє (без фіолетового відтінку). Паралельно провести контрольний дослід. Титрування повторити 2 рази. За результат вимірювання прийняти середнє арифметичне паралельних вимірювань, які розходяться між собою не більше як на 0,1 %:



Розрахунки провести за формулою:

$$m(\text{MgSO}_4) = \frac{V(\text{TrБ}) \cdot K \cdot T \cdot V(\text{л.ф.})}{V(\Pi)}$$

де  $V(\text{TrБ})$  – об'єм розчину трилону Б, витрачений на титрування дослідженого розчину,  $\text{см}^3$ ;

$K$  – коефіцієнт поправки;

$T$  – титр розчину трилону Б ( $T(\text{TrБ}/\text{MgSO}_4) = 0,01232 \text{ г}/\text{см}^3$ );

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

$V(\Pi)$  – об'єм досліджуваного розчину лікарського засобу,  $\text{см}^3$ .

#### 4.3. Кількісне визначення глюкози

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

Розрахунки провести за формулою:

$$w(\text{глюкоза}) = \frac{[n - (n_0 + 0,00134 \cdot w_1 + 0,000953 \cdot w_2)] \cdot 100 \cdot 1,11}{0,00142 \cdot 100}$$

де  $n$  – показник заломлення розчину глюкози;

$n_0$  – показник заломлення води очищеної;

$w_1$  – масова частка натрій броміду у розчині, визначена хімічним шляхом, %;

0,000953 – фактор показника заломлення розчину магній сульфату  $w(\text{MgSO}_4) = 2,5 \%$ ;

$w_2$  – масова частка магній сульфату у розчині, визначений хімічним шляхом, %;

1,11 – коефіцієнт перерахунку на водну глюкозу при вмісті вологи 10 % у препараті;

0,00142 – фактор показника заломлення розчину безводної глюкози.

#### 5. Висновок про якість препарату

## ПРИГОТУВАННЯ РЕАКТИВІВ

### РОЗЧИНИ СОЛЕЙ

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

Змішати концентрований розчин амоніаку об'ємом 450 см<sup>3</sup> з водою об'ємом 550 см<sup>3</sup>. Амоній карбонат масою 12 г розчинити у одержаному розчині об'ємом 100 см<sup>3</sup>.

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

Змішати концентрований розчин амоніаку об'ємом 450 см<sup>3</sup> з водою об'ємом 550 см<sup>3</sup>. Амоній карбонат масою 10 г розчинити у одержаному розчині об'ємом 100 см<sup>3</sup>.

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

Розчинити амоній роданід масою 7,6 г у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см<sup>3</sup>.

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

Розчинити амоній роданід масою 1,52 г у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см<sup>3</sup>.

**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<sup>3</sup>.

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

Розчинити аргентум нітрат масою 17,00 г у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см<sup>3</sup>.

*Встановлення титру.* Натрій хлорид РО масою 0,100 г розчинити у воді Р об'ємом 30,0 см<sup>3</sup> 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 г у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см<sup>3</sup>.

**Аргентум нітрат P1** [ $\rho(\text{AgNO}_3) = 42,5 \text{ г/дм}^3$ ]

Розчинити аргентум нітрат масою 42,5 г у воді і довести об'єм розчину водою до 1000,0 см<sup>3</sup>.

**Аргентум нітрат P2** [ $\rho(\text{AgNO}_3) = 17 \text{ г/дм}^3$ ]

Розчинити аргентум нітрат масою 17 г у воді і довести об'єм розчину водою до 1000,0 см<sup>3</sup>.

**Барій хлорид P1** [ $\rho(\text{BaCl}_2) = 61 \text{ г/дм}^3$ ]

Барій хлорид масою 61 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см<sup>3</sup>.

**Барій хлорид P2** [ $\rho(\text{BaCl}_2) = 36,5 \text{ г/дм}^3$ ]

Барій хлорид масою 36,5 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см<sup>3</sup>.

**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<sup>3</sup>.

**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 см<sup>3</sup>.

*Встановлення титру.* До приготованого розчину залізоамонійних галунів об'ємом 25 см<sup>3</sup> додати кислоту хлоридну об'ємом 3 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>.

**Йод бромід P<sup>N</sup>** [ $C(\text{I}^-\text{Br}^-) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ ]

Розтертий у порошок йод масою приблизно 13,2 г внести у мірну колбу з притертою пробкою ємністю 1000 см<sup>3</sup>. У колбу додати порціями льодяну оцтову кислоту і розчинити в ній йод при енергійному перемішуванні та нагріванні на водяній бані при температурі

60-70 °С. Після охолодження розчину додати бром об'ємом 3 см<sup>3</sup> (кількість броду приблизно еквівалентна взятому йоду) і довести об'єм льодяною оцтовою кислотою до позначки.

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

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

**Йод хлорид Р<sup>N</sup>** [ $\text{C}(\text{ICl}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ ]

Калій йодид Р масою 11,06 г і калій йодат Р масою 7,10 г помістити у конічну колбу з притертою пробкою, додати воду Р об'ємом 50 см<sup>3</sup> і концентровану хлоридну кислоту об'ємом 50 см<sup>3</sup>, закрити пробкою і струшувати до повного розчинення йоду, що утворюється при реакції. Розчин перенести у ділильну лійку і збовтати з хлороформом Р об'ємом 10 см<sup>3</sup>. Якщо хлороформний шар забарвлюється у фіолетовий колір, додати при енергійному струшуванні розчин калій йодату Р [ $\rho(\text{KIO}_3) = 10 \text{ г/дм}^3$ ] по краплях до знебарвлення хлороформного шару. Якщо хлороформний шар залишається безбарвним, то додати по краплях розчин калій йодиду Р [ $\rho(\text{KI}) = 10 \text{ г/дм}^3$ ] до появи блідо-рожевого забарвлення. Після відстоювання водний шар злити у мірну колбу ємністю 1000 см<sup>3</sup> і довести об'єм розчину водою Р 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 см<sup>3</sup>.

**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 см<sup>3</sup>.

**Калій йодид** [ $w(\text{KI}) = 20 \%$ ]

Калій йодид масою 20 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 100 см<sup>3</sup>.

**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 см<sup>3</sup>.

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

Калій перманганат масою 16,0 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> додати калій йодид масою 2 г, розчин розведеної сульфатої кислоти об'ємом 10,0 см<sup>3</sup> і титрувати розчином натрій тіосульфату [ $\text{C}(1/2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ ], використовуючи як індикатор розчин крохмалю [ $w(\text{крохмаль}) = 1 \%$ ] об'ємом 1 см<sup>3</sup>, який додавати наприкінці титрування.

Титр встановлювати безпосередньо перед використанням.

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

Калій перманганат масою 3,2 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup>, швидко охолодити, додати розчин, який містить калій гідроксид Р масою 2,5 г у воді Р об'ємом 50,0 см<sup>3</sup>, і розведений розчин натрій гідроксиду Р об'ємом 1 см<sup>3</sup>. Витримати протягом 24 год, відфільтрувати, довести водою Р до об'єму 150,0 см<sup>3</sup>.

**Калій тетраіодомеркурят(II)**

Меркурій(II) хлорид масою 1,35 г розчинити у воді об'ємом 50 см<sup>3</sup>, додати калій йодид

масою 5 г і довести об'єм розчину водою до 100,0 см<sup>3</sup>.

**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 см<sup>3</sup>. 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 см<sup>3</sup>.

**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 см<sup>3</sup>.

**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<sup>3</sup>.

**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<sup>3</sup>.

**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<sup>3</sup> і довести об'єм до 1000,0 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>.

**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<sup>3</sup>.

**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 см<sup>3</sup>. 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 см<sup>3</sup>. 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<sup>3</sup>. 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 см<sup>3</sup>.

*Встановлення титру.* Калій дихромат перекристалізувати з гарячої води, висушити при 130-150 °С до постійної ваги, ретельно розтерти. Наважку порошку 0,15 г (точну) розчинити у воді об'ємом 50 см<sup>3</sup> у конічній колбі ємністю 500 см<sup>3</sup> з притертою пробкою.

Калій йодид масою 2 г розчинити у воді об'ємом 10 см<sup>3</sup>. Одержаний розчин перенести у конічну колбу, додати концентровану хлоридну кислоту об'ємом 5 см<sup>3</sup>. Колбу закрити пробкою, змоченою розчином калій йодиду і залишити в темному місці на 10 хв. Після цього додати воду об'ємом 200 см<sup>3</sup>, обмиваючи пробку водою і титрувати приготованим розчином натрій тіосульфату до зелено-жовтого забарвлення. Потім додати розчин крохмалю [ $w(\text{крохмаль}) = 1 \%$ ] об'ємом 2 см<sup>3</sup> і титрувати до переходу синього забарвлення у світло-зелене.

Розчин потрібно захищати від вуглекислого газу і світла.

**Натрій тіосульфат** [ $C(1/2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$ ]

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 см<sup>3</sup>.

**Ферум(III) хлорид** [ $\rho(\text{FeCl}_3) = 18 \text{ г/дм}^3$ ]

Ферум(III) хлорид гексагідрат ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) масою 30 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см<sup>3</sup>.

**Ферум(III) хлорид** [ $w(\text{FeCl}_3) = 10 \%$ ] у розчині хлоридної кислоти [ $C(1/\text{HCl}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ ]

Ферум(III) хлорид гексагідрат ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) масою 16,65 г розчинити у розчині хлоридної кислоти [ $C(1/\text{HCl}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ ] і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 100,0 см<sup>3</sup>.

**Реактив Драгендорфа**

**Розчин I.** Бісмут гідроксинітрат масою 0,85 г розчинити у воді об'ємом 40 см<sup>3</sup> та концентрованому розчині оцтової кислоти об'ємом 10 см<sup>3</sup>.

**Розчин II.** Калій йодид масою 11,8 г розчинити у воді об'ємом 20 см<sup>3</sup>.

Змішати однакові об'єми розчинів I і II. До одержаної суміші об'ємом 10 см<sup>3</sup> додати воду об'ємом 100 см<sup>3</sup> і концентрований розчин оцтової кислоти об'ємом 20 см<sup>3</sup>.

## РОЗЧИНИ КИСЛОТ

**Нітратна кислота** [ $C(1/\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ ]

Розчинити концентровану нітратну кислоту об'ємом 6,2 см<sup>3</sup> у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см<sup>3</sup>.

*Встановлення титру.* Натрій карбонат РО масою 1,000 г розчинити у воді Р об'ємом 50 см<sup>3</sup>, додати розчин метилового оранжевого Р [ $w(\text{м. о.}) = 0,1 \%$ ] об'ємом 0,1 см<sup>3</sup> 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 ( $T(\text{HNO}_3/\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,0530 \text{ г/см}^3$ ).

**Нітратна кислота, розведений розчин**

Концентровану нітратну кислоту масою 20 г довести водою до об'єму 100 см<sup>3</sup>.

**Оцтова кислота** [ $C(\text{CH}_3\text{COOH}) = 2 \text{ моль/дм}^3$ ]

Льодяну оцтову кислоту Р об'ємом 116 см<sup>3</sup> довести водою Р до об'єму 1000,0 см<sup>3</sup>.

**Оцтова кислота, розведений розчин** [ $\rho(\text{CH}_3\text{COOH}) = 120\text{-}150 \text{ г/дм}^3$ ]

Льодяну оцтову кислоту Р масою 12 г розчинити у воді. Об'єм довести водою до 100 см<sup>3</sup>.

**Сульфатна кислота, розведений розчин**

Концентровану сульфатну кислоту об'ємом 5,5 см<sup>3</sup> додати до води об'ємом 60 см<sup>3</sup>, охолодити і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 100,0 см<sup>3</sup>.

**Хлоридна кислота, розведений розчин Р** [ $\rho(\text{HCl}) = 73 \text{ г/дм}^3$ ]

Хлоридну кислоту масою 20 г довести водою до об'єму 100 см<sup>3</sup>.

**Хлоридна кислота, розведений розчин Р1** [ $\rho(\text{HCl}) = 0,37 \text{ г/дм}^3$ ]

Розчин розведеної хлоридної кислоти Р об'ємом 1,0 см<sup>3</sup> довести водою до об'єму 200 см<sup>3</sup>.

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

Концентровану хлоридну кислоту об'ємом 38 см<sup>3</sup> розчинити у воді. Об'єм розчину довести водою до 100 см<sup>3</sup>.

**Хлоридна кислота** [ $C(1/\text{HCl}) = 0,5 \text{ моль/дм}^3$ ]

Концентровану хлоридну кислоту ( $\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$ ) об'ємом 42,5 см<sup>3</sup> розчинити у воді. Об'єм розчину довести водою до 1000,0 см<sup>3</sup>.

*Встановлення титру.* Натрій карбонат масою 0,15 г розчинити у воді об'ємом 50 см<sup>3</sup>, 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** [ $C(1/\text{HCl}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ ]

Концентровану хлоридну кислоту ( $\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$ ) об'ємом 8,5 см<sup>3</sup> розчинити у воді. Об'єм розчину довести водою до 1000,0 см<sup>3</sup>.

**Хлоридна кислота** [ $C(\text{HCl}) = 0,02 \text{ моль/дм}^3$ ]

Концентровану хлоридну кислоту ( $\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$ ) об'ємом 1,7 см<sup>3</sup> розчинити у воді.

Об'єм розчину довести водою до 1000,0 см<sup>3</sup>.

**Хлоридна кислота** [C(HCl) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup>]

Концентровану хлоридну кислоту ( $\rho = 1,19$  г/см<sup>3</sup>) об'ємом 4,25 см<sup>3</sup> розчинити у воді.  
Об'єм розчину довести водою до 1000,0 см<sup>3</sup>.

## РОЗЧИНИ ОСНОВ

**Амоніак** [w(NH<sub>3</sub>) = 10 %]

Концентрований розчин амоніаку об'ємом 80 см<sup>3</sup> змішати з водою об'ємом 120 см<sup>3</sup>.

**Калій гідроксид, спиртовий розчин** [C(1/1KOH) = 0,5 моль/дм<sup>3</sup>]

Калій гідроксид масою 35 г розчинити у воді об'ємом 20 см<sup>3</sup> у мірній колбі ємністю 1000 см<sup>3</sup> з гумовою пробкою і довести розчином етилового спирту [C(1/1C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH) = 1 моль/дм<sup>3</sup>] 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/дм<sup>3</sup>] об'ємом 25 см<sup>3</sup>, розвести водою об'ємом 50,0 см<sup>3</sup>, 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/дм<sup>3</sup>]

Спиртовий розчин калій гідроксиду [C(1/1KOH) = 0,5 моль/дм<sup>3</sup>] об'ємом 200 см<sup>3</sup> розвести розчином спирту [C(1/1C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH) = 1 моль/дм<sup>3</sup>] до 1000,0 см<sup>3</sup>.

**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 см<sup>3</sup>.

**Натрій гідроксид Р** [ $\rho$ (NaOH) = 300 г/дм<sup>3</sup>]

Натрій гідроксид Р масою 30 г розчинити у воді об'ємом 100 см<sup>3</sup>.

**Натрій гідроксид** [C(1/1NaOH) = 1 моль/дм<sup>3</sup>]

Натрій гідроксид Р масою 40,0 г розчинити у воді Р і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см<sup>3</sup>.

*Встановлення титру.* Приготований розчин об'ємом 20 см<sup>3</sup> титрувати розчином хлоридної кислоти [C(1/1HCl) = 1 моль/дм<sup>3</sup>], використовуючи як індикатор розчин метилового оранжевого Р [w(м. о.) = 0,1 %] об'ємом 1 крапля.

**Натрій гідроксид** [C(1/1NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>]

Натрій гідроксид Р масою 4,0 г розчинити у воді Р і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см<sup>3</sup>.

**Натрій гідроксид** [C(1/1NaOH) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup>]

Натрій гідроксид Р масою 2,0 г розчинити у воді Р і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см<sup>3</sup>.

**Натрій гідроксид** [C(NaOH) = 0,02 моль/дм<sup>3</sup>]

Натрій гідроксид Р масою 0,8 г розчинити у воді Р і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см<sup>3</sup>.

**Натрій гідроксид** [C(NaOH) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>]

Натрій гідроксид Р масою 0,4 г розчинити у воді Р і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см<sup>3</sup>.

**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 см<sup>3</sup>.

**Натрій гідроксид** [w(NaOH) = 10 %]

Натрій гідроксид масою 10 г розчинити у воді, довести об'єм розчину тим самим розчинником до 100 см<sup>3</sup>.

**Натрій гідроксид, метанольний розчин**

Натрій гідроксид Р масою 40 мг розчинити у воді Р об'ємом 50 см<sup>3</sup>, одержаний розчин охолодити і додати метанол Р об'ємом 50 см<sup>3</sup>.

## 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 см<sup>3</sup>.

**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 концентрованої сульфатній кислоті і довести об'єм розчину концентрованою сульфатною кислотою до 1000,0 см<sup>3</sup>.

**Дифеніламін Р1**

Розчинити 10 г дифеніламіну у концентрованої сульфатній кислоті і довести об'єм розчину концентрованою сульфатною кислотою до 1000,0 см<sup>3</sup>.

**Дифеніламін Р2**

Розчинити 1 г дифеніламіну у льодяній оцтовій кислоті об'ємом 100,0 см<sup>3</sup> і додати розчин концентрованої сульфатної кислоті об'ємом 2,75 см<sup>3</sup>.

Розчин використовувати одразу після приготування.

**Дифенілкарбазид**

Дифенілкарбазид масою 0,2 г розчинити в льодяній оцтовій кислоті об'ємом 10 см<sup>3</sup>. Об'єм розчину довести до 100,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>.

*Розчин II.* Калій-натрій тарtrat Р масою 173 г і натрій гідроксид Р масою 50 г розчинити у воді Р об'ємом 400 см<sup>3</sup>. Нагріти до кипіння, охолодити, довести об'єм одержаного розчину водою, вільною від карбон(IV) оксиду до 500,0 см<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup>.

*Встановлення титру.* Металевий цинк масою 3,27 г (точна наважка) розчинити у розведеної сульфатній кислоті об'ємом 40 см<sup>3</sup> у мірній колбі ємністю 1000 см<sup>3</sup>, довести об'єм розчину водою до позначки. За допомогою бюретки відміряти приготований розчин цинк сульфату об'ємом 25 см<sup>3</sup>, додати амоніачний буферний розчин об'ємом 5 см<sup>3</sup> і кислотний хром чорний спеціальний масою 0,1 г та воду об'ємом 70,0 см<sup>3</sup>. Перемішати до розчинення індикатора і титрувати розчином натрій едетату (трилону Б) [ $C(1/2\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2) = 0,05 \text{ моль/дм}^3$ ] до переходу фіолетового забарвлення у яскраво-синє.

**Натрій едетат** [ $C(1/2\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2) = 0,02 \text{ моль/дм}^3$ ]

Натрій едетат масою 7,444 г розчинити у воді довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см<sup>3</sup>.

**Натрій едетат** [ $C(1/2\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$ ]

Натрій едетат масою 3,722 г розчинити у воді довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см<sup>3</sup>.

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

$\beta$ -Нафтол масою 1 г розчинити у розчині натрій гідроксиду [ $w(\text{NaOH}) = 10 \%$ ] об'ємом 40 см<sup>3</sup> і довести об'єм розчину водою до 100 см<sup>3</sup>. Розчин повинен бути свіжовиготовленим.

**Тіоацетамід** [ $\rho(\text{тіоацетамід}) = 40 \text{ г/дм}^3$ ]

Тіоацетамід масою 40 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000 см<sup>3</sup>.



## ЕТАЛОННІ РОЗЧИНИ

### **Амонію еталонний розчин (100 ppm NH<sub>4</sub>)**

Амоній хлорид масою 0,741 г у перерахунку на NH<sub>4</sub>Cl, розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см<sup>3</sup>.

Одержаний розчин об'ємом 10 см<sup>3</sup> довести водою до об'єму 25,0 см<sup>3</sup> безпосередньо перед використанням.

### **Амонію еталонний розчин (2,5 ppm NH<sub>4</sub>)**

Амоній хлорид масою 0,741 г у перерахунку на NH<sub>4</sub>Cl, розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 см<sup>3</sup>.

Розчин розвести водою у 10 разів безпосередньо перед використанням.

### **Амонію еталонний розчин (1 ppm NH<sub>4</sub>)**

Еталонний розчин амонію (2,5 ppm NH<sub>4</sub>) розвести водою у 2,5 рази безпосередньо перед використанням.

### **Левоміцетину стандартний розчин [w(левоміцетин) = 0,002 %]**

Левоміцетин масою 0,1000 г (точна наважка) розчинити у воді об'ємом 50 см<sup>3</sup> в мірній колбі об'ємом 100 см<sup>3</sup> при нагріванні на водяній бані. Після охолодження об'єм розчину довести водою до мітки (розчин А).

Розчин А об'ємом 10 см<sup>3</sup> внести у мірну колбу ємністю 100 см<sup>3</sup> і об'єм розчину довести водою до позначки (розчин Б).

До розчину Б об'ємом 5 см<sup>3</sup> додати концентровану хлоридну кислоту об'ємом 1 см<sup>3</sup>, потім цинковий пил масою 0,1 г і залишити на 15 хв. Рідину кількісно перенести у мірну колбу ємністю 25 см<sup>3</sup>, об'єм довести водою до позначки, перемішати, профільтрувати.

У стандартному розчині об'ємом 1 см<sup>3</sup> міститься левоміцетин масою 0,00002 г.

### **Нітрату еталонний розчин (100 ppm NO<sub>3</sub>)**

Калій нітрат масою 0,815 г, у перерахунку на KNO<sub>3</sub>, розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до 500,0 см<sup>3</sup>.

Розчин розвести водою у 10 разів безпосередньо перед використанням.

### **Нітрату еталонний розчин (10 ppm NO<sub>3</sub>)**

Еталонний розчин нітрату (100 ppm NO<sub>3</sub>) розвести водою у 10 разів безпосередньо перед використанням.

### **Нітрату еталонний розчин (2 ppm NO<sub>3</sub>)**

Еталонний розчин нітрату (10 ppm NO<sub>3</sub>) 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 см<sup>3</sup> в мірній колбі об'ємом 250 см<sup>3</sup> при нагріванні на водяній бані. Після охолодження об'єм розчину довести водою до мітки.

Стандартний розчин об'ємом 1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, додати нітратну кислоту об'ємом 1 см<sup>3</sup>, вільну від йонів плюмбуму, довести об'єм розчину водою 1000,0 см<sup>3</sup>.

Розчин розвести водою 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** [ $C(1/2I_2) = 0,5$  моль/дм<sup>3</sup>]

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 см<sup>3</sup>. Зберігати у темному місці у склянках з темного скла.

*Встановлення титру.* Приготований розчин йоду об'ємом 30 см<sup>3</sup> відміряти бюреткою у конічну колбу ємністю 250 см<sup>3</sup> з притертою пробкою, додати воду об'ємом 30 см<sup>3</sup> і титрувати розчином натрій тіосульфату [ $C(1/2Na_2S_2O_3) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>] до появи жовтого забарвлення. Додати розчин крохмалю [ $w(\text{крохмаль}) = 1\%$ ] об'ємом 2 см<sup>3</sup> і продовжити титрування до знебарвлення розчину.

**Йод** [ $C(1/2I_2) = 0,05$  моль/дм<sup>3</sup>]

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 см<sup>3</sup>.

**Йод** [ $C(1/2I_2) = 0,01$  моль/дм<sup>3</sup>]

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

## БУФЕРНІ РОЗЧИНИ

**Амоніачний буферний розчин рН = 9,5**

Амоній хлорид Р масою 33,5 г розчинити у воді Р об'ємом 150 см<sup>3</sup>, додати концентрований розчин амоніаку Р об'ємом 4,0 см<sup>3</sup> і довести об'єм розчину водою Р до 250,0 см<sup>3</sup>.

**Амоніачний буферний розчин рН = 10,0**

Амоній хлорид Р масою 5,4 г розчинити у воді Р об'ємом 20 см<sup>3</sup>, додати концентрований розчин амоніаку Р об'ємом 35,0 см<sup>3</sup> і довести об'єм розчину водою Р до 100,0 см<sup>3</sup>.

**Буферний розчин рН 3,0**

Лимонну кислоту масою 21,0 г розчинити у розчині натрій гідроксиду [ $C(NaOH) = 1$  моль/дм<sup>3</sup>] об'ємом 20 см<sup>3</sup> і довести об'єм розчину водою до 1000 см<sup>3</sup>. Одержаний розчин об'ємом 40,3 см<sup>3</sup> довести розчином хлоридної кислоти [ $C(HCl) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>] до об'єму 100,0 см<sup>3</sup>.

**Фосфатна буферна суміш**

Розчин I:  $Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$  масою 11,876 г у воді об'ємом 1000 см<sup>3</sup>.

Розчин II:  $KH_2PO_4$  масою 9,078 г у воді об'ємом 1000,0 см<sup>3</sup>.

При змішуванні різних об'ємів обох розчинів одержати розчини з різним значенням рН (табл.).

Таблиця – Приготування фосфатної буферної суміші

$Na_2HPO_4,$ см <sup>3</sup>	$KH_2PO_4,$ см <sup>3</sup>	рН	$Na_2HPO_4,$ см <sup>3</sup>	$KH_2PO_4,$ см <sup>3</sup>	рН
0,00	10,00	4,49	6,00	4,00	6,98
0,10	9,90	4,94	7,00	3,00	7,17
0,25	9,75	5,29	8,00	2,00	7,38
0,50	9,50	5,59	9,00	1,00	7,73
1,00	9,00	5,91	9,50	0,50	8,04
2,00	8,00	6,24	9,75	0,25	8,34
3,00	7,00	6,47	9,90	0,10	8,67
4,00	6,00	6,64	10,00	0,00	9,18
5,00	5,00	6,81			

## РОЗЧИНИ ІНДИКАТОРІВ

### **Бромтимоловий синій**

Бромтимоловий синій масою 50 мг розчинити в суміші розчину натрій гідроксиду  $[C(\text{NaOH}) = 0,02 \text{ моль/дм}^3]$  об'ємом  $4 \text{ см}^3$  та етилового спирту  $[w(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 96 \text{ \%}]$  об'ємом  $20 \text{ см}^3$ , довести об'єм розчину водою до  $100 \text{ см}^3$ .

### **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  $1000 \text{ см}^3$ .

### **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 $[w(\text{крохмаль}) = 1 \text{ \%}]$**

Крохмаль масою 1 г ретельно перемішати з водою об'ємом  $5 \text{ см}^3$ , суміш повільно при постійному перемішуванні влити у киплячу воду об'ємом  $100 \text{ см}^3$ .

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

Метилловий оранжевий масою 0,1 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до  $100 \text{ см}^3$ .

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

Метилловий синій масою 0,1 г розчинити у воді і довести об'єм розчину тим самим розчинником до  $100 \text{ см}^3$ .

### **Метилловий червоний**

Метилловий червоний масою 50 мг розчинити в суміші розчину натрій гідроксиду  $[C(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3]$  об'ємом  $1,86 \text{ см}^3$  та етилового спирту  $[w(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 96 \text{ \%}]$  об'ємом  $50 \text{ см}^3$ , довести об'єм розчину водою до  $100 \text{ см}^3$ .

### **Натрій еозинат (еозин Н)**

Розтертий натрій еозинат масою 0,1 г розчинити у воді об'ємом  $100 \text{ см}^3$ .

### **Протравний чорний 11 (індикаторна суміш)**

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

### **Фенолфталеїн $[w(\text{ф-ф}) = 1 \text{ \%}]$**

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

## Рекомендована література

### Основна література

1. 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.
2. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія / П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2006. – 552 с.
3. Державна Фармакопея України. – Харків: РІРЕГ, 2001. – 532 с.
4. Державна Фармакопея України. Доповнення 1. – Харків: РІРЕГ, 2004. – 494 с.
5. Государственная фармакопея СССР X. – М.: Медицина, 1967. – 1078 с.
6. Государственная фармакопея СССР XI, Вып. 1. /МЗ СССР. – М.: Медицина, 1987. – 336 с.
7. Государственная фармакопея СССР XI, Вып. 2. /МЗ СССР. – М.: Медицина, 1989. – 398 с.
8. Кулешова М.И. Анализ лекарственных форм изготовляемых в аптеках /М.И. Кулешова, Л.Н. Гусева, О.К. Сивицкая. – М.: Медицина, 1989. – 288 с.
9. Логинов Н.Я. Аналитическая химия /Н.Я. Логинов, А.Г. Воскресенский, И.С. Солодкин. – М.: Просвещение, 1975. – 478 с.
10. Максютин Н.П. Анализ фармацевтических препаратов и лекарственных форм / Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Ф.А. Митченко и др. – К.: Здоров'я, 1976. – 248 с.
11. Максютин Н.П. Методы анализа лекарств /Н.П. Максютин, Ф.Е. Каган, Л.А. Кириченко, Ф.А. Митченко. – К.: Здоров'я, 1984. – 222 с.
12. Мелентьева Г.А. Фармацевтическая химия /Г.А. Мелентьева. – М.: Медицина, 1968. – 774 с.
13. Нековаль І.В. Фармакологія /І.В. Нековаль, Т.В. Казанюк. – К.: Медицина, 2011. – 520 с.
14. Ніжник Г.П. Фармацевтична хімія /Г.П. Ніжник. – К.: Медицина, 2010. – 352 с.
15. Пассет Б.В. Практикум по техническому анализу и контролю в производстве химико-фармацевтических препаратов и антибиотиков /Б.В. Пассет, М.А. Антипов. – М.: Просвещение, 1981. – 272 с.
16. Сенов П.Л. Фармацевтическая химия /П.Л. Сенов. – М.: Медицина, 1966. – 492 с.
17. Мороз А.С. Медична хімія /А.С. Мороз, Д.Д. Луцевич, Л.П. Яворська. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2008. – 776 с.
18. Чекман І.С. Фармакологія /І.С. Чекман, Н.О. Горчакова, Л.І. Козак та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2011. – 784 с.
19. Шевряков М.В. Аналітична хімія. Якісний аналіз неорганічних та органічних речовин /М.В. Шевряков, Г.О. Рябініна, С.М. Іванищук, М.В. Повстяной. – Херсон: Олді-плюс, 2016. – 516 с.

### Додаткова література

1. Більченко М.М. Лабораторний практикум з аналітичної хімії. Кількісний аналіз / М.М. Більченко. – Суми: Університетська книга, 2007. – 142 с.
2. Воскресенский П.И. Техника лабораторных работ /П.И. Воскресенский. – М.: Химия, 1973, – 718 с.
3. Губський Ю.І. Біологічна хімія /Ю.І. Губський. – Київ – Вінниця: НОВА КНИГА, 2009. – 664 с.
4. Крешков А.П. Основы аналитической химии /А.П. Крешков. – М.: Химия, 1970. – Т. 1. – 472 с. – Т. 2. – 456 с. – Т. 3. – 472 с.
5. Ластухін Ю.О. Органічна хімія /Ю.О. Ластухін, С.А. Воронов. – Львів: Центр Європи. – 2009. – 868 с.
6. Машковский М.Д. Лекарственные средства /М.Д. Машковский. – М.: Медицина, 1977. – Т. 1. – 560 с. – Т. 2. – 624 с.
7. Речицький О.Н. Органічна хімія в схемах /О.Н. Речицький, С.Ф. Решнова. – Херсон: ХДУ, 2014. – Т. 1. – 438 с. – Т. 2. – 442 с. – Т. 3. – 274 с.
8. Речицький О.Н. Методичні рекомендації до лабораторного пратикуму та індивідуальні завдання з методів синтезу неорганічних та органічних сполук. /О.Н. Речицький, С.Ю. Кот. – Херсон: ПП Вишемірський В.С., 2016. – 168 с.
9. Речицький О.Н. Практикум з органічної хімії для студентів II-III курсів спеціальностей Хімія\*, Біологія\* /О.Н. Речицький, С.Ф. Решнова. – Херсон: ХДУ, 2010. – 140 с.
10. Сербін А.Г. Фармацевтична ботаніка /А.Г. Сербін, Л.М. Сіра, Т.О. Слободянюк. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2007. – 486 с.
11. Смолина Т.А. Практические работы по органической химии /Т.А. Смолина, Н.В. Васильева, Н.Б. Куплетская. – М.: Просвещение, 1986. – 304 с.
12. Чирва В.Я. Органічна хімія /В.Я. Чирва, С.М. Ярмолюк, Н.В. Толкачова, О.Є. Земляков. – Львів: Бак. – 2009. – 996 с.

84,1,82,3,80,5,78,7,76,9,74,11,72,13,70,15,68,17,66,19,64,21,62,23,60,25,58,27,5  
6,29,54,31,52,33,50,35,48,37,46,39,44,41

2,83,4,81,6,79,8,77,10,75,12,73,14,71,16,69,18,67,20,65,22,63,24,61,26,59,28,57,  
30,55,32,53,34,51,36,49,38,47,40,45,42,43