

№Фарм-16

ФГБОУ ВО СОГМА Минздрава России

КАФЕДРА ФАРМАЦИИ

Бидарова Ф.Н., Кисиева М.Т.

РАБОЧАЯ ТЕТРАДЬ

**к циклу лабораторных занятий по фармацевтической химии
(для студентов 4 курса очного обучения, 7 семестр)**

студентки (студента) _____ курса _____ группы

основной профессиональной образовательной программы высшего образования –
программы специалитета по специальности 33.05.01 Фармация,
утвержденной 31.08.2020 г.

Владикавказ, 2020г.

АВТОРЫ
Бидарова Ф.Н., Кисиева М.Т.

Рабочая тетрадь разработана в качестве приложения к циклу лабораторных занятий по фармацевтической химии для студентов 4 курса очного обучения (7 семестр). Содержит бланки документов, необходимые для лабораторных занятий.

Содержание

1. Лекарственные вещества - производные фенолов (фенол чистый, фенолфталеин, резорцин, тимол).
2. Лекарственные вещества – производные тетрациклинов (тетрациклина гидрохлорид, тетрациклин, окситетрациклина гидрохлорид и дигидрат).
3. Лекарственные вещества - производные *para*-аминофенолов (парацетамол, фенацетин).
4. Лекарственные вещества - производные ароматических кислот (кислота бензойная, кислота салициловая, ацетилсалициловая кислота, фенилсалицилат, метилсалицилат, натрия –*para*-аминосалицилат).
5. Лекарственные вещества – производные фенилпропионовой кислоты (ибупрофен) и фенилуксусной кислоты (ортофен).
6. Лекарственные вещества - производные бутирофенона (галоперидол).
7. Лекарственные вещества - производные *para*-, *орто*-, *мета*-аминобензойной кислоты (анестезин, новокаин, новокаинамид).
8. Лекарственные вещества - производные арилалкиламинов (левомицетин, стеарат и сукцинат).
9. Лекарственные вещества – производные йодированных ароматических аминокислот (дийодтирозин).
10. Лекарственные вещества – производные бензолсульфаниламидов (сульфацил-натрий, стрептоцид, норсульфазол, сульфадиметоксин, уросульфан).
11. Лекарственные вещества – производные алкилуреидов сульфокислот и хлорпроизводных амидов сульфокислот (букарбана, глибенкламида, гликлазида, хлорпропамида, бутамида, хлорамина Б, пантоцида).

Дата _____ ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № _____
**Тема занятия: Лекарственные вещества - производные фенолов
 (фенол чистый, фенолфталеин, резорцин, тимол)**

Протокол испытаний образца № _____

Анализируемый объект	Резорцин	Исполнитель	Подпись
№ серии	Срок годности		
Фирма-производитель			
Подразделение: ОКК	Номер НДС:		

Химическая формула

Молекулярная масса

Описание

Требование: Белый или белый со слабым желтоватым оттенком кристаллический порошок со слабым характерным запахом. Под влиянием света и воздуха окрашивается постепенно в розовый цвет.	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НДС	Не соответствует требованиям НДС
Подпись:	Дата:	

Растворимость

Требование: Мало растворим в воде, легко растворим в 95 % спирте, растворим в этилацетате, практически нерастворим в хлороформе.	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НДС	Не соответствует требованиям НДС
Подпись:	Дата:	

Подлинность

<p>Требование: К 0,1 г препарата прибавляют 5 мл р-ра едкого натра и нагревают, появляется желтое окрашивание, переходящее при дальнейшем нагреве в красно-оранжевое. При кипячении этого р-ра окраска усиливается, выделяется кирпично-красный осадок и появляется запах аммиака.</p> <p>Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна).</p> <p style="text-align: center;">Уравнение реакции:</p>
<p>Фильтрат после подкисления азотной кислотой дает характерную реакцию на хлориды с нитратом серебра.</p> <p>Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)</p> <p style="text-align: center;">Уравнение реакции:</p>

<p>Раствор препарата в 95 % спирте вращает плоскость поляризации вправо, в этилацетате-влево. Удельное вращение от + 18 до +21 градуса (5% р-р в 95% спирте). Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна).</p>		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Температура плавления

Требование: 149-153 градуса	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Удельный показатель поглощения

Требование: $E_{1\%}^{1\text{см}}$ от 290 до 305 при длине волны 278 нм (0,002 % водный р-р).	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Кислотность или щелочность

Требование: К 1 г препарата прибавляют 2 мл нейтрализованного по фенолфталеину спирта, хорошо перемешивают 1 минуту и фильтруют. Фильтрат после прибавления 2 капель р-ра фенолфталеина и 0.05 мл 0,1 н. р-ра едкого кали должен окраситься в розовый цвет, не исчезающий в течение 3 минут.	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Хлориды

Требование: 0,3 г препарата взбалтывают в течение 1 минуты с 15 мл воды и фильтруют. 10 мл фильтрата должны выдерживать испытание на хлориды (не более 0,01 % в препарате).	Результат испытания:	
---	-----------------------------	--

Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:	Дата:	

Сульфатная зола и тяжелые металлы

Требование: Сульфатная зола из 0,5 г препарата не должна превышать 0,1 % и должна выдерживать испытание на тяжелые металлы (не более 0,001%).	Результат испытания:	
Уравнение химической реакции:		
Заклучение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД

Количественное определение, не менее 98.5 %.

Требование: Около 0,5 г препарата помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, прибавляют 20 мл конц. соляной кислоты и осторожно, небольшими порциями, 5 г цинковой пыли. Затем прибавляют 10 мл конц. соляной кислоты, и после полного растворения цинковой пыли (можно подогреть), р-р количественно переносят в стакан для диазотирования . охлаждаемый льдом; прибавляют 3 г бромида калия и медленно титруют 0,1 М р-ром нитрита натрия. Титрование считается законченным, коггда капля жидкости, взятая через 3 минуты после прибавления р-ра нитрита натрия, будет вызывать посинение йодкрахмальной бумаги. Титр 0,03231 г/мл.	Результат испытания:	
Уравнение химической реакции:		
Mr (A) =	f экв(A) =	Э(A) =
T_{в/А} =	V_{теор.} =	
1. Масса бюкса с навеской масса бюкса масса навески (a ₁) V ₁ =	Расчетная формула: X, % = X ₁ =	
2. Масса бюкса с навеской масса бюкса масса навески (a ₂) V ₂ =	X ₂ = K= X̄ =	

ХРАНЕНИЕ, ПРИМЕНЕНИЕ:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

ЗАКЛЮЧЕНИЕ (ненужное зачеркнуть)	СООТВЕТСТВУЕТ ТРЕБОВАНИЯМ <i>НД</i>
	НЕ СООТВЕТСТВУЕТ ТРЕБОВАНИЯМ <i>НД</i> по показателям:

Анализ выполнил: Провизор-аналитик (студент) _____ Дата _____

Проверил: Начальник ОКК (преподаватель) _____ Дата: _____

Дата _____ ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № _____

Тема занятия: Лекарственные вещества – производные тетрациклинов (тетрациклина гидрохлорид, тетрациклин, окситетрациклина гидрохлорид и дигидрат)

Протокол испытаний образца № _____

Наименование	Тетрациклина гидрохлорид	Исполнитель	Подпись
№ серии	Срок годности		
Фирма-производитель			
Подразделение: ОКК	Номер НД:		

Химическая формула

Молекулярная масса

Описание

Требование: Желтый кристаллический порошок без запаха, горького вкуса. Водные растворы препарата становятся мутными при стоянии вследствие осаждения основания тетрациклина.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Активность

Требование: Препарата должен содержать не менее 930 мкг/мг в пересчете на сухое вещество. Теоретическая активность препарата 1000 мкг/мг. Один микрограмм химически чистого препарата соответствует специфической активности, равной одной единице действия (ЕД).		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Растворимость

Требование: Растворим в 10 ч. Воды и 100 ч. 95 % спирта.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Подлинность

Требование: К 0.05 г препарата прибавляют 2 мл концентрированной серной кислоты, появляется фиолетовое окрашивание, прибавляют 1 мл воды, окраска становится темно-желтой; при добавлении 1 капли раствора хлорида железа окраска переходит в коричневую или красно-коричневую. Препарат дает характерную реакцию на хлориды.
Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна) Уравнение реакции:

Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Удельное вращение

Требование:		Результат испытания:
От – 239 градусов до – 258 градусов в пересчете на сухое вещество (1% раствор препарата в 0,01 н. растворе соляной кислоты)		
Расчет удельного вращения		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Оптическая плотность

Требование:		Результат испытания:
10 мл 0,01 % раствора препарата в 0,01 н. растворе соляной кислоты вносят в мерную колбу емкостью 100 мл, прибавляют 75 мл воды и 5 мл 5 н. р-ра едкого натра, доводят объем р-ра водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность определяют при длине волны 380 нм в кювете с толщиной слоя в 1 см точно через 6 минут после добавления р-ра едкого натра. Оптическая плотность при длине волны 380 нм должна быть не менее 0,36 и не более 0,38.		
Расчет оптической плотности		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Кислотность

Требование:		Результат испытания:
рН 1,8-2,8 (1 % водный р-р, потенциметрически)		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Потеря в массе при высушивании: не должна превышать 2 %

Требование:	Результаты испытаний:
около 2 г препарата сушат в вакуумном шкафу при температуре 60 градусов и остаточном давлении, не превышающем 5 мм рт. ст. Масса бюкса - Масса бюкса с навеской до высушивания - Масса бюкса с навеской после высушивания: I-е взвешивание - II-е взвешивание -	
Масса бюкса - Масса бюкса с навеской до высушивания - Масса бюкса с навеской после высушивания: I-е взвешивание - II-е взвешивание -	

Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Испытание на токсичность.

Требование:		Результат испытания:
Тест-доза 1 мг активного вещества в пересчете на химически чистый препарат в объеме 0,5 мл воды, внутривенно. Срок наблюдения 48 часов.		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Количественное содержание, не менее 930 мкг/мг (ЕД/мг) в пересчете на сухое вещество.

Методика определения: Биологическую активность препарата определяют методом диффузии в агар с тетс-микробом <i>Bacillus subtilis</i> вариант Л ₂ . Точность определения должна быть такова, чтобы доверительные интервалы при Р=95 % отклонялись от среднего значения не более чем на ±5 %. Средняя величина найденной активности должна быть не менее 930 мкг/мг (ЕД/мг) в пересчете на сухое вещество.		
Расчетная формула		
ХРАНЕНИЕ , ПРИМЕНЕНИЕ:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:
ЗАКЛЮЧЕНИЕ (ненужное зачеркнуть)	СООТВЕТСТВУЕТ ТРЕБОВАНИЯМ <i>НД по показателям:</i>	
	НЕ СООТВЕТСТВУЕТ ТРЕБОВАНИЯМ <i>НД по показателям:</i>	

Анализ выполнил: Провизор-аналитик (студент) _____ Дата _____

Проверил: Начальник ОКК (преподаватель) _____ Дата: _____

**ИНДИВИДУАЛЬНЫЕ ЗАДАНИЯ ДЛЯ СТУДЕНТОВ ДЛЯ РАСЧЕТА
ПОКАЗАТЕЛЯ «ПОТЕРЯ В МАССЕ ПРИ ВЫСУШИВАНИИ»**

Объект исследования – Тетрациклина гидрохлорид

№ п/п	Испытание 1	Испытание 2
№ 1	Масса бюкса - 23,8020 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 24,7962 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание - 24,7920 г II - е взвешивание - 24,7915 г	26,3062 г 27,2964 г 27,2923 г 27,2918 г
№ 2	Масса бюкса - 29,8040 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,8062 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,8020 г II - е взвешивание - 30,8015 г	23,2862 г 24,2864 г 24,2823 г 24,2818 г
№ 3	Масса бюкса - 20,7800 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 21,7962 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание - 21,7920 г II - е взвешивание - 21,7915 г	22,3062 г 23,2964 г 23,2923 г 23,2918 г
№ 4	Масса бюкса - 23,8020 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 24,7962 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание - 24,7920 г II - е взвешивание - 24,7915 г	26,3062 г 27,2964 г 27,2923 г 27,2918 г
№ 5	Масса бюкса - 29,8218 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,1435 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,1400 г II - е взвешивание - 30,1395 г	26,5250 г 27,5143 г 27,5111 г 27,5160 г
№ 6	Масса бюкса - 30,8169 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 31,9216 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание - 31,9182 г II - е взвешивание - 31,9177 г	34,2262 г 35,2373 г 35,2344 г 35,2339 г
№ 7	Масса бюкса - 32,7222 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 33,4254 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 33,7218 г II - е взвешивание - 33,7213 г	28,6879 г 29,6754 г 29,6716 г 29,6711 г
№ 8	Масса бюкса - 37,5155 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 38,5264 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 38,5223 г II - е взвешивание - 38,5218 г	36,1726 г 37,2726 г 37,2683 г 37,2678 г
№ 9	Масса бюкса - 29,8040 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,8062 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,8020 г II - е взвешивание - 30,8015 г	23,2862 г 24,2864 г 24,2823 г 24,2818 г

№ 10	Масса бюкса - 23,8064 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 24,8451 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 24,8407 г II - е взвешивание - 24,8402 г	29,8241 г 30,8064 г 30,8033 г 30,8028 г
№ 11	Масса бюкса - 20,7808 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 21,7958 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 21,7913 г II - е взвешивание - 21,7908 г	20,8411 г 21,9403 г 21,9315 г 21,9310 г
№ 12	Масса бюкса - 29,2784 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,1447 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,1406 г II - е взвешивание - 30,1401 г	28,9806 г 29,9594 г 29,9549 г 29,9544 г
№ 13	Масса бюкса - 29,7844 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,7856 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,7818 г II - е взвешивание - 30,7813 г	29,8316 г 30,8308 г 30,8269 г 30,8264 г
№ 14	Масса бюкса - 29,2149 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,1902 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,1854 г II - е взвешивание - 30,1849 г	29,1544 г 30,1289 г 30,1247 г 30,1242 г
№ 15	Масса бюкса - 28,4401 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 29,4394 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 29,4350 г II - е взвешивание - 29,4345 г	28,4495 г 29,4408 г 29,4339 г 29,4334 г
№ 16	Масса бюкса - 24,7018 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 25,7017 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 25,6974 г II - е взвешивание - 25,6971 г	24,9013 г 25,8998 г 25,8956 г 25,8951 г
№ 17	Масса бюкса - 30,4444 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 31,5111 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 31,5064 г II - е взвешивание - 31,5059 г	29,1115 г 30,1201 г 30,1163 г 30,1158 г
№ 18	Масса бюкса - 31,1219 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 32,0411 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 32,0372 г II - е взвешивание - 32,0367 г	29,7432 г 30,7398 г 30,7354 г 30,7349 г

Дата _____ ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № _____
 Тема занятия: Лекарственные вещества - производные *p*-аминофенолов
 (парацетамол, фенацетин)

Протокол испытаний № _____

Наименование субстанции	<u>Парацетамол</u>	Исполнитель	Подпись
№ серии	Срок годности		
Фирма-производитель			
Подразделение: ОКК	Номер НД:		

Химическая формула фармацевтической субстанции

Молекулярная масса

Описание

Требование: Белый или белый с кремоватым или розоватым оттенком кристаллический порошок без запаха.		Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД	
Подпись:		Дата:	

Растворимость

Требование: Трудно растворим в воде, легко растворим в 95 % спирте, растворим в ацетоне и в растворах едких щелочей, практически нерастворим в эфире.	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Подлинность

Требование: 0,1 г препарата взбалтывают с 10 мл воды и прибавляют несколько капель р-ра хлорида железа, появляется сине-фиолетовое окрашивание. 0,05 г препарата с 2 мл разведенной соляной кислоты в течение 1 минуты, прибавляют 10 мл воды, охлаждают и прибавляют 1 каплю р-ра бихромата калия, появляется фиолетовое окрашивание, переходящее в красное (отличие от фенацетина). 0,1 г препарата осторожно кипятят с 2 мл разведенной серной кислоты в течение 2 минут, появляется запах уксусной кислоты. Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)		
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Температура плавления

Требование: 168-172 °С.		Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД	
Подпись:		Дата:	

Кислотность

Требование: 0, 5 г препарата встряхивают в течение 2 минут с 10 мл свежeproкипяченной и охлажденной воды и фильтруют. К фильтрату прибавляют одну каплю раствора метилового красного. В случае появления розового окрашивания оно должно переходить в желтое от прибавления не более 0,05 мл 0,05 н. р-ра едкого кали.		Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД	
Подпись:		Дата:	

Требование:	Результат испытания:
--------------------	-----------------------------

Хлориды

Требование: 0, 5 г препарата взбалтывают в течение 2 минут с 25 мл воды и фильтруют. 10 мл фильтрата должны выдерживать испытание на хлориды (не более 0,01 % в препарате).		Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД	
Подпись:		Дата:	

Сульфаты

Требование: 10 мл того же фильтрата должны выдерживать испытание на сульфаты (не более 0,05%).		Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД	
Подпись:		Дата:	

п-Аминофенол

Требование: 2 г препарата взбалтывают в течение 2 минут с 20 мл 0,5 н. р-ра соляной кислоты, охлажденной во льду, быстро фильтруют через складчатый фильтр, добавляют 0,1 г бромида калия и титруют, охлаждая льдом, 0,05 М р-ром нитрита натрия до появления синего пятна на йодкрахмальной бумаге. Параллельно проводят контрольный опыт. На титрование должно расходоваться не более 0,05 мл 0,05 М р-ра нитрита натрия.		Результат испытания:	
Уравнение реакции:			
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД	
Подпись:		Дата:	

Потеря в массе при высушивании: не должна превышать 0,5 %

Требование: около 2 г препарата сушат в вакуумном шкафу при температуре 60 градусов и остаточном давлении, не превышающем 5 мм рт. ст. Масса бюкса - Масса бюкса с навеской до высушивания - Масса бюкса с навеской после высушивания: I-е взвешивание - II-е взвешивание -		Результаты испытаний:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)		Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:	

Сульфатная зола

Требование: Сульфатная зола из 0,5 г препарата не должна превышать 0,1 % и должна выдерживать испытание на тяжелые металлы (не более 0.001 % в препарате).		Результат испытания:	
Уравнение реакции:			
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД	
Подпись:		Дата:	

Тяжелые металлы

Требование: 10 мл фильтрата (полученного после обработки навески натрия тиосульфата согласно ФС) должны выдерживать испытания на тяжелые металлы (не более 0,001%).		Результат испытания:	
Уравнение реакции:			
Прокомментируйте аналитический эффект			
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД	
Подпись:		Дата:	

Количественное содержание, не менее 98,5 %

<p>Методика определения: Около 0,25 г препарата помещают в коническую колбу емкостью 100 мл, приливают 10 мл разведенной соляной кислоты и кипятят с обратным холодильником в течение 1 часа. Затем холодильник промывают 30 мл воды, содержимое колбы переносят в стакан для диазотирования, промывают колбу 30 мл воды, добавляют 1 г бромида калия и при постоянном перемешивании титруют 0,1 М р-ром нитрита натрия, добавляя его в начале со скоростью 2 мл/минуту, в конце титрования по 0.05 мл/минуту. Титрование проводят при температуре не выше 18-20 градусов, иногда требуется охлаждение до 0-10 градусов. Точку эквивалентности устанавливают с помощью внутренних индикаторов: тропеолин 00 - 4 капли, тропеолин 00 в смеси см метиленовым синим (4 капли тропеолина 00 и 2 капли метиленового синего). Титр 0,01512 г/мл препарата.</p>		
Уравнение реакции:		
Mr (A) =	f экв (A) =	Э =
Tв/А =	Vтеор. =	
1. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a ₁) _____ V ₁ =		Расчетная формула: X = X ₁ =
2. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a ₂) _____ V ₂ =		X ₂ = K = \bar{X} =
ХРАНЕНИЕ , ПРИМЕНЕНИЕ:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям
	Не соответствует требованиям _____ по показателям:

Анализ выполнил: Провизор-аналитик (студент) _____ Дата _____

Проверил: Начальник ОКК (преподаватель) _____ Дата: _____

ПРИЛОЖЕНИЕ 1 к занятию № _____
ИНДИВИДУАЛЬНЫЕ ЗАДАНИЯ ДЛЯ СТУДЕНТОВ ДЛЯ РАСЧЕТА
ПОКАЗАТЕЛЯ «ПОТЕРЯ В МАССЕ ПРИ ПРОКАЛИВАНИИ»

Объект исследования – Парацетамол

№ п/п	Испытание 1	Испытание 2
№ 1	Масса тигля - 23,8020 г Масса тигля с навеской до прокаливания - 24,7962 г Масса тигля с навеской после прокаливания I - е взвешивание - 24,4267 г II - е взвешивание - 24,4262 г	26,3062 г 27,2964 г 26,9173 г 26,9168 г
№ 2	Масса тигля - 29,8040 г Масса тигля с навеской до прокаливания - 30,8062 г Масса тигля с навеской после прокаливания I - е взвешивание – 30,4265 г II - е взвешивание - 30,4261 г	23,2862 г 24,2864 г 23,9269 г 23,9264 г
№ 3	Масса тигля - 20,7800 г Масса тигля с навеской до прокаливания - 21,7962 г Масса тигля с навеской после прокаливания I - е взвешивание - 21,4278 г II - е взвешивание - 21,4273 г	22,3062 г 23,2964 г 22,9269 г 23,9264 г
№ 4	Масса тигля - 23,8020 г Масса тигля с навеской до прокаливания - 24,7962 г Масса тигля с навеской после прокаливания I - е взвешивание - 24,4268 г II - е взвешивание - 24,4263 г	26,3062 г 27,2964 г 26,9164 г 26,9159 г
№ 5	Масса тигля - 29,8218 г Масса тигля с навеской до прокаливания - 30,7435 г Масса тигля с навеской после прокаливания I - е взвешивание – 30,3740 г II - е взвешивание - 30,3735 г	26,5250 г 27,5143 г 27,12508 г 27,1503 г
№ 6	Масса тигля - 30,8169 г Масса тигля с навеской до прокаливания - 31,9216 г Масса тигля с навеской после прокаливания I - е взвешивание - 31,5531 г II - е взвешивание - 31,5526 г	34,2262 г 35,2373 г 34,8683 г 34,8678 г
№ 7	Масса тигля - 32,7222 г Масса тигля с навеской до прокаливания - 33,7254 г Масса тигля с навеской после прокаливания I - е взвешивание – 33,3519 г II - е взвешивание - 33,3514 г	28,6879 г 29,6750 г 29,3177 г 29,3172 г
№ 8	Масса тигля - 37,5155 г Масса тигля с навеской до прокаливания - 38,5264 г Масса тигля с навеской после прокаливания I - е взвешивание – 38,1572 г II - е взвешивание - 38,1567 г	36,1726 г 37,2926 г 36,8759 г 36,8755 г
№ 9	Масса тигля - 29,8040 г Масса тигля с навеской до прокаливания - 30,8062 г Масса тигля с навеской после прокаливания I - е взвешивание – 30,4422 г II - е взвешивание - 30,4417 г	23,2862 г 24,2864 г 23,9270 г 23,9265 г

№ 10	Масса тигля - 29,7112 г Масса тигля с навеской до прокаливания - 30,8915 г Масса тигля с навеской после прокаливания I - е взвешивание – 30,5913 г II - е взвешивание - 30,5908 г	29,7207 г 30,8924 г 30,6029 г 30,6024 г
№ 11	Масса тигля - 28,1409 г Масса тигля с навеской до прокаливания - 29,0914 г Масса тигля с навеской после прокаливания I - е взвешивание – 28,7266 г II - е взвешивание - 28,7261 г	28,7698 г 29,7688 г 29,3994 г 29,3989 г
№ 12	Масса тигля - 28,5044 г Масса тигля с навеской до прокаливания - 29,4996 г Масса тигля с навеской после прокаливания I - е взвешивание – 29,1399 г II - е взвешивание - 29,1394 г	28,6011 г 29,6107 г 29,2512 г 29,2507 г
№ 13	Масса тигля - 29,9403 г Масса тигля с навеской до прокаливания - 30,9511 г Масса тигля с навеской после прокаливания I - е взвешивание – 30,5717 г II - е взвешивание - 30,5712 г	30,1401 г 31,0714 г 30,7018 г 30,7013 г
№ 14	Масса тигля - 20,8054 г Масса тигля с навеской до прокаливания - 21,8055 г Масса тигля с навеской после прокаливания I - е взвешивание – 21,4362 г II - е взвешивание - 21,4357 г	20,8059 г 21,8053 г 21,4365 г 21,4360 г
№ 15	Масса тигля - 28,5049 г Масса тигля с навеской до прокаливания - 29,5051 г Масса тигля с навеской после прокаливания I - е взвешивание – 29,1452 г II - е взвешивание - 29,1447 г	27,0400 г 28,0501 г 27,6816 г 27,6811 г
№ 16	Масса тигля - 20,9484 г Масса тигля с навеской до прокаливания - 21,9897 г Масса тигля с навеской после прокаливания I - е взвешивание – 21,6222 г II - е взвешивание - 21,6217 г	21,9016 г 22,8988 г 22,5593 г 22,5388 г
№ 17	Масса тигля - 30,4444 г Масса тигля с навеской до прокаливания - 31,4784 г Масса тигля с навеской после прокаливания I - е взвешивание – 31,1109 г II - е взвешивание - 31,1104 г	29,8107 г 30,8104 г 30,4434 г 30,4429 г
№ 18	Масса тигля - 29,1112 г Масса тигля с навеской до прокаливания - 30,1047 г Масса тигля с навеской после прокаливания I - е взвешивание – 29,7252 г II - е взвешивание - 29,7247 г	30,1414 г 31,0816 г 30,7123 г 30,7116 г

Дата _____ ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № _____

Тема занятия: Лекарственные вещества - производные ароматических кислот (кислота бензойная, кислота салициловая, ацетилсалициловая кислота, фенилсалицилат, метилсалицилат, натрия –пара-аминосалицилат)

Протокол испытаний №

Наименование субстанции	<u>Кислота бензойная</u>	Исполнитель	Подпись
№ серии	Срок годности		
Фирма-производитель			
Подразделение: ОКК	Номер НДС:		

Химическая формула фармацевтической субстанции

Молекулярная масса

Описание

Требование: Б/ц игольчатые кристаллы или белый мелкокристаллический порошок. При нагревании возгоняется, перегоняется с водяным паром.		Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НДС	Не соответствует требованиям НДС	
Подпись:		Дата:	

Растворимость

Требование: Мало растворим в воде, растворим в кипящей воде, легко растворим в спирте, хлороформе, эфире, бензоле, растворим в жирных маслах.		Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НДС	Не соответствует требованиям НДС	
Подпись:		Дата:	

Подлинность

1 г препарата растворяют в 10 мл раствора карбоната натрия. Раствор должен быть прозрачным и бесцветным.		
Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)		
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НДС	Не соответствует требованиям НДС
Подпись:		Дата:

Температура плавления

Требование: 122-124,5 градусов.	Результат испытания:
--	-----------------------------

Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Прозрачность раствора

Требование: 1 г препарата растворяют в 10 мл раствора карбоната натрия. Раствор должен быть прозрачным и б/ц.	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

VII. Цветность раствора

Требование: Раствор препарата, полученный в испытании на Прозрачность раствора, должен быть бесцветным	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Хлориды

Требование: 1 г препарата растворяют при кипячении в 20 мл воды, охлаждают и фильтруют через промытый горячей водой беззольный фильтр в мерную колбу на 25 мл. Осадок промывают водой, фильтрат доводят водой до метки и перемешивают. 10 мл полученного раствора должны выдерживать испытание на хлориды (не более 0,005 % в препарате).	Результат испытания:	
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Сульфаты

Требование: 1,5 г препарата встряхивают с 15 мл воды в течение 1 минуты и фильтруют. 10 мл фильтрата должны выдерживать испытание на сульфаты (не более 0,01%).	Результат испытания:	
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Фталевая кислота

Требование: 0.5 г препарата должны полностью растворяться в 10 мл бензола при помешивании в течение 5-10 минут.	Результат испытания:	
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Восстанавливающие вещества

Требование: 10 мл воды доводят до кипения, прибавляют 1,5 мл разведенной серной кислоты и по каплям 0,1 н. р-р перманганата калия до розового окрашивания, сохраняющегося 30 секунд. В полученном р-ре растворяют 1 г бензойной кислоты и титруют 0,1 н. р-ром перманганата калия до розового окрашивания, устойчивого в течение 15 секунд. На титрование должно расходоваться не более 0,5 мл 0,1 н. р-ра титранта.	Результат испытания:	
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Легко обугливающиеся примеси

Требование: 0,5 г препарата растворяют в 5 мл конц. серной кислоты и оставляют на 15 минут. Окраска р-ра не должна быть интенсивнее эталонов № 5а-5г.	Результат испытания:	
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Сульфатная зола и тяжелые металлы

Требование: Сульфатная зола из 0,5 г препарата должна быть невесомой и должна выдерживать испытание на тяжелые металлы (не более 0,001%).	Результат испытания:	
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Количественное определение, не менее 99,5%

Методика количественного определения: Около 0,2 г препарата растворяют в 20 мл нейтрализованного по фенолфталеину спирта и титруют с тем же индикатором 0,1 н. р-ром едкого натра до розового окрашивания. Титр 0,01221 г/мл.		
Уравнение реакции:		
Mr =	f экв (A) =	Э =
Tв/А=	V теор. =	
1. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a ₁) _____ V ₁ =		Расчетная формула: X, % = X ₁ =
2. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a ₂) _____ V ₂ =		X ₂ = X̄ =
К=		
ХРАНЕНИЕ , ПРИМЕНЕНИЕ:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям
	Не соответствует требованиям _____ по показателям:

Анализ выполнил: Провизор-аналитик (студент) _____ Дата _____

Проверил: Начальник ОКК (преподаватель) _____ Дата: _____

Дата _____ ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № _____
ТЕМА ЗАНЯТИЯ: Лекарственные вещества – производные
 фенилпропионовой кислоты (ибупрофен) и фенилуксусной кислоты
 (ортофен)

Протокол испытаний № _____

Наименование субстанции	<u>Ибупрофен</u>	Исполнитель	Подпись
№ серии	Срок годности		
Наименование субстанции	<u>Ортофен</u>	Исполнитель	Подпись
№ серии	Срок годности		
Подразделение: ОКК	Номер НД:		

Химическая формула (ибупрофен)

Химическая формула (ортофен)

Молекулярные массы препаратов

Описание (ибупрофен)

<i>Требование:</i> белый или почти белый кристаллический порошок с характерным запахом		<i>Результат испытания:</i>
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Описание (ортофен)

<i>Требование:</i> Легко растворим в этаноле, эфире, хлороформе, мало растворим в этилацетате.		<i>Результат испытания:</i>
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Подлинность (ибупрофен)

50 мг препарата растворяют в 0,1 М р-ре натрия гидроксида в мерной колбе на 100 мл и доводят водой до метки тем же растворителем. Измеряют оптическую плотность полученного р-ра на спектрофотометре в кювете толщиной слоя 1 см при 240-300 нм (р- сравнения 0, 1 М р-р натрия гидроксида . Спектр поглощений имеет максимумы при 264 и 272 нм и плечо при 258 нм. Отношение оптических плотностей D_{264}/D_{258} должно быть 1,2-1,3; D_{272}/D_{258} - 1,0-1,10.
--

Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)		
Уравнение реакции:		
0,2 г препарата растворяют в 4 мл спирта, прибавляют 3 мл воды и 0.2 г натрия гидрокарбоната, наблюдается выделение пузырьков газа.		
Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)		
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Подлинность (ортофен)

20 мг препарата растворяют в 2 мл воды и прибавляют 1 мл кислоты хлороводородной разведенной, выпадает белый осадок.		
Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)		
Уравнение реакции:		
20 мг препарата, 1 мл кислоты серной концентрированной, 1 мл 5% р-ра дихромата калия, образуется малиновое окрашивание.		
Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)		
Уравнение реакции:		
2 мг препарата растворяют в 1 мл кислоты серной концентрированной и прибавляют реактив Марки. Появляется зелено-белое кольцо на границе двух сред.		
Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)		
Уравнение реакции:		
1 мл 0,02 % р-ра препарата , 2 капли 2 % р-ра серебра нитрата. Белый осадок.		
Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)		
Уравнение реакции:		

1 мл 0,02 % р-ра препарата прибавляют 2 капли 3 % р-ра хлорида железа , желто-коричневый осадок. Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)		
Уравнение реакции:		
1 мл 0,02 % р-ра препарата прибавляют 2 капли 10 % р-ра меди сульфата (II) ,светло-зеленый осадок. Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)		
Уравнение реакции:		
10 мг препарата, 10 мл этанола. К 1 мл полученного р-ра прибавляют по 2 капли 0,6 % р-ра феррицианида и 0.9 % р-ра хлорида железа, оставляют на 5 минут в темном месте. Затем прибавляют 3 мл 1% р-ра соляной кислоты и оставляют 15 минут в темном месте. Образуется синее окрашивание. Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)		
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:	Дата:	

Прозрачность раствора (ибупрофен)

Требование: 10 % раствор препарата в спирте 95% должны быть прозрачными.	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:	Дата:	

Оптическое вращение (ибупрофен)

Требование: + 0,05 до – 0,05 градусов (2,5 % р-р препарата в метаноле).	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:	Дата:	

Посторонние примеси (ибупрофен)

<p>Требование: 0,24 г растертых таблеток перемешивают с 4 мл хлороформа 3 минуты и фильтруют. На линию старта пластины для хроматографии размером 7,5 x 15 см наносят 0,01 мл (5 мкг) фильтрата. Рядом наносят 0,01 мкг (5 мкг) 0,05 % р-ра вещества свидетеля в хлороформе. Пластину с нанесенными пробами подсушивают 3 минуты на воздухе, помещают в камеру со смесью гексан-этилацетат-кислота уксусная ледяная (15:2,5:1) и хроматографируют восходящим способом. По окончании пластину подсушивают на воздухе 5 минут и при 120 градусах в сушильном шкафу 15 минут. Пластину опрыскивают 10 % р-ром кислоты фосфорно-молибденовой в 95 % спирте и нагревают 15 минут при температуре 120 градусов в сушильном шкафу. Любое пятно посторонних примесей на хроматограмме препарата не должно превышать по совокупности величины и интенсивности окраски пятна свидетеля, не учитывая пятна с R_f по ибупрофену более 1.</p>	<p>Результат испытания:</p>	
<p>Зарисовать хроматограмму и привести расчет R_f:</p>		
<p>Заключение (ненужное зачеркнуть)</p>	<p>Соответствует требованиям НД</p>	<p>Не соответствует требованиям НД</p>
<p>Подпись:</p>		<p>Дата:</p>

Количественное определение: не менее 90%- 110 %.

<p>Методика определения:</p> <p>0,1 г растертых таблеток препарата взбалтывают с 15 мл хлороформа 15 минут и фильтруют. Остаток промывают хлороформом дважды по 5 мл и фильтруют через тот же фильтр в колбу. Прибавляют 20 мл 95 % р-ра спирта, предварительной нейтрализованного по фенолфталеину, и титруют 0,1 н. р-ром натрия гидроксида с фенолфталеином до слабо-розового окрашивания. Титр 0,02063 г/мл.</p>

Уравнения реакций:

Mr (A) = Tв/А	f экв (A) =	Э = Vтеор. =
1. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a ₁) _____ V ₁ = _____ 2. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a ₂) _____ V ₂ = _____ K= _____	Расчетная формула: X, % = _____ X ₁ = _____ X ₂ = _____ X̄ = _____	
ХРАНЕНИЕ , ПРИМЕНЕНИЕ:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись: _____		Дата: _____

Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям
	Не соответствует требованиям _____ по показателям:

Анализ выполнил: Провизор-аналитик (студент) _____ Дата _____

Проверил: Начальник ОКК (преподаватель) _____ Дата: _____

Дата: _____ ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № _____
 Тема занятия: ЛЕКАРСТВЕННЫЕ
ВЕЩЕСТВА - ПРОИЗВОДНЫЕ БУТИРОФЕНОНА (галоперидол)

Протокол испытаний № _____

Наименование субстанции	Галоперидол	Исполнитель:	Подпись
№ серии	Срок годности		
Подразделение: ОКК	Номер НД:		

Химическая формула фармацевтической субстанции

Молекулярная масса

Описание

Требование: Белый или почти белый кристаллический порошок.	Результат испытания:	
Заключение: (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:	Дата:	

Растворимость

Требование: Практически нерастворим в воде, мало растворим в спирте 96 %, растворим в хлороформе.	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:	Дата:	

Подлинность

<p>Инфракрасный спектр субстанции, снятый в диске калия бромида, в области от 4000 до 400 см⁻¹ по положению полос поглощения должен соответствовать спектру стандартного образца галоперидола. 0,01 г субстанции растворяют в смеси спирт 96%- 0.1 М р-р соляной кислоты (9:1) и разбавляют той же смесью до 50 мл. 1 мл полученного р-ра разбавляют смесью спирт 96 %- ,1 М р-р соляной кислоты (9:1) до 100 мл. УФ спектр поглощения полученного р-ра в области от 230 до 300 нм должен иметь максимум при 245 нм. 0,1 г субстанции сплавляют на открытом пламени с 0.5 г безводного натрия карбоната и охлаждают. Остаток взбалтывают с 5 мл азотной кислоты разведенной 16 % и охлаждают.</p> <p>Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)</p> <p style="text-align: center;">Уравнение реакции:</p>
<p>Фильтрат дает характерные реакции на хлориды.</p> <p>Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)</p>

Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Температура плавления

Требование: От 149-153 градусов.	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Прозрачность раствора

Требование: Раствор 0,1 г субстанции в 20 мл 0,5 % р-ра молочной кислоты должен быть прозрачным или выдерживать сравнение с эталоном I	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Цветность раствора

Требование: Раствор (раздел «Прозрачность раствора») должен быть бесцветным или выдерживать сравнение с эталоном У ₇ .	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

4,4¹-Бис[4-хлорфенил]-4-гидроксипиперидинобутирофенон

Требование: 0,05 г субстанции помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл, растворяют в 30 мл метанола, прибавляют 5 мл 0,1 М р-ра соляной кислоты и доводят объем раствора метанолом до метки. Оптическая плотность полученного р-ра, измеренная на спектрофотометре при 335 нм с толщиной слоя 10 мм, должна быть не более 0,3 (не более 1 %).		Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД	
Подпись:		Дата:	

Посторонние примеси

Требование: Определение проводят методом ВЭЖХ. Р-ры готовят непосредственно перед использованием, защищая от света. Испытуемый р-р. 0,1 г субстанции растворяют в метаноле и разбавляют метанолом до 10 мл. Раствор сравнения. 5 мг испытуемого р-ра помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем р-ра метанолом. 1 мл полученного р-ра переносят в мерную колбу вместимостью 10 мл и доводят метанолом до метки. Раствор для проверки пригодности системы. 0,005 г субстанции и 0,0025 г стандартного образца бромперидола (стандарт ВР или аналогичного качества растворяют в 50 мл метанола).

Хроматографические условия

Колонка – 10 × 0,46 см с октадецилсилил силикагелем (С18),
3 мкм;
Подвижная фаза – А – 1,7 % раствор тетрабутиламмония гидросульфата;
(ПФ) Б – ацетонитрил;
Скорость потока – 1,5 мл/мин;
Детектор – спектрофотометрический, 230 нм;
Объем пробы – 10 мкл.

Хроматографический режим

Время (мин)	% ПФ А	% ПФ Б	Режим
0-15	90 ⇒ 50	90 ⇒ 50	линейный градиент
15-20	50	50	изократический
20-25	90	10	переход к начальному составу
25-0	90	10	начало новой программы

Хроматографируют раствор для проверки пригодности хроматографической системы. Времена удерживания: галоперидол – около 5,5 мин; бромперидол – около 6 мин. Разрешение (R) между пиками галоперидола и бромперидола должно быть не менее 3,0.

Хроматографируют раствор сравнения не менее 5 раз. Относительное стандартное отклонение площади пика галоперидола должно быть не более 5 %.

Хроматографируют раствор сравнения и испытуемый раствор.

Площадь пика любой посторонней примеси на хроматограмме испытуемого раствора должна быть не более площади пика на хроматограмме раствора сравнения (не более 0,5 %); сумма площадей всех пиков посторонних примесей должна быть не более удвоенной площади пика на хроматограмме раствора сравнения (не более 1 %).

Результат испытания:

Уравнение реакции:

Закключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Тяжелые металлы

Требование: Около 1,0 г субстанции сушат при температуре от 100 до 105 градусов до постоянной массы. Потеря в массе не должна превышать 0.5 %.

Результат испытания:

Уравнение реакции:

Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
--	---------------------------------	------------------------------------

Сульфатная зола и тяжелые металлы.

Требование: Сульфатная зола из 1,0 г субстанции не должна превышать 0,1 % и должна выдерживать испытание на тяжелые металлы (не более 0,001 % в субстанции).		Результат испытания:
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Остаточные органические растворители.

Требование: В соответствии с требованиями ОФС «Остаточные органические растворители».		Результаты испытаний: V = 0,040мл
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Микробиологическая чистота

Требование: В соответствии с требованиями ОФС «Микробиологическая чистота».		Результаты испытаний: V = 0,040мл
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Количественное содержание

Методика определения:		
Около 0,3 г субстанции растворяют в 15 мл уксусной кислоты ледяной, прибавляют 5 мл уксусного ангидрида и титруют 0,1 М р-ром хлорной кислоты. Конечную точку определяют потенциометрически. Титр 0,003759 г/мл.		
Уравнения химических реакций:		

$M_r(A) =$	$f_{\text{экв}}(A) =$	$\Xi(A) = M_r \cdot f_{\text{экв}} =$
$T_{B/A} =$	$K =$	$V_{\text{теор.}} =$
1. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____	Расчетная формула:	

Масса навески (a_1) _____ $V_1 =$ 2. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a_2) _____ $V_2 =$	$X =$ $X_1 =$ $X_2 =$ $\bar{X} =$	
ХРАНЕНИЕ , ПРИМЕНЕНИЕ:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:	Дата:	

Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям ФС
	Не соответствует требованиям ФС по показателям:

Анализ выполнил: Провизор-аналитик (студент) _____ Дата _____

Проверил: Начальник ОКК (преподаватель) _____ Дата: _____

Дата _____ ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № _____

Тема занятия: ЛЕКАРСТВЕННЫЕ ВЕЩЕСТВА - ПРОИЗВОДНЫЕ ПАРА-,ОРТО-,МЕТА-АМИНОБЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ (анестезин, новокаин, новокаинамид).

Протокол анализа № _____

Протокол испытаний № Наименование субстанции Анестезин № серии Срок годности	Исполнитель	Подпись
Протокол испытаний № Наименование субстанции Прозерин № серии Срок годности		
Подразделение: ОКК	Номер НД:	

Химическая формула (анестезин)

Молекулярная масса

Химическая формула (прозерин)

Молекулярная масса

Описание (анестезин)

<i>Требование:</i> белый кристаллический порошок без запаха, горького вкуса, вызывает на языке чувство онемения.		<i>Результат испытания:</i>
Заключение: (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Описание (прозерин)

<i>Требование:</i> Белый кристаллический порошок без запаха, горького вкуса, гигроскопичен. На свету приобретает розовый оттенок.		<i>Результат испытания:</i>
Заключение: (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Растворимость (анестезин)

<i>Требование:</i> Очень мало растворим в воде, легко растворим в спирте, эфире, хлороформе, трудно растворим в жирных маслах и разведенной соляной кислоте.		<i>Результат испытания:</i>
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Растворимость (прозерин)

<i>Требование:</i> Очень легко растворим в воде, легко растворим в спирте и хлороформе, очень мало растворим в эфире.		<i>Результат испытания:</i>
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Подлинность (анестезин)

Препарат дает характерную реакцию на ароматические первичные амины. С нитритом натрия, соляной кислотой и щелочным р-ром нафтола образуется азокраситель. <i>Результат испытания:</i> (реакция положительна или отрицательна)		
Уравнение реакции:		
0,05 г препарата нагревают с 5мл р-ра едкого кали и приливают 0,1 н. р-р йода до исчезающего желтого окрашивания; появляется запах йодоформа. <i>Результат испытания:</i> (реакция положительна или отрицательна)		
Уравнение реакции:		
0,05 г препарата растворяют в 2 мл воды с 5 каплями разведенной соляной кислоты и прибавляют 2 мл р-ра хлорамина. Через 2-3 минуты добавляют 2 мл эфира и взбалтывают; эфирный слой окрашивается в оранжевый цвет. <i>Результат испытания:</i> (реакция положительна или отрицательна)		
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Подлинность (прозерин)

0,05 г препарата растворяют в 5 мл воды и прибавляют 3 капли 0,1 н. р-ра йода; выпадает коричневый осадок. <i>Результат испытания:</i> (реакция положительна или отрицательна)		
Уравнение реакции:		
<i>Результат испытания:</i> (реакция положительна или отрицательна)		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД

Подпись:	Дата:
----------	-------

Температура плавления (анестезин)

Требование: 89-91,5 градуса.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Температура плавления (прозерин)

Требование: 142-146 градусов.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Прозрачность и цветность (анестезин)

Требование: Раствор 1 г препарата в 10 мл нейтрализованного по фенолфталеину спирта должен быть прозрачным и бесцветным		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Прозрачность и цветность (прозерин)

Требование: Раствор 1 г препарата в 10 мл воды должен быть прозрачным и бесцветным		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Щелочность или кислотность(анестезин)

Требование: К полученному р-ру прибавляют 3 капли р-ра фенолфталеина. Розовое окрашивание должно появиться от прибавления не более 0,1 мл 0,05 н. р-ра едкого натра.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Щелочность или кислотность(прозерин)

Требование: 1 г препарата растворяют в 10 мл свежeproкипяченной воды, прибавляют 2 капли р-ра бромтимолового синего, появившееся желтое окрашивание должно перейти в голубое от прибавления не более 0,1 мл 0,02 н. р-ра едкого натра.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Хлориды(анестезин)

Требование: Раствор 1 г препарата в 10 мл спирта должен выдерживать испытание на хлориды (не более 0,002%).		Результат испытания:
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Хлориды(прозерин)

Требование: 0,6 г препарата растворяют в 15 мл воды, 5 мл полученного р-ра, разведенные водой до 10 мл. должны выдерживать испытание на хлориды (не более 0,002%).		Результат испытания:
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Сульфаты(прозерин)

Требование: 10 мл того же р-ра должны выдерживать испытание на сульфаты (не более 0,0025%). Наблюдение производят через 2 минуты		Результат испытания:
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Органические примеси(анестезин)

Требование: 0.5 г препарата растворяют в 5 мл конц. серной кислоты. Окраска полученного р-ра не должна быть интенсивнее эталона № 5а.		Результат испытания:
Уравнение реакции:		

Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Сульфатная зола и тяжелые металлы(анестезин)

Требование: Сульфатная зола из 0,5 г препарата не должна превышать 0,1 % и должна выдерживать испытание на тяжелые металлы (не более 0,001%).		Результат испытания:
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Сульфатная зола (прозерин)

Требование: Сульфатная зола из 0,5 г препарата не должна превышать 0,1 % .		Результат испытания:
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Потеря в массе при высушивании: не должна превышать 0,5 % (прозерин)

Требование: около 0,5 г препарата сушат в вакуумном шкафу при температуре 100-105 градусах до постоянного веса. Масса бюкса - Масса бюкса с навеской до высушивания - Масса бюкса с навеской после высушивания: I-е взвешивание - II-е взвешивание -	Результаты испытаний:	
Масса бюкса - Масса бюкса с навеской до высушивания - Масса бюкса с навеской после высушивания: I-е взвешивание - II-е взвешивание -		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Количественное содержание, не менее 99,5% (анестезин)

Методика определения:
Около 0,25 г препарата растворяют в 10 мл воды и 10 мл соляной кислоты, помещают в коническую колбу емкостью 100 мл и кипятят с обратным холодильником в течение 1 часа. Затем холодильник промывают 30 мл воды, содержимое колбы переносят в стакан для диазотирования, промывают колбу 30 мл воды, добавляют 1 г бромида калия и при постоянном перемешивании титруют 0,1 М р-ром нитрита натрия, добавляя его в начале со скоростью 2 мл/минуту, в конце титрования по 0.05 мл/минуту. Титрование проводят при температуре не выше 18-20 градусов, иногда требуется охлаждение до 0-10 градусов. Точку эквивалентности устанавливают с помощью внутренних индикаторов: тропеолин 00 - 4 капли),

тропеолин 00 в смеси см метиленовым синим (4 капли тропеолина 00 и 2 капли метиленовго синего).

Уравнения реакций:

$M_r(A) =$ $f_{\text{экв}}(A) =$ $\Xi = M_r \cdot f_{\text{экв}} =$
 $T_{B/A} =$ $K =$ $V_{\text{теор.}} =$

1. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a_1) _____ $V_1 =$	Расчетная формула: $X, \% =$ $X_1 =$
2. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a_2) _____ $V_2 =$	$X_2 =$ $\bar{X} =$

ХРАНЕНИЕ , ПРИМЕНЕНИЕ:

Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Количественное содержание, не менее 99,0% (прозерин)

Методика определения:

Около 0,5 г препарата растворяют в 75 мл воды в колбе Къельдаля емкостью 250 мл. Колбу присоединяют к прибору для отгонки аммиака, добавляют 15 мл 30% р-ра едкого натра и отгоняют диметиламин в приемник, куда предварительно налито 15 мл р-ра борной кислоты и 8 капель смешанного индикатора. Собирают 200 мл отгона и титруют 0,1 н. р-ром соляной кислоты. Параллельно проводят контрольный опыт на индикатор.
Титр 0,03344 г/мл.

Уравнения реакций:

$M_r(A) =$ $f_{\text{экв}}(A) =$ $\Xi = M_r \cdot f_{\text{экв}} =$
 $T_{B/A} =$ $K =$ $V_{\text{теор.}} =$

1. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a_1) _____ $V_1 =$ _____ 2. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a_2) _____ $V_2 =$ _____	Расчетная формула: $X, \% =$ _____ $X_1 =$ _____ $X_2 =$ _____ $\bar{X} =$ _____	
ХРАНЕНИЕ , ПРИМЕНЕНИЕ:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись: _____	Дата: _____	

Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям	
	Не соответствует требованиям _____ по показателям:	

Анализ выполнил: Провизор-аналитик (студент) _____ Дата _____

Проверил: Начальник ОКК (преподаватель) _____ Дата: _____

ПРИЛОЖЕНИЕ 1 к занятию № _____
ИНДИВИДУАЛЬНЫЕ ЗАНЯТИЯ ДЛЯ РАСЧЕТА ПОКАЗАТЕЛЯ
«ПОТЕРЯ В МАССЕ ПРИ ПРОКАЛИВАНИИ»
Объект исследования – прозерин.

№ п/п	Испытание 1	2
№ 1	Масса тигля 30,8165 г Масса тигля с навеской до прокаливания 31,8150 г Масса тигля с навеской после прокаливания: I-е взвешивание 31,3300 г II-е взвешивание 31,3295 г	31,3585 г 32,3570 г 31,8425 г 31,8420 г
№ 2	Масса тигля 35,4855 г Масса тигля с навеской до прокаливания 36,4875 г Масса тигля с навеской после прокаливания: I-е взвешивание 35,9675 г II-е взвешивание 35,9670 г	34,2345 г 35,2370 г 34,7615 г 34,7610 г
№ 3	Масса тигля 45,1475 г Масса тигля с навеской до прокаливания 46,1470 г Масса тигля с навеской после прокаливания: I-е взвешивание 45,6860 г II-е взвешивание 45,6855 г	50,1235 г 51,1185 г 50,5885 г 50,5880 г
№ 4	Масса тигля 38,8165 г Масса тигля с навеской до прокаливания 39,8275 г Масса тигля с навеской после прокаливания: I-е взвешивание 39,3155 г II-е взвешивание 39,3150 г	51,3585 г 52,3736 г 51,8805 г 51,8800 г
№ 5	Масса тигля 38,8290 г Масса тигля с навеской до прокаливания 39,8275 г Масса тигля с навеской после прокаливания: I-е взвешивание 39,3135 г II-е взвешивание 39,3130 г	47,1515 г 48,1770 г 47,6795 г 47,6790 г
№ 6	Масса тигля 28,3795 г Масса тигля с навеской до прокаливания 29,3670 г Масса тигля с навеской после прокаливания: I-е взвешивание 28,9055 г II-е взвешивание 28,9050 г	35,2120 г 36,2105 г 35,6985 г 35,6980 г
№7	Масса тигля 33,1415 г Масса тигля с навеской до прокаливания 34,1450 г Масса тигля с навеской после прокаливания: I-е взвешивание 33,6095 г II-е взвешивание 33,6090 г	27,6975 г 28,6970 г 28,2115 г 28,2110 г
№8	Масса тигля 32,7565 г Масса тигля с навеской до прокаливания 33,7505 г Масса тигля с навеской после прокаливания: I-е взвешивание 33,2685 г II-е взвешивание 33,2680 г	30,8165 г 31,8150 г 31,3300 г 31,3295 г
№9	Масса тигля 43,7825 г Масса тигля с навеской до прокаливания 44,8080 г Масса тигля с навеской после прокаливания: I-е взвешивание 44,3085 г II-е взвешивание 44,3080 г	38,8290 г 39,8275 г 39,3135 г 39,3130 г

№ 10	Масса тигля 38,8290 г Масса тигля с навеской до прокаливания 39,8275 г Масса тигля с навеской после прокаливания: I-е взвешивание 39,3135 г II-е взвешивание 39,3130 г	47,1515 г 48,1770 г 47,6795 г 47,6790 г
№ 11	Масса тигля 35,4855 г Масса тигля с навеской до прокаливания 36,4875 г Масса тигля с навеской после прокаливания: I-е взвешивание 35,9675 г II-е взвешивание 35,9670 г	34,2345 г 35,2370 г 34,7615 г 34,7610 г
№ 12	Масса тигля 30,8165 г Масса тигля с навеской до прокаливания 31,8150 г Масса тигля с навеской после прокаливания: I-е взвешивание 31,3300 г II-е взвешивание 31,3295 г	31,3585 г 32,3570 г 31,8425 г 31,8420 г
№ 13	Масса тигля 38,8165 г Масса тигля с навеской до прокаливания 39,8275 г Масса тигля с навеской после прокаливания: I-е взвешивание 39,3155 г II-е взвешивание 39,3150 г	51,3585 г 52,3736 г 51,8805 г 51,8800 г
№ 14	Масса тигля 28,3795 г Масса тигля с навеской до прокаливания 29,3670 г Масса тигля с навеской после прокаливания: I-е взвешивание 28,9055 г II-е взвешивание 28,9050 г	35,2120 г 36,2105 г 35,6985 г 35,6980 г
№ 15	Масса тигля 32,7565 г Масса тигля с навеской до прокаливания 33,7505 г Масса тигля с навеской после прокаливания: I-е взвешивание 33,2685 г II-е взвешивание 33,2680 г	30,8165 г 31,8150 г 31,3300 г 31,3295 г
№ 16	Масса тигля 43,7825 г Масса тигля с навеской до прокаливания 44,8080 г Масса тигля с навеской после прокаливания: I-е взвешивание 44,3085 г II-е взвешивание 44,3080 г	38,8290 г 39,8275 г 39,3135 г 39,3130 г

Дата _____ ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № _____

**Тема занятия: ЛЕКАРСТВЕННЫЕ
ВЕЩЕСТВА - ПРОИЗВОДНЫЕ АРИЛАЛКИЛАМИНОВ**
(левомецетин, стеарат и сукцинат)

Протокол испытаний № _____

Наименование субстанции	<u>Левомецетин</u>	Исполнитель	Подпись
№ серии	Срок годности		
Подразделение: ОКК	Номер НД:		

Химическая формула

Молекулярная масса

Описание

Требование: Белый или белый со слабым желтовато-зеленоватым оттенком кристаллический порошок без запаха, горького вкуса.	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись: _____		Дата: _____

Растворимость

Требование: Мало растворим в воде, легко растворим в 95 % спирте, растворим в этилацетате	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись: _____		Дата: _____

Подлинность

<p>К 0,1 г препарата прибавляют 5 мл р-ра едкого натри и нагревают; появляется желтое окрашивание, переходящее при дальнейшем нагреве в красно-коричневое. При кипячении р-ра появляется кирпично-красный осадок и появляется запах аммиака.</p> <p>Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна).</p> <p style="text-align: center;">Уравнение реакции:</p>
<p>Фильтрат после подкисления азотной кислотой дает характерную реакцию на хлориды.</p> <p>Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна).</p>

Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Температура плавления

Требование: 143-153 градуса	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Удельное вращение

Требование: от + 18 до +21 градуса (5% р-р в 95 % спирте).	Результат испытания:	
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Удельный показатель поглощения

Требование: от 290 до 305 при длине волны 278 нм (0,002 % водный р-р).	Результат испытания:	
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Кислотность

Требование: К 1 г препарата прибавляют 2 мл нейтрализованного по фенолфталеину спирта, хорошо перемешивают в течение 1 минуты и фильтруют. Фильтрат после прибавления 2 капель р-ра фенолфталеина и 0,05 мл 0,1 н. р-ра едкого натра должен окраситься в розовый цвет, не исчезающий в течение 3 минут.		Результат испытания:	
Уравнение реакции:			
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД	
Подпись:		Дата:	

Хлориды

Требование: 0,3 г препарата взбалтывают в течение 1 минуты с 15 мл воды и фильтруют .10 мл фильтрата должны выдерживать испытание на хлориды (не более 0,01 % в препарате).		Результат испытания:	
Уравнение реакции:			
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД	
Подпись:		Дата:	

Сульфатная зола и тяжелые металлы

Требование: Сульфатная зола из 0,5 г препарата не должна превышать 0,1 % и должна выдерживать испытание на тяжелые металлы (не более 0,001 %).		Результат испытания:	
Уравнение реакции:			
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД	
Подпись:		Дата:	

Количественное содержание, не менее 98,5 % и не более _____ %

Методика определения:
Около 0,5 г препарата помещают в коническую колбу емкостью 250 мл и прибавляют 20 мл конц. соляной кислоты и осторожно, небольшими порциями, 5 г цинковой пыли. Затем

прибавляют еще 10 мл конц. соляной кислоты, омывая стенки колбы, и после полного растворения цинковой пыли (можно подогреть), раствор количественно переносят в стакан для диазотирования, охлаждаемый льдом; прибавляют 3 г бромид калия и медленно титруют 0,1 М р-ром нитрита натрия. Титрование считают законченным, когда капля жидкости, взятая через 3 минуты после прибавления р-ра нитрита натрия, будет вызывать немедленное посинение йодкрахмальной бумаги.
Титр 0,03231 г/мл.

Уравнения реакций:

$M_r(A) =$	$f_{\text{экв}}(A) =$	$\Theta =$
$T_{B/A} =$	$K =$	$V_{\text{теор.}} =$
1. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a_1) _____ $V_1 =$		Расчетная формула: $X, \% =$
2. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a_2) _____ $V_2 =$		$X_1 =$ $X_2 =$ $\bar{X} =$
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:	Дата:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям УФС	
	Не соответствует требованиям по показателям:	

Анализ выполнил: Провизор-аналитик (студент) _____ Дата _____

Проверил: Начальник ОКК (преподаватель) _____ Дата: _____

ПРИЛОЖЕНИЕ 1 к занятию № _____
ИНДИВИДУАЛЬНЫЕ ЗАНЯТИЯ ДЛЯ РАСЧЕТА ПОКАЗАТЕЛЯ
«ПОТЕРЯ В МАССЕ ПРИ ПРОКАЛИВАНИИ»

Объект исследования – Субстанция левомецетина.

№ п/п	Испытание 1	Испытание 2
№ 1	Масса бюкса - 23,8020 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 24,7962 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание - 24,7920 г II- е взвешивание - 24,7915 г	26,3062 г 27,2964 г 27,2923 г 27,2918 г
№ 2	Масса бюкса - 29,8040 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,8062 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,8020 г II- е взвешивание - 30,8015 г	23,2862 г 24,2864 г 24,2823 г 24,2818 г
№ 3	Масса бюкса - 20,7800 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 21,7962 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание - 21.7920 г II- е взвешивание - 21,7915 г	22,3062 г 23,2964 г 23,2923 г 23,2918 г
№ 4	Масса бюкса - 23,8020 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 24,7962 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание - 24,7920 г II- е взвешивание - 24,7915 г	26,3062 г 27,2964 г 27,2923 г 27,2918 г
№ 5	Масса бюкса - 29,8218 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,8435 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,8405 г II- е взвешивание - 30,8400 г	26,5250 г 27,5143 г 27,5107 г 27,5102 г
№ 6	Масса бюкса - 30,8169 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 31,9216 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание - 31,9182 г II- е взвешивание - 31,9177 г	34,2262 г 35,2373 г 35,2344 г 35,2339 г
№ 7	Масса бюкса - 32,7222 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 33,4254 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 33,4206 г II- е взвешивание - 33,4201 г	28,6879 г 29,6754 г 29,6716 г 29,6711 г
№ 8	Масса бюкса - 37,5155 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 38,5264 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 38,5223 г II- е взвешивание - 38,5218 г	36,1726 г 37,2726 г 37,2683 г 37,2678 г
№ 9	Масса бюкса - 29,8040 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,8062 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,8020 г II- е взвешивание - 30,8015 г	23,2862 г 24,2864 г 24,2823 г 24,2818 г
№ 10	Масса бюкса - 29,1547 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,1289 г	24,9015 г 25,8991 г

	Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,1219 г II- е взвешивание - 30,1214 г	25,8907 г 25,8902 г
№ 11	Масса бюкса - 30,4449 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 31,5113 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 31,5014 г II- е взвешивание - 31,5010 г	29,7441 г 30,7396 г 30,7341 г 30,7336 г
№ 12	Масса бюкса - 28,4419 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 29,4397 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 29,4330 г II- е взвешивание - 29,4325 г	24,7011 г 25,7019 г 25,6974 г 25,6960 г
№ 13	Масса бюкса - 30,4458 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 31,5106 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 31,5019 г II- е взвешивание - 31,5014 г	31,1215 г 32,0411 г 32,0319 г 32,0315 г
№ 14	Масса бюкса - 31,1219 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 32,0417 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 32,0372 г II- е взвешивание - 32,0368 г	20,7806 г 21,7051 г 21,7909 г 21,7904 г
№ 15	Масса бюкса - 29,7448 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,7395 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,7314 г II- е взвешивание - 30,7309 г	23,8024 г 24,7966 г 24,7906 г 24,7901 г
№ 16	Масса бюкса - 30,8169 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 31,9215 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 31,9164 г II- е взвешивание - 31,9161 г	32,7222 г 33,4254 г 33,4218 г 33,4213 г
№ 17	Масса бюкса - 37,5160 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 38,5264 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 38,5224 г II- е взвешивание - 38,5219 г	23,8064 г 24,8454 г 24,8407 г 24,8402 г
№ 18	Масса бюкса - 29,8218 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,8435 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,8405 г II- е взвешивание - 30,8400 г	26,5250 г 27,5143 г 27,5107 г 27,5102 г

Дата _____ ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № _____

Тема занятия: ЛЕКАРСТВЕННЫЕ ВЕЩЕСТВА – ПРОИЗВОДНЫЕ ЙОДИРОВАННЫХ АРОМАТИЧЕСКИХ АМИНОКИСЛОТ (дийодтирозин).

Протокол испытаний № _____

Наименование субстанции		Исполнитель	Подпись
№ серии	Срок годности		
Подразделение: ОКК	Номер НД:		

Химическая формула

Молекулярная масса

Описание

<i>Требование:</i> Белый или со слабым сероватым оттенком кристаллический порошок без запаха, слегка горького вкуса.	<i>Результат испытания:</i>	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:	Дата:	

Растворимость

<i>Требование:</i> Трудно растворим в воде и спирте, практически не растворим в эфире, бензоле и хлороформе, легко растворим в разведенных щелочах и кислотах.	<i>Результат испытания:</i>	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:	Дата:	

Подлинность

К р-ру 0,02 г препарата в 10 мл воды прибавляют 1 мл свежеприготовленного р-ра нингидрина и кипятят 2 минуты; появляется темно-фиолетовое окрашивание. <i>Результат испытания:</i> (реакция положительна или отрицательна).
Уравнение реакции:
К р-ру 0,01 г препарата в 1 мл разведенной серной кислоты прибавляют несколько капель конц. азотной кислоты, появляется темно-фиолетовое окрашивание. <i>Результат испытания:</i> (реакция положительна или отрицательна).
При нагревании препарата выделяются фиолетовые пары йода. <i>Результат испытания:</i> (реакция положительна или отрицательна).

Уравнение реакции:		
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Температура плавления

Требование: 196-202 °С (с разложением).	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Свободный йод

Требование: При взбалтывании 0,1 г препарата с 3 мл хлороформа последний не должен окрашиваться в фиолетовый цвет.	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Галогены

Требование: 0,2 г препарата взбалтывают с 20 мл воды и фильтруют. 10 мл фильтрата должны выдерживать испытание на хлориды (не более 0,02 % в препарате).	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Сульфатная зола и тяжелые металлы

Требование: Высушенную навеску переносят во взвешенный тигель. Сульфатная зола не должна превышать 0,1% и должна выдерживать испытание на тяжелые металлы (не более 0,001 % в препарате).	Результат испытания:	
--	-----------------------------	--

Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Потеря в массе при высушивании: не должна превышать 8,0 %

Требование: около 0,5 г препарата сушат в вакуумном шкафу при температуре 100-105 °С до постоянного веса. Масса бюкса - Масса бюкса с навеской до высушивания - Масса бюкса с навеской после высушивания: I-е взвешивание - II-е взвешивание -	Результаты испытаний:	
Масса бюкса - Масса бюкса с навеской до высушивания - Масса бюкса с навеской после высушивания: I-е взвешивание - II-е взвешивание -		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Количественное содержание, не менее 98,5 %.

Методика определения:
Около 0,2 г препарата растворяют в 15 мл раствора едкого кали в конической колбе емкостью 100 мл, прибавляют 1 г цинковой пыли и осторожно кипятят с обратным холодильником в течение 30 минут. Охлаждают, холодильник промывают 10 мл воды, к раствору приливают 15 мл разведенной уксусной кислоты и фильтруют через небольшой фильтр. Остаток в колбе и на фильтре промывают водой (3 раза по 15 мл). К фильтрату прибавляют 5 капель 0,5 % р-ра эозината натрия и титруют 0,1 н. р-ром нитрата серебра до изменения желтого цвета осадка в малиновый. Перед концом титрования р-р нитрата серебра прибавляют по каплям, хорошо перемешивая раствор с осадком. Титр 0,02345 г/мл.
Уравнения реакций:

--

$M_r(A) =$	$f_{\text{экв}}(A) =$	$\Theta =$
$T_{B/A} =$	$K =$	$V_{\text{теор.}} =$
1. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a_1) _____ $V_1 =$		Расчетная формула: $X, \% =$
2. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a_2) _____ $V_2 =$		$X_1 =$ $X_2 =$ $\bar{X} =$
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям УФС	
	Не соответствует требованиям по показателям:	

Анализ выполнил: Провизор-аналитик (студент) _____ Дата _____

Проверил: Начальник ОКК (преподаватель) _____ Дата: _____

ПРИЛОЖЕНИЕ к занятию № _____
ИНДИВИДУАЛЬНЫЕ ЗАНЯТИЯ ДЛЯ РАСЧЕТА ПОКАЗАТЕЛЯ
«ПОТЕРЯ В МАССЕ ПРИ ПРОКАЛИВАНИИ»

Объект исследования – диодтирозин

№ п/п	Испытание 1	Испытание 2
№ 1	Масса бюкса - 23,8020 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 24,7962 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание - 24,7920 г II- е взвешивание - 24,7915 г	26,3062 г 27,2964 г 27,2923 г 27,2918 г
№ 2	Масса бюкса - 29,8040 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,8062 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,8020 г II- е взвешивание - 30,8015 г	23,2862 г 24,2864 г 24,2823 г 24,2818 г
№ 3	Масса бюкса - 20,7800 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 21,7962 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание - 21.7920 г II- е взвешивание - 21,7915 г	22,3062 г 23,2964 г 23,2923 г 23,2918 г
№ 4	Масса бюкса - 23,8020 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 24,7962 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание - 24,7920 г II- е взвешивание - 24,7915 г	26,3062 г 27,2964 г 27,2923 г 27,2918 г
№ 5	Масса бюкса - 29,8218 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,8435 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,8405 г II- е взвешивание - 30,8400 г	26,5250 г 27,5143 г 27,5107 г 27,5102 г
№ 6	Масса бюкса - 30,8169 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 31,9216 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание - 31,9182 г II- е взвешивание - 31,9177 г	34,2262 г 35,2373 г 35,2344 г 35,2339 г
№ 7	Масса бюкса - 32,7222 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 33,4254 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 33,4206 г II- е взвешивание - 33,4201 г	28,6879 г 29,6754 г 29,6716 г 29,6711 г
№ 8	Масса бюкса - 37,5155 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 38,5264 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 38,5223 г II- е взвешивание - 38,5218 г	36,1726 г 37,2726 г 37,2683 г 37,2678 г
№ 9	Масса бюкса - 29,8040 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,8062 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,8020 г II- е взвешивание - 30,8015 г	23,2862 г 24,2864 г 24,2823 г 24,2818 г
№ 10	Масса бюкса - 29,1547 г	24,9015 г

	Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,1289 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,1219 г II- е взвешивание - 30,1214 г	25,8991 г 25,8907 г 25,8902 г
№ 11	Масса бюкса - 30,4449 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 31,5113 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 31,5014 г II- е взвешивание - 31,5010 г	29,7441 г 30,7396 г 30,7341 г 30,7336 г
№ 12	Масса бюкса - 28,4419 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 29,4397 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 29,4330 г II- е взвешивание - 29,4325 г	24,7011 г 25,7019 г 25,6974 г 25,6960 г
№ 13	Масса бюкса - 30,4458 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 31,5106 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 31,5019 г II- е взвешивание - 31,5014 г	31,1215 г 32,0411 г 32,0319 г 32,0315 г
№ 14	Масса бюкса - 31,1219 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 32,0417 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 32,0372 г II- е взвешивание - 32,0368 г	20,7806 г 21,7051 г 21,7909 г 21,7904 г
№ 15	Масса бюкса - 29,7448 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,7395 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,7314 г II- е взвешивание - 30,7309 г	23,8024 г 24,7966 г 24,7906 г 24,7901 г
№ 16	Масса бюкса - 30,8169 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 31,9215 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 31,9164 г II- е взвешивание - 31,9161 г	32,7222 г 33,4254 г 33,4218 г 33,4213 г
№ 17	Масса бюкса - 37,5160 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 38,5264 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 38,5224 г II- е взвешивание - 38,5219 г	23,8064 г 24,8454 г 24,8407 г 24,8402 г
№ 18	Масса бюкса - 29,8218 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,8435 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,8405 г II- е взвешивание - 30,8400 г	26,5250 г 27,5143 г 27,5107 г 27,5102 г

Дата _____ ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № _____

Тема занятия: ЛЕКАРСТВЕННЫЕ ВЕЩЕСТВА – ПРОИЗВОДНЫЕ БЕНЗОЛСУЛЬФАНИЛАМИДОВ (сульфацил-натрий, стрептоцид, норсульфазол, сульфадиметоксин, уросульфан)

Протокол испытаний № _____

Наименование субстанции	Сульфацил-натрий	Исполнитель	Подпись
№ серии	Срок годности		
Подразделение: ОКК	Номер НД:		

Химическая формула сульфацил-натрия

Молекулярная масса

Описание (сульфацил-натрий)

Требование: Белый кристаллический порошок без запаха.	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись: _____	Дата: _____	

Растворимость (сульфацил-натрий)

Требование: Легко растворим в воде, практически нерастворим в спирте и эфире, хлороформе и ацетоне.	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись: _____	Дата: _____	

Подлинность

<p>Препарат дает характерную реакцию на ароматические первичные амины с нитритом натрия, щелочным р-ром нафтола и соляной кислотой.</p> <p>Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна).</p>
Уравнение реакции:
<p>0,1 г препарата растворяют в 3 мл воды и прибавляют 1 мл р-ра сульфата меди; образуется осадок голубовато-зеленого цвета, который изменяется при стоянии (отличие от других сульфаниламидов).</p> <p>Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна).</p>

Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Прозрачность и цветность (сульфацил-натрий)

Требование: Раствор 1,5 г препарата в 5 мл воды должен быть прозрачным; окраска р-ра не должна быть интенсивнее эталона №5а.	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Щелочность (сульфацил-натрий)

Требование: рН 8,5- 9,5 (5 % водный р-р).	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Хлориды (сульфацил-натрий)

Требование: Р-р 0,2 г препарата в 10 мл воды должен выдерживать испытание на хлориды (не более 0,01 % в препарате).	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Сульфаты (сульфацил- натрий)

Требование: Р-р 0,5 г препарата в 10 мл воды должен выдерживать испытание на сульфаты (не более 0,02 % в препарате).	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Тяжелые металлы (сульфацил-натрий)

Требование: Р-р 0,5 г препарата	Результат испытания:	
--	-----------------------------	--

в 10 мл воды должен выдерживать испытание на сульфаты (не более 0,02 % в препарате).		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Количественное содержание, не менее 99,0 %.

Около 0,3 г препарата растворяют в 10 мл воды разведенной соляной кислоты, раствор количественно переносят в стакан для диазотирования, охлаждаемый льдом; прибавляют 3 г бромида калия и медленно титруют 0,1 М р-ром нитрита натрия. Титрование считают законченным, когда капля жидкости, взятая через 3 минуты после прибавления р-ра нитрита натрия, будет вызывать немедленное посинение йодкрахмальной бумаги. В случае применения внутренних индикаторов используют нейтральный красный.
Титр 0,02542 г/мл.

Уравнения реакций:

$M_r(A) =$	$f_{\text{экв}}(A) =$	$\Theta =$
$T_{B/A} =$	$K =$	$V_{\text{теор.}} =$
1. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a_1) _____ $V_1 =$	Расчетная формула: $X, \% =$	
2. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a_2) _____ $V_2 =$	$X_1 =$ $X_2 =$ $\bar{X} =$	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям УФС	
	Не соответствует требованиям по показателям:	

Анализ выполнил: Провизор-аналитик (студент) _____ Дата _____

Проверил: Начальник ОКК (преподаватель) _____ Дата: _____

Дата _____ ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № _____

Тема занятия: ЛЕКАРСТВЕННЫЕ ВЕЩЕСТВА – ПРОИЗВОДНЫЕ АЛКИЛУРЕИДОВ СУЛЬФОКИСЛОТ И ХЛОПРОИЗВОДНЫХ АМИДОВ СУЛЬФОКИСЛОТ (БУКАРБАНА, ГЛИБЕНКЛАМИДА, ГЛИКЛАЗИДА, ХЛОПРОПАМИДА, БУТАМИДА, ХЛОРАМИНА Б, ПАНТОЦИДА)

Протокол испытаний № _____

Наименование субстанции	Гликлазид	Исполнитель	Подпись
№ серии	Срок годности		
Подразделение: ОКК	Номер НДС:		

Химическая формула

Молекулярная масса

Описание

Требование: Описание. Белый или почти белый кристаллический порошок.	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НДС	Не соответствует требованиям НДС
Подпись:	Дата:	

Растворимость

Требование: Растворимость. Легко растворим в метилхлориде, умеренно растворим в ацетоне, мало растворим в спирте 96 %, практически нерастворим в воде.	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НДС	Не соответствует требованиям НДС
Подпись:	Дата:	

Подлинность

Требование: Подлинность. Инфракрасный спектр субстанции, снятый в диске с калия бромидом, в области от 4000 до 400 см ⁻¹ по положению полос поглощения должен соответствовать спектру стандартного образца гликлазида.	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НДС	Не соответствует требованиям НДС
Подпись:	Дата:	

Посторонние примеси

Требование:

Посторонние примеси. *Подвижная фаза (ПФ).* Триэтиламин – трифторуксусная кислота – ацетонитрил – вода (0,1:0,1:45:55).

Испытуемый раствор. 0,05 г субстанции помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл, растворяют в 25 мл ацетонитрила и доводят объем раствора водой до метки.

Раствор сравнения А. 1 мл испытуемого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем раствора смесью ацетонитрил – вода (9:11) до метки. 10 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем раствора смесью ацетонитрил – вода (9:11) до метки.

Раствор сравнения Б. 0,01 г стандартного образца примеси F (1-(гексагидроциклопента[с]-пиррол-2(1H)-ил)-3-[(2-метилфенил)сульфонил]мочевина, стандарт ВР или аналогичного качества) смесью ацетонитрил – вода (9:11) помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 45 мл ацетонитрила и доводят объем раствора водой до метки. 1 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем раствора смесью ацетонитрил – вода (9:11) до метки.

Раствор для проверки пригодности системы. 0,004 г субстанции и 0,015 г стандартного образца примеси F (1-(гексагидроциклопента[с]пиррол-2(1H)-ил)-3-[(2-метилфенил)сульфонил]мочевина, стандарт ВР или

Результат испытания:

аналогичного качества) растворяют в 25 мл ацетонитрила и разбавляют водой до 50 мл. 1 мл полученного раствора разбавляют смесью ацетонитрил – вода (9:11) до 20 мл.

Хроматографические условия

Колонка – 25 × 0,4 см, с октилсилил силикагелем (С8),
5 мкм;
Скорость потока – 0,9 мл/мин;
Детектор – спектрофотометрический, 235 нм;
Объем пробы – 20 мкл.

Хроматографируют раствор для проверки пригодности хроматографической системы. Разрешение (R) между пиками гликлазида и примеси F должно быть не менее 1,8.

Пять раз хроматографируют растворы сравнения. Относительное стандартное отклонение для площади пика гликлазида и примеси F должно быть не более 5,0 %.

Хроматографируют растворы сравнения и испытуемый раствор и определяют площади пиков. Время регистрации хроматограммы испытуемого раствора должно не менее чем в 2 раза превышать время удерживания основного пика.

Площадь пика примеси F на хроматограмме испытуемого раствора должна быть не более площади пика на хроматограмме раствора сравнения Б (не более 0,1 %).

Площадь пика любой другой примеси на хроматограмме испытуемого раствора должна быть не более площади пика гликлазида на хроматограмме раствора сравнения А (не более 0,1 %). Сумма площадей этих пиков на хроматограмме испытуемого раствора должна быть не более двукратной площади пика на хроматограмме раствора сравнения А (не более 0,2 %).

Определение примеси В (2-нитрозооктагидроциклопента[с]пиррол) проводят методом ВЭЖХ в описанных выше условиях.

Испытуемый раствор. 0,4 г субстанции растворяют в 2,5 мл диметилсульфоксида, разбавляют водой до 10 мл, перемешивают в течение 10 мин, выдерживают при температуре 4 °С в течение 30 мин и фильтруют.

Раствор сравнения. 0,02 г стандартного образца примеси В (стандарт ВР или аналогичного качества) растворяют в диметилсульфоксиде и разбавляют диметилсульфоксидом до 100 мл. К 1 мл полученного раствора прибавляют 12 мл диметилсульфоксида и разбавляют водой до 50 мл (раствор А). К 1 мл раствора сравнения А прибавляют 12 мл диметилсульфоксида и разбавляют водой до 50 мл.

Хроматографируют 50 мкл раствора сравнения Б и 50 мкл испытуемого раствора и определяют площадь пика примеси В. Площадь пика примеси В на хроматограмме испытуемого раствора должна быть не более площади пика примеси В на хроматограмме раствора сравнения (не более 0,0002 %).

Заключение
(ненужное зачеркнуть)

Соответствует требованиям НД

Не соответствует требованиям НД

Подпись:

Дата:

Потеря в массе при высушивании: не должна превышать 0,25 %

<p>Требование: Потеря в массе при высушивании. Около 1 г субстанции (точная навеска) сушат при температуре от 100 до 105 °С до постоянной массы. Потеря в массе не должна превышать 0,25 %.</p> <p>Масса бюкса - Масса бюкса с навеской до высушивания - Масса бюкса с навеской после высушивания: I-е взвешивание - II-е взвешивание -</p>	Результаты испытаний:	
<p>Масса бюкса - Масса бюкса с навеской до высушивания - Масса бюкса с навеской после высушивания: I-е взвешивание - II-е взвешивание -</p>		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:	Дата:	

Сульфатная зола и тяжелые металлы

<p>Требование: Сульфатная зола и тяжелые металлы. Сульфатная зола из 1 г субстанции (точная навеска) не должна превышать 0,1 % и должна выдерживать испытание на тяжелые металлы (не более 0,001 % в субстанции).</p>	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:	Дата:	

Количественное содержание

<p>Количественное определение. Около 0,25 г субстанции (точная навеска) растворяют в 50 мл уксусной кислоты ледяной и титруют 0,1 М раствором хлорной кислоты. Конечную точку титрования определяют потенциометрически. Параллельно проводят контрольный опыт. 1 мл 0,1 М раствора хлорной кислоты соответствует 32,34 мг $C_{15}H_{21}N_3O_3S$.</p>
Уравнения реакций:

--

$M_r(A) =$	$f_{\text{экв}}(A) =$	$\Theta =$
$T_{B/A} =$	$K =$	$V_{\text{теор.}} =$
1. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a_1) _____ $V_1 =$		Расчетная формула: $X, \% =$
2. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a_2) _____ $V_2 =$		$X_1 =$ $X_2 =$ $\bar{X} =$
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям УФС	
	Не соответствует требованиям по показателям:	

Анализ выполнил: Провизор-аналитик (студент) _____ Дата _____

Проверил: Начальник ОКК (преподаватель) _____ Дата: _____

ПРИЛОЖЕНИЕ к занятию № _____
ИНДИВИДУАЛЬНЫЕ ЗАНЯТИЯ ДЛЯ РАСЧЕТА ПОКАЗАТЕЛЯ
«ПОТЕРЯ В МАССЕ ПРИ ПРОКАЛИВАНИИ»

Объект исследования – гликлазид

№ п/п	Испытание 1	Испытание 2
№ 1	Масса бюкса - 23,8020 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 24,7962 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание - 24,7920 г II- е взвешивание - 24,7915 г	26,3062 г 27,2964 г 27,2923 г 27,2918 г
№ 2	Масса бюкса - 29,8040 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,8062 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,8020 г II- е взвешивание - 30,8015 г	23,2862 г 24,2864 г 24,2823 г 24,2818 г
№ 3	Масса бюкса - 20,7800 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 21,7962 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание - 21.7920 г II- е взвешивание - 21,7915 г	22,3062 г 23,2964 г 23,2923 г 23,2918 г
№ 4	Масса бюкса - 23,8020 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 24,7962 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание - 24,7920 г II- е взвешивание - 24,7915 г	26,3062 г 27,2964 г 27,2923 г 27,2918 г
№ 5	Масса бюкса - 29,8218 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,8435 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,8405 г II- е взвешивание - 30,8400 г	26,5250 г 27,5143 г 27,5107 г 27,5102 г
№ 6	Масса бюкса - 30,8169 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 31,9216 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание - 31,9182 г II- е взвешивание - 31,9177 г	34,2262 г 35,2373 г 35,2344 г 35,2339 г
№ 7	Масса бюкса - 32,7222 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 33,4254 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 33,4206 г II- е взвешивание - 33,4201 г	28,6879 г 29,6754 г 29,6716 г 29,6711 г
№ 8	Масса бюкса - 37,5155 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 38,5264 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 38,5223 г II- е взвешивание - 38,5218 г	36,1726 г 37,2726 г 37,2683 г 37,2678 г
№ 9	Масса бюкса - 29,8040 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,8062 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,8020 г II- е взвешивание - 30,8015 г	23,2862 г 24,2864 г 24,2823 г 24,2818 г
№ 10	Масса бюкса - 29,1547 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,1289 г Масса бюкса с навеской после высушивания	24,9015 г 25,8991 г

	I - е взвешивание – 30,1219 г II- е взвешивание - 30,1214 г	25,8907 г 25,8902 г
№ 11	Масса бюкса - 30,4449 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 31,5113 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 31,5014 г II- е взвешивание - 31,5010 г	29,7441 г 30,7396 г 30,7341 г 30,7336 г
№ 12	Масса бюкса - 28,4419 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 29,4397 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 29,4330 г II- е взвешивание - 29,4325 г	24,7011 г 25,7019 г 25,6974 г 25,6960 г
№ 13	Масса бюкса - 30,4458 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 31,5106 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 31,5019 г II- е взвешивание - 31,5014 г	31,1215 г 32,0411 г 32,0319 г 32,0315 г
№ 14	Масса бюкса - 31,1219 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 32,0417 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 32,0372 г II- е взвешивание - 32,0368 г	20,7806 г 21,7051 г 21,7909 г 21,7904 г
№ 15	Масса бюкса - 29,7448 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,7395 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,7314 г II- е взвешивание - 30,7309 г	23,8024 г 24,7966 г 24,7906 г 24,7901 г
№ 16	Масса бюкса - 30,8169 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 31,9215 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 31,9164 г II- е взвешивание - 31,9161 г	32,7222 г 33,4254 г 33,4218 г 33,4213 г
№ 17	Масса бюкса - 37,5160 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 38,5264 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 38,5224 г II- е взвешивание - 38,5219 г	23,8064 г 24,8454 г 24,8407 г 24,8402 г
№ 18	Масса бюкса - 29,8218 г Масса бюкса с навеской до высушивания - 30,8435 г Масса бюкса с навеской после высушивания I - е взвешивание – 30,8405 г II- е взвешивание - 30,8400 г	26,5250 г 27,5143 г 27,5107 г 27,5102 г

Бидарова Ф.Н., Хубаева Т.О.

ЖУРНАЛ ДОКУМЕНТАЦИИ
(рабочая тетрадь)

к циклу лабораторных занятий по фармацевтической химии
(для студентов 4 курса очного обучения, 7 семестр)

Приложение к циклу лабораторных занятий по
фармацевтической химии для студентов 4 курса очного обучения (7 семестр)