

ФАРМАЦЕВТИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

КАФЕДРА ФАРМАЦИИ

РАБОЧАЯ ТЕТРАДЬ

**к циклу лабораторных занятий по фармацевтической химии
(для студентов 4 курса очного обучения, 8 семестр)**

студентки (студента) _____ курса _____ группы

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

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 (8 семестр). Содержит бланки документов, необходимые для лабораторных занятий.

Содержание

1. **Производные 1,2,4-триазола.** Флуконазол (Дифлюкан). **Производные пиперазина.** Циннаризин. Пиперазина адипинат.
2. **Производные пиридин-4-карбоновой кислоты.** Противотуберкулезные средства и антидепрессанты на основе изоникотиновой кислоты: изониазид, фтивазид, протионамид, этионамид, ниаламид.
3. **Производные тропана.** Атропина сульфат, скополамина гидробромид и их синтетические аналоги как сложные эфиры аминоспиртов и замещенных карбоновых кислот: гоматропина гидробромид, тропацин, апрофен и др.
4. **Производные 8-замещенных хинолина как антибактериальные лекарственные средства:** хинозол, хлорхинальдол, нитроксолин (5-НОК).
5. **Производные изохинолина. Производные бензилизохинолина:** папаверина гидрохлорид и его синтетический аналог - дротаверина гидрохлорид (Но-шпа).
6. **Производные пиридина.** Барбитураты: фенобарбитал, гексенал, тиопентал-натрий, бензонал.
7. **Производные пиридин -2,4-диона:** метилурацил, калия оротат: нуклеозиды: фторафур, фторурацил, зидовудин, ставудин. **Производные бензотиазина.** Пироксикам.
8. **Производные пиридинотиазола.** Витамин В₁. **Производные ксантина:** кофеин, кофеин-бензоат натрия, теofilлин, теобромин, аминофиллин (Эуфиллин), дипрофиллин, ксантинола никотинат, пентоксифиллин.
9. **Производные гуанина.** Ацикловир (Зовиракс), ганцикловир (Цимевен). **Производные птеридина.** Кислота фолиевая и ее аналоги. Метотрексат. **Производные изоаллоксазина** (витамины группы В₂) как лекарственные средства: рибофлавин, рибофлавина мононуклеотид.
10. **Производные фенотиазина. Алкиламинопроизводные:** хлорпромазина гидрохлорид (Аминазин), промазина гидрохлорид (Пропазин), левомепромазин, трифлуоперазина дигидрохлорид (Трифтазин), флуфеназина деканоат (фторфеназин-деканоат) и др.
11. **Производные бензодиазепина:** хлордиазепоксид (Хлозепид), медазепам, диазепам (Сибазон), оксазепам, нитразепам, феназепам, алпразолам и др.

Дата _____ ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № _____
 Производные 1,2,4-триазола. Флуконазол (Дифлюкан).

Протокол испытаний № _____

Наименование субстанции	Дифлюкан (Флуконазол)	Исполнитель	Подпись
№ серии	Срок годности		
Подразделение: ОКК	Номер НД:		

Химическая формула

Описание

Требование: Порошок белого или почти белого цвета. Капсулы по 0,05 г желтого цвета №3, по 0,15 г-бирюзового цвета №1.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Подлинность

Требование: Время удерживания основного пика на хроматограмме исследуемого р-ра, полученного при проведении количественного определения, должно совпадать со временем удерживания пика на хроматограмме р-ра А РСО флуконазола.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Подлинность

Определение фторид- иона с серебра нитратом.
Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)
Уравнение реакции:
Реакция образования азокрасителя с нитритом натрия, соляной кислотой и щелочным р-ром

нафтола. Осадительные реакции с общеалкалоидными реактивами. Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)		
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Средняя масса

Требование: В соответствии с требованиями ГФ XI, вып 2, с.143.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Распадаемость

Требование: Не более 20 минут в воде (ГФ XI, вып 2, с.143).		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Растворение

Требование: Используют прибор «Лопастная мешалка». Среда растворения- 0,1 м р-р кислоты хлористоводородной, объем растворения-1000 мл, скорость вращения мешалки-1—об/мин, время растворения-45 минут. Для испытания в сосуд помешают 1 капсулу. Через 45 минут отбирают 50 мл из центра сосуда для растворения и фильтруют через фильтр с диаметром пор 0,45 мкм или бумажный фильтр, отбрасывая первые 15 мл фильтрата. Для капсул с дозировкой 0,15 г 10 мл фильтрата переносят в мерную колбу на 25 мл, доводят объем р-ра 0,1 М р-ром соляной кислоты до метки и перемешивают. 10 мкл исследуемого р-ра		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

СООТВЕТСТВУЕТ ТРЕБОВАНИЯМ НД

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

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

Проверил: Начальник ОКК (преподаватель) _____ Дата: _____

Дата _____ ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № _____

Производные пиперазина. Циннаризин. Пиперазина адипинат.

Протокол испытаний № _____

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

Химическая формула

Описание

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

Растворимость

Требование: Растворимость. Растворим в воде, легко растворим в горячей воде, трудно растворим в разведенных минеральных кислотах, практически нерастворим в 95% спирте и эфире.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НДС	Не соответствует требованиям НДС
Подпись:		Дата:

Кислотность

Требование: Кислотность. pH 5,0—6,0 (5% водный раствор).		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НДС	Не соответствует требованиям НДС
Подпись:		Дата:

Подлинность

Подлинность. 0,5 г препарата растворяют в 10 мл воды при нагревании. После охлаждения к 4 мл этого раствора прибавляют 1 мл концентрированной соляной кислоты и оставляют на 10 минут. Полученный кристаллический осадок отфильтровывают, промывают небольшими порциями холодной воды (2—3 раза по 3 мл) и сушат при 100—105°. Температура плавления осадка 151—153°.

Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)		
<p>К 4 мл этого же раствора прибавляют 2 мл разведенной соляной кислоты, 4 мл 30% раствора нитрита натрия (по каплям) и нагревают до удаления окислов азота. По охлаждении выпадают белые пластинчатые кристаллы, которые отфильтровывают, промывают холодной водой (4—5 раз по 2 мл) и сушат в эксикаторе над серной кислотой в течение 12—15 часов. Температура плавления осадка 158—159°.</p> <p>Уравнение реакции:</p>		
Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)		
<p>Уравнение реакции:</p>		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Требование: Хлориды. 1 г препарата растворяют в 20 мл воды (можно подогреть). 10 мл полученного раствора, подкисленные 2 мл разведенной азотной кислоты, должны выдерживать испытание на хлориды (не более 0,004% в препарате).		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Требование: Сульфаты. 10 мл того же раствора не должны содержать сульфатов более чем 5 мл эталонного раствора, доведенного водой до 10 мл (не более 0,01% в препарате).		Результат испытания:
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:	

Сульфатная зола и тяжелые металлы

Требование: Сульфатная зола и тяжелые металлы. 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:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:	Дата:	

Количественное определение

Методика определения:
<p>Количественное определение. 0,3—0,4 г препарата (точная навеска) помещают в стакан емкостью 30—40 мл, растворяют в 5 мл воды при нагревании на кипящей водяной бане, помешивая стеклянной палочкой. Не охлаждая раствора, прибавляют 2 мл раствора хромовой кислоты (40 г хромового ангидрида в 100 мл воды), смесь перемешивают стеклянной палочкой в течение 1—2 минут и ставят на 15 минут в лед. Выпавший осадок бихромата пиперазина отфильтровывают на предварительно взвешенный стеклянный фильтр № 3. Осадок из стакана переносят на фильтр охлажденным фильтратом. Затем осадок тщательно промывают небольшими порциями (по 2—3 мл) охлажденного абсолютного спирта до тех пор, пока промывной спирт не будет бесцветным и будет окрашиваться от прибавления метилового красного в оранжевый цвет. После этого промывают 2 раза охлажденным эфиром, сушат при температуре 75—80° в течение часа и взвешивают. Вес осадка, умноженный на 0,7636, соответствует содержанию $C_4H_{10}N_2 \cdot C_6H_{10}O_4$, которого в пересчете на сухое вещество должно быть не менее 99,0%.</p>
Уравнения реакций:

Mr (A) =	f экв (A) =	Э =
Tв/А		V_{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) _____ $V_2 =$ _____ <div style="text-align: center;">$K =$ _____</div>	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 <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 № _____

Производные пиридин-4-карбоновой кислоты. Противотуберкулезные средства и антидепрессанты на основе изоникотиновой кислоты: изониазид, фтивазид, протионамид, этионамид, ниаламид.

Протокол испытаний № _____

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

Химическая формула

Описание

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

Растворимость

Требование: Растворимость. Легко растворим в воде, трудно растворим в 95% спирте, очень мало растворим в хлороформе, практически нерастворим в эфире.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Температура плавления

Требование: Температура плавления 170—174°.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Подлинность

Подлинность. 0,1 г препарата растворяют в 5 мл воды и прибавляют 4—5 капель раствора сульфата меди; выделяется голубой осадок; при встряхивании раствор окрашивается также в голубой цвет. При нагревании раствор и осадок становятся светло-зеленого, а затем желто-зеленого цвета и выделяются пузырьки газа.

Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)

Уравнение реакции:

К нескольким кристаллам препарата прибавляют 0,05 г 2,4-динитрохлорбензола, 3 мл 95% спирта и кипятят 1—1½ минуты. После охлаждения прибавляют 2 капли раствора едкого натра; появляется буро-красное окрашивание, быстро переходящее в красновато-коричневое.

Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)

Уравнение реакции:

0,01 г препарата растворяют в 2 мл воды и прибавляют 1 мл аммиачного раствора нитрата серебра; появляется желтоватый осадок, который при нагревании на водяной бане темнеет и на стенках пробирки образуется серебряное зеркало.

Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)

Уравнение реакции:

Заключение
(ненужное зачеркнуть)

Соответствует
требованиям НД

Не соответствует
требованиям НД

Подпись:

Дата:

Прозрачность и цветность раствора

Требование:

Прозрачность и цветность раствора. Раствор 0,5 г препарата в 10 мл свежeproкипяченной и охлажденной воды должен быть прозрачным и бесцветным.

Результат испытания:

Заключение
(ненужное зачеркнуть)

Соответствует
требованиям НД

Не соответствует
требованиям НД

Подпись:

Дата:

Щелочность и кислотность

Требование:

Щелочность или кислотность. Тот же раствор после прибавления 5 капель раствора фенолфталеина должен быть бесцветным. Розовое окрашивание должно появиться от прибавления не более 0,1 мл 0,1 н. раствора едкого натра.

Результат испытания:

Заключение
(ненужное зачеркнуть)

Соответствует
требованиям НД

Не соответствует
требованиям НД

Подпись: _____ Дата: _____

Хлориды

Требование: Хлориды. 0,5 г препарата растворяют в 25 мл воды. 10 мл этого раствора должны выдерживать испытание на хлориды (не более 0,01% в препарате).		Результат испытания: 0,01% в
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись: _____		Дата: _____

Сульфаты

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

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

Требование: Потеря в весе при высушивании. Около 0,5 г препарата (точная навеска) сушат при 100—105° до постоянного веса. Потеря в весе не должна превышать 0,5%.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись: _____		Дата: _____

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: _____

Сульфатная зола и тяжелые металлы

Требование: Сульфатная зола и тяжелые металлы. 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:
---	-----------------------------

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

Количественное определение

Методика определения:
<p>Количественное определение. Около 0,1 г препарата (точная навеска) помещают в коническую колбу емкостью 500 мл с притертой пробкой, растворяют в 100 мл воды, прибавляют 2 г гидрокарбоната натрия, 50 мл 0,1 н. раствора йода и оставляют на 30 минут при 38—40° в темном месте. После этого ставят на 10 минут в баню со льдом и затем прибавляют небольшими порциями 20 мл смеси 1 объема концентрированной соляной кислоты с 2 объемами воды (при охлаждении раствора). Избыток йода оттитровывают 0,1 н. раствором тиосульфата натрия (индикатор — крахмал).</p> <p>Параллельно проводят контрольный опыт.</p>
Уравнения реакций:

Мг (А) = Тв/А	f экв (А) =	Э = 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 = _____	K= _____	X ₂ = _____ \bar{X} = _____

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: _____

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

№ 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 № _____

Производные тропана. Атропина сульфат, скополамина гидробромид и их синтетические аналоги как сложные эфиры аминоспиртов и замещенных карбоновых кислот: гоматропина гидробромид, тропацин, апрофен и др.

Протокол испытаний № _____

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

Химическая формула

Описание

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

Растворимость

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

Подлинность

<p>Подлинность. 0,01 г препарата смачивают в фарфоровой чашке 1 мл концентрированной азотной кислоты и выпаривают на водяной бане досуха. К остатку прибавляют несколько капель 0,5 н. спиртового раствора едкого кали и ацетона; появляется фиолетовое окрашивание, исчезающее при стоянии.</p>
Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)
Уравнение реакции:

<p>0,2 г препарата растворяют в 12 мл воды, прибавляют 4 мл раствора аммиака; после потирания о стенки сосуда стеклянной палочкой выпадает осадок основания атропина. Осадок отфильтровывают, промывают водой и сушат в эксикаторе над серной кислотой. Температура плавления выделенного основания 115—117°.</p> <p>Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)</p> <p>Уравнение реакции:</p>		
<p>Раствор 0,05 г препарата в 2 мл воды дает характерную реакцию на сульфаты (стр. 746).</p> <p>Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)</p> <p>Уравнение реакции:</p>		
<p>Заключение (ненужное зачеркнуть)</p>	<p>Соответствует требованиям НД</p>	<p>Не соответствует требованиям НД</p>
<p>Подпись:</p>		<p>Дата:</p>

Температура плавления

<p>Требование: Температура плавления 187—191° (метод 1а, сушат в течение 15 минут при 135°).</p>		<p>Результат испытания:</p>
<p>Заключение (ненужное зачеркнуть)</p>	<p>Соответствует требованиям НД</p>	<p>Не соответствует требованиям НД</p>
<p>Подпись:</p>		<p>Дата:</p>

<p>Требование: Угол вращения не более $-0,6^\circ$ (5% водный раствор, в трубке длиной 2 дм).</p>		<p>Результат испытания:</p>
<p><i>Расчет удельного вращения</i></p>		
<p>Заключение (ненужное зачеркнуть)</p>	<p>Соответствует требованиям НД</p>	<p>Не соответствует требованиям НД</p>
<p>Подпись:</p>		<p>Дата:</p>

Кислотность

<p>Требование: Кислотность. 0,2 г препарата растворяют в 5 мл свежeproкипяченной и охлажденной воды, прибавляют 1 каплю раствора метилового красного. Если появляется красное окрашивание, оно должно переходить в желтое от прибавления не более 0,05 мл 0,05 н. раствора едкого натра.</p>		<p>Результат испытания:</p>
<p>Заключение (ненужное зачеркнуть)</p>	<p>Соответствует требованиям НД</p>	<p>Не соответствует требованиям НД</p>

Подпись:	Дата:
----------	-------

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

Апоатропин

Требование: Апоатропин. 0,2 г препарата растворяют в 12 мл воды и прибавляют 4 мл раствора аммиака; тотчас же после осторожного перемешивания не должно наблюдаться помутнения.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Органические примеси

Требование: Органические примеси. Раствор 0,02 г препарата в 2 мл концентрированной серной кислоты должен быть бесцветным.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Потеря в массе при высушивании: не должна превышать 3 %.

Требование: Потеря в весе при высушивании. Около 0,5 г препарата (точная навеска) сушат при 100—105° до постоянного веса. Потеря в весе не должна превышать 3%. 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%.	Результат испытания:
--	-----------------------------

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

Количественное определение

Методика определения:
<p>Количественное определение. Около 0,5 г высушенного при 100—105° до постоянного веса препарата (точная навеска) растворяют в 10 мл безводной уксусной кислоты при слабом нагревании на водяной бане. К охлажденному раствору прибавляют 3 капли раствора кристаллического фиолетового и титруют 0,1 н. раствором хлорной кислоты до ясного зеленого окрашивания.</p> <p>Параллельно проводят контрольный опыт.</p>
Уравнения реакций:

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

ЗАКЛЮЧЕНИЕ (ненужное зачеркнуть)	СООТВЕТСТВУЕТ ТРЕБОВАНИЯМ НД
	НЕ СООТВЕТСТВУЕТ ТРЕБОВАНИЯМ НД 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 – Атропина сульфат.

№ 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

Дата _____ ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № _____

Производные 8-замещенных хинолина как антибактериальные лекарственные средства: хинозол, хлорхинальдол, нитроксолин (5-НОК).

Протокол испытаний № _____

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

Химическая формула

Описание

Требование: Описание. Мелкокристаллический порошок лимонно-желтого цвета, своеобразного запаха.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Растворимость

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

Температура плавления

Требование: Температура плавления 175—178° (препарат предварительно сушат при 80° в течение 1½—2 часов).		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Подлинность

Подлинность. 1 г препарата растворяют в 10 мл воды. К 5 мл этого раствора прибавляют 1—2 капли раствора хлорида окисного железа; появляется синевато-зеленое окрашивание.

Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)

Уравнение реакции:

К 1 мл того же раствора прибавляют раствор карбоната натрия; образуется осадок, растворимый в избытке реактива.

Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)

Уравнение реакции:

Препарат дает характерную реакцию на сульфаты (стр. 746).

Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)

Уравнение реакции:

Заключение
(ненужное зачеркнуть)

Соответствует
требованиям НД

Не соответствует
требованиям НД

Подпись:

Дата:

Кислотность

Требование:

Кислотность. рН 2,4—3,4 (5% водный раствор).

Результат испытания:

Заключение
(ненужное зачеркнуть)

Соответствует
требованиям НД

Не соответствует
требованиям НД

Подпись:

Дата:

Сульфатная зола

Требование:

Сульфатная зола и тяжелые металлы. 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:

Заключение
(ненужное зачеркнуть)

Соответствует
требованиям НД

Не соответствует
требованиям НД

Подпись:

Дата:

Мышьяк

Требование:

Мышьяк. 0,5 г препарата должны выдерживать испытание на мышьяк (не более 0,0001% в препарате).

Результат испытания:

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

Количественное определение

Методика определения:
<p>Количественное определение. Около 0,5 г препарата (точная навеска) растворяют в 50 мл свежeproкипяченной и охлажденной воды в колбе с притертой пробкой, прибавляют 20 мл хлороформа и титруют при энергичном встряхивании 0,1 н. раствором едкого натра до появления розового окрашивания водного слоя (индикатор — фенолфталеин). 1 мл 0,1 н. раствора едкого натра соответствует 0,01942 г $(C_9H_7NO)_2 \cdot H_2SO_4$, которого в препарате должно быть не менее 98,0%.</p>
Уравнения реакций:

Mr (A) = Tв/А	f экв (A) =	Э = 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 = _____
K= _____		

ХРАНЕНИЕ , ПРИМЕНЕНИЕ:

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

ЗАКЛЮЧЕНИЕ (ненужное зачеркнуть)	СООТВЕТСТВУЕТ ТРЕБОВАНИЯМ НД
	НЕ СООТВЕТСТВУЕТ ТРЕБОВАНИЯМ НД по показателям:

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

Проверил: Начальник ОКК (преподаватель) _____ Дата: _____

Дата _____ ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № _____

Производные изохинолина. Производные бензилизохинолина: папаверина гидрохлорид и его синтетический аналог - дротаверина гидрохлорид (Но-шпа).

Протокол испытаний № _____

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

Химическая формула

Описание

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

Растворимость

Требование: Растворимость. Медленно растворим в 40 ч. воды, мало растворим в 95% спирте, растворим в хлороформе, практически нерастворим в эфире.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись: _____		Дата: _____

Кислотность

Требование: Кислотность. рН 2% раствора 3,0—4,5 (потенциометрически).		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД

Подпись:

Дата:

Подлинность

Подлинность. 0,05 г препарата помещают в фарфоровую чашку, смачивают 2 каплями концентрированной азотной кислоты; появляется желтое окрашивание, которое при нагревании на водяной бане переходит в оранжевое.

Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)

Уравнение реакции:

К 0,1 г препарата прибавляют 1 мл концентрированной серной кислоты и нагревают; появляется фиолетовое окрашивание.

Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)

Уравнение реакции:

Препарат дает характерную реакцию на сульфаты (стр. 746).

Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)

Уравнение реакции:

0,2 г препарата растворяют в 10 мл воды при нагревании до 60°, прибавляют 3 мл раствора ацетата натрия и оставляют до получения кристаллов основания папаверина, которые отфильтровывают, промывают водой и сушат при 60° в течение 1½ часов. Температура плавления выделенного основания 145—147°.

Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)

Уравнение реакции:

Заключение
(ненужное зачеркнуть)

Соответствует
требованиям НД

Не соответствует
требованиям НД

Подпись:

Дата:

Органические примеси

Требование: Органические примеси. 0,05 г препарата растворяют в 5 мл концентрированной серной кислоты, предварительно охлажденной в ледяной воде. Окраска полученного раствора не должна превышать окраску 2 мл раствора Б (см. «Определение окраски жидкостей», стр. 758), разбавленного водой до 5 мл. Сравнение проводят не позднее чем через 3 минуты после растворения препарата.		Результат испытания:
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%.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Количественное определение

Методика определения: Количественное определение. Около 0,3 г препарата (точная навеска) растворяют в 10 мл безводной уксусной кислоты при слабом нагревании на водяной бане. После охлаждения добавляют 5 мл раствора ацетата окисной ртути и титруют 0,1 н. раствором хлорной кислоты до зеленого окрашивания (индикатор — кристаллический фиолетовый). Параллельно проводят контрольный опыт. 1 мл 0,1 н. раствора хлорной кислоты соответствует 0,03759 г $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$, которого в препарате должно быть не менее 99,0%.
Уравнения реакций:

Мг (А) = Тв/А	f экв (А) =	Э = 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 =	K=	X ₂ = 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 № _____

Производные **пиримидина**. Барбитураты: фенобарбитал, гексенал, тиопентал-натрий, бензонал. **Производные пиримидин -2,4 –диона**: метилурацил, калия оротат: нуклеозиды: фторафур, фторурацил, зидовудин, ставудин.

Протокол испытаний № _____

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

Химическая формула

Описание

Требование: Описание. Белый кристаллический порошок без запаха, слабо горького вкуса.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Растворимость

Требование: Растворимость. Очень мало растворим в холодной воде, трудно растворим в кипящей воде и хлороформе, легко растворим в 95% спирте и в растворах щелочей, растворим в эфире.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Температура плавления

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

Температура плавления 174—178°.		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Подлинность

<p>0,1 г препарата взбалтывают с 1 мл 1% раствора едкого натра в течение 1—2 минут, прибавляют 0,2 мл раствора гидрокарбоната и карбоната калия и 0,1 мл раствора сульфата меди; мгновенно появляется осадок бледно-сиреневого цвета, не изменяющийся при стоянии.</p> <p>Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)</p> <p>Уравнение реакции:</p>		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Прозрачность, цветность

Требование: Прозрачность и цветность раствора. 0,25 г препарата растворяют в 5 мл 10% раствора безводного карбоната натрия. Полученный раствор должен быть прозрачным и бесцветным.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Хлориды

Требование: Хлориды. 0,5 г препарата кипятят в течение 1 минуты с 25 мл воды, охлаждают и фильтруют. 5 мл фильтрата, разведенные водой до 10 мл, 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:

Сульфаты

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

Фенилбарбитуровая кислота

Требование: Фенилбарбитуровая кислота. 5 мл того же фильтрата должны окрашиваться в красновато-оранжевый цвет при прибавлении 1 капли раствора метилового красного.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Органические примеси

Требование: Органические примеси. 0,3 г препарата растворяют в 5 мл концентрированной серной кислоты. Окраска полученного раствора не должна быть интенсивнее эталона № 5а или № 5в.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Сульфатная зола и тяжелые металлы

Требование: Сульфатная зола и тяжелые металлы. 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:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Количественное определение

<p style="text-align: center;">Методика определения:</p> <p>Количественное определение. Около 0,2 г препарата (точная навеска) растворяют в 10 мл диметилформамида, предварительно нейтрализованного по тимоловому синему в диметилформамиде, и титруют с тем же индикатором из полумикробюретки 0,1 н. раствором едкого натра в смеси метилового спирта и бензола до синего окрашивания. 1 мл 0,1 н. раствора едкого натра соответствует 0,02322 г $C_{12}H_{12}N_2O_3$, которого в препарате должно быть не менее 99,0% и не более 101,0%.</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 = _____ <div style="text-align: center;">K= _____</div>	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 <i>НД</i>
	НЕ СООТВЕТСТВУЕТ ТРЕБОВАНИЯМ НД по показателям:

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

Проверил: Начальник ОКК (преподаватель) _____ Дата: _____

Производные бензотиазина. Пироксикам.

Протокол испытаний № _____

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

Химическая формула

Описание

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

Растворимость

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

Подлинность

Требование:		Результат испытания:	
<p>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 пироксикама.</p> <p>При обнаружении различий в спектре субстанцию растворяют в минимальном объеме метиленхлорида, упаривают досуха на водяной бане и вновь снимают спектр полученного сухого остатка.</p> <p>0,01 г субстанции растворяют в смеси 1 М раствор кислоты хлористоводородной – метанол (1:100) и разбавляют той же смесью до 100 мл. Спектр поглощения полученного раствора в области от 220 до 400 нм должен иметь максимумы при 242 нм и 334 нм.</p>			
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НДС	Не соответствует требованиям НДС	

Посторонние примеси**Требование:**

Посторонние примеси. Определение проводят методом ВЭЖХ.

Фосфатный буферный раствор с рН 3,0. 6,81 г калия фосфата однозамещенного растворяют в 900 мл воды, рН раствора доводят до 3,0 ортофосфорной кислотой концентрированной, разбавляют водой до 1000 мл и перемешивают.

Испытуемый раствор. При слабом нагревании растворяют 0,02 г субстанции в ацетонитриле и разбавляют ацетонитрилом до 50 мл.

Раствор сравнения. 1 мл испытуемого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл и доводят объем раствора ацетонитрилом до метки. 1 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл и доводят объем раствора ацетонитрилом до метки.

Раствор для проверки пригодности системы. 0,005 г стандартного образца пироксикама для проверки пригодности хроматографической системы (стандарт ВР или аналогичного качества) растворяют в ацетонитриле и разбавляют ацетонитрилом до 25 мл.

Хроматографические условия

Колонка	– 250 × 4,6 мм с октадецилсилил силикагелем (С18), 5 мкм;
Подвижная фаза (ПФ)	– ацетонитрил – фосфатный буферный раствор с рН 3,0 (40:60);
Температура	– 40 °С;
Скорость потока	– 1,0 мл/мин;
Детектирование	– спектрофотометрический, 230 нм;
Объем пробы	– 20 мкл.

Уравновешивают колонку подвижной фазой в течение не менее 30 мин и хроматографируют раствор для проверки пригодности хроматографической системы. Профиль хроматограммы должен быть аналогичен профилю хроматограммы, прилагаемой к стандартному образцу. Разрешение (R) между пиком примеси В (время удерживания относительно пика пироксикама около 0,85) и пиком пироксикама должно быть не менее 1,5.

Пять раз хроматографируют раствор сравнения. Относительное стандартное отклонение для площади пика пироксикама должно быть не более 5 %.

Хроматографируют испытуемый раствор. Время регистрации хроматограммы не менее чем в 4 раза должно быть больше времени удерживания пика пироксикама.

На хроматограмме испытуемого раствора площадь пика любой примеси должна быть не более площади пика пироксикама на хроматограмме раствора сравнения (не более 0,2 %).

**Результат
испытания:**

Суммарная площадь всех пиков примесей на хроматограмме испытуемого раствора должна быть не более двукратной площади пика пироксикама на хроматограмме раствора сравнения (не более 0,4 %).		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

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

Требование: Потеря в массе при высушивании. Около 1,0 г (точная навеска) субстанции сушат при температуре от 100 до 105 °С до постоянной массы. Потеря в массе не должна превышать 0,5 %. 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:

Сульфатная зола

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

Требование: Остаточные органические растворители. В соответствии с требованиями ОФС «Остаточные органические растворители».	Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Микробиологическая чистота

Требование: Микробиологическая чистота. В соответствии с требованиями ОФС «Микробиологическая чистота».		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Количественное определение

Методика определения:	
<p>Количественное определение. Около 0,25 г (точная навеска) субстанции растворяют в 60 мл равных объемов уксусной кислоты ледяной и уксусного ангидрида и титруют 0,1 М раствором хлорной кислоты. Конечную точку титрования определяют потенциометрически.</p> <p>Параллельно проводят контрольный опыт.</p> <p>1 мл 0,1 М раствора хлорной кислоты соответствует 33,14 мг $C_{15}H_{13}N_3O_4S$.</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 = _____ <div style="text-align: right;">K= _____</div>	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 <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 № _____

Производные пиримидинотиазола. Витамин В1.

Протокол испытаний № _____

Наименование субстанции	Тиамин хлорид (бромид)	Исполнитель	Подпись
№ серии	Срок годности		
Подразделение: ОКК	Номер НД:		

Химическая формула

Описание

Требование: Описание. Белый кристаллический порошок со слабым характерным запахом. Гигроскопичен.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Растворимость

Требование: Растворимость. Легко растворим в воде, трудно растворим в 95% спирте, практически нерастворим в эфире, ацетоне, бензоле и хлороформе.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Подлинность

<p>К 5 мл того же раствора добавляют 1 мл соляной кислоты, 1 мл раствора хлорамина, 1 мл хлороформа и взбалтывают; в хлороформном слое не должно появляться желтое окрашивание.</p> <p>Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)</p>
Уравнение реакции:

5 мл того же раствора дают характерную реакцию на хлориды (стр. 747).		
Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)		
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Прозрачность, цветность

Требование: Прозрачность и цветность раствора. Раствор 0,25 г препарата в 5 мл воды должен быть прозрачным и бесцветным.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Кислотность

Требование: Кислотность. рН 2,5—3,4 (5% водный раствор, потенциометрически).		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Тиотиамин

Требование: Тиотиамин. 0,2 г препарата растворяют в 5 мл воды, прибавляют 1 мл разведенной соляной кислоты, 0,3 мл пергидроля, 1 мл раствора хлорида бария; не должно появляться желтое окрашивание и возникать помутнение раствора.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Сульфаты

Требование: Сульфаты. Раствор 0,2 г препарата в 10 мл воды должен выдерживать испытание на сульфаты (не более 0,05% в препарате).		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Сульфатная зола и тяжелые металлы

Требование: Сульфатная зола и тяжелые металлы. Сульфатная зола из 0,5 г препарата не должна превышать 0,2% и должна выдерживать испытание на тяжелые металлы (не более 0,001% в препарате).		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Потеря в массе при высушивании: не должна превышать 5 %.

Требование: Потеря в весе при высушивании. Около 0,5 г препарата (точная навеска) сушат при 100–105° до постоянного веса. Потеря в весе не должна превышать 5%. 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 определение

Методика определения:	
<p>Количественное определение. Около 0,1 г препарата (точная навеска) растворяют в 20 мл безводной уксусной кислоты при слабом нагревании. Раствор охлаждают, прибавляют 5 мл раствора ацетата окисной ртути и титруют 0,1 н. раствором хлорной кислоты до изумрудно-зеленой окраски (индикатор — кристаллический фиолетовый). Параллельно проводят контрольный опыт.</p> <p>1 мл 0,1 н. раствора хлорной кислоты соответствует 0,01686 г $C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$, которого в пересчете на сухое вещество должно быть не менее 98,0%.</p> <p>Примечание. Для приготовления растворов для внутримышечных и подкожных инъекций применяют препарат, содержащий не менее 99,0% $C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$ в пересчете на сухое вещество.</p>	
Уравнения реакций:	

$M_r(A) =$	$f_{экв}(A) =$	$\Xi =$
$T_{в/а}$		$V_{теор.} =$

1. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a_1) _____ $V_1 =$ _____ 2. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a_2) _____ $V_2 =$ _____ <div style="text-align: center;">$K =$ _____</div>	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 <i>НД</i>
	НЕ СООТВЕТСТВУЕТ ТРЕБОВАНИЯМ <i>НД</i> 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 – Тиамин хлорид

№ 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

Дата _____ ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № _____

Производные ксантина: кофеин, кофеин-бензоат натрия, теофиллин, теобромин, аминофиллин (Эуфиллин), дипрофиллин, ксантинола никотинат, пентоксифиллин.

Протокол испытаний № _____

Наименование субстанции	Кофеин-бензоат- натрия	Исполнитель	Подпись
№ серии	Срок годности		
Подразделение: ОКК	Номер НД:		

Химическая формула

Описание

Требование: Описание. Белый порошок без запаха, слабо горького вкуса.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Растворимость

Требование: Растворимость. Легко растворим в воде, трудно растворим в спирте.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Прозрачность, цветность раствора

Требование: Прозрачность и цветность раствора. Раствор 0,5 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:

Подлинность

Подлинность. 0,5 г препарата растворяют в 3 мл воды, добавляют 1 мл раствора едкого натра, 10 мл хлороформа и взбалтывают в течение 1—2 минут. Хлороформный раствор фильтруют через фильтр с безводным сульфатом натрия и выпаривают хлороформ на водяной бане. Остаток дает реакции подлинности, указанные в статье «Coffeinum», и после высушивания при 80° до постоянного веса имеет температуру плавления 234—237°.

Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)

Уравнение реакции:

Раствор препарата (1 : 100) дает характерную реакцию на бензоаты (стр. 743).

Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)

Уравнение реакции:

Препарат дает характерную реакцию Б на натрий (стр. 745).

Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)

Уравнение реакции:

Заключение
(ненужное зачеркнуть)

Соответствует
требованиям НД

Не соответствует
требованиям НД

Подпись:

Дата:

Щелочность и кислотность

Требование:

Щелочность или кислотность. 0,25 г препарата растворяют в 5 мл свежeproкипяченной и охлажденной воды и прибавляют несколько капель раствора фенолфталеина. Раствор не должен окрашиваться в розовый цвет. Розовая окраска должна появляться от прибавления не более 0,15 мл 0,05 н. раствора едкого натра.

Результат испытания:

Заключение
(ненужное зачеркнуть)

Соответствует
требованиям НД

Не соответствует
требованиям НД

Подпись:

Дата:

Органические примеси

Требование:

Органические примеси. 0,3 г препарата растворяют в 3 мл концентрированной серной кислоты. Окраска раствора не должна быть интенсивнее эталона № 5а.

Результат испытания:

Заключение
(ненужное зачеркнуть)

Соответствует
требованиям НД

Не соответствует
требованиям НД

Подпись:	Дата:
----------	-------

Хлориды

Требование: Хлориды. 0,1 г препарата растворяют в 5 мл воды, прибавляют 5 мл спирта. Полученный раствор должен выдерживать испытание на хлориды (не более 0,02% в препарате).		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Сульфаты

Требование: Сульфаты. 0,5 г препарата растворяют в 5 мл воды, прибавляют 5 мл спирта. Полученный раствор 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

Требование: Тяжелые металлы. 0,5 г препарата растворяют в 10 мл воды. Полученный раствор должен выдерживать испытание на тяжелые металлы (не более 0,001% в препарате).		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Потеря в массе при высушивании: не должна превышать 5 %.

Требование: Потеря в весе при высушивании. Около 0,5 г препарата (точная навеска) сушат при 80° до постоянного веса. Потеря в весе не должна превышать 5%. 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 определение

Методика определения:

Количественное определение. 1. Около 0,3 г препарата (точная навеска) растворяют в 30 мл воды в мерной колбе емкостью 100 мл. К раствору прибавляют 10 мл разведенной серной кислоты, 50 мл 0,1 н. раствора йода, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. После отстаивания в течение 15 минут раствор быстро фильтруют через небольшой комочек ваты в сухую колбу, прикрыв воронку часовым стеклом. Первые 10—15 мл фильтрата отбрасывают. В 50 мл фильтрата избыток йода оттитровывают 0,1 н. раствором тиосульфата натрия, прибавляя в конце титрования раствор крахмала.

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 н. раствора йода соответствует 0,004855 г $C_8H_{10}N_4O_2$, которого в пересчете на сухое вещество должно быть не менее 38,0% и не более 40,0%.

2. Около 1,5 г препарата (точная навеска) растворяют в 20 мл воды в колбе с притертой пробкой емкостью 250 мл, прибавляют 45 мл эфира, 3—4 капли смешанного индикатора (1 мл раствора метилового оранжевого и 1 мл раствора метиленового синего) и титруют 0,5 н. раствором соляной кислоты до появления сиреневой окраски в водном слое. В конце титрования содержимое колбы хорошо встряхивают.

1 мл 0,5 н. раствора соляной кислоты соответствует 0,07205 г $C_7H_5NaO_2$, которого в пересчете на сухое вещество должно быть не менее 58,0% и не более 62,0%.

Уравнения реакций:

Mr (A) = Tв/А	f экв (A) =	Э = 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 =	K=	X ₂ = \bar{X} =
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: _____

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

Объект исследования – Кофеин бензоат-натрия

№ 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	29,8241 г 30,8064 г

	I - е взвешивание – 24,8407 г II- е взвешивание - 24,8402 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 № _____

Производные гуанина. Ацикловир (Зовиракс), ганцикловир (Цимевен).

Протокол испытаний № _____

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

Химическая формула

Описание

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

Растворимость

Требование: Растворимость. Легко растворим в диметилсульфоксиде, мало растворим в воде, очень мало растворим в спирте 96 %, практически нерастворим в хлороформе.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
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 ацикловира.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Прозрачность раствора

Требование: Прозрачность раствора. Раствор 0,2 г субстанции в 20 мл 0,1 М раствора натрия гидроксида 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: Цветность раствора. Раствор, полученный в испытании на Прозрачность, должен быть бесцветным или выдерживать сравнение с эталоном У ₇ .		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Требование: Посторонние примеси <u>Метод ТСХ</u> <i>Испытуемый раствор.</i> 0,1 г субстанции растворяют в диметилсульфоксиде и разбавляют диметилсульфоксидом до 10 мл. <i>Раствор сравнения.</i> 0,01 г стандартного образца примеси А ацикловира (2-[(2-амино-6-оксо-1,6-дигидро-9H-пурин-9-ил)метокси]этилацетат, стандарт ВР или аналогичного качества) растворяют в диметилсульфоксиде и разбавляют диметилсульфоксидом до 20 мл. 1 мл полученного раствора разбавляют диметилсульфоксидом до 10 мл. 10 мкл (100 мкг) испытуемого раствора и 10 мкл (0,5 мкг) раствора сравнения наносят на пластинку со слоем силикагеля F 254. Пластинку с нанесенными пробами сушат в токе теплого воздуха, помещают в камеру со смесью растворителей раствор аммиака концентрированный 25 % – метанол – метиленхлорид (1:10:40) и хроматографируют восходящим методом. Когда фронт подвижной фазы дойдет до конца пластинки, ее вынимают из камеры, сушат на воздухе и просматривают в УФ-свете при 254 нм. Пятно посторонней примеси на хроматограмме испытуемого раствора, находящееся на уровне пятна примеси А, по совокупности величины и интенсивности поглощения не должно превышать пятно на хроматограмме раствора сравнения (не более 0,5 %). <u>Метод ВЭЖХ</u> <i>Подвижная фаза (ПФ).</i> 6,0 г натрия фосфата однозамещенного и 1,0 г натрия декансульфоната растворяют в 900 мл воды, доводят рН раствора до 3,0 ± 0,1 ортофосфорной кислотой концентрированной, прибавляют 40 мл ацетонитрила и разбавляют водой до 1000 мл. <i>Испытуемый раствор.</i> 0,05 г субстанции растворяют в 10 мл смеси уксусная кислота ледяная – вода (1:4) и разбавляют ПФ до 100 мл. <i>Раствор сравнения А.</i> 1 мл испытуемого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 200 мл и доводят объем раствора ПФ до метки. <i>Раствор сравнения Б.</i> 0,007 г (точная навеска) стандартного образца гуанина (2-амино-1,7-дигидро-6H-пурин-6-он; стандарт ВР или аналогичного качества) помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 0,1 М растворе натрия гидроксида и доводят объем раствора 0,1 М раствором натрия	Результат испытания:
--	-----------------------------

<p>гидроксида до метки (раствор 1). 1 мл раствора 1 помещают в мерную колбу вместимостью 20 мл и доводят объем раствора ПФ до метки.</p> <p><i>Раствор для проверки пригодности системы.</i> 0,01 г стандартного образца примеси А ацикловира (2-[(2-амино-6-оксо-1,6-дигидро-9H-пурин-9-ил)метокси]этилацетат; стандарт ВР или аналогичного качества) растворяют в смеси уксусная кислота ледяная – вода (1:4), прибавляют 4 мл испытуемого раствора и разбавляют смесью уксусная кислота ледяная – вода (1:4) до 10 мл. 1 мл полученного раствора разбавляют ПФ до 10 мл.</p> <p><u>Хроматографические условия</u></p> <p>Колонка – 10 × 0,46 см с октадецилсилил силикагелем (С18), 3 мкм; Скорость потока – 2,0 мл/мин; Детектор – спектрофотометрический, 254 нм; Объем пробы – 20 мкл.</p> <p>Хроматографируют раствор для проверки пригодности хроматографической системы. Разрешение (R) между пиком ацикловира и пиком примеси А должно быть не менее 1,5. Число теоретических тарелок для пика примеси А должно быть не менее 1500.</p> <p>Хроматографируют раствор сравнения А не менее 5 раз. Относительное стандартное отклонения площади пика ацикловира не должно превышать 5 %.</p> <p>Хроматографируют раствор сравнения А, раствор сравнения Б и испытуемый раствор. Время регистрации хроматограммы испытуемого раствора должно не менее чем в 7 раз превышать время удерживания основного пика.</p> <p>Площадь пика гуанина на хроматограмме испытуемого раствора должна быть не более площади пика на хроматограмме раствора сравнения Б (не более 0,7 %); площадь пика любой другой посторонней примеси на хроматограмме испытуемого раствора должна быть не более площади пика на хроматограмме раствора сравнения А (не более 0,5 %); сумма площадей всех пиков посторонних неидентифицированных примесей должна быть не более двукратной площади пика на хроматограмме раствора сравнения А (не более 1 %).</p>		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Сульфаты

<p>Требование: Сульфаты. 0,5 г субстанции взбалтывают с 10 мл воды и фильтруют. Полученный раствор должен выдерживать испытание на сульфаты (не более 0,02 % в субстанции).</p>		<p>Результат испытания:</p>
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Вода

Требование: Вода. Не более 6,0 %. Определение проводят методом К. Фишера из точной навески около 0,5 г субстанции.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Остаточные органические растворители

Требование: Остаточные органические растворители. В соответствии с требованиями ОФС «Остаточные органические растворители».		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Микробиологическая чистота

Требование: Микробиологическая чистота. В соответствии с требованиями ОФС «Микробиологическая чистота».		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Количественное определение

<p style="text-align: center;">Методика определения:</p> <p>Количественное определение. Около 0,5 г субстанции (точная навеска) растворяют в 10 мл нейтрализованного по фенолфталеину и охлажденного до температуры 8-10 °С спирта 96 % и титруют 0,1 М раствором натрия гидроксида до появления розового окрашивания (индикатор – 0,1 мл 1 % раствора фенолфталеина). 1 мл 0,1 М раствора натрия гидроксида соответствует 18,02 мг $C_9H_8O_4$.</p> <p style="text-align: center;">Уравнения реакций:</p>
--

$M_r(A) =$	$f_{экв}(A) =$	$\Xi =$
$T_{В/А}$		$V_{теор.} =$

1. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a_1) _____ $V_1 =$ _____ 2. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a_2) _____ $V_2 =$ _____ <div style="text-align: center;">$K =$ _____</div>	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 <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 № _____

Производные птеридина. Кислота фолиевая и ее аналоги. Метотрексат.

Протокол испытаний № _____

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

Химическая формула

Описание

Требование: Описание. Желтый или желто-оранжевый кристаллический порошок без запаха и вкуса. На свету разлагается, гигроскопичен.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Подлинность

<p>Подлинность. 0,01 г препарата растворяют в 5 мл 0,1 н. раствора едкого натра, приливают 5 мл 0,1 н. раствора соляной кислоты и 1 мл раствора перманганата калия. Раствор помещают на 3 минуты в водяную баню с температурой 80—85°. К охлажденному раствору прибавляют по каплям 0,2 мл раствора перекиси водорода и фильтруют. Фильтрат имеет голубую флюоресценцию в ультрафиолетовом свете.</p> <p>0,001 % раствор препарата в 0,1 н. растворе едкого натра имеет максимумы поглощения при 256, 283 и 365 нм.</p> <p>Отношение $\frac{D \text{ при } 256 \text{ нм}}{D \text{ при } 365 \text{ нм}}$ составляет 2,8—3,0.</p>		
Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)		
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Требование: Сульфатная зола и тяжелые металлы. Сульфатная зола из 0,5 г препарата не должна превышать 0,3% и должна выдерживать испытание на тяжелые металлы (не более 0,001% в препарате).	Результат испытания:
---	-----------------------------

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

Потеря в массе при высушивании: не должна превышать 5 %.

<p>Требование:</p> <p>Потеря в весе при высушивании. Около 0,5 г препарата (точная навеска) сушат до постоянного веса в вакууме при температуре 110° и остаточном давлении 15—20 мм рт. ст. Потеря в весе не должна превышать 8,5%.</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:	

Количественное определение

Уравнения реакций:
<p>Количественное определение проводят одним из приведенных ниже методов.</p> <p>1. Около 0,05 г препарата (точная навеска) растворяют в смеси 50 мл воды и 2 мл концентрированного раствора аммиака в мерной колбе емкостью 100 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.</p> <p>1 мл испытуемого раствора переносят в мерную колбу емкостью 50 мл, доводят объем раствора до метки раствором двузамещенного фосфата калия и перемешивают.</p> <p>В две колбы емкостью 50 мл наливают по 5 мл рабочего раствора стандартного образца фолиевой кислоты (колбы № 1 и № 2). В две другие колбы наливают по 5 мл испытуемого раствора (колбы № 3 и № 4). В пятую колбу наливают 5 мл раствора двузамещенного фосфата калия (колба № 5).</p> <p>В колбы № 1 и 3 наливают по 1 мл 0,4% раствора перманганата калия, а в колбы № 2, 4 и 5 — по 1 мл воды. Содержимое колб перемешивают и оставляют на 2—3 минуты. Затем во все колбы приливают по 1 мл 2% раствора нитрита натрия и по 1 мл раствора соляной кислоты, получаемого смешиванием 4 объемов концентрированной соляной кислоты и 6 объемов воды, хорошо перемешивают и оставляют на 2 минуты. Во все колбы приливают по 1 мл 5% раствора сульфата аммония или сульфаминовой кислоты, осторожно перемешивают вращательным движением, пока не прекратится выделение пузырьков газа. Во все колбы приливают по 1 мл 0,1% раствора N-(1-нафтил)-этилендиамина дигидрохлорида, хорошо перемешивают и оставляют на 10 минут. Измеряют оптическую плотность растворов на фотозлектроколориметре со светофильтром с максимумом пропускания 550 нм в кювете с толщиной слоя 1 см.</p> <p>Измерение проводят против контрольного раствора (колба № 5).</p> <p>Содержание безводной фолиевой кислоты в препарате в процентах (X) вычисляют по формуле:</p> $X = \frac{(D_3 - D_1) \cdot C \cdot 500}{(D_1 - D_2) \cdot a},$ <p>где D_1, D_2, D_3, D_4 — оптические плотности растворов в колбах № 1, 2, 3, 4; C — содержание безводной фолиевой кислоты в 1 мл раствора стандартного образца в миллиграммах; a — навеска препарата в граммах.</p> <p>Примечание 1. Приготовление основного раствора стандартного образца фолиевой кислоты. Около 0,05 г стандартного образца фолиевой кислоты (точная навеска) растворяют в смеси 50 мл воды и 2 мл концентрированного раствора аммиака в мерной колбе</p>

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 = _____ <div style="text-align: center;">K= _____</div>	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 <i>НД</i>
	НЕ СООТВЕТСТВУЕТ ТРЕБОВАНИЯМ НД по показателям:

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

Проверил: Начальник ОКК (преподаватель) _____ Дата: _____

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

Объект исследования – Кислота фолиевая

№ 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	29,7207 г 30,8924 г

	Масса тигля с навеской после прокаливания I - е взвешивание – 30,5913 г II - е взвешивание - 30,5908 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 № _____

Производные изоаллоксазина (витамины группы В₂) как
лекарственные средства: рибофлавин, рибофлавина моноклеотид.

Протокол испытаний № _____

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

Химическая формула

Описание

Требование: Описание. Желто-оранжевый кристаллический порошок со слабым специфическим запахом, горького вкуса. На свету неустойчив.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Растворимость

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

Подлинность

<p>Подлинность. 1 мг препарата растворяют в 100 мл воды, раствор имеет яркую зеленовато-желтую окраску. При просматривании в ультрафиолетовом свете обнаруживается интенсивная зеленая флюоресценция, исчезающая при добавлении соляной кислоты или щелочи; при добавлении гидросульфита натрия исчезает и флюоресценция и окраска.</p> <p>Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)</p>
Уравнение реакции:

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

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

Удельное вращение

Требование: Удельное вращение от -110° до -130° . Около 0,1 г препарата (точная навеска) растворяют в 4 мл 0,1 н. спиртового раствора едкого кали и доводят свежeproкипяченной и охлажденной водой до 20 мл. Определение проводят не позже чем через 30 минут после приготовления раствора.		
Расчет по формуле:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Люмифлавин

Требование: Люмифлавин. 0,025 г препарата взбалтывают в течение 5 минут с 10 мл очищенного от спирта хлороформа и фильтруют. Окраска фильтрата не должна превышать окраски 10 мл эталонного раствора, приготовленного разбавлением 3 мл 0,1 н. раствора бихромата калия водой до 1 л.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Сульфатная зола и тяжелые металлы

Требование: Сульфатная зола и тяжелые металлы. Сульфатная зола из 0,5 г препарата не должна превышать 0,2% и должна выдерживать испытание на тяжелые металлы (не более 0,001% в препарате).		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Потеря в массе при высушивании: не должна превышать 5 %.

<p>Требование: Потеря в весе при высушивании. Около 0,5 г препарата (точная навеска) сушат при 100—105° до постоянного веса. Потеря в весе не должна превышать 1,5%.</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>		
<p>Заключение (ненужное зачеркнуть)</p>	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:	Дата:	

Количественное определение

<p>Уравнения реакций:</p> <p>Количественное определение. Около 0,06 г препарата (точная навеска) растворяют в мерной колбе емкостью 1000 мл в смеси 2 мл ледяной уксусной кислоты и 500 мл воды при нагревании на водяной бане. Раствор охлаждают и доводят объем раствора водой до метки. 10 мл этого раствора переносят в мерную колбу емкостью 100 мл, приливают 3,5 мл 0,1 моль раствора ацетата натрия и доводят объем раствора водой до метки. Измеряют оптическую плотность полученного раствора на спектрофотометре в кювете с толщиной слоя 1 см при длине волны 267 нм.</p> <p>Содержание рибофлавина в процентах (X) вычисляют по формуле:</p> $X = \frac{D \cdot 10\,000}{a \cdot 850},$ <p>где D — оптическая плотность испытуемого раствора; a — навеска в граммах; 850 — удельный показатель поглощения $E_{1\text{ см}}^{1\%}$ чистого рибофлавина при длине волны 267 нм.</p> <p>Содержание C₁₇H₂₀N₄O₆ в препарате должно быть 98,0—102,0% в пересчете на сухое вещество.</p>
--

<p>Mr (A) = Tв/А</p>	<p>f экв (A) =</p>	<p>Э = Vтеор. =</p>
<p>1. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a₁) _____ V₁= _____</p> <p>2. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a₂) _____ V₂= _____</p> <p style="text-align: center;">K= _____</p>	<p>Расчетная формула:</p> <p>X, % = _____</p> <p>X₁= _____</p> <p>X₂= _____</p> <p>\bar{X} = _____</p>	

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: _____

ИНДИВИДУАЛЬНЫЕ ЗАНЯТИЯ ДЛЯ РАСЧЕТА ПОКАЗАТЕЛЯ

«ПОТЕРЯ В МАССЕ ПРИ ПРОКАЛИВАНИИ»

Объект исследования – Рибофлавин

№ 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:	47,1515 г 48,1770 г

	I-е взвешивание 39,3135 г II-е взвешивание 39,3130 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 № _____

Производные фенотиазина. Алкиламинопроизводные:
 хлорпромазина гидрохлорид (Аминазин), промазина гидрохлорид (Пропазин), левомепромазин, трифлуоперазина дигидрохлорид (Трифтазин), флуфеназина деканоат (фторфеназин-деканоат) и др.

Протокол испытаний № _____

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

Химическая формула

Описание

Требование: Описание. Белый или белый со слабым кремовым оттенком мелко-кристаллический порошок. Слегка гигроскопичен, темнеет на свету.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись: _____		Дата: _____

Требование: Растворимость. Очень легко растворим в воде, легко растворим в 95% спирте и хлороформе, практически нерастворим в эфире и бензоле.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись: _____		Дата: _____

Подлинность

<p>Подлинность. 0,05 г препарата растворяют в 10 мл воды, прибавляют 1 мл бромной воды и нагревают до кипения; получается прозрачный светло-малиновый раствор.</p> <p>Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)</p>
--

Уравнение реакции:		
0,01 г препарата растворяют в 1 мл воды и прибавляют 2 капли концентрированной азотной кислоты. Раствор окрашивается в красный цвет и появляется белая муть. При прибавлении следующих 2—3 капель концентрированной азотной кислоты раствор становится прозрачным и бесцветным.		
Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)		
Уравнение реакции:		
0,1 г препарата растворяют в 5 мл воды и прибавляют 0,5 мл раствора едкого натра, тотчас же выпадает осадок белого цвета; через 5 минут фильтруют через плотный бумажный фильтр. Фильтрат дает характерную реакцию на хлориды (стр. 747).		
Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)		
Уравнение реакции:		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Температура плавления

Требование: Температура плавления 194—198° (метод 1а).		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Прозрачность и цветность раствора

Требование: Прозрачность и цветность раствора. 0,25 г препарата растворяют в 10 мл воды. Полученный раствор должен быть прозрачным и окраска его не должна быть интенсивнее эталона № 5а.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Кислотность

Требование: Кислотность. Раствор 0,5 г препарата в 10 мл свежeproкипяченной и охлажденной воды при добавлении 1 капли раствора метилового красного может окрашиваться в розовый цвет, переходящий от 0,05 мл 0,05 н. раствора едкого натра в оранжево-желтый.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Сульфаты

Требование: Сульфаты. Раствор 0,2 г препарата в 10 мл воды должен выдерживать испытание на сульфаты (не более 0,05% в препарате).		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Хлорфенотиазин

Требование: Хлорфенотиазин. 0,5 г препарата растирают в маленьком стакане с 10 мл бензола, фильтруют в делительную воронку и бензольный раствор промывают сначала 0,1 н. раствором соляной кислоты (3 раза по 2 мл), а затем водой (2 раза по 2 мл). Промытый бензольный слой фильтруют в фарфоровую чашку, выпаривают досуха на водяной бане, остаток переносят в пробирку 3 мл спирта, прибавляют 1 мл насыщенной на холоду бромной воды и нагревают на кипящей водяной бане около 2 минут до исчезновения желтой окраски от брома. Затем доводят раствор до 8 мл спиртом. Окраска полученного раствора не должна превышать окраски эталонного раствора. Примечание. Приготовление эталонного раствора: 2 г гексагидрата хлорида кобальта ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) растворяют в 100 мл воды.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Органические примеси

Требование: Органические примеси. 0,1 г препарата растворяют в 1 мл спирта. 0,01 мл полученного раствора наносят на полоску быстросфильтрующей бумаги для хроматографии. Хроматографируют нисходящим методом в системе <i>n</i> -бутиловый спирт — вода — уксусная кислота (50 : 50 : 1) до тех пор, пока фронт растворителя не пройдет 12—15 см (примерно 5 часов). Подсушенную на воздухе хроматограмму опрыскивают реактивом Драгендорфа. Не должно быть пятен на линии старта. Примечание. 1. Хроматограмму, проявленную реактивом Драгендорфа, водой не промывают. 2. Используют продольно разрезанную бумагу для хроматографии. Перед хроматографированием полоску с нанесенными веществами выдерживают в течение 30 минут в камере для насыщения.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Сульфатная зола и тяжелые металлы

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

Сульфатная зола и тяжелые металлы. 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).		
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Потеря в массе при высушивании: не должна превышать 5 %.

Требование: Потеря в весе при высушивании. Около 0,5 г препарата (точная навеска) сушат при 100—105° до постоянного веса. Потеря в весе не должна превышать 0,5%.	Результаты испытаний:	
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:	

Количественное определение

<p>Уравнения реакций:</p> <p>Количественное определение. 0,25—0,30 г препарата (точная навеска) растворяют в смеси 30 мл ацетона и 5 мл раствора ацетата окисной ртути и прибавляют 1 мл насыщенного раствора метилового оранжевого в ацетоне. Титруют 0,1 н. раствором хлорной кислоты до розового окрашивания.</p> <p>Параллельно проводят контрольный опыт.</p> <p>1 мл 0,1 н. раствора хлорной кислоты соответствует 0,03553 г $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$, которого в пересчете на сухое вещество должно быть не менее 99,0% и не более 101,0%.</p>

Мг (А) =	f экв (А) =	Э =
Тв/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 =
	K=	

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: _____

**ИНДИВИДУАЛЬНЫЕ ЗАНЯТИЯ ДЛЯ РАСЧЕТА ПОКАЗАТЕЛЯ
«ПОТЕРЯ В МАССЕ ПРИ ПРОКАЛИВАНИИ»**

Объект исследования – Аминазин

№ 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

Дата _____ ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № _____

Производные бензодиазепина: хлордиазепоксид (Хлозепид), медазепам, диазепам (Сибазон), оксазепам, нитразепам, феназепам, алпразолам и др.

Протокол испытаний № _____

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

Химическая формула

Описание

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

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

Температура плавления

Требование: 225-230 градусов.		Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД	
Подпись:		Дата:	

Прозрачность раствора

Требование: Прозрачность раствора. Раствор 0,2 г субстанции в 10 мл хлороформа должен быть прозрачным или выдерживать сравнение с эталоном I.		Результат испытания:	
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД	
Подпись:		Дата:	

Подлинность

0,02 г субстанции кипятят с 10 мл раствора натрия гидроксида в течение 10 мин. Выделяющийся аммиак идентифицируют по посинению влажной красной лакмусовой бумаги. Полученный раствор подкисляют хлористоводородной кислотой и фильтруют. Раствор дает характерную реакцию А на бромиды.

Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)

Уравнение реакции:

Подлинность. Инфракрасный спектр субстанции, снятый в диске с калия бромидом, в области от 4000 до 400 см⁻¹, по положению полос поглощения должен соответствовать рисунку спектра феназепама (Приложение 1).

Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)

Уравнение реакции:

0,01 г субстанции растворяют в спирте 96 % и разбавляют спиртом 96 % до 50 мл (раствор А). 1 мл раствора А разбавляют спиртом 96 % до 50 мл. Ультрафиолетовый спектр поглощения полученного раствора в области от 220 до 300 нм должен иметь максимум при 231 нм.

1 мл раствора А разбавляют спиртом 96 % до 10 мл. Ультрафиолетовый спектр поглощения полученного раствора в области от 300 до 350 нм должен иметь максимум при 320 нм.

Результат испытания: (реакция положительна или отрицательна)

Уравнение реакции:

Заключение
(ненужное зачеркнуть)

Соответствует
требованиям НД

Не соответствует
требованиям НД

Подпись:

Дата:

Цветность раствора**Требование:**

Цветность раствора. Раствор, полученный в испытании на Прозрачность раствора, должен быть бесцветным или выдерживать сравнение с эталоном В₉.

Результат испытания:

Заключение
(ненужное зачеркнуть)

Соответствует
требованиям НД

Не соответствует
требованиям НД

Подпись:

Дата:

Требование: Посторонние примеси. Испытание проводят методом ТСХ. <i>Испытуемый раствор.</i> 0,01 г субстанции растворяют в ацетоне и разбавляют ацетоном до 1 мл. <i>Раствор сравнения.</i> 1 мл испытуемого раствора разбавляют ацетоном до 100 мл. 1 мл полученного раствора разбавляют ацетоном до 10 мл. На линию пластинки со слоем силикагеля 60 F ₂₅₄ наносят 20 мкл (200 мкг) испытуемого раствора, 20 мкл (0,2 мкг) и 5 мкл (0,1 мкг) раствора сравнения. Пластинку с нанесенными пробами сушат на воздухе, помещают в камеру со смесью этилацетат – гексан – муравьиная кислота (15:5:1) и хроматографируют восходящим методом. Когда фронт подвижной фазы дойдет до конца пластинки, ее вынимают из камеры, сушат на воздухе и просматривают в УФ-свете при 254 нм. Пятно посторонней примеси на хроматограмме испытуемого раствора по совокупности величины и интенсивности поглощения не должно превышать пятно на хроматограмме раствора сравнения (0,2 мкг) (не более 0,1 %). Результаты испытания считаются достоверными, если на хроматограмме раствора сравнения (0,1 мкг) четко видно пятно.		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Сульфатная зола и тяжелые металлы

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

Остаточные органические растворители

Требование: Остаточные органические растворители. В соответствии с требованиями ОФС «Остаточные органические растворители».		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Микробиологическая чистота

Требование: Микробиологическая чистота. В соответствии с требованиями ОФС «Микробиологическая чистота».		Результат испытания:
Заключение (ненужное зачеркнуть)	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Потеря в массе при высушивании: не должна превышать 5 %.

<p>Требование: Потеря в массе при высушивании. Около 1,0 г (точная навеска) субстанции сушат при температуре от 100 до 105 °С до постоянной массы. Потеря в массе не должна превышать 0,5 %. 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>		
<p>Заключение (ненужное зачеркнуть)</p>	Соответствует требованиям НД	Не соответствует требованиям НД
Подпись:		Дата:

Количественное определение

<p style="text-align: center;">Уравнения реакций:</p> <p>Количественное определение. Около 0,3 г (точная навеска) субстанции растворяют в смеси 20 мл уксусного ангидрида и 2 мл муравьиной кислоты 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 34,96 мг $C_{15}H_{10}BrClN_2O$.</p>
--

<p>Mr (A) = T_{B/A}</p>	<p>f экв (A) =</p>	<p>Э = V_{теор.} =</p>
<p>1. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a₁) _____ V₁=</p> <p>2. Масса бюкса с навеской _____ Масса бюкса _____ Масса навески (a₂) _____ V₂=</p> <p style="text-align: center;">K=</p>	<p>Расчетная формула:</p> <p>X,% =</p> <p>X₁=</p> <p>X₂=</p> <p>\bar{X} =</p>	
<p>ХРАНЕНИЕ , ПРИМЕНЕНИЕ:</p>		

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

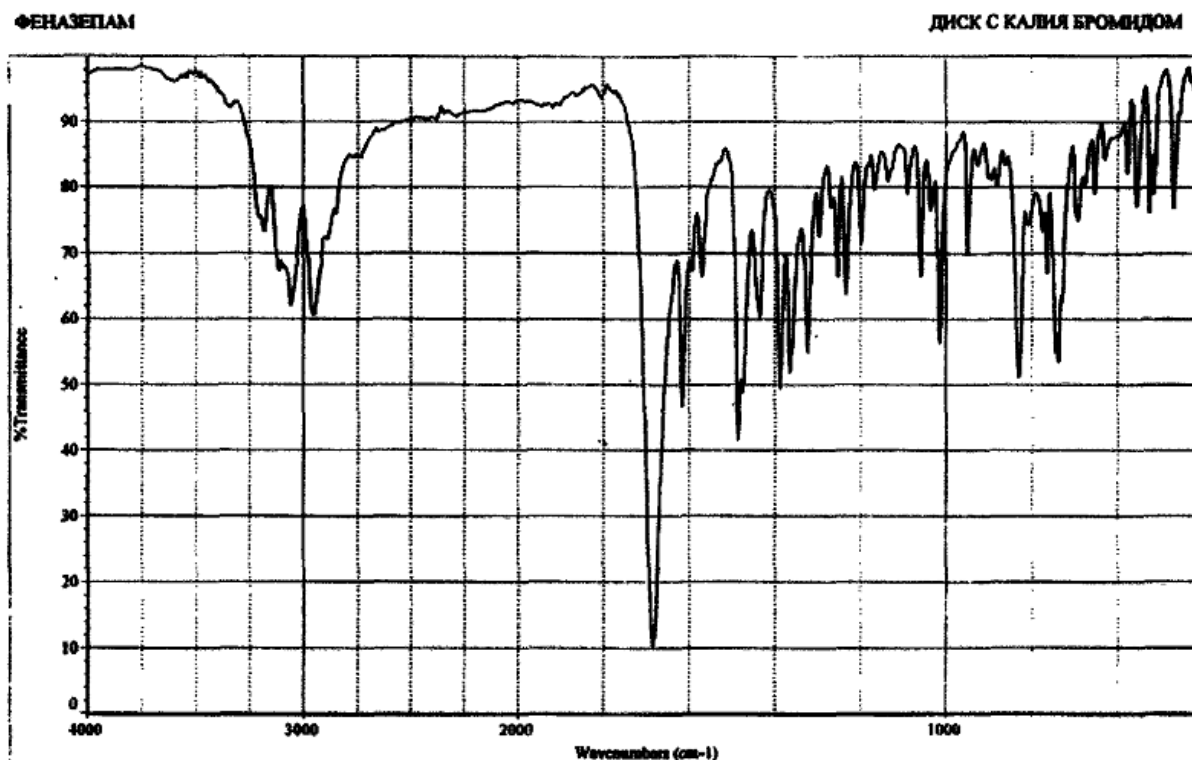
ЗАКЛЮЧЕНИЕ (ненужное зачеркнуть)	СООТВЕТСТВУЕТ ТРЕБОВАНИЯМ <i>НД</i>
	НЕ СООТВЕТСТВУЕТ ТРЕБОВАНИЯМ <i>НД</i> по показателям:

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

Проверил: Начальник ОКК (преподаватель) _____ Дата: _____

Приложение

ИК-спектр феназепам в таблетке калия бромидом



Бидарова Ф.Н., Хубаева Т.О.

ЖУРНАЛ ДОКУМЕНТАЦИИ

(рабочая тетрадь)

**к циклу лабораторных занятий по фармацевтической химии
(для студентов 4 курса очного обучения, 8 семестр)**

Приложение к циклу лабораторных занятий по
фармацевтической химии для студентов 4 курса очного обучения (8 семестр)