ZAKŁAD CHEMII LEKÓW

ALUMINII KALII SULFAS
GLINOWO-POTASOWY SIARCZAN

Alum, Alun
Syn.: *Alumen*, Ałun
Nazwa chemiczna: Siarczan(VI) glinu potasu – woda (1/12)

$KAl(SO_4)_2, 12 H_2O$ m.cz. 474,38

Zawartość dwunastowodnego siarczanu glinowo-potasowego w substancji nie powinna być mniejsza niż 99,0% i większa niż 102,0%.

Postać i właściwości. Bezbarwne, przezroczyste kryształy lub biały proszek.

Rozpuszczalność. Substancja bardzo łatwo rozpuszcza się we wrzącej wodzie, łatwo rozpuszcza się w wodzie, praktycznie nie rozpuszcza się w etanolu (760 g/l) OD.

pH roztworu substancji o stężeniu 0,1 g/ml od 2,5 do 4,5 (str. 58^I).

Tożsamość

1. Rozpuścić 0,5 g substancji w 5 ml wody i dodać 1 ml roztworu wodorotlenku sodu (175 g/l) OD; powstaje biały, galaretowaty osad, rozpuszczalny w nadmiarze odczynnika i ponownie powstający po dodaniu nadmiaru roztworu chlorku amonowego (100 g/l) OD.
2. Substancja wykazuje reakcje na siarczany (str. 37^{II}).
3. Substancja wykazuje reakcje na potas (str. 37^{II}).

Czystość

1. Rozpuścić 0,5 g substancji w wodzie i uzupełnić do 10,0 ml; roztwór powinien być przezroczysty (str. 60^{II}) i bezbarwny (metoda II) (str. 61^I).
2. Rozpuścić 5 g substancji w 10 ml wrzącej wody, dodać 4 ml roztworu wodorotlenku sodu (175 g/l) OD i ogrzać do wrzenia; nie powinien wydzielać się zapach amoniaku (sole amonowe).
3. Chlorków nie więcej niż 0,01%; do wykonania próby użyć 0,1 g substancji (str. 41^I).
4. Żelaza nie więcej niż 50 µg/g; do wykonania próby użyć 0,1 g substancji (str. 42^{II}).
5. Metali ciężkich, w przeliczeniu na ołów, nie więcej niż 10 µg/g; do wykonania próby metodą II użyć 1,0 g substancji (str. 42^{II}).

Zawartość

Odważyć dokładnie ok. 0,3 g substancji, rozpuścić w 20 ml wody, dodać 25,0 ml roztworu wersenianu disodowego (0,05 mol/l) RM, 10 ml roztworu buforu octanowego o pH 4,5 OD i utrzymywać 10 min we wrzeniu, ochłodzić, po 10 min dodać 2 g jodku potasu OD i odmiareczkować nadmiar wersenianu disodowego (0,05 mol/l) RM roztworem azotanu bizmutu(III) (0,05 mol/l) RM do żółtego zabarwienia.

1 ml roztworu wersenianu disodowego (0,05 mol/l) RM odpowiada 23,72 mg dwunastowodnego siarczanu glinowo-potasowego ($KAl(SO_4)_2, 12H_2O$).

Przechowywanie. W zamkniętych naczyniach.

Działanie i/lub zastosowanie. Ściągające.

Dawki zwykle stosowane	**Jednorazowa**	**Dobowa**
Zewnętrznie (na śluzówkę)	0,25% – 1,0%	
(na skórę)	1,0% – 10,0%	
(krople do oczu)	1,0% – 2,0%	

ALUMINII SULFAS
GLINU SIARCZAN

Aluminium sulphate, Aluminium (sulfate d')
Nazwa chemiczna: Siarczan(VI) glinu – woda (1/18)

$Al_2(SO_4)_3, 18H_2O$ m.cz. 666,41

Zawartość osiemnastowodnego siarczanu glinu w substancji nie powinna być mniejsza niż 98,0% i większa niż 106,0%.

Postać i właściwości. Białe lub prawie białe, krystaliczne kawałki.

Rozpuszczalność. Substancja łatwo rozpuszcza się w wodzie, praktycznie nie rozpuszcza się w etanolu (760 g/l) OD.

pH roztworu substancji o stężeniu 50 mg/ml od 2,9 do 3,5 (str. 58^I).

Tożsamość

1. Rozpuścić 0,25 g substancji w 5 ml wody; roztwór wykazuje reakcje na glin (str. 36^{II}).
2. Substancja wykazuje reakcje na siarczany (str. 37^{II}).

Czystość

1. Rozpuścić 0,5 g substancji w wodzie i uzupełnić do 10 ml; zmętnienie roztworu nie powinno być intensywniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego III (str. 60^{II}); roztwór powinien być bezbarwny (metoda II) (str. 61^I).
2. Rozpuścić 1,0 g substancji w 3 ml wody, dodać 4 ml roztworu wodorotlenku sodu (244 g/l) OD i ogrzać; nie powinien wydzielić się zapach amoniaku (sole amonowe).
3. Rozpuścić 1,0 g substancji w 150 ml wody, ogrzać do wrzenia, zalkalizować wodorotlenkiem amonowym (96 g/l) OD, dodając uprzednio 0,2 ml roztworu czerwieni metylowej OD, gorący roztwór przesączyć, odrzucić 20 ml, a 75 ml przesączu odparować i wyprażyć; pozostałość nie powinna być większa niż 0,8% (wapniowce, potasowce).
4. Chlorków nie więcej niż 0,02%; do wykonania próby użyć 50 mg substancji (str. 41^I).
5. Metali ciężkich, w przeliczeniu na ołów, nie więcej niż 10 µg/g; do wykonania próby metodą I użyć 1,0 g substancji (str. 42^{II}).
6. Arsenu nie więcej niż 5 µg/g; do wykonania próby użyć 2,0 g substancji (str. 40^I).
7. Żelaza nie więcej niż 0,015%; do wykonania próby użyć 33 mg substancji (str. 42^{II}).

Zawartość

Odważyć dokładnie ok. 0,2 g substancji, dodać 10 ml wody, 1 ml kwasu solnego (105 g/l) OD i ogrzać do wrzenia. Ochłodzić, dodać 25,0 ml roztworu wersenianu disodowego (0,05 mol/l) RM, 2 g wodoroftalanu potasu OD, 30 ml etanolu (760 g/l) OD i zmieszać. Dodać 3 ml etanolowego roztworu ditizonu (0,25 mg/ml) OD i nadmiar wersenianu disodowego miareczkować roztworem siarczanu cynku (0,05 mol/l) RM do zmiany zabarwienia na fioletowe. Wykonać ślepą próbę.

1 ml roztworu wersenianu disodowego (0,05 mol/l) RM odpowiada 16,66 mg osiemnastowodnego siarczanu glinu ($Al_2(SO_4)_3, 18H_2O$).

Przechowywanie. W zamkniętych opakowaniach.

Działanie i/lub zastosowanie. Ściągające; do preparatów farmacetycznych.

Dawki zwykle stosowane	**Jednorazowa**	**Dobowa**
Zewnętrznie (roztwór do przemywań)	4,0% – 5,0%	

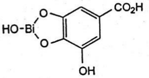
Uwaga !

W przypadku braku ditizonu odważyć dokładnie ok. 0,2 g substancji i oznaczenie zawartości wykonać, jak podano w monografii *Aluminii Kalii sulfas*.

AKADEMIA MEDYCZNA
ZAKŁAD CHEMII LEKÓW

BISMUTHI SUBGALLAS [*]
BIZMUTU GALUSAN ZASADOWY

Bismuth subgallate, Bismuth (sous – gallate de)



$C_7H_5BiO_6$ m.cz. 394,1

Zawartość bizmutu (Bi – m.at. 209,0), w przeliczeniu na wysuszoną substancję, nie powinna być mniejsza niż 48,0% i większa niż 51,0%.

Postać i właściwości. Żółty proszek.

Rozpuszczalność. Substancja rozpuszcza się w kwasach nieorganicznych z rozkładem i roztworach wodorotlenków alkalicznych dając czerwonobrunatny roztwór, praktycznie nie rozpuszcza się w wodzie i etanolu (760 g/l) OD.

Tożsamość

1. Do 5 ml roztworu wodnego, zawierającego 0,1 g substancji, dodać 0,1 ml kwasu fosforowego (1,44 kg/l) OD, ogrzać do wrzenia i utrzymywać 2 min we wrzeniu, oziębić i przesączyć. Do przesączu dodać 1,5 ml roztworu chlorku żelaza(III) (100 g/l) OD; powstaje ciemnoniebieskie zabarwienie.

2. Substancja wykazuje reakcję (2) na bizmut (str. 36^{I}).

Czystość

1. Rozpuścić 1,0 g substancji w 20 ml wody, wytrząsać 1 min i przesączyć. Do przesączu dodać 0,1 ml roztworu czerwieni metylowej OD. Po dodaniu 0,15 ml roztworu wodorotlenku sodu (0,1 mol/l) RM powinna nastąpić zmiana zabarwienia na żółte (kwasowość).

2. Chlorków nie więcej niż 0,02%; do wykonania próby użyć 50 mg substancji (str. 36^{I}).

3. Rozpuścić 1,0 g substancji w 25 ml wody, dodać 25 ml mieszaniny (2:9) kwasu siarkowego (107 g/l) OD z wodą, ogrzewać 1 min w łaźni wodnej o temp. 50°C i przesączyć. Do 10 ml przesączu dodać 30 ml kwasu siarkowego (107 g/l) OD; brunatnożółte zabarwienie roztworu nie powinno być intensywniejsze niż 10 ml roztworu porównawczego (azotany).

Roztwór podstawowy azotanu potasu (0,01% NO_3^-): rozcieńczyć 1 ml roztworu azotanu potasu (1,63 g/l) OD do 10 ml wodą.

Roztwór porównawczy: rozpuścić 0,4 g kwasu galusowego OD w 20 ml roztworu podstawowego azotanu potasu i 30 ml mieszaniny (2:9) kwasu siarkowego (107 g/l) OD z wodą i przesączyć.

4. Miedzi nie więcej niż 50 μg/g. Oznaczenie wykonać metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej (metoda krzywej wzorcowej) (str. 97^{II})

Roztwory

a) odważyć dokładnie ok. 1 g substancji, dodać 10 ml wody, wytrząsnąć, dodać 4,5 ml wodorotlenku amonowego (227 g/l) OD, wytrząsnąć, oziębić i uzupełnić wodą do 20,0 ml (roztwór A)

b) roztwór porównawczy siarczanu miedzi(II) ($CuSO_4$, $5H_2O$) (10 μg Cu/ml) w kwasie azotowym (370 g/l) OD (roztwór B).

Wykonać pomiar absorbancji przy 324,7 nm, używając lampy z katodą wnękową jako źródła promieniowania i atomizera płomieniowego: powietrze-acetylen.

5. Srebra nie więcej niż 25 μg/g. Oznaczenie wykonać metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej (metoda krzywej wzorcowej) (str. 97^{II}).

Roztwory

a) odważyć dokładnie ok. 1 g substancji, dodać 10 ml wody, wytrząsnąć, dodać 4,5 ml wodorotlenku amonowego (227 g/l) OD, wytrząsnąć, oziębić i uzupełnić wodą do 20,0 ml (roztwór A)

b) roztwór porównawczy azotanu srebra ($AgNO_3$) (5 μg Ag/ml) w kwasie azotowym (370 g/l) OD (roztwór B).

Wykonać pomiar absorbancji przy 328,1 nm, używając lampy z katodą wnękową jako źródła promieniowania i atomizera płomieniowego: powietrze-acetylen.

6. Ołowiu nie więcej niż 20 μg/g. Oznaczenie wykonać metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej (metoda dodawania wzorca) (str. 97^{II}).

Roztwory

a) odważyć dokładnie ok. 1 g substancji, dodać 10 ml wody, wytrząsnąć, dodać 4,5 ml wodorotlenku amonowego (227 g/l) OD, wytrząsnąć, oziębić i uzupełnić wodą do 20,0 ml (roztwór A)

b) roztwór porównawczy azotanu ołowiu(II) ($Pb(NO_3)_2$) (10 μg Pb/ml) w kwasie azotowym (370 g/l) OD (roztwór B).

Wykonać pomiar absorbancji przy 283,3 nm lub 217,0 nm, używając lampy z katodą wnękową jako źródła promieniowania i atomizera płomieniowego: powietrze-acetylen.

7. Substancji nie rozpuszczających się w wodorotlenku amonowym nie więcej niż 1,0%. Spalić 2,0 g substancji w porcelanowej lub kwarcowej parownicy. Pozostałość zwilżyć 2 ml kwasu azotowego (127 g/l) OD, odparować na łaźni wodnej i wyprażyć w temp. 600°C, ochłodzić, rozpuścić w 5 ml kwasu azotowego (127 g/l) OD i uzupełnić wodą do 20,0 ml. Do 10 ml roztworu dodać wodorotlenku amonowego (227 g/l) OD do odczynu zasadowego (papierek uniwersalny), przesączyć i przemyć sączek wodą. Przesącz odparować na łaźni wodnej, dodać 0,3 ml kwasu siarkowego (107 g/l) OD, spalić i wyprażyć w temp. 600°C. Pozostałość nie większa niż 10 mg.

8. Strata masy po suszeniu 3 h nie powinna być większa niż 7,0% (str. 63^{II}).

Zawartość

Odważyć dokładnie ok. 0,3 g substancji, rozpuścić w 5 ml kwasu azotowego (105 g/l) OD z 5 ml wody, ogrzewać 2 min, dodać 0,1 g chloranu potasu OD i ponownie ogrzewać 1 min. Dodać 10 ml wody, ogrzewając aż roztwór stanie się przezroczysty, dodać 200 ml wody, 0,2 ml roztworu oranżu ksylenolowego (5 g/l) OD i miareczkować roztworem wersenianu disodowego (0,1 mol/l) RM do zmiany zabarwienia czerwonego na żółte.

1 ml roztworu wersenianu disodowego (0,1 mol/l) RM odpowiada 20,90 mg bizmutu (Bi).

Przechowywanie. W zamkniętych opakowaniach, chronić od światła.

Działanie i/lub zastosowanie. Odkażające, ściągające.

Dawki zwykle stosowane	**Jednorazowa**	**Dobowa**
Doodbytniczo	0,2 – 0,4	0,4 – 0,8
Zewnętrznie (zasypka)	25,0%	
(maść)	20,0%	

---

[*] Monografia z FP V poddana procesowi nowelizacji.

BISMUTHI SUBGALLAS

Zawartość wg FP V

Odważyć dokładnie ok. 0,25 g substancji, dodać 3 ml kwasu azotowego (904 g/l) OD, 3 ml wody, utrzymywać we wrzeniu 2 min, dodać 0,25 g chloranu potasu OD, 10 ml wody i ponownie utrzymywać we wrzeniu 10 min, ochłodzić, dodać 250 ml wody, 0,2 ml oranżu ksylenolowego OD i miareczkować roztworem werseniano disodowego (0,05 mol/l) RM do zmiany zabarwienia czerwonego na żółte (podczas oznaczania nie powinien powstawać osad).

1 ml roztworu wersenianu disodowego (0,05 mol/l) RM odpowiada 11,65 mg tlenku bizmutu(III) (Bi_2O_3).

AKADEMIA MEDYCZNA
ZAKŁAD CHEMII LEKÓW

ZINCI CHLORIDUM
CYNKU CHLOREK

Zinc chloride, Zinc (chlorure de)
Nazwa chemiczna: Chlorek cynku

$ZnCl_2$ m.cz. 136,29

Zawartość chlorku cynku w substancji nie powinna być mniejsza niż 97,0% i większa niż 100,5%.

Postać i właściwości. Biały, krystaliczny proszek lub nieprzezroczyste, białe laseczki, higroskopijny, rozpływa się na powietrzu.

Rozpuszczalność. Substancja bardzo łatwo rozpuszcza się w wodzie, łatwo rozpuszcza się w etanolu (760 g/l) OD i eterze etylowym OD.

pH roztworu substancji o stężeniu 0,1 g/ml od 4,6 do 6,0 (str. 58^{I}).

Tożsamość

1. Rozpuścić 15 mg substancji w 2 ml wody, dodawać, kroplami, wodorotlenku amonowego (96 g/l) OD do rozpuszczenia powstającego osadu i dodać 0,25 ml roztworu siarczku sodu OD; powstaje biały osad, rozpuszczalny w kwasie solnym (105 g/l) OD, nierozpuszczalny w kwasie octowym (311 g/l) OD.

2. Do 0,5 ml roztworu („Czystość", p. 1) dodać 5 ml wody, 0,25 ml roztworu siarczanu miedzi(II) (10 g/l) OD i 0,5 ml roztworu tetratiocyjanianortęcianu(II) amonowego OD; powstaje fioletowy, krystaliczny osad.

3. Substancja wykazuje reakcję (1) na chlorki (str. 36^{I}).

Czystość

1. Rozpuścić 1,0 g substancji w wodzie, dodać 0,5 ml kwasu solnego (41 g/l) OD i uzupełnić wodą do 20 ml

a) roztwór powinien być przezroczysty (str. 60^{II}) i bezbarwny (metoda II) (str. 61^{I})

b) siarczanów nie więcej niż 0,02%; do wykonania próby użyć 5 ml roztworu (str. 41^{II})

c) do 5 ml roztworu dodać 5 ml wodorotlenku amonowego (96 g/l) OD; roztwór powinien pozostać przezroczysty i bezbarwny (związki glinu, miedzi i żelaza). Następnie dodać 5 ml roztworu wodorofosforanu sodu (100 g/l) OD; roztwór powinien pozostać przezroczysty (związki magnezu i wapnia).

2. Odważyć dokładnie ok. 1 g substancji, rozpuścić w 50 ml wody, dodać 0,2 ml roztworu oranżu metylowego OD i miareczkować kwasem solnym (0,1 mol/l) RM; nie powinno zużyć się więcej niż 3,5 ml roztworu mianowanego (tlenochlorek).

3. Substancja nie powinna zawierać soli amonowych; do wykonania próby metodą I użyć 1,0 g substancji rozpuszczonej w 5 ml wody (str. 37^{II}).

4. Metali ciężkich, w przeliczeniu na ołów, nie więcej niż 20 µg/g; do wykonania próby metodą I użyć 0,5 g substancji (str. 42^{II}).

Zawartość

Odważyć dokładnie ok. 0,15 g substancji, rozpuścić w 0,5 ml kwasu solnego (41 g/l) OD, dodać 40 ml wody, 10 ml roztworu buforu amonowego OD, 0,1 g mieszaniny czerni eriochromowej T z chlorkiem sodu OD i miareczkować roztworem wersenianu disodowego (0,05 mol/l) RM do zmiany fioletowego zabarwienia na niebieskie.

1 ml roztworu wersenianu disodowego (0,05 mol/l) RM odpowiada 6,82 mg chlorku cynku ($ZnCl_2$).

Przechowywanie. W małych, szczelnie zamkniętych i zaparafinowanych opakowaniach.

Działanie i/lub zastosowanie. Ściągające, przyżegające.

Dawki zwykle stosowane	**Jednorazowa**	**Dobowa**
Zewnętrznie (na śluzówkę)	0,02% – 1,0%	
(na skórę)	5,0% –10,0%	

AKADEMIA MEDYCZNA
ZAKŁAD CHEMII LEKÓW

ZINCI OXIDUM
CYNKU TLENEK

Zinc oxid, Zinc (oxyde de)
Nazwa chemiczna: Tlenek cynku

ZnO m.cz. 81,38

Zawartość tlenku cynku, w przeliczeniu na wyprażoną substancję, nie powinna być mniejsza niż 99,0% i większa niż 100,5%.

Postać i właściwości. Biały lub prawie biały, bezpostaciowy proszek.

Rozpuszczalność. Substancja praktycznie nie rozpuszcza się w etanolu (760 g/l) OD ani w wodzie.

pH przesączu od 6,0 do 8,0 (1,0 g substancji w 100 ml wody utrzymywać we wrzeniu 1 min, przesączyć i ochłodzić) (str. 58^{I}).

Tożsamość

1. Substancja żółknie po silnym ogrzaniu, bieleje po ochłodzeniu.

2. Rozpuścić 0,1 g substancji w 3 ml kwasu solnego (105 g/l) OD i dodawać, kroplami, roztworu wodorotlenku sodu (175 g/l) OD do rozpuszczenia się początkowo powstającego osadu. Dodać 0,25 ml roztworu siarczku sodu OD; powstaje biały osad nierozpuszczalny w kwasie octowym (311 g/l) OD, rozpuszczalny w kwasie solnym (105 g/l) OD.

3. Do 0,25 ml roztworu („Czystość" p. 1) dodać 5 ml wody, 0,25 ml roztworu siarczanu miedzi(II) (10 g/l) OD i 0,5 ml roztworu tetratiocyjanianortęcianu(II) amonowego OD; powstaje fioletowy, krystaliczny osad.

Czystość

1. Do 1,0 g substancji dodać 10 ml wody, 10 ml kwasu octowego (311 g/l) OD i ogrzewać na łaźni wodnej do rozpuszczenia; nie powinny wydzielać się pęcherzyki gazu (węglany), a roztwór powinien być przezroczysty (str. 60^{II}) i bezbarwny (metoda II) (str. 61^{I}).

2. Do 10 ml roztworu ("Czystość" p. 1) dodać wodorotlenku amonowego (96 g/l) OD do odczynu zasadowego (papierek lakmusowy); roztwór powinien pozostać przezroczysty i bezbarwny (związki glinu, miedzi i żelaza). Następnie dodać 5 ml wodorotlenku amonowego (96 g/l) OD i 5 ml roztworu wodorofosforanu sodu (100 g/l) OD; roztwór powinien pozostać przezroczysty (związki magnezu i wapnia).

3. Wytrząsnąć 0,5 g substancji z 20 ml wody i przesączyć

a) chlorków nie więcej niż 0,02%; do wykonania próby użyć 2 ml przesączu (str. 41^{I})

b) siarczanów nie więcej niż 0,05%; do wykonania próby użyć 4 ml przesączu (str. 41^{II})

c) żelaza nie więcej niż 0,01%; do wykonania próby użyć 2 ml przesączu i uzupełnić do 8,0 ml wodą (jeżeli roztwór wykazuje odczyn zasadowy lub obojętny, należy przed wykonaniem próby dodać kwasu solnego (105 g/l) OD do odczynu słabo kwasowego (papierek uniwersalny)). Dodać 2 ml roztworu kwasu cytrynowego (200 g/l) OD, 1 ml kwasu tioglikolowego OD, wodorotlenku amonowego (227 g/l) OD do odczynu zasadowego (papierek uniwersalny), wody do 20 ml i zmieszać (str. 42^{II}).

4. Do 2,0 g substancji dodać 20 ml wody, wytrząsnąć, dodać 5 ml kwasu octowego (1,02 kg/l) OD, ogrzewać na łaźni wodnej do rozpuszczenia i dodać 0,25 ml roztworu chromianu potasu (100 g/l) OD; nie powinno powstać zmętnienie ani osad (związki ołowiu).

5. Arsenu nie więcej niż 10 μg/g; do wykonania próby użyć 0,1 g substancji (str. 40^{I}).

6. Strata masy po wyprażeniu w temp. 500°C nie większa niż 1,0% (str. 63^{II}).

Zawartość

Odważyć dokładnie ok. 0,1 g substancji, rozpuścić w 1 ml kwasu solnego (105 g/l) OD, dodać 40 ml wody, 10 ml buforowego roztworu amonowego OD, 0,1 g mieszaniny czerni eriochromowej T z chlorkiem sodu OD i miareczkować roztworem wersenianu disodowego (0,05 mol/l) RM do zmiany fioletowego zabarwienia na niebieskie.

1 ml roztworu wersenianu disodowego (0,05 mol/l) RM odpowiada 4,07 mg tlenku cynku (ZnO).

Przechowywanie. W zamkniętych opakowaniach.

Działanie i/lub zastosowanie. Ściągające; do preparatów farmaceutycznych.

Dawki zwykle stosowane	**Jednorazowa**	**Dobowa**
Zewnętrznie (maść i pasta)	15,0%–25,0%	

AKADEMIA MEDYCZNA

ZAKŁAD CHEMII LEKÓW

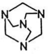
METHENAMINUM*

METENAMINA

Methenamine

Syn.: Heksametylenotetramina, Urotropina

Nazwa chemiczna: 1,3,5,7-Tetraazatricyklo[3.3.1.1^{3,7}]dekan



$C_6H_{12}N_4$ m.cz. 140,19

Zawartość metenaminy, w przeliczeniu na wysuszoną substancję, nie powinna być mniejsza niż 99,0% i większa niż 100,5%.

Postać i właściwości. Bezbarwne kryształy lub biały, krystaliczny proszek bez zapachu lub o słabym, charakterystycznym zapachu.

Rozpuszczalność. Substancja łatwo rozpuszcza się w wodzie, rozpuszcza się w etanolu (760 g/l) OD i chlorku metylenu OD.

Widmo absorpcyjne

Widmo absorpcyjne w podczerwieni wykazuje maksima tylko przy tych długościach fali, przy których maksima wykazuje widmo porównawcze, a względne intensywności odpowiednich pasm w obu widmach są do siebie zbliżone. Substancję do badania przygotować techniką II (str. 93^{II}).

Tożsamość

1. Do 0,1 g substancji dodać 2 ml kwasu siarkowego (178 g/l) OD i ogrzać; wydziela się zapach formaldehydu. Następnie dodać 3 ml roztworu wodorotlenku sodu (175 g/l) OD i ponownie ogrzać; wydziela się zapach amoniaku.

2. Rozpuścić ok. 0,1 g substancji w 1 ml wody, dodać 1 ml kwasu siarkowego (1,762 kg/l) OD, doprowadzić do wrzenia i ochłodzić. Do 1 ml roztworu dodać 4 ml wody, 5 ml roztworu acetyloacetonu OD i ogrzewać 5 min na łaźni wodnej; roztwór zabarwia się żółto.

Czystość

1. Roztwór 0,5 g substancji w 5 ml wody powinien być przezroczysty (str. 60^{II}) i bezbarwny (metoda II) (str. 61^{I}).

2. Rozpuścić ok. 0,5 g substancji w 5 ml wody pozbawionej dwutlenku węgla, dodać 0,1 ml fenoloftaleiny OD; roztwór powinien zmienić zabarwienie po dodaniu nie więcej niż 0,2 ml kwasu solnego (0,1 mol/l) RM lub roztworu wodorotlenku sodu (0,1 mol/l) RM (kwasowość lub zasadowość).

3. Wolny formaldehyd. Rozpuścić ok. 0,8 g substancji w 8 ml wody, dodać 2 ml amoniakalnego roztworu azotanu srebra OD. Po 5 min szare zabarwienie mieszaniny nie powinno być intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego wykonanego jednocześnie w następujący sposób:

Roztwór wzorcowy (5 µg CH_2O/g): uzupełnić wodą 1 ml roztworu zawierającego 3 g roztworu formaldehydu (400 g/l) OD w 1000,0 ml wody do 200,0 ml.

Roztwór porównawczy: dodać do 8 ml roztworu wzorcowego (5 µg CH_2O/g) 2 ml amonowego roztworu azotanu srebra OD.

4. Jonów amonowych nie więcej niż 50 µg/g; do wykonania próby metodą II użyć 0,2 g substancji (str. 42^{I}).

5. Chlorków nie więcej niż 0,01%; do wykonania próby użyć 0,1 g substancji (str. 41^{I}).

6. Siarczanów nie więcej niż 0,01%; do wykonania próby użyć 0,5 g substancji (str. 41^{II}).

7. Metali ciężkich, w przeliczeniu na ołów, nie więcej niż 20 µg/g; do wykonania próby metodą I użyć 0,5 g substancji (str. 42^{II}).

8. Strata masy po suszeniu 4 h nad pięciotlenkiem fosforu OD, w temp. pokojowej, nie większa niż 2,0% (str. 63^{II}).

Zawartość

Odważyć dokładnie ok. 0,1 g substancji, rozpuścić w 30 ml metanolu OD i miareczkować potencjometrycznie kwasem nadchlorowym (0,1 mol/l) RM (str. 90^{I}).

1 ml kwasu nadchlorowego (0,1 mol/l) RM odpowiada 14,02 mg metenaminy ($C_6H_{12}N_4$).

Przechowywanie. W zamkniętych opakowaniach, chronić od światła.

Należy do wykazu B.

Działanie i/lub zastosowanie. Przeciwbakteryjne; tylko w zakażeniach dróg moczowych.

Dawki zwykle stosowane	**Jednorazowa**	**Dobowa**
Doustnie	0,3 – 1,0	1,5 – 3,0
Dawki maksymalne		
Doustnie	1,0	4,0

Zastosowanie. Doustnie w profilaktyce nawracających zakażeń dróg moczowych. Miejscowo w nadmiernej potliwości stóp i rąk – zmniejsza wydzielanie potu i hamuje jego rozkład przez bakterie.

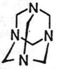
Preparaty gotowe: *Mandelamine* (migdalan metenaminy), *Urosal* (metenamina i salicylan fenylu), *Pedipur* (puder płynny z urotropiną).

---

* Monografia z FP V poddana procesowi nowelizacji.

METHENAMINUM
METENAMINA

Nazwa chemiczna: 1,3,5,7-Tetraazatricyklo[3.3.1.1^{3,7}]dekan
Syn.: Mandehexan; Urotropina



$C_6H_{12}N_4$ m.cz. 140,19

Zawartość metenaminy, w przeliczeniu na bezwodną substancję, powinna być nie mniejsza niż 99,0% i nie większa niż 100,5%.

Postać i właściwości. Bezbarwne kryształy lub biały, krystaliczny proszek bez zapachu lub o słabym charakterystycznym zapachu.

Zawartość

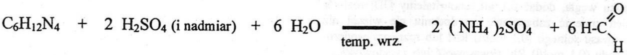
Odważyć dokładnie ok. 0,25 g substancji, rozpuścić w 25 ml wody, dodać 25,0 ml kwasu siarkowego (0,25 mol/l) RM oraz kilka kulek szklanych i utrzymywać we wrzeniu na małym płomieniu tak, aby po upływie 25 min pozostało ok. 15 ml. Następnie dodawać, kilkakrotnie, po 25 ml wody i utrzymywać we wrzeniu do zaniku zapachu formaldehydu. W końcu dodać jeszcze 25 ml wody i ponownie odparować, utrzymując we wrzeniu, do uzyskania 15 ml. Po ochłodzeniu roztwór rozcieńczyć 25 ml wody, dodać 0,2 ml roztworu czerwieni metylowej OD i nadmiar kwasu siarkowego odmiareczkować roztworem wodorotlenku potasu (0,5 mol/l) RM do zmiany zabarwienia. Wykonać ślepą próbę.

1 ml kwasu siarkowego (0,25 mol/l) RM odpowiada 17,52 mg metenaminy ($C_6H_{12}N_4$).

Przechowywanie. W zamkniętych naczyniach, chronić od światła.

Działanie lub zastosowanie. Przeciwbakteryjne; w zakażeniach dróg moczowych.

Dawki zwykle stosowane	**Jednorazowa**	**Dobowa**
Doustnie	0,3—1,0	1,5—3,0
Dawki maksymalne		
Doustnie	1,0	4,0



$$C_6H_{12}N_4 + 2\ H_2SO_4\ (\text{i nadmiar}) + 6\ H_2O \xrightarrow[\text{temp. wrz.}]{} 2\ (NH_4)_2SO_4 + 6\ H\text{-}C(=O)H$$

Nadmiar kwasu odmiareczkowuje się wodorotlenkiem potasu wobec czerwieni metylowej. Wykonanie próby ślepej kompensuje ewentualny błąd oznaczenia, wynikający z reakcji mianowanego kwasu ze składnikami szkła podczas długotrwałego ogrzewania.

01/2013:0395

HYDROGENII PEROXIDUM 3 PER CENTUM

Wodoru nadtlenek 3%

Hydrogen peroxide solution (3 per cent); Hydrogène (peroxyde d'), solution de, à 3 pour cent

DEFINICJA

Zawartość: od 2,5% *(m/m)* do 3,5% *(m/m)* H_2O_2 (m.cz. 34,01).

1 objętość nadtlenku wodoru 3% odpowiada ok. 10-krotnej objętości tlenu.

Może być dodany odpowiedni stabilizator.

WŁAŚCIWOŚCI

Wygląd: bezbarwna, przezroczysta ciecz.

TOŻSAMOŚĆ

A. Do 2 mL roztworu badanego dodać 0,2 mL *rozcieńczonego kwasu siarkowego OD* i 0,2 mL *roztworu nadmanganianu potasu (0,02 mol/L) RM.* Roztwór staje się bezbarwny lub jasnoróżowy w czasie 2 min.

B. Do 1 mL roztworu badanego dodać 0,1 mL *rozcieńczonego kwasu solnego OD* i 0,1 mL *roztworu jodku potasu OD.* Powstaje brunatne zabarwienie. Mogą tworzyć się czarne cząstki.

C. Roztwór badany spełnia wymagania badania zawartości nadtlenku wodoru (H_2O_2).

BADANIA

Kwasowość. Do 10 mL roztworu badanego dodać 20 mL *wody OD* i 0,25 mL *roztworu czerwieni metylowej OD.* Do zmiany zabarwienia wskaźnika zużywa się nie mniej niż 0,05 mL i nie więcej niż 1,0 mL *roztworu wodorotlenku sodu (0,1 mol/L) RM.*

Stabilizatory organiczne: nie więcej niż 250 µg/g.

Wytrząsnąć 20 mL roztworu badanego 10 mL *chloroformu OD* i następnie 2 porcjami, każda po 5 mL *chloroformu OD.* Odparować połączone warstwy chloroformowe pod obniżonym ciśnieniem w temperaturze nie wyższej niż 25°C i wysuszyć w eksykatorze. Masa pozostałości nie jest większa niż 5 mg.

Nielotna pozostałość: nie więcej niż 2 g/L.

Pozostawić 10 mL roztworu badanego w platynowym naczyniu do zaprzestania wydzielania się gazu. Odparować do sucha na łaźni wodnej i suszyć w temp. 100–105°C. Masa pozostałości nie jest większa niż 20 mg.

ZAWARTOŚĆ

1 mol/L

Uzupełnić 10,0 g roztworu badanego *wodą OD* do 100,0 mL. Do 10,0 mL tego roztworu dodać 20 mL *rozcieńczonego kwasu siarkowego OD.* Miareczkować *roztworem nadmanganianu potasu (0,02 mol/L) RM* do różowego zabarwienia.

1 mL *roztworu nadmanganianu potasu (0,02 mol/L) RM* odpowiada 1,701 mg nadtlenku wodoru (H_2O_2) lub 0,56 mL tlenu.

PRZECHOWYWANIE

Chronić od światła, i jeżeli roztwór nie zawiera stabilizatora, w temperaturze poniżej 15°C.

OZNAKOWANIE

Jeżeli roztwór zawiera stabilizator, na etykiecie podać, że jest „stabilizowany". Organ upoważniony może wymagać, aby nazwa stabilizatora była podana na etykiecie.

UWAGA

Roztwór rozkłada się w kontakcie z utleniającymi się substancjami organicznymi i niektórymi metalami oraz w środowisku zasadowym.

01/2013:0396

HYDROGENII PEROXIDUM 30 PER CENTUM

Wodoru nadtlenek 30%

Hydrogen peroxide solution (30 per cent); Hydrogène (peroxyde d'), solution de, à 30 pour cent

[7722-84-1]

DEFINICJA

Zawartość: od 29,0% *(m/m)* do 31,0% *(m/m)* H_2O_2 (m.cz. 34,01).

1 objętość nadtlenku wodoru 30% odpowiada ok. 110-krotnej objętości tlenu.

Może być dodany odpowiedni stabilizator.

WŁAŚCIWOŚCI

Wygląd: bezbarwna, przezroczysta ciecz.

TOŻSAMOŚĆ

A. Do 1 mL roztworu badanego dodać 0,2 mL *rozcieńczonego kwasu siarkowego OD* i 0,25 mL *roztworu nadmanganianu potasu (0,02 mol/L) RM.* Roztwór staje się bezbarwny i wydziela się gaz.

B. Do 1 mL roztworu badanego dodać 0,1 mL *rozcieńczonego kwasu solnego OD* i 0,1 mL *roztworu jodku potasu OD.* Powstaje brunatne zabarwienie. Mogą tworzyć się czarne cząstki.

C. Roztwór badany spełnia wymagania badania zawartości nadtlenku wodoru (H_2O_2).

BADANIA

Kwasowość. Do 10 mL roztworu badanego dodać 100 mL *wody OD* i 0,25 mL *roztworu czerwieni metylowej OD.* Do zmiany zabarwienia wskaźnika zużywa się nie mniej niż 0,05 mL i nie więcej niż 0,5 mL *roztworu wodorotlenku sodu (0,1 mol/L) RM.*

Stabilizatory organiczne: nie więcej niż 500 µg/g.

Wytrząsnąć 20 mL roztworu badanego 10 mL *chloroformu OD* i następnie 2 porcjami, każda po 5 mL *chloroformu OD.* Odparować połączone warstwy chloroformowe pod obniżonym ciśnieniem w temperaturze nie wyższej niż 25°C i wysuszyć w eksykatorze. Masa pozostałości nie jest większa niż 10 mg.

Nielotna pozostałość: nie więcej niż 2 g/L.

Pozostawić 10 mL roztworu badanego w platynowym naczyniu do zaprzestania wydzielania się gazu, jeżeli to konieczne, chłodząc. Odparować do sucha na łaźni wodnej i suszyć w temp. 100–105°C. Masa pozostałości nie jest większa niż 20 mg.

ZAWARTOŚĆ

Uzupełnić 1,00 g roztworu badanego *wodą OD* do 100,0 mL. Do 10,0 mL tego roztworu dodać 20 mL *rozcieńczonego kwasu siarkowego OD.* Miareczkować *roztworem nadmanganianu potasu (0,02 mol/L) RM* do różowego zabarwienia.

1 mL *roztworu nadmanganianu potasu (0,02 mol/L) RM* odpowiada 1,701 mg nadtlenku wodoru (H_2O_2) lub 0,56 mL tlenu.

PRZECHOWYWANIE

Chronić od światła, i jeżeli roztwór nie zawiera stabilizatora, w temperaturze poniżej 15°C.

OZNAKOWANIE

Jeżeli roztwór zawiera stabilizator, na etykiecie podać, że jest „stabilizowany". Organ upoważniony może wymagać, aby nazwa stabilizatora była podana na etykiecie.

UWAGA

Roztwór rozkłada się gwałtownie w kontakcie z utleniającymi się substancjami organicznymi i niektórymi metalami oraz w środowisku zasadowym.

przepływu ok. 3 mL/min i zebrać eluat. Przemyć zlewkę 10 mL *wody pozbawionej dwutlenku węgla OD*, przenieść ten roztwór na kolumnę i przepuścić przez kolumnę z taką samą szybkością, zanim kolumna przeschnie. Na zakończenie przemyć kolumnę 200 mL *wody pozbawionej dwutlenku węgla OD* (przy całkowicie otwartym zaworze) do uzyskania odczynu obojętnego wobec *niebieskiego papierka lakmusowego OD*. Połączone eluaty i popłuczyny miareczkować *roztworem wodorotlenku sodu (0,1 mol/L) RM*, używając jako wskaźnika 1 mL *roztworu fenoloftaleiny OD*.

1 mL *roztworu wodorotlenku sodu (0,1 mol/L) RM* odpowiada 10,11 mg azotanu potasu (KNO_3).

OZNAKOWANIE

Na etykiecie podać, jeżeli dotyczy, informację, że substancja jest odpowiednia do stosowania w preparatach do oczu.

01/2017:1987

KALII PERCHLORAS

Potasu nadchloran

Potassium perchlorate; Potassium (perchlorate de)

$KClO_4$ m.cz. 138,6
[7778-74-7]

DEFINICJA

Zawartość: od 99,0% do 102,0%.

WŁAŚCIWOŚCI

Wygląd: biały lub prawie biały, krystaliczny proszek lub bezbarwne kryształy.

Rozpuszczalność: substancja dość trudno rozpuszczalna w wodzie, praktycznie nierozpuszczalna w etanolu (96%).

TOŻSAMOŚĆ

A. Rozpuścić 0,1 g substancji badanej w 5 mL *wody OD*. Dodać 5 mL *roztworu indygokarminu OD* i ogrzać do wrzenia. Zabarwienie roztworu nie znika.
B. Chlorany i chlorki (patrz „Badania").
C. Ogrzewać 2 min 10 mg substancji badanej nad płomieniem. Pozostałość rozpuścić w 2 mL *wody OD*. Roztwór wykazuje reakcję (a) na chlorki (*2.3.1*).
D. Rozpuścić, ogrzewając, 50 mg substancji badanej w 5 mL *wody OD*. Pozostawić do ochłodzenia do temperatury pokojowej. Roztwór wykazuje reakcję (a) na potas (*2.3.1*).

BADANIA

Roztwór S. Zawiesić 5,0 g substancji badanej w 90 mL *wody destylowanej OD* i ogrzać do wrzenia. Pozostawić do ochłodzenia. Przesączyć. Uzupełnić przesącz *wodą pozbawioną dwutlenku węgla OD* do 100 mL.

Wygląd roztworu. Roztwór jest przezroczysty (*2.2.1*) i bezbarwny (*2.2.2, metoda II*).

Rozpuścić 0,20 g substancji badanej w *wodzie OD* i uzupełnić takim samym rozpuszczalnikiem do 20 mL.

Kwasowość lub zasadowość. Do 5 mL roztworu S dodać 5 mL *wody OD* i 0,1 mL *roztworu fenoloftaleiny OD*. Do zmiany zabarwienia wskaźnika zużywa się nie więcej niż 0,25 mL *roztworu wodorotlenku sodu (0,01 mol/L) RM*. Do 5 mL roztworu S dodać 5 mL *wody OD* i 0,1 mL *roztworu zieleni bromokrezolowej OD*. Do zmiany zabarwienia wskaźnika zużywa się nie więcej niż 0,25 mL *kwasu solnego (0,01 mol/L) RM*.

Chlorany i chlorki (*2.4.4*): nie więcej niż 100 µg/g (w przeliczeniu na chlorki).

Do 5 mL roztworu S dodać 5 mL *wody OD* i ogrzać do wrzenia. Dodać 1 mL *kwasu azotowego OD* i 0,1 g *azotynu sodu OD*. Pozostawić do ochłodzenia do temperatury pokojowej. Uzupełnić *wodą OD* do 15 mL. Roztwór spełnia wymagania oznaczenia granicznego zanieczyszczenia chlorkami. Przygotować wzorzec używając 5 mL *roztworu wzorcowego chlorków (5 µg Cl/mL) OD* i 10 mL *wody OD*, dodając tylko 1 mL *rozcieńczonego kwasu azotowego OD*.

Siarczany (*2.4.13*): nie więcej niż 100 µg/g; do wykonania badania użyć roztworu S.

Przygotować wzorzec używając mieszaniny 7,5 mL *roztworu wzorcowego siarczanów (10 µg SO_4/mL) OD* i 7,5 mL *wody OD*.

Wapń (*2.4.3*): nie więcej niż 100 µg/g; do wykonania badania użyć roztworu S.

Przygotować wzorzec używając mieszaniny 7,5 mL *roztworu wzorcowego wapnia (10 µg Ca/mL) OD*, 1 mL *rozcieńczonego kwasu octowego OD* i 7,5 mL *wody destylowanej OD*.

ZAWARTOŚĆ

Przygotować kolumnę chromatograficzną o długości 0,3 m i średnicy wewnętrznej 10 mm, wypełnioną 10 g *żywicy jonowymiennej mocno kwasowej OD*, namoczonej *wodą pozbawioną dwutlenku węgla OD*. Utrzymywać 1 cm cieczy powyżej żywicy w trakcie oznaczania. Przepuścić przez kolumnę 100 mL *rozcieńczonego kwasu solnego OD* z szybkością przepływu ok. 5 mL/min. Przemywać kolumnę (przy całkowicie otwartym zaworze) *wodą pozbawioną dwutlenku węgla OD* do odczynu obojętnego eluatu wobec *niebieskiego papierka lakmusowego OD*. Rozpuścić w zlewce 0,100 g substancji badanej w 10 mL *wody pozbawionej dwutlenku węgla OD*, przenieść do zbiornika kolumny i przepuścić roztwór przez kolumnę z szybkością ok. 3 mL/min i zebrać eluaty. Przemyć zlewkę 3 porcjami, każda po 10 mL *wody pozbawionej dwutlenku węgla OD* i przepuścić ten roztwór przez kolumnę z taką samą szybkością, zanim kolumna przeschnie. Na zakończenie przemyć kolumnę 200 mL *wody pozbawionej dwutlenku węgla OD* (przy całkowicie otwartym zaworze), do uzyskania odczynu obojętnego eluatu wobec *niebieskiego papierka lakmusowego OD*. Połączone eluaty i popłuczyny miareczkować *roztworem wodorotlenku sodu (0,1 mol/L) RM*, używając 1 mL *roztworu fenoloftaleiny OD* jako wskaźnika.

1 mL *roztworu wodorotlenku sodu (0,1 mol/L) RM* odpowiada 13,86 mg nadchloranu potasu ($KClO_4$).

01/2008:0121

KALII PERMANGANAS

Potasu nadmanganian

Potassium permanganate; Potassium (permanganate de)

$KMnO_4$ m.cz. 158,0
[7722-64-7]

DEFINICJA

Zawartość: od 99,0% do 100,5%.

WŁAŚCIWOŚCI

Wygląd: ciemnopurpurowy lub brunatnawoczarny granulowany proszek lub ciemnopurpurowe, lub prawie czarne kryształy, zwykle o metalicznym połysku.

Rozpuszczalność: substancja rozpuszczalna w zimnej wodzie, łatwo rozpuszczalna we wrzącej wodzie.

Substancja rozkłada się w zetknięciu z pewnymi substancjami organicznymi.

TOŻSAMOŚĆ

A. Rozpuścić ok. 50 mg substancji badanej w 5 mL *wody OD* i dodać 1 mL *etanolu (96%) OD*, i 0,3 mL *rozcieńczonego roztworu wodorotlenku sodu OD*. Powstaje zielone zabarwienie. Ogrzać do wrzenia. Wytrąca się ciemnobrunatny osad.

B. Przesączyć mieszaninę otrzymaną w badaniu A tożsamości. Przesącz wykazuje reakcję (b) na potas (*2.3.1*).

BADANIA

Roztwór S. Rozpuścić 0,75 g substancji badanej w 25 mL *wody destylowanej OD*, dodać 3 mL *etanolu (96%) OD* i utrzymywać 2–3 min we wrzeniu. Ochłodzić, uzupełnić *wodą destylowaną OD* do 30 mL i przesączyć.

Wygląd roztworu. Roztwór S jest bezbarwny (*2.2.2, metoda II*).

Substancje nierozpuszczalne w wodzie: nie więcej niż 1,0%.

Rozpuścić 0,5 g substancji badanej w 50 mL *wody OD* i ogrzać do wrzenia. Przesączyć przez wytarowany filtr ze szkła spiekanego (16) (*2.1.2*). Przemywać *wodą OD* do uzyskania bezbarwnego przesączu i zebrać pozostałość na filtrze. Masa pozostałości wysuszona w suszarce w temp. 100–105°C nie jest większa niż 5 mg.

Chlorki (*2.4.4*): nie więcej niż 200 µg/g.

Uzupełnić 10 mL roztworu S *wodą OD* do 15 mL.

Siarczany (*2.4.13*): nie więcej niż 500 µg/g.

Uzupełnić 12 mL roztworu S *wodą destylowaną OD* do 15 mL.

ZAWARTOŚĆ

Rozpuścić 0,300 g substancji badanej w *wodzie OD* i uzupełnić takim samym rozpuszczalnikiem do 100,0 mL. Do 20,0 mL roztworu dodać 20 mL *wody OD*, 1 g *jodku potasu OD* i 10 mL *rozcieńczonego kwasu solnego OD*. Miareczkować uwolniony jod *roztworem tiosiarczanu sodu (0,1 mol/L) RM*, używając 1 mL *roztworu skrobi OD* jako wskaźnika.

2Mol|L

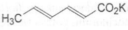
1 mL *roztworu tiosiarczanu sodu (0,1 mol/L) RM* odpowiada 3,160 mg nadmanganianu potasu ($KMnO_4$).

01/2017:0618

KALII SORBAS

Potasu sorbinian

Potassium sorbate; Potassium (sorbate de)



$C_6H_7KO_2$ m.cz. 150,2

[590-00-1]

DEFINICJA

Potasu (*E,E*)-heksa-2,4-dienian.

Zawartość: od 99,0% do 101,0% (w przeliczeniu na wysuszoną substancję).

WŁAŚCIWOŚCI

Wygląd: biały lub prawie biały proszek lub granulki.

Rozpuszczalność: substancja bardzo łatwo rozpuszczalna w wodzie, trudno rozpuszczalna w etanolu (96%).

TOŻSAMOŚĆ

Tożsamość pierwsza: B, D.

Tożsamość druga: A, C, D.

A. Absorpcyjna spektrofotometria w nadfiolecie i świetle widzialnym (*2.2.25*).

Roztwór badany. Rozpuścić 50,0 mg substancji badanej w *wodzie OD* i uzupełnić takim samym rozpuszczalnikiem do 250,0 mL. Uzupełnić 2,0 mL tego roztworu *kwasem solnym (0,1 mol/L) RM* do 200,0 mL.

Zakres widma: 230–350 nm.

Maksimum absorpcji: przy 264 nm.

Absorbancja właściwa w maksimum absorpcji: od 1650 do 1900.

B. Absorpcyjna spektrofotometria w podczerwieni (*2.2.24*).

Porównanie: sorbinian potasu CSP.

C. Rozpuścić 1,0 g substancji badanej w 50 mL *wody OD*, dodać 10 mL *rozcieńczonego kwasu solnego OD* i wytrząsnąć. Przesączyć krystaliczny osad, przemyć *wodą OD* i suszyć 4 h w próżni nad *kwasem siarkowym OD*. Otrzymana pozostałość topi się (*2.2.14*) w temperaturze od 132°C do 136°C.

D. Rozpuścić 0,2 g substancji badanej w 2 mL *wody OD* i dodać 2 mL *rozcieńczonego kwasu octowego OD*. Przesączyć. Roztwór wykazuje reakcję (b) na potas (*2.3.1*).

BADANIA

Roztwór S. Rozpuścić 2,5 g substancji badanej w *wodzie pozbawionej dwutlenku węgla OD* i uzupełnić takim samym rozpuszczalnikiem do 50 mL.

Wygląd roztworu. Roztwór S jest przezroczysty (*2.2.1*), a jego zabarwienie nie jest intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego $Ż_5$ (*2.2.2, metoda II*).

Kwasowość lub zasadowość. Do 20 mL roztworu S dodać 0,1 mL *roztworu fenoloftaleiny OD*. Do zmiany zabarwienia wskaźnika zużywa się nie więcej niż 0,25 mL *roztworu wodorotlenku sodu (0,1 mol/L) RM* lub *kwasu solnego (0,1 mol/L) RM*.

Aldehydy: nie więcej niż 0,15%, w przeliczeniu na aldehyd octowy (C_2H_4O).

Rozpuścić 1,0 g substancji badanej w mieszaninie 30 mL *wody OD* i 50 mL *2-propanolu OD*, doprowadzić *kwasem solnym (1 mol/L) RM* do pH 4 i uzupełnić *wodą OD* do 100 mL. Do 10 mL roztworu dodać 1 mL *odbarwionego roztworu fuksyny OD* i pozostawić 30 min. Zabarwienie roztworu nie jest intensywniejsze niż zabarwienie wzorca przygotowanego w tym samym czasie, przez dodanie 1 mL *odbarwionego roztworu fuksyny OD* do mieszaniny 1,5 mL *roztworu wzorcowego acetaldehydu (100 µg C_2H_4O/mL) OD*, 4 mL *2-propanolu OD* i 4,5 mL *wody OD*.

Strata masy po suszeniu (*2.2.32*): nie więcej niż 1,0%; po suszeniu 1,000 g substancji badanej 3 h w suszarce w temp. 105°C.

ZAWARTOŚĆ

Rozpuścić 0,120 g substancji badanej w 20 mL *bezwodnego kwasu octowego OD*. Miareczkować *kwasem nadchlorowym (0,1 mol/L) RM*, używając 0,1 mL *roztworu fioletu krystalicznego OD* jako wskaźnika, do zmiany zabarwienia z fioletowego na niebieskawozielone.

1 mL *kwasu nadchlorowego (0,1 mol/L) RM* odpowiada 15,02 mg sorbinianu potasu ($C_6H_7KO_2$).

PRZECHOWYWANIE

Chronić od światła.

01/2017:1622

KALII SULFAS

Potasu siarczan

Potassium sulfate; Potassium (sulfate de)

K_2SO_4 m.cz. 174,3

[7778-80-5]

DEFINICJA

Zawartość: od 98,5% do 101,0% K_2SO_4 (w przeliczeniu na wysuszoną substancję).

WŁAŚCIWOŚCI

Wygląd: biały lub prawie biały, krystaliczny proszek lub bezbarwne kryształy.

Rozpuszczalność: substancja rozpuszczalna w wodzie, praktycznie nierozpuszczalna w etanolu (96%).

TOŻSAMOŚĆ

A. Substancja badana wykazuje reakcje na siarczany (*2.3.1*).

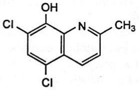
B. Substancja badana wykazuje reakcje na potas (*2.3.1*).

AKADEMIA MEDYCZNA

ZAKŁAD CHEMII LEKÓW

CHLORQUINALDOLUM
CHLOROCHINALDOL

Nazwa chemiczna: 5,7-Dichloro-2-metylochinolin-8-ol



$C_{10}H_7Cl_2NO$ m.cz. 228,08

Zawartość chlorochinaldolu, w przeliczeniu na wysuszoną substancję, nie powinna być mniejsza niż 99,0% i większa niż 101,0%.

Postać i właściwości. Żółtobrunatny, krystaliczny proszek o słabym charakterystycznym zapachu.

Temperatura topnienia od 109°C do 113°C (str. 53^{I}).

Rozpuszczalność. Substancja trudno rozpuszcza się w etanolu (760 g/l) OD, praktycznie nie rozpuszcza się w wodzie.

pH przesączu, otrzymanego po wytrząsaniu 1 min 0,1 g substancji z 10 ml wody, od 5,6 do 6,2 (str. 58^{I}).

Widmo absorpcyjne

Roztwór w kwasie solnym (3,6 g/l) OD, zawierający 0,2 mg substancji w 100,0 ml, zbadać spektrofotometrycznie w zakresie od 230 nm do 350 nm; widmo absorpcyjne roztworu wykazuje maksimum przy ok. 263 nm ($a_{1cm}^{1\%}$ wynosi ok. 2130) (str. 92^{II}).

Tożsamość

1. Rozpuścić 5 mg substancji w 5 ml etanolu (760 g/l) OD, dodać 0,05 ml roztworu chlorku żelaza(III) (10 g/l) OD; powstaje zielone zabarwienie.

2. Rozpuścić 50 mg substancji w 5 ml etanolu (760 g/l) OD, dodać 0,25 ml roztworu siarczanu miedzi(II) (20 g/l) OD; powstaje żółtobrunatny osad.

Czystość

1. Do 50 mg substancji dodać 10 ml etanolu (760 g/l) OD, ogrzać do wrzenia i ochłodzić; roztwór powinien być przezroczysty (str. 60^{II}), a jego zabarwienie nie powinno być intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego Ż 2 (metoda II) (str. 61^{I}).

2. Wytrząsać 0,1 g substancji 1 min z 5 ml roztworu jodku potasu (10 g/l) OD, przesączyć, do przesączu dodać 0,5 ml kwasu octowego (311 g/l) OD i 1 ml roztworu skrobi OD; roztwór nie powinien zabarwić się niebiesko.

3. Chlorków nie więcej niż 0,05%; do wykonania próby użyć 40 mg substancji, wytrząsać 10 min z 20 ml wody, przesączyć i wykonać próbę z 10 ml przesączu (str. 41^{I}).

4. Siarczanów nie więcej niż 0,05%; do wykonania próby użyć 0,2 g substancji, wytrząsać 10 min z 20 ml wody, przesączyć i wykonać próbę z 10 ml przesączu (str. 41^{II}).

5. Metali ciężkich, w przeliczeniu na ołów, nie więcej niż 20 µg/g; do wykonania próby metodą III użyć 0,5 g substancji (str. 42^{II}).

6. Strata masy po suszeniu 4 h w temp. 80°C nie większa niż 0,5% (str. 63^{II}).

7. Popiołu siarczanowego nie więcej niż 0,1% (str. 39^{II}).

8. Badanie metodą chromatografii cienkowarstwowej (str. 72^{II})

Faza nieruchoma: żel krzemionkowy GF_{254} OD

Faza ruchoma: benzen OD – kwas octowy (1,05 kg/l) OD (3:2)

Nanieść po 5 µl etanolowych roztworów substancji o stężeniach: 5 mg/ml (roztwór A) i 50 µg/ml (roztwór A_1).

Chromatogram wysuszyć w temp. pokojowej i obejrzeć w nadfiolecie (254 nm). W przypadku, gdy na chromatogramie roztworu A wystąpią inne plamy, poza plamą główną, nie powinny być większe ani intensywniejsze niż plama główna na chromatogramie roztworu A_1 (1,0%).

Zawartość

Odważyć dokładnie ok. 0,2 g substancji, rozpuścić w 20 ml kwasu octowego (1,05 kg/l) OD, dodać 5 ml bezwodnika kwasu octowego OD, 0,1 ml roztworu zieleni brylantowej OD i miareczkować kwasem nadchlorowym (0,1 mol/l) RM do żółtego zabarwienia. Wykonać ślepą próbę.

Oznaczenie można wykonać metodą potencjometryczną (str. 90^{I}).

1 ml kwasu nadchlorowego (0,1 mol/l) RM odpowiada 22,81 mg chlorochinaldolu ($C_{10}H_7Cl_2NO$).

Przechowywanie. W zamkniętych opakowaniach, chronić od światła.

Działanie i/lub zastosowanie. Antyseptyczne.

Dawki zwykle stosowane	**Jednorazowa**	**Dobowa**
Doustnie (do ssania)	0,002	0,008
Dopochwowo		0,2 – 0,6
Zewnętrznie (maść)		3,0%
Dawki maksymalne		
Dopochwowo		0,2 – 0,6
Zewnętrznie (maść)		3,0%

CHLORQUINALDOLI DULCITABULETTAE
TABLETKI DO SSANIA CHLOROCHINALDOLU

Preparatem są tabletki do ssania z chlorochinaldolem ($C_{10}H_7Cl_2NO$ – m.cz. 228,08), którego zawartość w tabletce nie powinna być mniejsza niż 90,0% i większa niż 110,0% deklarowanej ilości.

Preparat powinien odpowiadać wymaganiom monografii *Tabulettae* (str. 183^{II}).

Tożsamość

1. Roztwór, przygotowany do oznaczenia zawartości, zbadać spektrofotometrycznie w zakresie od 225 nm do 350 nm; widmo absorpcyjne powinno wykazywać maksimum przy ok. 252 nm i ok. 317 nm (str. 92^{II}).

2. Do masy sproszkowanych tabletek, odpowiadającej 1 mg chlorochinaldolu, dodać 20 ml etanolu (760 g/l) OD, wytrząsać 5 min i przesączyć. Do 5 ml przesączu dodać 0,1 ml roztworu chlorku żelaza(III) (20 g/l) OD; powstaje zielone zabarwienie.

Zawartość

Wykonać badanie ZB (str. 184^{II}).

Do kolby miarowej poj. 100 ml odważyć dokładnie masę sproszkowanych tabletek odpowiadającą 2 mg chlorochinaldolu, dodać 60 ml etanolu (760 g/l) OD, wytrząsać 30 min, uzupełnić etanolem (760 g/l) OD i przesączyć. Uzupełnić 5,0 ml przesączu etanolem (760 g/l) OD do 50,0 ml i zmierzyć absorbancję roztworu w maksimum przy ok. 252 nm.

Obliczyć zawartość chlorochinaldolu ($C_{10}H_7Cl_2NO$) w tabletce, przyjmując absorbowalność $a_{1cm}^{1\%} = 1814$.

Czystość mikrobiologiczna

Badanie wykonać wg monografii „Badanie czystości mikrobiologicznej" (str. 118^{II}). Preparat powinien odpowiadać wymaganiom podanym w tabeli 32, grupa leków III a (str. 119).

Przechowywanie. W zamkniętych opakowaniach, chronić od światła.

Działanie i/lub zastosowanie. Antyseptyczne.

Dawki zwykle stosowane	**Jednorazowa**	**Dobowa**
Do ssania	0,002	0,008

CHLORQUINALDOLI TABULETTAE VAGINALES

TABLETKI DOPOCHWOWE CHLOROCHINALDOLU

Preparatem są tabletki dopochwowe z chlorochinaldolem ($C_{10}H_7Cl_2NO$ – m.cz. 228,08), którego zawartość w tabletce nie powinna być mniejsza niż 92,5% i większa niż 107,5% deklarowanej ilości.

Preparat powinien odpowiadać wymaganiom monografii *Tabulettae* (str. 183^{II}).

Postać i właściwości. Żółte lub brunatnożółte tabletki.

Zawartość

Wykonać badanie ZB (str. 184^{II}).

Do kolby miarowej poj. 50 ml odważyć dokładnie masę sproszkowanych tabletek, odpowiadającą ok. 50 mg chlorochinaldolu, dodać 30 ml etanolu (760 g/l) OD, wytrząsać 30 min, uzupełnić takim samym rozpuszczalnikiem i przesączyć. Uzupełnić 1,0 ml przesączu etanolem (760 g/l) OD do 20,0 ml; następnie 1,0 ml uzupełnić do 25,0 ml i zmierzyć absorbancję roztworu w maksimum przy ok. 252 nm.

Obliczyć zawartość chlorochinaldolu ($C_{10}H_7Cl_2NO$) w tabletce, przyjmując absorbowalność $a^{1\%}_{1cm}$ = 1814.

Czystość mikrobiologiczna

Badanie wykonać wg monografii „Badanie czystości mikrobiologicznej" (str. 118^{II}). Preparat powinien odpowiadać wymaganiom podanym w tabeli 32, grupa leków III b (str. 119).

Przechowywanie. W zamkniętych opakowaniach, chronić od światła.

Działanie i/lub zastosowanie. Antyseptyczne.

Dawki zwykle stosowane	**Jednorazowa**	**Dobowa**
Dopochwowo	0,2 – 0,6	
Dawki maksymalne		
Dopochwowo	0,2 – 0,6	

CHLORQUINALDOLI UNGUENTUM

MAŚĆ Z CHLOROCHINALDOLEM

Preparatem jest maść z chlorochinaldolem ($C_{10}H_7Cl_2NO$ – m.cz. 228,08), którego zawartość w preparacie nie powinna być mniejsza niż 90,0% i większa niż 110,0% deklarowanej ilości.

Preparat powinien odpowiadać wymaganiom monografii *Unguenta* (str. 190^{I}).

Postać i właściwości. Jasnozielonożółta maść.

Zawartość

Odważyć dokładnie masę preparatu, odpowiadającą ok. 50 mg chlorochinaldolu i ekstrahować dwukrotnie etanolem (760 g/l) OD, porcjami po 40 ml, jednocześnie ogrzewając 15 min w łaźni wodnej, ochłodzić, przenieść do kolby miarowej poj. 100 ml, uzupełnić etanolem (760 g/l) OD i przesączyć. Uzupełnić 1,0 ml przesączu etanolem (760 g/l) OD do 100,0 ml i zmierzyć absorbancję roztworu w maksimum przy ok. 252 nm.

Obliczyć zawartość chlorochinaldolu ($C_{10}H_7Cl_2NO$) w preparacie, przyjmując absorbowalność $a^{1\%}_{1cm}$ = 1814.

Czystość mikrobiologiczna

Badanie wykonać wg monografii „Badanie czystości mikrobiologicznej" (str. 118^{II}). Preparat powinien odpowiadać wymaganiom podanym w tabeli 32, grupa leków II a (str. 119).

Przechowywanie. W temp. nie wyższej niż 15°C.

Działanie i/lub zastosowanie. Antyseptyczne.

Dawki zwykle stosowane	**Jednorazowa**	**Dobowa**
Zewnętrznie	3,0%	

E. Szyszko „Metody Badania Leków" str. 243

Tabulettae Chlorchinaldoli

Tabletki chlorchinaldolu

Postać i właściwości. Szarożółte tabletki, o charakterystycznym zapachu. Powinny zawierać nie mniej niż 90,0% i nie więcej niż 110,0% zadeklarowanej ilości chlorchinaldolu ($C_{10}H_7Cl_2NO$ — M.cz. 228,09).

Oznaczanie zawartości metodą kolorymetryczną

Przygotowanie roztworu wzorcowego. Odważyć dokładnie około 0,075 g wzorcowego chlorchinaldolu do kolby miarowej pojemności 100 ml, rozpuścić w metanolu, dodać 10 ml 0,5 n kwasu solnego i uzupełnić metanolem.

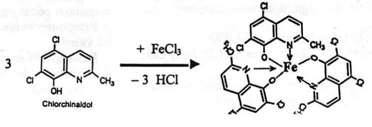
Przygotowanie roztworu badanego. Odważyć dokładnie ilość sproszkowanych tabletek odpowiadającą około 0,036 g chlorchinaldolu do kolby miarowej pojemności 100 ml, dodać 20 ml metanolu i wytrząsać w ciągu 1 godziny. Następnie dodać 10 ml 0,5 n kwasu solnego i uzupełnić metanolem. Po dokładnym wymieszaniu przesączyć odrzucając pierwsze 20 ml przesączu.

Wykonanie oznaczenia. Do kolby miarowej pojemności 50 ml odmierzyć 5 ml roztworu wzorcowego, 20 ml mieszaniny 0,5 n kwasu solnego z metanolem (1:9), 5 ml 1% roztworu chlorku żelazowego i uzupełnić metanolem. Do kolby miarowej pojemności 25 ml odmierzyć 5 ml przesączu otrzymanego po przygotowaniu roztworu. badanego, dodać 10 ml mieszaniny 0,5 n kwasu solnego z metanolem (1:9), 2,5 ml 1% roztworu chlorku żelazowego i uzupełnić metanolem. Zmierzyć wartość absorpcji roztworu wzorcowego i badanego przy długości fali λ = 675 nm, stosując jako odnośnik mieszaninę 0,5 n kwasu solnego z metanolem (1:9).

Przechowywanie. W miejscu chłodnym i suchym. Chronić od światła.

Działanie lub zastosowanie. Przeciwbakteryjny.

Deklarowana zawartość substancji czynnej w tabletce. 0,002 g chlorchinaldolu.

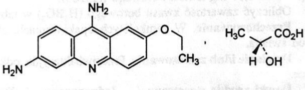


AKADEMIA MEDYCZNA

ZAKŁAD CHEMII LEKÓW

ETHACRIDINI LACTAS
ETAKRYDYNY MLECZAN

Nazwa chemiczna: 2-Etoksyakrydyno-6,9-diamina, mleczan



$C_{18}H_{21}N_3O_4$ m.cz. 343,38

Zawartość mleczanu etakrydyny, w przeliczeniu na wysuszoną substancję, nie powinna być mniejsza niż 98,0% i większa niż 101,0%.

Postać i właściwości. Żółty, drobnokrystaliczny proszek.

Rozpuszczalność. Substancja łatwo rozpuszcza się we wrzącej wodzie, dość trudno rozpuszcza się we wrzącym etanolu (760 g/l) OD, praktycznie nie rozpuszcza się w eterze etylowym OD.

pH roztworu substancji o stężeniu 5 mg/ml od 5,5 do 7,5 (str. 58^{I}).

Widmo absorpcyjne

Roztwór w wodzie, zawierający 0,5 mg substancji w 100,0 ml, zbadać spektrofotometrycznie w zakresie od 230 nm do 400 nm; widmo absorpcyjne roztworu wykazuje maksima przy ok. 268 nm ($a^{1\%}_{1cm}$ wynosi ok. 1590) i ok. 362 nm (str. 92^{II}).

Tożsamość

1. Rozpuścić 0,5 mg substancji w 20 ml wody; żółty roztwór wykazuje zieloną fluorescencję, która nie znika po dodaniu kwasu solnego (105 g/l) OD.

2. Rozpuścić 2 mg substancji w 2 ml wody, dodać 0,1 ml roztworu azotynu sodu (100 g/l) OD i 0,15 ml kwasu solnego (105 g/l) OD; powstaje ciemnoczerwone zabarwienie.

Czystość

1. Zmieszać 0,1 g substancji z 5 ml wody i ogrzać w temp. 50°C do rozpuszczenia; roztwór powinien być przezroczysty (str. 60^{II}).

2. Substancja nie powinna wykazywać reakcji na sole amonowe; do wykonania próby użyć 0,1 g substancji (str. 42^{I}).

3. Chlorków nie więcej niż 0,05%; rozpuścić 0,5 g substancji w 50 ml wody, dodać 2 ml roztworu wodorotlenku sodu (100 g/l) OD i przesączyć; do wykonania próby użyć 2 ml przesączu (str. 41^{I}).

4. Siarczanów nie więcej niż 0,2%; do wykonania próby użyć 2,5 ml przesączu z p. 3 (str. 41^{II}).

5. Metali ciężkich, w przeliczeniu na ołów, nie więcej niż 10 µg/g; do wykonania próby metodą III użyć 1,0 g substancji (str. 42^{II}).

6. Strata masy po suszeniu nie większa niż 5,5% (str. 63^{II}).

7. Popiołu siarczanowego nie więcej niż 0,1% (str. 39^{II}).

Zawartość

Odważyć dokładnie ok. 0,2 g substancji, rozpuścić w 3 ml kwasu mrówkowego (1,22 kg/l) OD, dodać 60 ml bezwodnika kwasu octowego OD, 0,1 ml roztworu zieleni brylantowej OD i miareczkować kwasem nadchlorowym (0,1 mol/l) RM do żółtego zabarwienia. Wykonać ślepą próbę.

Oznaczanie można wykonać metodą potencjometryczną (str. 90^{I}).

1 ml kwasu nadchlorowego (0,1 mol/l) RM odpowiada 34,34 mleczanu etakrydyny ($C_{18}H_{21}N_3O_4$).

Przechowywanie. W zamkniętych opakowaniach, chronić od światła.

Działanie i/lub zastosowanie. Przeciwbakteryjne, odkażające.

Dawki zwykle stosowane		**Jednorazowa**	**Dobowa**
Zewnętrzne (roztwór)		0,01% – 0,2%	
	(maść i zasypka)	0,5% – 2,5%	
Dawki maksymalne			
Zewnętrzne (roztwór)		0,01% – 0,2%	
	(maść i zasypka)	0,5% – 2,5%	

ETHACRIDINI LACTATIS CUM ACIDO BORICO TABULETTAE

TABLETKI MLECZANU ETAKRYDYNY Z KWASEM BOROWYM

Preparatem są tabletki do sporządzania roztworu z mleczanem etakrydyny i kwasem borowym. Zawartość mleczanu etakrydyny ($C_{18}H_{21}N_3O_4$ – m.cz. 343,38) w tabletce nie powinna być mniejsza niż 90,0% i większa niż 110,0% deklarowanej ilości; zawartość kwasu borowego (H_3BO_3 – m.cz. 61,83) w tabletce nie powinna być mniejsza niż 35,0% i większa niż 45,0% w stosunku do zawartości mleczanu etakrydyny.

Preparat powinien odpowiadać wymaganiom monografii *Tabulettae* (str. 183^{II}, wyjątkiem p. "Czystość mikrobiologiczna").

Postać i właściwości. Jasnożółte tabletki.

Tożsamość

1. Wytrząsnąć 50 mg masy sproszkowanych tabletek z 10 ml wody i wykonać badanie wg monografii *Ethacridini lactas* (str. 389^{I}, „Tożsamość" p. 1, 2).

2. Do 0,1 g masy sproszkowanych tabletek dodać 0,5 ml kwasu siarkowego (1,762 kg/l) OD, 3 ml metanolu OD, zmieszać i zapalić; płomień zabarwia się zielono.

Zawartość

Wykonać badanie ZB (str. 184^{II}).

1. Mleczan etakrydyny. Do kolby miarowej poj. 200 ml odważyć dokładnie masę sproszkowanych tabletek, odpowiadającą ok. 0,2 g mleczanu etakrydyny, dodać 50 ml wody, wytrząsać 5 min, dodać 50,0 ml roztworu chlorku jodu OD i zmieszać. Po 15 min kolbę uzupełnić wodą, zmieszać i przesączyć odrzucając pierwsze 20 ml przesączu. Odmierzyć 100,0 ml przesączu, dodać 1 g jodku potasu OD i miareczkować wydzielony jod roztworem tiosiarczanu sodu (0,1 mol/l) RM, dodając pod koniec miareczkowania 2 ml roztworu skrobi OD. Wykonać ślepą próbę.

1 ml tiosiarczanu sodu (0,1 mol/l) RM odpowiada 8,59 mg mleczanu etakrydyny ($C_{18}H_{21}N_3O_4$).

Obliczyć zawartość mleczanu etakrydyny ($C_{18}H_{21}N_3O_4$) w tabletce.

2. Kwas borowy. Odważyć dokładnie masę sproszkowanych tabletek, odpowiadającą ok. 80 mg kwasu borowego, rozpuścić ogrzewając w 15 ml wody. Ochłodzić, dodać 0,8 g mannitolu OD, 0,1 ml roztworu fenoloftaleiny OD i miareczkować roztworem wodorotlenku sodu (0,1 mol/l) RM do zmiany zabarwienia.

1 ml roztworu wodorotlenku sodu (0,1 mol/l) RM odpowiada 6,16 mg kwasu borowego (H_3BO_3).

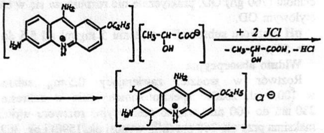
Obliczyć zawartość kwasu borowego (H_3BO_3) w tabletce.

Przechowywanie. W zamkniętych opakowaniach, chronić od światła.

Działanie i/lub zastosowanie. Przeciwbakteryjne, odkażające.

Dawki zwykle stosowane	**Jednorazowa**	**Dobowa**
Zewnętrznie (w postaci roztworów)	0,02% – 0,1%	
Dawki maksymalne		
Zewnętrznie (w postaci roztworów)	0,02% – 0,1%	

Do oznaczania zawartości wykorzystuje się reakcję substytucji z nadmiarem J Cl:



Jodopochodną odsącza się, aby nie mogła reagować z jodem, który tworzy się w dalszym etapie postępowania; etakrydyna z roztworem jodu daje trudno rozpuszczalny barwny nadjodek.

Nadmiar chlorku jodu oznacza się jodometrycznie:

$$JCl + KJ \longrightarrow J_2 + KCl$$

$$J_2 + 2\,Na_2S_2O_3 \longrightarrow 2\,NaJ + Na_2S_4O_6$$

Próba ślepa – próba właściwa = ilość tiosiarczanu Na równoważna ilości zużytego J Cl w reakcji substytucji.

1 mol etakrydyny => 2 mole J Cl => 4 mole tiosiarczanu Na

1/ 4 mola etakrydyny odpowiada 1 molowi $Na_2S_2O_3$

Kwas borowy tworzy z alkoholami wielowodorotlenowymi, np. z mannitolem łatwo dysocjujące kompleksy.

E. Pawełczyk i współautorzy
„Chemiczna Analiza Ilościowa Leków"
str. 96

Oznaczenie zawartości metodą kolorymetryczną:

Odważyć dokładnie ok. 0,1 g substancji, przenieść ilościowo do kolby miarowej poj. 100 ml, rozpuścić w 50 ml wody, uzupełnić do 100 ml i zmieszać /roztwór „a"/.

Odmierzyć 10 ml roztworu „a" do kolby miarowej poj. 100 ml i rozcieńczyć wodą do objętości 100 ml /roztwór „b"/.

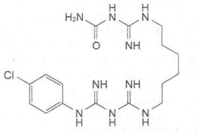
Do kolby miarowej poj. 10 ml odmierzyć 1 ml roztworu „b", a do drugiej kolby poj. 10 ml odmierzyć 1 ml ściśle 0,01% wzorcowego roztworu rywanolu w wodzie.

Do każdej z tych dwóch kolb dodać 5 ml wody i 2 ml zmodyfikowanego odczynnika Ehrlicha, a następnie uzupełnić wodą do 10 ml, zmieszać i pozostawić na 30 min.

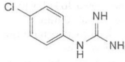
Zmierzyć absorbancję każdego roztworu przy 420 nm w 1 cm kuwetach, stosując jako odnośnik roztwór zawierający 2 ml zmodyfikowanego odczynnika Ehrlicha w 8 ml wody.

Zmodyfikowany odczynnik Ehrlicha:

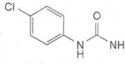
2 g Aldehydu 4-dimetyloaminobenzoesowego rozpuścić w 20 ml 25% HCl i uzupełnić w kolbie miarowej mieszaniną etanolu 95° i wody /1:1/ do objętości 100 ml.



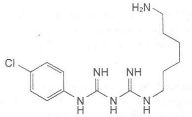
B. 1-[[6-[[[(4-chlorofenylo)karbamimidoilo]karbamimidoilo]amino]heksylo]karbamimidoilo]mocznik,



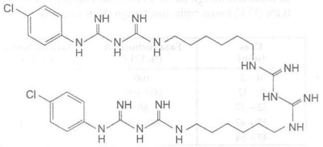
E. 1-(4-chlorofenylo)guanidyna,



F. 1-(4-chlorofenylo)mocznik,

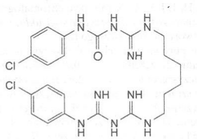


G. 1-(6-aminoheksylo)-5-(4-chlorofenylo)biguanid,

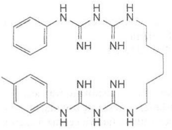


H. 1,1′-[iminobis(karbonimidoiloiminoheksano-6,1-diylo)]-bis[5-(4-chlorofenylo)biguanid],

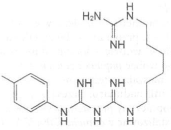
I. nieznana budowa,



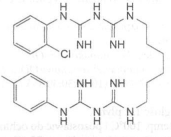
K. 1-(4-chlorofenylo)-3-[[6-[[[(4-chlorofenylo)-karbamimidoilo]karbamimidoilo]amino]heksylo]-karbamimidoilo]mocznik,



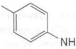
M. 5-(4-chlorofenylo)-5′-fenylo-1,1′-(heksano-1,6-diylo)-dibiguanid,



N. 1-[6-(karbamimidoiloamino)heksylo]-5-(4-chlorofenylo)-biguanid,



O. 5-(2-chlorofenylo)-5′-(4-chlorofenylo)-1,1′-(heksano-1,6-diylo)dibiguanid,



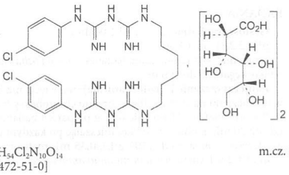
P. 4-chloroanilina.

07/2013:0658
zmieniona (8.3)

CHLORHEXIDINI DIGLUCONATIS SOLUTIO

Chloroheksydyny diglukonian, roztwór

Chlorhexidine digluconate solution; Chlorhexidine (digluconate de), solution de



$C_{34}H_{54}Cl_2N_{10}O_{14}$ m.cz. 898
[18472-51-0]

DEFINICJA

Wodny roztwór 1,1′-(heksano-1,6-diylo)bis[5-(4-chlorofenylo)biguanidu] di-D-glukonianu.

Zawartość: od 190 g/L do 210 g/L.

WŁAŚCIWOŚCI

Wygląd: prawie bezbarwna lub jasnożółtawa ciecz.

Rozpuszczalność: substancja miesza się z wodą, miesza się z nie więcej niż 3 częściami acetonu i z nie więcej niż 5 częściami etanolu (96%).

TOŻSAMOŚĆ

Tożsamość pierwsza: A, B.

Tożsamość druga: B, C, D.

A. Absorpcyjna spektrofotometria w podczerwieni (*2.2.24*).

Przygotowanie: do 1 mL preparatu badanego dodać 40 mL *wody OD*, ochłodzić w wodzie z lodem, doprowadzić do odczynu zasadowego wobec *papierka żółcieni tytanowej OD* dodając kroplami i, mieszając, *stężony roztwór wodorotlenku sodu OD* i dodać 1 mL nadmiaru. Przesączyć, przemywać osad *wodą OD* aż popłuczyny przestaną wykazywać odczyn zasadowy i przekrystalizować z *etanolu (70% V/V) OD*. Suszyć w temp. 100–105°C. Badać pozostałość.

Porównanie: chloroheksydyna CSP.

B. Chromatografia cienkowarstwowa (*2.2.27*).

Roztwór badany. Uzupełnić 10,0 mL preparatu badanego *wodą OD* do 50 mL.

Roztwór porównawczy. Rozpuścić 25 mg *glukonianu wapnia CSP* w 1 mL *wody OD.*

Płytka: płytka TLC z żelem krzemionkowym OD.

Faza ruchoma: stężony wodorotlenek amonowy OD, octan etylu OD, woda OD, etanol (96%) OD (10:10:30:50 *V/V/V/V*).

Naniesienie: 5 µL.

Rozwijanie: na odległość 1/2 płytki.

Suszenie: 20 min w temp. 100°C i pozostawić do ochłodzenia.

Detekcja: spryskać roztworem zawierającym 25 g/L *molibdenianu amonowego OD* i 10 g/L *siarczanu ceru(IV) OD* w *rozcieńczonym kwasie siarkowym OD*, i ogrzewać ok. 10 min w temp. 110°C.

Wyniki: plama główna na chromatogramie roztworu badanego wykazuje położenie, zabarwienie i wielkość zgodną z plamą główną na chromatogramie roztworu porównawczego.

C. Do 1 mL preparatu badanego dodać 40 mL *wody OD*, ochłodzić w wodzie z lodem, doprowadzić do odczynu zasadowego wobec *papierka żółcieni tytanowej OD* dodając kroplami i, mieszając, *stężony roztwór wodorotlenku sodu OD* i dodać 1 mL nadmiaru. Przesączyć, przemywać osad *wodą OD* aż popłuczyny przestaną wykazywać odczyn zasadowy i przekrystalizować z *etanolu (70% V/V) OD*. Suszyć w temp. 100–105°C. Pozostałość topi się (*2.2.14*) w temperaturze od 132°C do 136°C.

D. Do 0,05 mL preparatu badanego dodać 5 mL roztworu *cetrymidu OD* (10 g/L), 1 mL *stężonego roztworu wodorotlenku sodu OD* i 1 mL *wody bromowej OD*; powstaje ciemnoczerwone zabarwienie.

BADANIA

Gęstość względna (*2.2.5*): od 1,06 do 1,07.

pH (*2.2.3*): od 5,5 do 7,0.

Uzupełnić 5,0 mL preparatu badanego *wodą pozbawioną dwutlenku węgla OD* do 100 mL.

Zanieczyszczenie P (chloroanilina): nie więcej niż 500 µg/g; w przeliczeniu na roztwór diglukonianu chloroheksydyny.

Roztwór badany. Uzupełnić 0,20 g preparatu badanego *wodą OD* do 30 mL. Dodawać szybko, mieszając po każdym dodaniu: 5 mL *kwasu solnego OD* (103 g/L), 0,35 mL *roztworu azotynu sodu OD*, 2 mL roztworu *sulfaminianu amonowego OD* (50 g/L), 5 mL roztworu *dichlorowodorku naftyloetylenodiaminy OD* (1 g/L) i 1 mL *etanolu (96%) OD*; przenieść ilościowo do kolby miarowej, uzupełnić *wodą OD* do 50,0 mL i pozostawić 30 min.

Roztwory porównawcze. Przygotować roztwory porównawcze odpowiadające odpowiednio 50 µg/g, 100 µg/g, 200 µg/g, 500 µg/g i 600 µg/g *chloroaniliny OD* (zanieczyszczenie P) w próbce badanej w następujący sposób: uzupełnić 1,0 mL, 2,0 mL, 4,0 mL, 10,0 mL i 12,0 mL roztworu zawierającego 0,010 g/L *chloroaniliny OD* (zanieczyszczenie P) w *rozcieńczonym kwasie solnym OD wodą OD* do 20 mL. Następnie dodać 10 mL *wody OD*. Dodawać szybko, dokładnie mieszając po każdym dodaniu: 5 mL *kwasu solnego OD* (103 g/L), 0,35 mL *roztworu azotynu sodu OD*, 2 mL roztworu *sulfaminianu amonowego OD* (50 g/L), 5 mL roztworu *dichlorowodorku naftyloetylenodiaminy OD* (1 g/L) i 1 mL *etanolu (96%) OD*; przenieść każdy roztwór ilościowo do kolby miarowej, uzupełnić *wodą OD* do 50,0 mL i pozostawić 30 min.

Zmierzyć absorbancję (*2.2.25*) każdego roztworu porównawczego przy 556 nm i wykreślić krzywą wzorcową.

Zmierzyć absorbancję (*2.2.25*) roztworu badanego przy 556 nm. Wyznaczyć stężenie chloroaniliny z krzywej wzorcowej.

Substancje pokrewne. Chromatografia cieczowa (*2.2.29*). *Przechowywać roztwory w temperaturze nie wyższej niż 12°C.*

Roztwór badany. Uzupełnić 1,0 mL preparatu badanego fazą ruchomą A do 100,0 mL.

Roztwór porównawczy (a). Rozpuścić zawartość fiolki z *chloroheksydyną do przydatności układu CSP* (zawierającą zanieczyszczenia A, B, F, G, H, I, J, K, L, N i O) w 1,0 mL fazy ruchomej A.

Roztwór porównawczy (b). Uzupełnić 1,0 mL roztworu badanego fazą ruchomą A do 100,0 mL.

Kolumna:

- *wymiary:* długość 0,25 m, średnica wewnętrzna 4,6 mm;
- *faza nieruchoma: żel krzemionkowy do chromatografii z grupami oktadecylosililowymi, związany na końcu OD* (5 µm);
- *temperatura:* 30°C.

Faza ruchoma:

- *faza ruchoma A:* zmieszać 20 objętości roztworu 0,1% (*V/V*) *kwasu trifluorooctowego OD* w *acetonitrylu OD* i 80 objętości roztworu 0,1% (*V/V*) *kwasu trifluorooctowego OD* w *wodzie OD*;
- *faza ruchoma B:* zmieszać 10 objętości roztworu 0,1% (*V/V*) *kwasu trifluorooctowego OD* w *wodzie OD* i 90 objętości roztworu 0,1% (*V/V*) *kwasu trifluorooctowego OD* w *acetonitrylu OD*;

Czas (min)	**Faza ruchoma A (% *V/V*)**	**Faza ruchoma B (% *V/V*)**
0 – 2	100	0
2 – 32	100 → 80	0 → 20
32 – 37	80	20
37 – 47	80 → 70	20 → 30
47 – 54	70	30

Szybkość przepływu: 1,0 mL/min.

Detekcja: spektrofotometr przy 254 nm.

Wprowadzenie: 10 µL.

Identyfikacja zanieczyszczeń: do identyfikacji pików zanieczyszczeń A, B, F, G, H, I, J, K, L, N i O użyć chromatogramu dostarczonego z *chloroheksydyną do przydatności układu CSP* i chromatogramu roztworu porównawczego (a).

Retencja względna w porównaniu z chloroheksydyną (czas retencji = ok. 35 min): zanieczyszczenie L = ok. 0,23; zanieczyszczenie Q = ok. 0,24; zanieczyszczenie G = ok. 0,25; zanieczyszczenie N = ok. 0,35; zanieczyszczenie B = ok. 0,36; zanieczyszczenie F = ok. 0,5; zanieczyszczenie A = ok. 0,6; zanieczyszczenie H = ok. 0,85; zanieczyszczenie O = ok. 0,90; zanieczyszczenie I = ok. 0,91; zanieczyszczenie J = ok. 0,96; zanieczyszczenie K = ok. 1,4.

Przydatność układu: roztwór porównawczy (a):

- *rozdzielczość:* nie mniej niż 3,0 pomiędzy pikami zanieczyszczeń L i G;

- *stosunek maksimum do minimum:* nie mniej niż 2,0, gdzie H_p = wysokość powyżej linii podstawowej piku zanieczyszczenia B i H_v = wysokość powyżej linii podstawowej najniższego punktu krzywej oddzielającej ten pik od piku zanieczyszczenia N.

Wartości graniczne:

- *zanieczyszczenie N:* nie więcej niż powierzchnia piku głównego na chromatogramie roztworu porównawczego (b) (1,0%);
- *zanieczyszczenie H:* nie więcej niż 0,5-krotność powierzchni piku głównego na chromatogramie roztworu porównawczego (b) (0,5%);
- *zanieczyszczenia A, J, K:* dla każdego zanieczyszczenia, nie więcej niż 0,4-krotność powierzchni piku głównego na chromatogramie roztworu porównawczego (b) (0,4%);
- *suma zanieczyszczeń I i O:* nie więcej niż 0,4-krotność powierzchni piku głównego na chromatogramie roztworu porównawczego (b) (0,4%);
- *zanieczyszczenie G:* nie więcej niż 0,3-krotność powierzchni piku głównego na chromatogramie roztworu porównawczego (b) (0,3%);
- *zanieczyszczenia B, F, L, Q:* dla każdego zanieczyszczenia, nie więcej niż 0,2-krotność powierzchni piku głównego na chromatogramie roztworu porównawczego (b) (0,2%);
- *zanieczyszczenia indywidualnie nieokreślane:* dla każdego zanieczyszczenia, nie więcej niż 0,1-krotność powierzchni piku głównego na chromatogramie roztworu porównawczego (b) (0,10%);
- *suma zanieczyszczeń:* nie więcej niż 3-krotność powierzchni piku głównego na chromatogramie roztworu porównawczego (b) (3,0%);
- *wartość graniczna pominięcia:* 0,05-krotność powierzchni piku głównego na chromatogramie roztworu porównawczego (b) (0,05%).

ZAWARTOŚĆ

Oznaczyć gęstość (*2.2.5*) preparatu badanego. Przenieść 1,00 g preparatu do zlewki poj. 250 mL i dodać 50 mL *bezwodnego kwasu octowego OD*. Miareczkować *kwasem nadchlorowym (0,1 mol/L) RM*, wyznaczając punkt końcowy potencjometrycznie (*2.2.20*).

1 mL *kwasu nadchlorowego (0,1 mol/L) RM* odpowiada 22,44 mg diglukonianu chloroheksydyny ($C_{34}H_{54}Cl_2N_{10}O_{14}$).

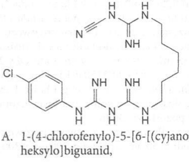
PRZECHOWYWANIE

Chronić od światła.

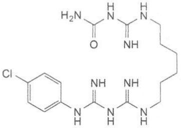
ZANIECZYSZCZENIA

Zanieczyszczenia indywidualnie określane: A, B, F, G, H, I, J, K, L, N, O, P, Q.

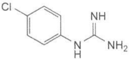
Inne wykrywalne zanieczyszczenia (następujące substancje, jeżeli są obecne w wystarczającej ilości, mogą być wykryte w jednym z badań podanych w monografii. Są ograniczone przez ogólne kryterium akceptacji dla innych lub nieokreślanych indywidualnie zanieczyszczeń i/lub przez monografię ogólną *Corpora ad usum pharmaceuticum (2034)*. Nie jest więc konieczne identyfikowanie tych zanieczyszczeń w celu wykazania zgodności substancji. Patrz także *5.10. Kontrola zanieczyszczeń w substancjach do celów farmaceutycznych*): *E, M.*



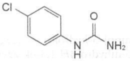
A. 1-(4-chlorofenylo)-5-[6-[(cyjanokarbamimidoilo)amino]-heksylo]biguanid,



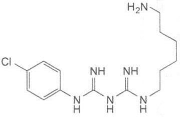
B. 1-[[6-[[[(4-chlorofenylo)karbamimidoilo]karbamimidoilo]-amino]heksylo]karbamimidoilo]mocznik,



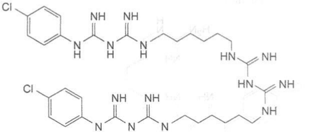
E. 1-(4-chlorofenylo)guanidyna,



F. 1-(4-chlorofenylo)mocznik,

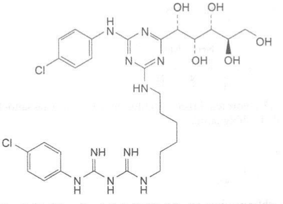


G. 1-(6-aminoheksylo)-5-(4-chlorofenylo)biguanid,



H. 1,1′-[iminobis(karbonimidoiloiminoheksano-6,1-diylo)]bis-[5-(4-chlorofenylo)biguanid],

I. nieznana budowa,



J. 1-(4-chlorofenylo)-5-[6-[[4-[(4-chlorofenylo)amino]-6-[(1*S*,2*R*,3*R*,4*R*)-1,2,3,4,5-pentahydroksypentylo]-1,3,5-triazyn-2-ylo]amino]heksylo]biguanid,

Program strumienia dzielonego:

Czas (min)	Stan strumienia dzielonego	Stosunek strumienia dzielonego
początkowy	włączony	1:20
0,01	wyłączony	1:20
0,50	włączony	1:20

Temperatura:

	Czas (min)	Temperatura (°C)
Kolumna	0 - 4	45
	4 - 23,5	45 → 240
	23,5 - 28,5	240
Dozownik próbki		250
Detektor		270

Detekcja: płomieniowo-jonizacyjna.

Wprowadzenie: 1 µL.

Przydatność układu: roztwór porównawczy:

- *stosunek sygnału do szumu:* nie mniej niż 10 dla piku 2-chloroetanolu;
- *powtarzalność:* względne odchylenie standardowe nie więcej niż 10,0% po 6 wprowadzeniach.

Wartość graniczna:

- *2-chloroetanol:* obliczyć stosunek (*R*) powierzchni piku 2-chloroetanolu do powierzchni piku wzorca wewnętrznego na chromatogramie roztworu porównawczego; obliczyć stosunek powierzchni piku 2-chloroetanolu do powierzchni piku wzorca wewnętrznego na chromatogramie roztworu badanego: stosunek ten nie jest większy niż R (5 µg/g).

Tlenek etylenu. Chromatografia gazowa *head-space* (*2.2.28*).

Roztwór badany. Rozpuścić 1,0 g substancji badanej w 1,0 mL *wody OD*. Zamknąć szczelnie fiolkę. Przygotować w powtórzeniu.

Roztwór porównawczy podstawowy. Do kolby miarowej poj. 100 mL wprowadzić 80 mL *wody OD*. Chłodzić co najmniej 30 min w temperaturze ok. 4°C. Umieścić kolbę na wadze analitycznej i wprowadzić powoli 1,0 g *tlenku etylenu OD*. Oznaczyć dokładnie ilość tlenku etylenu z różnicy mas. Uzupełnić *wodą OD* do 100,0 mL. Przechowywać w lodówce i użyć w czasie 4 tygodni.

Roztwór porównawczy (a). Uzupełnić 1,0 mL roztworu porównawczego podstawowego *wodą OD* do 100,0 mL. Uzupełnić 1,0 mL tego roztworu *wodą OD* do 100,0 mL. Użyć w czasie 24 h.

Roztwór porównawczy (b). Rozpuścić 1,0 g substancji badanej w 1,0 mL roztworu porównawczego (a). Zamknąć szczelnie fiolkę. Przygotować w powtórzeniu.

Kolumna:

- *materiał:* kwarc;
- *wymiary:* długość 30 m, średnica wewnętrzna 0,32 mm;
- *faza nieruchoma: poli[(cyjanopropylo)(fenylo)][dimetylo]siloksan OD* (grubość warstwy 1,5 µm).

Gaz nośny: hel do chromatografii OD przy ciśnieniu 110,3 kPa.

Stosunek strumienia dzielonego: 1:35.

Warunki statycznej metody head-space, które mogą być użyte:

- *temperatura równoważenia:* 80°C;
- *czas równoważenia:* 40 min;
- *temperatura przewodu łączącego:* 150°C;
- *czas nasycania:* 2,0 min;
- *czas wprowadzania:* 3 s.

Temperatura:

	Czas (min)	Temperatura (°C)
Kolumna	0 - 20	40
	20 - 30	40 → 240
	30 - 40	240
Dozownik próbki		140
Detektor		250

Detekcja: płomieniowo-jonizacyjna.

Wprowadzenie: wprowadzić odpowiednią objętość fazy gazowej roztworu badanego i roztworu porównawczego (b).

Przydatność układu:

- *stosunek sygnału do szumu:* nie mniej niż 10 dla piku tlenku etylenu na chromatogramie roztworu porównawczego (b).

Wartość graniczna:

- *tlenek etylenu:* nie więcej niż 0,5-krotność powierzchni odpowiadającego piku na chromatogamie roztworu porównawczego (b) (1 µg/g).

Chlorek sodu: nie więcej niż 0,1%.

Roztwór badany. W kolbie stożkowej poj. 250 mL rozpuścić 10,0 g substancji badanej w 100 mL *wody OD*. Dodać 2 mL *rozcieńczonego kwasu azotowego OD* i 5,0 mL roztworu *chlorku sodu OD* (9 g/L).

Roztwór porównawczy. W kolbie stożkowej poj. 250 mL, 5,0 mL roztworu *chlorku sodu OD* (9 g/L) rozcieńczyć 100 mL *wody OD*. Dodać 2 mL *rozcieńczonego kwasu azotowego OD*.

Miareczkować potencjometryczne (*2.2.20*) *roztworem azotanu srebra (0,1 mol/L) RM*. Obliczyć procentową zawartość chlorku sodu wg poniższego wzoru:

$$\frac{(n_1 - n_2) \times 5{,}844 \times 100}{m}$$

n_1 = objętość *roztworu azotanu srebra (0,1 mol/L) RM* użyta dla roztworu badanego, w mililitrach;

n_2 = objętość *roztworu azotanu srebra (0,1 mol/L) RM* użyta dla roztworu porównawczego, w mililitrach;

m = masa substancji badanej w roztworze badanym, w miligramach.

Strata masy po suszeniu (*2.2.32*): nie więcej niż 15,0%; po suszeniu 1,000 g substancji badanej w suszarce w temp. 105 °C.

Endotoksyny bakteryjne (*2.6.14*): mniej niż 2,5 IU/g.

Zanieczyszczenia mikrobiologiczne

TAMC: kryterium akceptacji 10^2 CFU/g (*2.6.12*).

OZNAKOWANIE

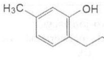
Na etykiecie podać wartość średnią masy cząsteczkowej, podstawienie molowe i stosunek C2/C6 (wartości nominalne).

01/2011:2405

AMYLMETACRESOLUM

Amylometakrezol

Amylmetacresol; Amylmétacrésol



$C_{12}H_{18}O$ m.cz. 178,3

[1300-94-3]

DEFINICJA

5-Metylo-2-pentylofenol.

Zawartość: od 98,0% do 102,0%.

WŁAŚCIWOŚCI

Wygląd: przezroczysta lub prawie przezroczysta ciecz, lub stała krystaliczna masa, bezbarwna lub jasnożółta, gdy jest świeżo przygotowana. Substancja podczas przechowywania ciemnieje i/lub zmienia zabarwienie na ciemnożółte, brunatnawożółte lub różowe.

Rozpuszczalność: substancja praktycznie nierozpuszczalna w wodzie, bardzo łatwo rozpuszczalna w acetonie i w etanolu (96%).

Substancja krzepnie w temperaturze ok. 22°C.

TOŻSAMOŚĆ

Absorpcyjna spektrofotometria w podczerwieni (*2.2.24*).

Przygotowanie: cienka warstwa pomiędzy dwoma płytkami *bromku potasu OD.*

Porównanie: amylometakrezol CSP.

BADANIA

Substancje pokrewne. Chromatografia gazowa (*2.2.28*): zastosować procedurę normalizacji.

Roztwór wzorca wewnętrznego. Rozpuścić 0,100 g *butylohydroksytoluenu OD* w *2-propanolu OD* i uzupełnić takim samym rozpuszczalnikiem do 10,0 mL.

Roztwór badany (a). Rozpuścić 0,1000 g substancji badanej w *2-propanolu OD* i uzupełnić takim samym rozpuszczalnikiem do 10,0 mL.

Roztwór badany (b). Do 2,0 mL roztworu badanego (a) dodać 2,0 mL roztworu wzorca wewnętrznego i uzupełnić *2-propanolem OD* do 10,0 mL.

Roztwór porównawczy (a). Rozpuścić 10 mg *m-krezolu OD* (zanieczyszczenie B) i 10 mg *p-krezolu OD* (zanieczyszczenie D) w *2-propanolu OD* i uzupełnić takim samym rozpuszczalnikiem do 100,0 mL.

Roztwór porównawczy (b). Rozpuścić zawartość fiolki z *amylometakrezolem do identyfikacji piku CSP* (zawierającym zanieczyszczenia A, G i K) w 1,0 mL *2-propanolu OD.*

Roztwór porównawczy (c). Rozpuścić 0,1000 g *amylometakrezolu CSP* w *2-propanolu OD* i uzupełnić takim samym rozpuszczalnikiem do 10,0 mL. Do 2,0 mL tego roztworu dodać 2,0 mL roztworu wzorca wewnętrznego i uzupełnić *2-propanolem OD* do 10,0 mL.

Roztwór porównawczy (d). Uzupełnić 1,0 mL roztworu badanego (a) *2-propanolem OD* do 100,0 mL. Uzupełnić 1,0 mL tego roztworu *2-propanolem OD* do 20,0 mL.

Kolumna:

- *materiał:* stopiona krzemionka;
- *wymiary:* długość 30 m, średnica wewnętrzna 0,25 mm;
- *faza nieruchoma: makrogol 20 000 OD* (grubość warstwy 0,5 µm).

Gaz nośny: hel do chromatografii OD.

Prędkość liniowa: 33 cm/s.

Stosunek strumienia dzielonego: 1:30.

Temperatura:

	Czas (min)	Temperatura (°C)
Kolumna	0 - 17,5 17,5 - 32,5	100 → 240 240
Dozownik próbki		250
Detektor		250

Detekcja: płomieniowo-jonizacyjna.

Wprowadzenie: 1,0 µL roztworu badanego (a) i roztworów porównawczych (a), (b) i (d).

Identyfikacja zanieczyszczeń: do identyfikacji pików zanieczyszczeń A, G i K użyć chromatogramu dostarczonego z *amylometakrezolem do identyfikacji piku CSP* i chromatogramu roztworu porównawczego (b).

Retencja względna w porównaniu z amylometakrezolem (czas retencji = ok. 16 min): zanieczyszczenie G (diastereoizomer 1) = ok. 0,51; zanieczyszczenie G (diastereoizomer 2) = ok. 0,53; zanieczyszczenie D = ok. 0,77; zanieczyszczenie B = ok. 0,78; zanieczyszczenie K = ok. 0,95; zanieczyszczenie A = ok. 0,99.

Przydatność układu: roztwór porównawczy (a):

- *rozdzielczość:* nie mniej niż 1,5 pomiędzy pikami zanieczyszczeń D i B.

Wartości graniczne:

- *zanieczyszczenie A:* nie więcej niż 0,6%;
- *zanieczyszczenia G (suma 2 diastereoizomerów), K:* dla każdego zanieczyszczenia, nie więcej niż 0,15%;
- *zanieczyszczenia indywidualnie nieokreślane:* dla każdego zanieczyszczenia, nie więcej niż 0,10%;
- *suma zanieczyszczeń:* nie więcej niż 1,0%;
- *wartość graniczna pominięcia:* powierzchnia piku amylometakrezolu na chromatogramie roztworu porównawczego (d) (0,05%).

Popiół siarczanowy (*2.4.14*): nie więcej niż 0,1%; do wykonania badania użyć 1,0 g substancji badanej.

ZAWARTOŚĆ

Chromatografia gazowa (*2.2.28*) jak podano w badaniu substancji pokrewnych z następującą zmianą.

Wprowadzenie: 1,0 µL roztworu badanego (b) i roztworu porównawczego (c).

Obliczyć procentową zawartość amylometakrezolu ($C_{12}H_{18}O$) z deklarowanej zawartości *amylometakrezolu CSP.*

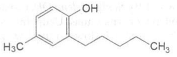
PRZECHOWYWANIE

W hermetycznym, niemetalowym pojemniku, chroniąc od światła.

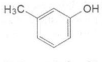
ZANIECZYSZCZENIA

Zanieczyszczenia indywidualnie określane: A, G, K.

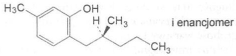
Inne wykrywalne zanieczyszczenia (następujące substancje, jeżeli są obecne w wystarczającej ilości, mogą być wykryte w jednym z badań podanych w monografii. Są ograniczone przez ogólne kryterium akceptacji dla innych lub nieokreślanych indywidualnie zanieczyszczeń i/lub przez monografię ogólną *Corpora ad usum pharmaceuticum (2034).* Nie jest więc konieczne identyfikowanie tych zanieczyszczeń w celu wykazania zgodności substancji. Patrz także *5.10. Kontrola zanieczyszczeń w substancjach do celów farmaceutycznych*): *B, C, D, E, F, H, I, J.*



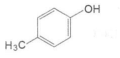
A. 4-metylo-2-pentylofenol,



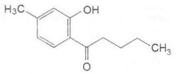
B. 3-metylofenol (*m*-krezol),



C. 5-metylo-2-[(2*RS*)-2-metylobutylo]fenol,



D. 4-metylofenol (*p*-krezol),



E. 1-(2-hydroksy-4-metylofenylo)pentan-1-on,

- *kwas behenowy:* od 1,0% do 5,0%;
- *kwas erukowy:* nie więcej niż 0,5%;
- *kwas lignocerynowy:* od 0,5% do 3,0%.

Woda (*2.5.32*): nie więcej niż 0,1%; do wykonania badania użyć 1,00 g substancji badanej.

PRZECHOWYWANIE

W całkowicie wypełnionym pojemniku, chroniąc od światła.

01/2008:0009
zmieniona (6.0)

ARGENTI NITRAS

Srebra azotan

Silver nitrate; Argent (nitrate d')

AgNO$_3$ m.cz. 169,9
[7761-88-8]

DEFINICJA

Zawartość: od 99,0% do 100,5%.

WŁAŚCIWOŚCI

Wygląd: biały lub prawie biały, krystaliczny proszek lub przezroczyste, bezbarwne kryształy.

Rozpuszczalność: substancja bardzo łatwo rozpuszczalna w wodzie, rozpuszczalna w etanolu (96%).

TOŻSAMOŚĆ

A. 10 mg substancji badanej wykazuje reakcję na azotany (*2.3.1*).
B. 10 mg substancji badanej wykazuje reakcję na srebro (*2.3.1*).

BADANIA

Roztwór S. Rozpuścić 2,0 g substancji badanej w *wodzie OD* i uzupełnić takim samym rozpuszczalnikiem do 50 mL.

Wygląd roztworu. Roztwór S jest przezroczysty (*2.2.1*) i bezbarwny (*2.2.2, metoda II*).

Kwasowość i zasadowość. Do 2 mL roztworu S dodać 0,1 mL *roztworu zieleni bromokrezolowej OD*. Roztwór jest niebieski. Do 2 mL roztworu S dodać 0,1 mL *roztworu czerwieni fenolowej OD*. Roztwór jest żółty.

Obce sole: nie więcej niż 0,3%.

Do 30 mL roztworu S dodać 7,5 mL *rozcieńczonego kwasu solnego OD*, energicznie wytrząsać, ogrzewać 5 min na łaźni wodnej i przesączyć. Odparować 20 mL przesączu do sucha na łaźni wodnej i suszyć w temp. 100–105°C. Masa pozostałości nie jest większa niż 2 mg.

Glin, ołów, miedź i bizmut. Rozpuścić 1,0 g substancji badanej w mieszaninie 4 mL *stężonego wodorotlenku amonowego OD* i 6 mL *wody OD*. Roztwór jest przezroczysty (*2.2.1*) i bezbarwny (*2.2.2, metoda II*).

ZAWARTOŚĆ

Rozpuścić 0,300 g substancji badanej w 50 mL *wody OD*, dodać 2 mL *rozcieńczonego kwasu azotowego OD* i 2 mL *roztworu siarczanu żelaza(III)-amonowego OD2*. Miareczkować *roztworem tiocyjanianu amonowego (0,1 mol/L) RM* do czerwonawo-żółtego zabarwienia.

1 mL *roztworu tiocyjanianu amonowego (0,1 mol/L) RM* odpowiada 16,99 mg azotanu srebra (AgNO$_3$).

PRZECHOWYWANIE

W niemetalowym pojemniku, chroniąc od światła.

01/2008:2281
zmieniona (6.0)

ARGENTUM COLLOIDALE AD USUM EXTERNUM

Srebro koloidalne do użytku zewnętrznego

Silver, colloidal, for external use; Argent colloïdal pour usage externe

DEFINICJA

Koloidalne, metaliczne srebro zawierające białko.

Zawartość: od 70,0% do 80,0% Ag (w przeliczeniu na wysuszoną substancję).

WŁAŚCIWOŚCI

Wygląd: zielone lub niebieskawoczarne, metalicznie połyskujące płatki lub proszek, higroskopijny.

Rozpuszczalność: substancja łatwo rozpuszczalna lub rozpuszczalna w wodzie, praktycznie nierozpuszczalna w etanolu (96%) i w chlorku metylenu.

TOŻSAMOŚĆ

A. Do 5 mL przesączu otrzymanego w badaniu zasadowości (patrz „Badania") dodać 0,05 mL *roztworu siarczanu miedzi(II) OD* i 1 mL *rozcieńczonego roztworu wodorotlenku sodu OD*. Wstrząsnąć. W czasie 15 min powstaje fioletowe zabarwienie.
B. Do 1 mL roztworu S (patrz „Badania") dodać 2 mL *roztworu chlorku sodu OD*. Wytrąca się osad, rozpuszczalny w nadmiarze wody.
C. Spalić 0,05 g substancji badanej. Pozostałość rozpuścić w 10 mL *kwasu azotowego OD*. Przesącz wykazuje reakcję na srebro (*2.3.1*).

BADANIA

Roztwór S. Rozpuścić 1,25 g substancji badanej w *wodzie pozbawionej dwutlenku węgla OD* i uzupełnić takim samym rozpuszczalnikiem do 50,0 mL. Pozostawić 5 min, a następnie energicznie wytrząsnąć. Po 30 min przesączyć przez wytarowany filtr ze szkła spiekanego (16) (*2.1.2*).

Zasadowość. Do 40,0 mL roztworu S dodać 10,0 mL *kwasu siarkowego (0,05 mol/L) RM* i 2,0 g *bezwodnego siarczanu sodu OD*. Wytrząsnąć i przesączyć kilkakrotnie, jeżeli to konieczne. Do 25,0 mL przezroczystego i bezbarwnego roztworu dodać 0,1 mL *roztworu fenoloftaleiny OD*. Do zmiany zabarwienia wskaźnika na różowe zużywa się nie mniej niż 1,5 mL *roztworu wodorotlenku sodu (0,1 mol/L) RM*.

Jony srebra. Do 0,50 g substancji badanej dodać 5 mL *bezwodnego etanolu OD*. Wytrząsać 1 min, przesączyć i dodać do przesączu 2 mL *kwasu solnego OD*. Nie wytrąca się osad.

Wrażliwość na elektrolity. Rozpuścić 0,1 g substancji badanej w 100 mL *wody OD*. Przenieść część roztworu do probówki. Oglądany poziomo roztwór jest przezroczysty i czerwonawobrunatny. Oglądany pionowo roztwór wykazuje zmętnienie z zielonawobrunatną fluorescencją. Do 5 mL roztworu dodać 5 mL roztworu *chlorku sodu OD* (0,50 g/L) i mieszać 1 min przez wytrząsanie. Oglądany poziomo roztwór pozostaje przezroczysty i czerwonawobrunatny.

Substancje nierozpuszczalne w wodzie: nie więcej niż 1,0%.

Przemyć pozostałość otrzymaną na filtrze w czasie przygotowywania roztworu S 5 porcjami, każda po 10 mL *wody OD*. Wysuszyć filtr do stałej masy w temp. 100–105°C. Masa pozostałości nie jest większa niż 12,5 mg.

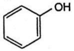
Strata masy po suszeniu (*2.2.32*): nie więcej niż 8,0%; po suszeniu 0,500 g substancji badanej w suszarce w temp. 80°C.

AKADEMIA MEDYCZNA
ZAKŁAD CHEMII LEKÓW

PHENOLUM
FENOL

Phenol, Phénol

Nazwa chemiczna: Hydroksybenzen



C_6H_6O m.cz. 94,11

Zawartość fenolu w substancji nie powinna być mniejsza niż 98,0% i większa niż 100,5%.

Postać i właściwości. Bezbarwne lub różowawe, igiełkowate kryształy lub krystaliczna masa o swoistym, przenikliwym zapachu. Na powietrzu rozpływa się i barwi czerwono.

Temperatura krzepnięcia nie niższa niż 39°C (str. 54^{I}).

Rozpuszczalność. Substancja bardzo łatwo rozpuszcza się w etanolu (760 g/l) OD i w eterze etylowym OD, łatwo rozpuszcza się w wodzie.

Tożsamość

1. Rozpuścić 50 mg substancji w 5 ml wody, dodać 0,05 ml roztworu chlorku żelaza(III) (100 g/l) OD; powstaje fioletowe zabarwienie, które znika po dodaniu 5 ml etanolu (760 g/l) OD.

2. Do roztworu substancji 10 mg/ml dodawać kroplami wodę bromową OD; powstaje biały osad.

Czystość

1. Roztwór 1 g substancji w 12 ml wody powinien być przezroczysty (str. 60^{II}) (krezole).

2. Do 5 ml roztworu z p. 1 dodać 5 ml wody i 0,05 ml roztworu oranżu metylowego OD; powinno powstać czerwone zabarwienie.

3. Substancja ogrzewana na łaźni wodnej powinna się ulotnić; pozostałość po suszeniu 1 h nie powinna być większa niż 0,5 mg; do wykonania próby użyć 1,0 g substancji (str. 40^{I}).

Zawartość

Odważyć dokładnie ok. 0,5 g substancji, *[rozpuścić w 200 ml wody i uzupełnić wodą do 500,0 ml. Odmierzyć 25,0 ml roztworu] do kolby stożkowej poj. 200 ml z doszlifowanym korkiem, dodać 25,0 ml roztworu bromianu potasu (0,0167 mol/l) RM, 1 g bromku potasu w 15 ml kwasu solnego (105 g/l) OD i pozostawić 30 min w ciemnym miejscu, często wstrząsając. Dodać 5 ml roztworu jodku potasu (200 g/l) OD, zmieszać i miareczkować roztworem tiosiarczanu sodu (0,1 mol/l) RM do żółtego zabarwienia; dodać 0,5 ml roztworu skrobi OD, 10 ml chloroformu OD i miareczkować, mocno wstrząsając, do odbarwienia się warstwy chloroformowej. Wykonać ślepą próbę.

1 ml roztworu bromianu potasu (0,0167 mol/l) RM odpowiada 1,57 mg fenolu (C_6H_6O).

Przechowywanie. W zamkniętych opakowaniach, chronić od światła.

Należy do wykazu B.

Działanie i/lub zastosowanie. Przeciwbakteryjne. Do przygotowania postaci leku – środek konserwujący.

Dawki zwykle stosowane	**Jednorazowa**	**Dobowa**
Zewnętrznie	0,1%	
Dawki maksymalne		
Zewnętrznie	0,1%	

* ↑ pominąć etap w nawiasie [...]

Uzupełnienie:

Działanie. Przeciwbakteryjne. Wnika do komórek drobnoustrojów i wywołuje denaturację białek. Na tkanki organizmu działa ściągająco, w większych stężeniach martwiczo.

Zastosowanie. W postaci roztworów 2 – 5% stosowany może być do odkażania przedmiotów, narzędzi, naczyń. Dodawany jest w ilości 0,5% jako środek konserwujący do roztworów iniekcyjnych, które nie mogą być sterylizowane w wysokiej temperaturze.

Uwaga !

W przypadku próbki ciekłej wielkość odważki i krotność rozcieńczenia ustalić z opiekunem.

Najczęściej należy odważyć dokładnie ok. 0,5 g substancji (ciekłej), rozpuścić w 25 ml wody w kolbie stożkowej pojemności 200 ml z doszlifowanym korkiem i postępować według przepisu farmakopealnego.

W jakim celu do roztworu pod koniec miareczkowania tiosiarczanem sodu dodaje się oprócz skrobi chloroform ?