

ALUMINII KALII SULFAS GLINOWO-POTASOWY SIARCZAN

Alum, Alun

Syn.: *Alumen, Alun*

Nazwa chemiczna: Siarczan(VI) glinu potasu – woda (1/12)

$KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$

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. 58¹).

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. 37¹¹).

3. Substancja wykazuje reakcje na potas (str. 37¹¹).

Czystość

1. Rozpuścić 0,5 g substancji w wodzie i uzupełnić do 10,0 ml; roztwór powinien być przezroczysty (str. 60¹¹) i bezbarwny (metoda II) (str. 61¹).

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. 41¹).

4. Żelaza nie więcej niż 50 µg/g; do wykonania próby użyć 0,1 g substancji (str. 42¹¹).

5. Metali ciężkich, w przeliczeniu na ołów, nie więcej niż 10 µg/g; do wykonania próby metodą II użyć 1,0 g substancji (str. 42¹¹).

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 ($KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$).

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)

$Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$

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. 58¹).

Tożsamość

1. Rozpuścić 0,25 g substancji w 5 ml wody; roztwór wykazuje reakcje na glin (str. 36¹¹).

2. Substancja wykazuje reakcje na siarczany (str. 37¹¹).

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. 60¹¹); roztwór powinien być bezbarwny (metoda II) (str. 61¹).

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 przesącza 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. 41¹).

5. Metali ciężkich, w przeliczeniu na ołów, nie więcej niż 10 µg/g; do wykonania próby metodą I użyć 1,0 g substancji (str. 42¹¹).

6. Arsenu nie więcej niż 5 µg/g; do wykonania próby użyć 2,0 g substancji (str. 40¹).

7. Żelaza nie więcej niż 0,015%; do wykonania próby użyć 33 mg substancji (str. 42¹¹).

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 ditazonu (0,25 mg/ml) OD i nadmiar wersenianu disodowego miareczkować roztworem siarczanu cynku (0,05 mol/l) RM do zmiany zabarwienia na fioletowe. Wykonać ślepią próbę.

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

Przechowywanie. W zamkniętych opakowaniach.

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

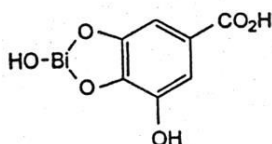
Dawki zwykle stosowane	Jednorazowa	Dobowa
Zewnętrznie (roztwór do przemywań)	4,0% – 5,0%	

Uwaga !

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

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 czerwono-brunatny 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').

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').

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; brunatno-żółte 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'').

Roztwory

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

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

Wykonać pomiar absorbancji przy 324,7 nm, używając lampy z katodą wnątkową 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'').

Roztwory

a) odważyć dokładnie ok. 1 g substancji, dodać 10 ml wody, wytrząsać, dodać 4,5 ml wodorotlenku amonowego (227 g/l) OD, wytrząsać, 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 wnątkową 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'').

Roztwory

a) odważyć dokładnie ok. 1 g substancji, dodać 10 ml wody, wytrząsać, dodać 4,5 ml wodorotlenku amonowego (227 g/l) OD, wytrząsać, 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 wnątkową 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'').

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 ksylolowego (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. Odkazujące, 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 wersenianu 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).

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, rozpuszcza 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^l).

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^l).

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^{ll}) i bezbarwny (metoda II) (str. 61^l)

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

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^{ll}).

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^{ll}).

FP VI

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%	

ZINCI OXIDUM CYNKU TLENEK

Zinc oxid, Zinc (oxyde de)

Nazwa chemiczna: Tlenek cynku

ZnO

m.cz. 81,38

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

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

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

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

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^b) i bezbarwny (metoda II) (str. 61^b).

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 przesącza (str. 41^b)

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

c) żelaza nie więcej niż 0,01%; do wykonania próby użyć 2 ml przesącza 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 roz-

tworu 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^b).

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^b).

6. Strata masy po wypróżeniu w temp. 500°C nie większa niż 1,0% (str. 63^b).

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%

METHENAMINUM* METENAMINA

Methenamine

Syn.: Heksametylenotetramina, Urotropina

Nazwa chemiczna: 1,3,5,7-Tetraazacyklo[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, kryształiczny 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; wydzieli się zapach formaldehydu. Następnie dodać 3 ml roztworu wodorotlenku sodu (175 g/l) OD i ponownie ogrzać; wydzieli 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 acetyloacetanu 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 μ g 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 μ g CH_2O/g) 2 ml amonowego roztworu azotanu srebra OD.

4. Jonów amonowych nie więcej niż 50 μ g/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. Siarczianów 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 μ g/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

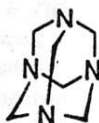
Zastosowanie. Doustnie w profilaktyce nawracających zakażeń dróg moczowych. Miejscowo w nadmiernej potliwości stóp i rąk – zmniejsza wydzielanie potu i hamuje jego rozkład przez bakterie.

Preparaty gotowe: *Mandelamine* (migdałan 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

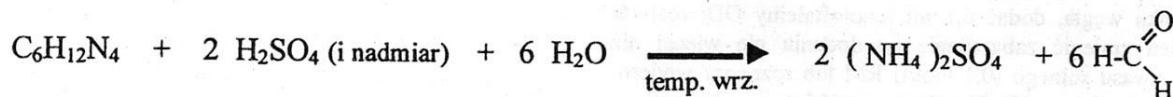
Odważyć dokładnie ok. 0,25 g substancji, rozpuścić w 25 ml wody, dodać 25,0 ml kwasu siarkowego (0,25 mol/l) RM oraz kilka kulek szklanych i utrzymywać we wrzeniu na małym płomieniu tak, aby po upływie 25 min pozostało ok. 15 ml. Następnie dodawać, kilkakrotnie, po 25 ml wody i utrzymywać we wrzeniu 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



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

01/2013:0396

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 nadtlenu wodoru 3% odpowiada ok. 10-krotnej objętości tlenu.

Może być dodany odpowiedni stabilizator.

WŁAŚCIWOŚCI

Wygląd: bezbarwna, przezroczysta ciecz.

TOŻSAMOŚĆ

- 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.
- 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.
- Roztwór badany spełnia wymagania badania zawartości nadtlenu 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.

Wytłuszczyć 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 eksyktorze. 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

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 nadtlenu 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.

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 nadtlenu wodoru 30% odpowiada ok. 110-krotnej objętości tlenu.

Może być dodany odpowiedni stabilizator.

WŁAŚCIWOŚCI

Wygląd: bezbarwna, przezroczysta ciecz.

TOŻSAMOŚĆ

- 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.
- 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.
- Roztwór badany spełnia wymagania badania zawartości nadtlenu 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.

Wytłuszczyć 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 eksyktorze. 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 nadtlenu 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. Przemyc 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 przemyc 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).

ONAKOWANIE

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

[7778-74-7]

m.cz. 138,6

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

- 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.
- Chlorany i chlorki (patrz „Badania”).
- 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).
- 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. Pozo-

stawić 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. Przemyc 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. Przemyc 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 przemyc 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

[7722-64-7]

m.cz. 158,0

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

- 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 spiekane-go (16) (2.1.2). Przemycić 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 rozcieńzonego kwasu solnego OD. Miareczkować uwolniony jod roztworem tiosiarczanu sodu (0,1 mol/L) RM, używając 1 mL roztworu skrobi OD jako wskaźnika.

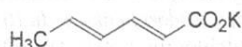
1 mL roztworu tiosiarczanu sodu (0,1 mol/L) RM odpowiada 3,160 mg nadmanganianu potasu (KMnO₄).

01/2017:0618

KALII SORBAS

Potasu sorbinian

Potassium sorbate; Potassium (sorbate de)



C₆H₇KO₂
[590-00-1]

m.cz. 150,2

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 rozcieńzonego kwasu solnego OD i wytrząsnąć. Przesączyć krystaliczny osad, przemycić 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 rozcieńzonego 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 Z_s (2.2.2, metoda II).

Kwasowość lub zasadowość. Do 20 mL roztworu S dodać 0,1 mL roztworu fenolofaleiny 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 (C₂H₄O).

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 C₂H₄O/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 (C₆H₇KO₂).

PRZECHOWYWANIE

Chronić od światła.

01/2017:1622

KALII SULFAS

Potasu siarczan

Potassium sulfate; Potassium (sulfate de)

K₂SO₄
[7778-80-5]

m.cz. 174,3

DEFINICJA

Zawartość: od 98,5% do 101,0% K₂SO₄ (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%).

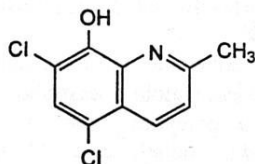
TOŻSAMOŚĆ

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

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

CHLORQUINALDOLUM CHLOROCHINALDOL

Nazwa chemiczna: 5,7-Dichloro-2-metylocholinol-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. 53¹).

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. 58¹).

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 ($a_{1\%}^{1\text{cm}}$ wynosi ok. 2130) (str. 92¹¹).

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. 60¹¹), a jego zabarwienie nie powinno być intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego Z 2 (metoda II) (str. 61¹).

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. 41¹).

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. 41¹).

5. Metali ciężkich, w przeliczeniu na ołów, nie więcej niż 20 µg/g; do wykonania próby metodą III użyć 0,5 g substancji (str. 42¹¹).

6. Strata masy po suszeniu 4 h w temp. 80°C nie większa niż 0,5% (str. 63¹¹).

7. Popiołu siarczanowego nie więcej niż 0,1% (str. 39¹¹).

8. Badanie metodą chromatografii cienkowarstwowej (str. 72¹¹).

Faza nieruchoma: żel krzemionkowy GF₂₅₄ 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 A₁).

Chromatogram wysuszyć w temp. pokojowej i obejrzyć 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 A₁ (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. 90¹).

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 tablecie nie powinna być mniejsza niż 90,0% i większa niż 110,0% deklarowanej ilości.

Preparat powinien odpowiadać wymaganiom monografii *Tabletulae* (str. 183¹¹).

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. 92¹¹).

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. 184¹¹).

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 tablecie, przyjmując absorbowalność $a_{1\%}^{1\text{cm}} = 1814$.

Czystość mikrobiologiczna

Badanie wykonać wg monografii „Badanie czystości mikrobiologicznej” (str. 118¹¹). 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 tabletkce nie powinna być mniejsza niż 92,5% i większa niż 107,5% deklarowanej ilości.

Preparat powinien odpowiadać wymaganiom monografii *Tabletulae* (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 tabletkce, 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 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	

E. Szyszko „Metody Badania Leków” str. 243

Tabletulae 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.

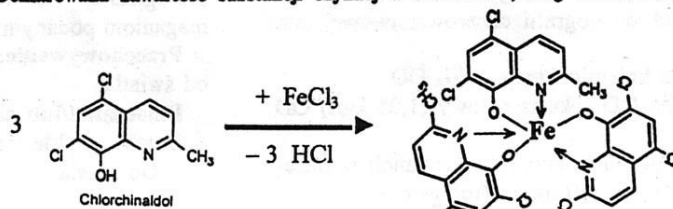
Przygotowanie roztworu badanego. Odważyć dokładnie ilość sproszkowanych tabletek odpowiadającą około 0,036 g chlorchinaldolu do kolby miarowej pojemności 100 ml, dodać 20 ml metanolu i wytrząsać w ciągu 1 godziny. Następnie dodać 10 ml 0,5 n kwasu solnego i uzupełnić metanolem. Po dokładnym wymieszaniu 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 $\lambda = 675$ 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 tabletkce. 0,002 g chlorchinaldolu.



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 $a_{1cm}^{1\%} = 1814$.

Czystość mikrobiologiczna

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

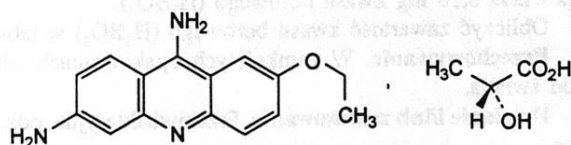
Przechowywanie. W temp. nie wyższej niż 15°C.

Działanie i/lub zastosowanie. Antyseptyczne.

Dawki zwykle stosowane	Jednorazowa	Dobowa
Zewnętrznie		3,0%

ETHACRIDINI LACTAS ETAKRYDINY MLECZAN

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



$C_{18}H_{21}N_3O_4$

m.c. 343,38

Zawartość mleczanu etakrydiny, 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. 58¹).

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 ($\alpha_{1\text{cm}}^{1\%}$ wynosi ok. 1590) i ok. 362 nm (str. 92¹¹).

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. 60¹¹).

2. Substancja nie powinna wykazywać reakcji na sole amonowe; do wykonania próby użyć 0,1 g substancji (str. 42¹).

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. 41¹).

4. Siarczanów nie więcej niż 0,2%; do wykonania próby użyć 2,5 ml przesączu z p. 3 (str. 41¹¹).

5. Metali ciężkich, w przeliczeniu na ołów, nie więcej niż 10 µg/g; do wykonania próby metodą III użyć 1,0 g substancji (str. 42¹¹).

6. Strata masy po suszeniu nie większa niż 5,5% (str. 63¹¹).

7. Popiołu siarczanowego nie więcej niż 0,1% (str. 39¹¹).

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. 90¹).

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

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 zasyпка)	0,5%–2,5%	

Dawki maksymalne	Jednorazowa	Dobowa
Zewnętrzne (roztwór)	0,01%–0,2%	
(maść i zasyпка)	0,5%–2,5%	

ETHACRIDINI LACTATIS CUM ACIDO BORICO TABLETTAE

TABLETKI MLECZANU ETAKRYDYN 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.c.z. 343,38) w tabletkie nie powinna być mniejsza niż 90,0% i większa niż 110,0% deklarowanej ilości; zawartość kwasu borowego (H_3BO_3 – m.c.z. 61,83) w tabletkie nie powinna być mniejsza niż 35,0% i większa niż 45,0% w stosunku do zawartości mleczanu etakrydyny.

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

Postać i właściwości. Jasnożółte tabletki.

Tożsamość

1. Wyrzucić 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 ślepa 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 tabletkie.

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).

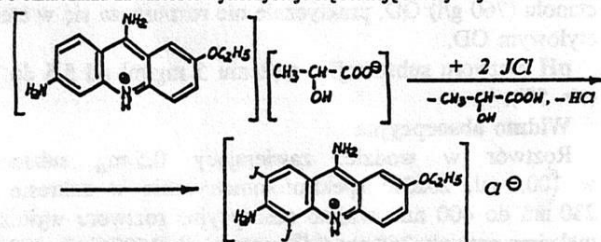
Obliczyć zawartość kwasu borowego (H_3BO_3) w tabletkie.

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 odsacza 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:



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

1 mol etakrydyny $\Rightarrow$ 2 mole J Cl $\Rightarrow$ 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”/.

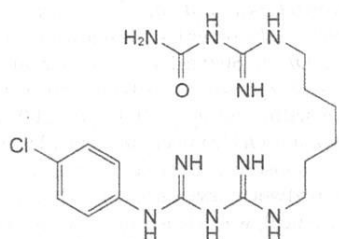
Do kolby miarowej poj. 10 ml odmierzyć 1 ml roztworu „b”, a do drugiej kolby poj. 10 ml odmierzyć 1 ml ściśle 0,01% wzorcowego roztworu rywanolu w wodzie.

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.

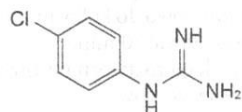
Zmierzyć absorbancję każdego roztworu przy 420 nm w 1 cm kuwetach, stosując jako odnośnik roztwór zawierający 2 ml zmodyfikowanego odczynnika Ehrlicha w 8 ml wody.

Zmodyfikowany odczynnik Ehrlicha:

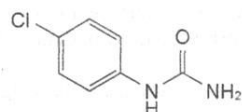
2 g Aldehydu 4-dimetyloaminobenzoesowego rozpuścić w 20 ml 25% HCl i uzupełnić w kolbie miarowej mieszaniną etanolu 95° i wody 1:1 do objętości 100 ml.



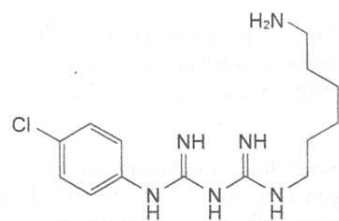
B. 1-[[6-[[[(4-chlorofenyl)karbamimidoilo]karbamimidoilo]-amino]heksylo]karbamimidoilo]mocznik,



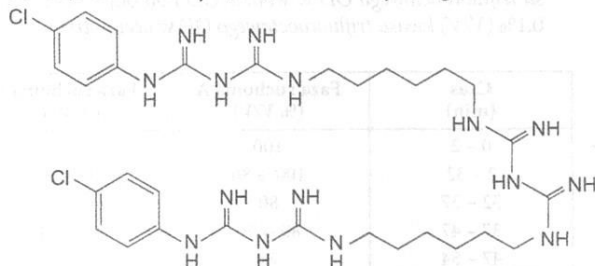
E. 1-(4-chlorofenyl)guanidyna,



F. 1-(4-chlorofenyl)mocznik,

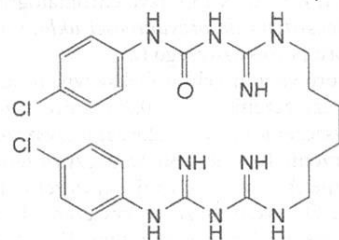


G. 1-(6-aminoheksylo)-5-(4-chlorofenyl)biguanid,

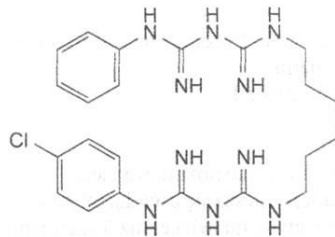


H. 1,1'-[iminobis(karbonimidoiloiminoheksano-6,1-dylo)]-bis[5-(4-chlorofenyl)biguanid],

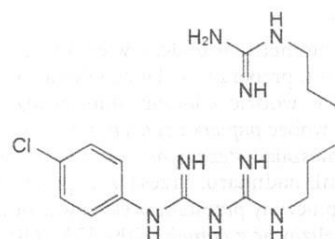
I. nieznana budowa,



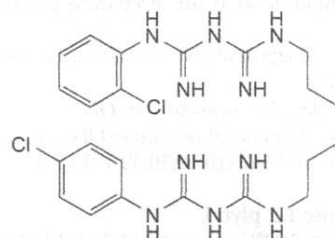
K. 1-(4-chlorofenyl)-3-[[6-[[[(4-chlorofenyl)karbamimidoilo]karbamimidoilo]amino]heksylo]karbamimidoilo]mocznik,



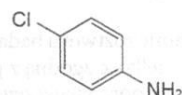
M. 5-(4-chlorofenyl)-5'-fenyl-1,1'-(heksano-1,6-dylo)-dibiguanid,



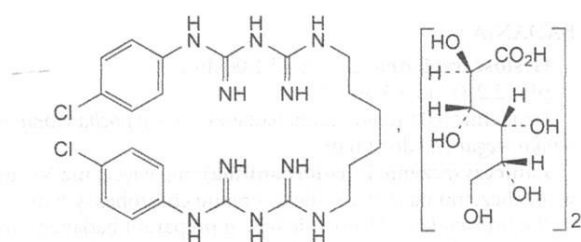
N. 1-[6-(karbamimidoiloamino)heksylo]-5-(4-chlorofenyl)-biguanid,



O. 5-(2-chlorofenyl)-5'-(4-chlorofenyl)-1,1'-(heksano-1,6-dylo)dibiguanid,



P. 4-chloroanilina.

07/2013:0658
zmieniona (8.3)**CHLORHEXIDINI DIGLUCONATIS
SOLUTIO****Chloroheksydyny diglukonian, roztwór***Chlorhexidine digluconate solution; Chlorhexidine (digluconate de), solution de* $C_{34}H_{54}Cl_2N_{10}O_{14}$
[18472-51-0]

m.cz. 898

DEFINICJA

Wodny roztwór 1,1'-(heksano-1,6-diylo)bis[5-(4-chlorofenyl)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.

Płytki: płytka TLC z żelazem 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 siarczany 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 cetymidu 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 dichlorowodoru 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 dichlorowodoru 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 oktadecylsililowymi, 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 pik zanieczyszczenia B i H_r = wysokość powyżej linii podstawowej najniższego punktu krzywej oddzielającej ten pik od pik zanieczyszczenia N.

Wartości graniczne:

- zanieczyszczenie N: nie więcej niż powierzchnia pik głównego na chromatogramie roztworu porównawczego (b) (1,0%);
- zanieczyszczenie H: nie więcej niż 0,5-krotność powierzchni pik głównego na chromatogramie roztworu porównawczego (b) (0,5%);
- zanieczyszczenia A, J, K: dla każdego zanieczyszczenia, nie więcej niż 0,4-krotność powierzchni pik głównego na chromatogramie roztworu porównawczego (b) (0,4%);
- suma zanieczyszczeń I i O: nie więcej niż 0,4-krotność powierzchni pik głównego na chromatogramie roztworu porównawczego (b) (0,4%);
- zanieczyszczenie G: nie więcej niż 0,3-krotność powierzchni pik głównego na chromatogramie roztworu porównawczego (b) (0,3%);
- zanieczyszczenia B, F, L, Q: dla każdego zanieczyszczenia, nie więcej niż 0,2-krotność powierzchni pik głównego na chromatogramie roztworu porównawczego (b) (0,2%);
- zanieczyszczenia indywidualnie nieokreślane: dla każdego zanieczyszczenia, nie więcej niż 0,1-krotność powierzchni pik głównego na chromatogramie roztworu porównawczego (b) (0,10%);
- suma zanieczyszczeń: nie więcej niż 3-krotność powierzchni pik głównego na chromatogramie roztworu porównawczego (b) (3,0%);
- wartość graniczna pominięcia: 0,05-krotność powierzchni pik 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 chlorohexydy (C₃₄H₅₄Cl₂N₁₀O₁₄).

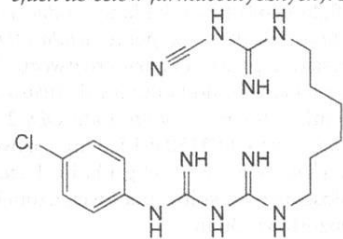
PRZECHOWYWANIE

Chronić od światła.

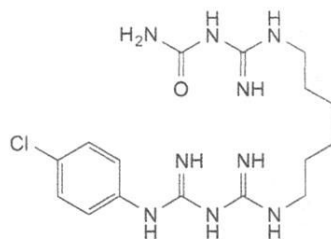
ZANIECZYSZCZENIA

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

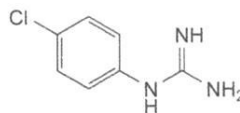
Inne wykrywalne zanieczyszczenia (następujące substancje, jeżeli są obecne w wystarczającej ilości, mogą być wykryte w jednym z badań podanych w monografii. Są ograniczone przez ogólne kryterium akceptacji dla innych lub nieokreślanych indywidualnie zanieczyszczeń i/lub przez monografię ogólną *Corpora 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.



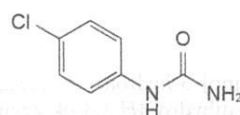
A. 1-(4-chlorofenyl)-5-[6-[(cyjanokarbamimidoyl)amino]heksyl]biguanid,



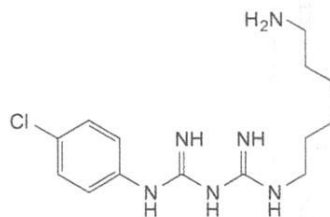
B. 1-[[6-[[[(4-chlorofenyl)karbamimidoyl]karbamimidoyl]amino]heksyl]karbamimidoyl]mocznik,



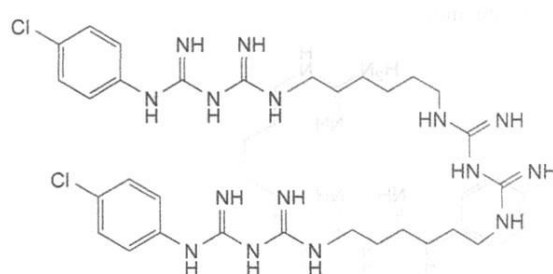
E. 1-(4-chlorofenyl)guanidyna,



F. 1-(4-chlorofenyl)mocznik,

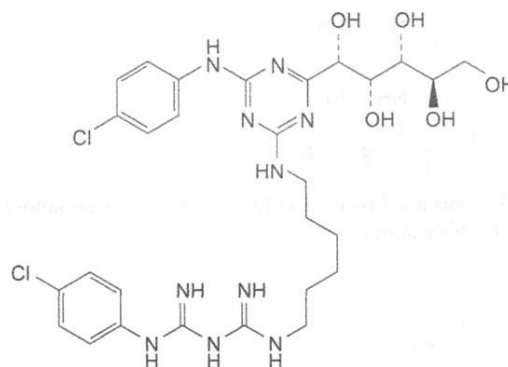


G. 1-(6-aminoheksyl)-5-(4-chlorofenyl)biguanid,



H. 1,1'-[iminobis(karbonimidoyloiminoheksano-6,1-dylo)]bis-[5-(4-chlorofenyl)biguanid],

I. nieznaną budową,



J. 1-(4-chlorofenyl)-5-[6-[[4-[(4-chlorofenyl)amino]-6-[(1S,2R,3R,4R)-1,2,3,4,5-pentahydroksypentyl]-1,3,5-triazyn-2-yl]amino]heksyl]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 pików 2-chloroetanolu;
- powtarzalność: względne odchylenie standardowe nie więcej niż 10,0% po 6 wprowadzeniach.

Wartość graniczna:

- 2-chloroetanol: obliczyć stosunek (R) powierzchni pików 2-chloroetanolu do powierzchni pików wzorca wewnętrznego na chromatogramie roztworu porównawczego; obliczyć stosunek powierzchni pików 2-chloroetanolu do powierzchni pików 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[(cyjanopropyl)(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 pików tlenku etylenu na chromatogramie roztworu porównawczego (b).

Wartość graniczna:

- tlenek etylenu: nie więcej niż 0,5-krotność powierzchni odpowiadającego pików na chromatogramie 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 potencjometrycznie (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 10² CFU/g (2.6.12).

OZNAKOWANIE

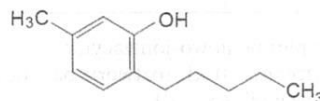
Na etykiecie podać wartość średnią masy cząsteczkowej, podstawienie molowe i stosunek C2/C6 (wartości nominalne).

01/2011:2405

AMYLMETACRESOLUM

Amylometakrezol

Amylmetacresol; Amylmetacrésol



C₁₂H₁₈O

[1300-94-3]

m.cz. 178,3

DEFINICJA

5-Metylo-2-pentylfenol.

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 fiołki z amylometakrezolem do identyfikacji pików 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 100,0 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 pików 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 nieokreślone:** dla każdego zanieczyszczenia, nie więcej niż 0,10%;
- **suma zanieczyszczeń:** nie więcej niż 1,0%;
- **wartość graniczna pominięcia:** powierzchnia pików 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 (C₁₂H₁₈O) z deklarowanej zawartości amylometakrezolu CSP.

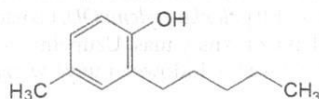
PRZECHOWYWANIE

W hermetycznym, niemetalowym pojemniku, chroniąc od światła.

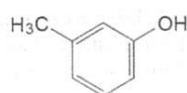
ZANIECZYSZCZENIA

Zanieczyszczenia indywidualnie określone: A, G, K.

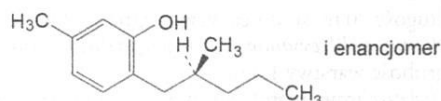
Inne wykrywalne zanieczyszczenia (następujące substancje, jeżeli są obecne w wystarczającej ilości, mogą być wykryte w jednym z badań podanych w monografii. Są ograniczone przez ogólne kryterium akceptacji dla innych lub nieokreślanych indywidualnie zanieczyszczeń i/lub przez monografię ogólną *Corpora 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.



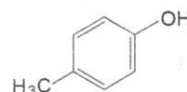
A. 4-metylo-2-pentylfenol,



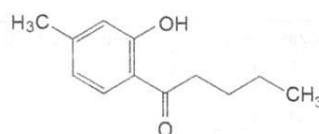
B. 3-metylofenol (*m*-krezol),



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



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



E. 1-(2-hydroksy-4-metylofenilo)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')

AgNO₃ 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 czerwono-żółtego zabarwienia.

1 mL roztworu tiocyjanianu amonowego (0,1 mol/L) RM odpowiada 16,99 mg azotanu srebra (AgNO₃).

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 colloidal 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 spiekane (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 czerwonoawobrunatny. 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 czerwonoawobrunatny.

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

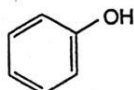
Przemyć pozostałość otrzymaną na filtrze w czasie przygotowywania roztworu S 5 porcjami, każda po 10 mL wody OD. Wysuszyć filtr do stałej masy w temp. 100–105°C. Masa pozostałości nie jest większa niż 12,5 mg.

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.

PHENOLUM FENOL

Phenol, Phénol

Nazwa chemiczna: Hydroksybenzen



C_6H_5O

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 rozpuszcza się i barwi czerwono.

Temperatura krzepnięcia nie niższa niż 39°C (str. 54^l).

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^{ll}) (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^l).

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_5O).

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%

* ↑ pominiąć etap miareczkowania [...]

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 ?