



INSTRUKCJA DO ĆWICZEŃ LABORATORYJNYCH

ĆWICZENIE 1. BADANIE CZYSTOŚCI SUBSTANCJI LECZNICZYCH

CELE ĆWICZENIA

- zapoznanie się z teoretycznymi podstawami określania zanieczyszczeń produktów lub substancji leczniczych
- nabycie umiejętności praktycznego przeprowadzania badania czystości produktu lub substancji leczniczej zgodnie z wymaganiami farmakopealnymi
- kształtowanie umiejętności analizy i interpretacji uzyskanych wyników

PODSTAWY TEORETYCZNE

Aby produkt bądź substancja lecznicza mogły być dopuszczone do obrotu, muszą spełniać ściśle określone normy czystości. Wymagania te są zapisane w **monografiach Farmakopei** (dla produktów farmakopealnych), a dla produktów pozafarmakopealnych – w odpowiednich **normach przemysłowych**. W praktyce oznacza to, że nawet jeśli produkt zawiera prawidłową ilość substancji czynnej, może zostać zdyskwalifikowany, jeśli przekroczone są dopuszczalne poziomy zanieczyszczeń.

Zanieczyszczenia dzieli się na dwie główne grupy:

- **zanieczyszczenia niespecyficzne** – związane z procesem wytwarzania i aparaturą. Ich źródłem mogą być:
 - surowce i rozpuszczalniki stosowane w syntezie,
 - woda procesowa,
 - elementy aparatury (zanieczyszczenia jonami metali),
 - typowe nieorganiczne domieszki (np. chlorki, siarczany, sole amonowe, jony metali).
- **zanieczyszczenia specyficzne** – związane bezpośrednio z daną substancją:
 - produkty uboczne syntezy,
 - półprodukty,
 - produkty rozkładu powstające w trakcie przechowywania pod wpływem światła, wilgoci, temperatury lub procesów hydrolizy, utleniania, redukcji i innych.

Farmakopea podaje ogólne metody określania **zanieczyszczeń niespecyficznych** (np. popiół, strata po suszeniu, jony chlorkowe, azotanowe, siarczanowe, sole amonowe, Ba^{2+} , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Fe^{2+}/Fe^{3+} , metale ciężkie w przeliczeniu na ołów – Pb^{2+}). Natomiast metody określania **zanieczyszczeń specyficznych** opisane są w **monografiach szczegółowych** poszczególnych substancji.

Ocena czystości opiera się na porównaniu badanej próbki z:

1. **roztworem wzorcowym**, który zawiera dopuszczalną, ściśle określoną ilość zanieczyszczenia,
2. **próbką kontrolną**, tzw. **próbą ślepą**, która zawiera wodę destylowaną lub inny rozpuszczalnik i te same odczynniki w tych samych ilościach co próbka badana.

Produkt/substancję uznaje się za spełniającą wymagania, gdy:

- zabarwienie/zmętnienie/opalizacja po dodaniu odczynników (zgodnych z procedurą oznaczenia) w próbce badanej nie są intensywniejsze niż w roztworze wzorcowym,

- albo wynik oznaczenia próbki badanej nie różni się istotnie od tego, uzyskanego dla próby ślepej (jeśli służy ona do stwierdzenia „braku” zanieczyszczenia).

Czasem próbkę należy wcześniej przygotować tak, by właściwości badanej substancji nie fałszowały wyniku oznaczenia (np. substancje redukujące – w bezpośredniej reakcji z AgNO_3 na obecność jonów chlorkowych mogą zredukować Ag^+ do metalicznego srebra, co daje fałszywe wnioski). W takim przypadku stosuje się postępowanie podane w monografii szczegółowej.

OKREŚLANIE ZANIECZYSZCZEŃ

Warunki prowadzenia badań

Jeśli monografia nie przewiduje inaczej:

- używa się bezbarwnych/prawie bezbarwnych probówek o średnicy 16 mm i długości 160 mm,
- odczynniki dodaje się w podanej kolejności,
- obserwację wykonuje się zwykle po 5 minutach, patrząc z góry, przy świetle dziennym przechodzącym,
- tło obserwacji:
 - zmętnienia białe → do obserwacji stosuje się tło matowe czarne,
 - zmętnienia barwne i reakcje barwne → do obserwacji stosuje się tło matowe białe,
- probówki trzyma się w odległości 20–50 mm od tła.

Ze względu na to, że oceny uzyskanych wyników dokonuje się metodą porównawczą (wzrokowo), warunki oznaczenia próbki badanej i próbki odniesienia muszą być takie same.

Zanieczyszczenia „mineralne”

Popiół to pozostałość mineralna po wyprażeniu substancji badanej. W wyniku prażenia próbki w wysokiej temperaturze składniki organiczne ulegają utlenieniu do lotnych produktów (głównie CO_2 , H_2O , tlenki azotu), natomiast składniki mineralne pozostają jako trwała pozostałość stała. Masa tej pozostałości pozwala wykazać, czy próbka zawiera istotne ilości domieszek związków nieorganicznych.

W celu wykonania badania około 1 g próbki umieszcza się w uprzednio wyprażonym do stałej masy tyglu i ostrożnie ogrzewa w celu usunięcia wody oraz zwęglenia substancji, a następnie praży w temperaturze około 600°C do uzyskania stałej masy. Jeśli pozostałość ma barwę szarą (zawiera niespalony węgiel), dodaje się roztwór azotanu amonowego, odparowuje i ponownie praży. Po każdym prażeniu tygiel chłodzi się w eksykatorze i waży, aż różnica między kolejnymi ważeniami nie przekracza $\pm 0,5$ mg. Wynik wyraża się w przeliczeniu na substancję bezwodną.

Popiół siarczanowy – oznaczenie wykonuje się w obecności stężonego kwasu siarkowego ($1,762 \text{ kg/l}$), który powoduje przekształcenie wielu kationów w trwałe, nietlotne siarczany. Zapobiega to stratom wynikającym z tworzenia lotnych chlorków, tlenków czy węglanów podczas prażenia i zapewnia większą powtarzalność wyników.

W celu wykonania badania około 1 g próbki umieszcza się w tyglu, zwilża stężonym kwasem siarkowym i ogrzewa do zaniku białych dymów, a następnie praży w temperaturze około 600°C do uzyskania stałej masy. Po ochłodzeniu w eksykatorze tygiel waży się do momentu, gdy różnica między kolejnymi ważeniami nie przekracza $\pm 0,5$ mg. Wynik wyraża się w przeliczeniu na substancję bezwodną.

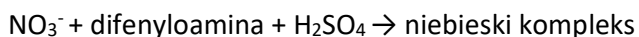
Popiół nierozpuszczalny w HCl pokazuje frakcję mineralną, która nie przechodzi do roztworu w kwasie solnym (np. piasek, krzemionka). Uzyskany popiół traktuje się HCl (105 g/l), ogrzewa we wrzeniu, sączy przez tygiel sączący, przemycza do zaniku reakcji na chlorki i suszy do stałej masy.

Wykrywanie anionów i kationów

W większości prób jonowych obserwuje się opalizację (lekkie zmętnienie) lub zabarwienie roztworu, ponieważ zawartość zanieczyszczeń w próbce badanej jest bardzo mała.

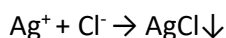
- **Azotany (NO_3^-)**

Obecność azotanów wykrywa się za pomocą reakcji z difenyloaminą w środowisku kwasu siarkowego. Azotany utleniają difenyloaminę, powodując powstanie niebieskiego kompleksu. Brak zabarwienia w porównaniu do próby ślepej wskazuje na brak zanieczyszczenia azotanami.



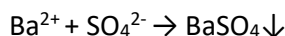
- **Chlorki (Cl^-)**

Obecność jonów chlorkowych wykrywa się w reakcji z jonami srebra w środowisku kwasu azotowego, co prowadzi do powstania białego osadu chlorku srebra. Analizowana próbka spełnia wymagania, jeśli opalizacja/zmętnienie nie jest intensywniejsze niż to, obserwowane w roztworze wzorcowym.



- **Siarczany (SO_4^{2-})**

Obecność siarczanów wykrywa się w reakcji z chlorkiem baru w środowisku kwaśnym, co prowadzi do powstania białego osadu siarczanu baru. Po 15 min porównuje się zmętnienie z roztworem wzorcowym lub z wodą. Zmętnienie w analizowanej próbce nie może być intensywniejsze niż w roztworze wzorcowym.



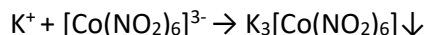
- **Magnez (Mg^{2+})**

Zanieczyszczenie jonami magnezowymi wykrywa się przez reakcję tworzenia barwnego kompleksu z żółcią tytanową w środowisku zasadowym. Po 5 min porównuje się zabarwienie z próbką wzorcowego roztworu siarczanu magnezu.



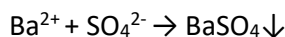
- **Potas (K^+)**

W celu wykrycia obecności jonów potasu przeprowadza się reakcję z heksa(nitrito-N)kobaltanem (III) sodu w etanolu. W wyniku reakcji powstaje żółty osad heksanitrokobaltanu (III) potasu. Po 5 min analizowany roztwór porównuje się z próbą ślepą. Brak różnicy pomiędzy próbkami świadczy o braku zanieczyszczenia kationami potasowymi.



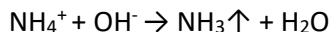
- **Bar (Ba^{2+})**

Obecność kationów baru w próbce wykrywa się dwiema metodami, które prowadzą do powstania białego osadu siarczanu baru. W pierwszej metodzie do roztworu próbki dodaje się kwas siarkowy, w drugiej – wodę gipsową (nasycony wodny roztwór siarczanu (VI) wapnia) i kwas solny. W obu przypadkach po 5 min analizowany roztwór porównuje się z próbą ślepą. Brak różnicy w porównaniu do próby kontrolnej świadczy o braku zanieczyszczenia kationami baru.

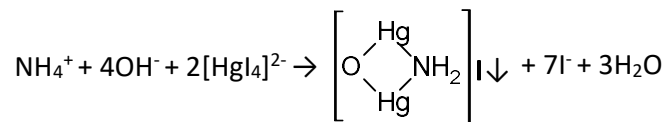


- **Sole amonowe (NH_4^+)**

Obecność soli amonowych w próbce wykrywa się dwiema metodami. W pierwszej do roztworu próbki dodaje się wodorotlenek sodu i podgrzewa na łaźni wodnej. Jeśli obecne są jony amonowe, wydzielą się amoniak (NH_3), który zmienia barwę zwilżonego papierka lakmusowego na niebiesko.

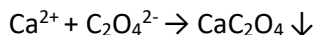


W drugiej metodzie do roztworu próbki dodaje się zasadowy roztwór tetrajodortęcianu (II) potasu, tzw. odczynnik Nesslera. W obecności amoniaku powstaje brunatny osad. Analizowany roztwór porównuje się z roztworem wzorcowym lub próbą ślepą.



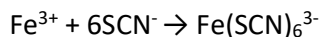
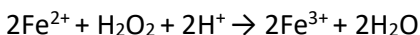
- **Wapń (Ca^{2+})**

Jony wapnia wykrywa się w reakcji ze szczawianem amonowym w obecności zasady. W reakcji powstaje biały osad szczawianu wapnia. Po 10 min analizowany roztwór porównuje się z próbą ślepą. Brak różnicy pomiędzy próbkami świadczy o braku zanieczyszczenia kationami wapnia.



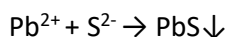
- **Żelazo ($\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$)**

W celu wykrycia obecności jonów żelaza w badanej próbce, niezależnie od jego stopnia utlenienia, roztwór zakwasza się kwasem solnym, a następnie, w razie potrzeby, utlenia H_2O_2 . Dodanie tiocyjanianu amonu (rodanku amonu) prowadzi do powstania czerwonego kompleksu żelaza (III) z tiocyjanianem. Zabarwienie analizowanej próbki porównuje się z roztworem wzorcowym lub próbą ślepą (roztwór kwasu solnego + odczynnik). Zabarwienie próbki nie powinno być intensywniejsze od roztworu wzorca.



- **Metale ciężkie (w przeliczeniu na ołów)**

Obecność metali ciężkich w próbce bada się w formie sumarycznej, przeliczając wynik na ekwiwalent ołowiu (Pb^{2+}). Analizę prowadzi się w środowisku lekko kwaśnym (pH ok. 4), przepuszczając gazowy siarkowodor lub dodając roztwór siarczku sodu, co powoduje wytrącenie nierozpuszczalnych siarczków metali ciężkich w postaci czarnego osadu. Ocena zawsze jest porównawcza: zabarwienie roztworu próbki badanej nie może być intensywniejsze niż barwa roztworu wzorcowego.



Pozostałości lotnych rozpuszczalników

Pozostałości lotnych rozpuszczalników to ślady rozpuszczalników organicznych użytych w produkcji, które nie zostały całkowicie usunięte. Zanieczyszczenia te oznacza się najczęściej techniką **chromatografii gazowej**. Zwykle techniką headspace, co pozwala analizować składniki lotne z przestrzeni nad próbą. Monografia szczegółowa wskazuje, których rozpuszczalników szukać i jakie są limity ich zawartości. Przygotowanie próbek zależy głównie od rozpuszczalności substancji (woda/DMF/inny rozpuszczalnik), a ocena opiera się na porównaniu sygnałów odpowiadających pozostałościom rozpuszczalników w próbce badanej z roztworami wzorcowymi.

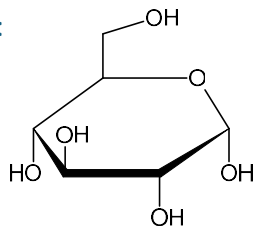
LITERATURA:

1. Farmakopea Polska VI (FP VI). Polskie Towarzystwo Farmaceutyczne, Warszawa 2002
2. Farmakopea Polska XIII (FP XIII). Urząd Rejestracji Produktów Leczniczych, Wyrobów Medycznych i Produktów Biobójczych, Warszawa 2023

Nazwa międzynarodowa: **GLUCOSUM ANHYDRICUM**

Synonim: Glukoza

Wzór chemiczny:



Nazwa chemiczna: α -D-Glukopiranoza

Wygląd: biały lub prawie biały, krystaliczny proszek.

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

Czystość: według Farmakopei Polskiej VI (FP VI) - metoda zmodyfikowana w Katedrze i Zakładzie Chemii Leków w oparciu o FP XIII.

Roztwór podstawowy substancji: rozpuścić 2,0 g substancji w 20 ml wody pozbawionej dwutlenku węgla. Roztwór podstawowy powinien być przezroczysty i bezbarwny.

1. **Chlorków** nie więcej niż 0,01%; do wykonania próby użyć 5 ml roztworu podstawowego substancji, dodać 0,5 ml kwasu azotowego (287 g/l) OD, 0,5 ml azotanu srebra (20 g/l) OD i zamieszać.
2. **Siarczanów** nie więcej niż 0,02%; do wykonania próby użyć 5 ml roztworu podstawowego substancji, dodać 0,5 ml kwasu solnego (105 g/l) OD, 1,0 ml roztworu chlorku baru (50 g/l) OD i zamieszać.
3. **Praca pod WYCIĄGIEM! Metali ciężkich**, w przeliczeniu na ołów, nie więcej niż 20 $\mu\text{g/g}$; do wykonania próby użyć 5 ml roztworu podstawowego substancji i dodać ok. 0,1 ml roztworu siarczku sodu OD.
4. **Związki baru**; do 5 ml roztworu podstawowego, dodać 0,5 ml kwasu solnego (105 g/l) OD i 0,5 ml kwasu siarkowego (178 g/l) OD; roztwór powinien pozostać przezroczysty.

Wykonanie oznaczenia:

Potrzebne szkło i sprzęt laboratoryjny:

- kolba stożkowa,
- probówki,
- cylinder miarowy,
- statyw,
- inne wg potrzeb.

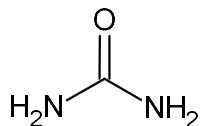
Etapy wykonania oznaczeń:

1. przygotuj roztwór podstawowy substancji zgodnie z podaną procedurą i oceń jego przejrzystość oraz barwę,
2. dla każdego oznaczanego zanieczyszczenia odmierz do osobnych probówek odpowiednią objętość roztworu podstawowego substancji,
3. do przygotowanych probówek dodaj odpowiednie odczynniki zgodnie z opisaną procedurą (oznaczenie metali ciężkich należy wykonywać pod wyciągiem),
4. zawartość probówek wymieszaj, umieść w statywie laboratoryjnym i pozostaw na określony czas, jeżeli procedura tego wymaga,
5. równolegle przygotuj próbę ślepą, zawierającą wszystkie przewidziane w procedurze odczynniki, z pominięciem badanej substancji,
6. porównaj stopień zabarwienia, zmętnienia lub opalizacji w roztworze badanym z próbą ślepą,
7. w przypadku uzyskania niejednoznacznego wyniku reakcję powtórz,
8. po zakończeniu reakcji zgłoś się do asystenta w celu oceny poprawności wykonania ćwiczenia i interpretacji wyników.

Nazwa międzynarodowa: **UREA**

Synonim: Mocznik

Wzór chemiczny:



Nazwa chemiczna: Karbamid

Wygląd: biały lub prawie biały, krystaliczny proszek lub przezroczyste kryształy, słabo higroskopijne.

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

Czystość: według Farmakopei Polskiej VI (FP VI) - metoda zmodyfikowana w Katedrze i Zakładzie Chemii Leków w oparciu o FP XIII.

Roztwór podstawowy substancji - rozpuścić 2,0 g substancji w 20 ml wody pozbawionej dwutlenku węgla. Roztwór podstawowy powinien być przezroczysty i bezbarwny.

1. **Chlorków** nie więcej niż 50 µg/g; do wykonania próby użyć 5 ml roztworu podstawowego substancji, dodać 5 ml wody, 0,25 ml kwasu azotowego (287 g/l) OD, 0,25 ml azotanu srebra (20 g/l) OD i zamieszać.
2. **Siarczanów** nie więcej niż 50 µg/g; do wykonania próby do wykonania próby użyć 5 ml roztworu podstawowego substancji, dodać 0,5 ml kwasu solnego (105 g/l) OD, 1,0 ml roztworu chlorku baru (50 g/l) OD i zamieszać.
3. **Praca pod WYCIĄGIEM ! Metali ciężkich**, w przeliczeniu na ołów, nie więcej niż 10 µg/g; do wykonania próby metodą użyć 5 ml roztworu podstawowego substancji i dodać ok. 0,1 ml roztworu siarczku sodu OD.
4. **Potas, sole amonowe**; do 5 ml roztworu podstawowego dodać 5 ml etanolu (760 g/l) OD i 1 ml świeżo przygotowanego roztworu heksa(nitrito-*N*)kobaltanu (III) sodu (100 g/l) OD; przed upływem 5 min nie powinno powstać zmętnienie.

Wykonanie oznaczenia:

Potrzebne szkło i sprzęt laboratoryjny:

- kolba stożkowa,
- probówki,
- cylinder miarowy,
- statyw,
- inne wg potrzeb.

Etapy wykonania oznaczeń:

1. przygotuj roztwór podstawowy substancji zgodnie z podaną procedurą i oceń jego przejrzystość oraz barwę,
2. dla każdego oznaczanego zanieczyszczenia odmierz do osobnych probówek odpowiednią objętość roztworu podstawowego substancji,
3. do przygotowanych probówek dodaj odpowiednie odczynniki zgodnie z opisaną procedurą (oznaczenie metali ciężkich należy wykonywać pod wyciągiem),
4. zawartość probówek wymieszaj, umieść w statywie laboratoryjnym i pozostaw na określony czas, jeżeli procedura tego wymaga,
5. równolegle przygotuj próbę ślepą, zawierającą wszystkie przewidziane w procedurze odczynniki, z pominięciem badanej substancji,
6. porównaj stopień zabarwienia, zmętnienia lub opalizacji w roztworze badanym z próbą ślepą,
7. w przypadku uzyskania niejednoznacznego wyniku reakcję powtórz,
8. po zakończeniu reakcji zgłoś się do asystenta w celu oceny poprawności wykonania ćwiczenia i interpretacji wyników.

Nazwa międzynarodowa: **KALII BROMIDUM**

Synonim: Sól Erlenmeyera – preparat złożony

Wzór chemiczny: KBr

Nazwa chemiczna: Bromek potasu

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

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

Czystość: według Farmakopei Polskiej VI (FP VI) - metoda zmodyfikowana w Katedrze i Zakładzie Chemii Leków w oparciu o FP XIII.

Roztwór podstawowy substancji - rozpuścić 2,0 g substancji w 20 ml wody pozbawionej dwutlenku węgla. Roztwór podstawowy powinien być przezroczysty i bezbarwny.

1. **Siarczanów** nie więcej niż 0,01%; do wykonania próby użyć 5 ml roztworu podstawowego substancji, dodać 0,5 ml kwasu solnego (105 g/l) OD, 1,0 ml roztworu chlorku baru (50 g/l) OD i zamieszać.
2. **Praca pod WYCIĄGIEM ! Jodki**; do 5 ml roztworu dodać 0,5 ml roztworu chlorku żelaza(III) (100 g/l) OD, ogrzać do temp. 50°C (etap ogrzewania można pominąć), ochłodzić i wytrząsnąć z 2 ml chloroformu OD, nie powinno powstać fioletowe zabarwienie warstwy chloroformowej.
3. **Praca pod WYCIĄGIEM ! Metale ciężkie**, w przeliczeniu na ołów, nie więcej niż 10 µg/g; do wykonania próby metodą użyć 5 ml roztworu podstawowego i dodać ok. 0,1 ml roztworu siarczku sodu OD.
4. **Związki baru**; do 5 ml roztworu podstawowego dodać 1 ml kwasu siarkowego (107 g/l) OD; roztwór powinien 15 min pozostać przezroczysty.

Wykonanie oznaczenia:

Potrzebne szkło i sprzęt laboratoryjny:

- kolba stożkowa,
- probówki,
- cylinder miarowy,
- statyw,
- inne wg potrzeb.

Etapy wykonania oznaczeń:

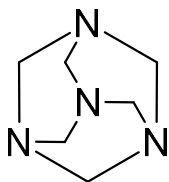
1. przygotuj roztwór podstawowy substancji zgodnie z podaną procedurą i oceń jego przejrzystość oraz barwę,
2. dla każdego oznaczanego zanieczyszczenia odmierz do osobnych probówek odpowiednią objętość roztworu podstawowego substancji,
3. do przygotowanych probówek dodaj odpowiednie odczynniki zgodnie z opisaną procedurą (oznaczenie jodków oraz metali ciężkich należy wykonywać pod wyciągiem),
4. zawartość probówek wymieszaj, umieść w statywie laboratoryjnym i pozostaw na określony czas, jeżeli procedura tego wymaga,
5. równolegle przygotuj próbę ślepą, zawierającą wszystkie przewidziane w procedurze odczynniki, z pominięciem badanej substancji,
6. porównaj stopień zabarwienia, zmętnienia lub opalizacji w roztworze badanym z próbą ślepą,
7. w przypadku uzyskania niejednoznacznego wyniku reakcję powtórz,
8. po zakończeniu reakcji zgłoś się do asystenta w celu oceny poprawności wykonania ćwiczenia i interpretacji wyników.

UWAGA! MATERIAŁ DO SAMODZIELNEGO OPRACOWANIA: właściwości i zastosowanie bromków/chlorków sodu, potasu i amonu w farmacji i medycynie.

Nazwa międzynarodowa: **METHENAMINUM**

Synonim: Urotropina

Wzór chemiczny:



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

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

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

Czystość: według Farmakopei Polskiej VI (FP VI) - metoda zmodyfikowana w Katedrze i Zakładzie Chemii Leków w oparciu o FP XIII.

Roztwór podstawowy substancji - rozpuścić 2,0 g substancji w 20 ml wody pozbawionej dwutlenku węgla. Roztwór podstawowy powinien być przezroczysty i bezbarwny.

1. **Praca pod WYCIĄGIEM ! Jonów amonowych** nie więcej niż 50 µg/g; do wykonania użyć 5 ml roztworu podstawowego substancji, dodać 0,5 ml przezroczystego odczynnika Nesslera OD i zamieszać.
2. **Chlorków** nie więcej niż 100 µg/g; do wykonania próby użyć 5 ml roztworu podstawowego substancji, dodać 5 ml wody, 0,5 ml kwasu azotowego (287 g/l) OD, 0,5 ml azotanu srebra (20 g/l) OD i zamieszać.
3. **Siarczanów** nie więcej niż 100 µg/g; do wykonania próby użyć 5 ml roztworu podstawowego substancji, dodać 0,5 ml kwasu solnego (105 g/l) OD, 1,0 ml roztworu chlorku baru (50 g/l) OD i zamieszać.
4. **Praca pod WYCIĄGIEM ! Metali ciężkich**, w przeliczeniu na ołów, nie więcej niż 20 µg/g; do wykonania próby użyć 5 ml roztworu podstawowego i dodać ok. 0,1 ml roztworu siarczku sodu OD.

Wykonanie oznaczenia:

Potrzebne szkło i sprzęt laboratoryjny:

- kolba stożkowa,
- probówki,
- cylinder miarowy,
- statyw,
- inne wg potrzeb.

Etapy wykonania oznaczeń:

1. przygotuj roztwór podstawowy substancji zgodnie z podaną procedurą i oceń jego przejrzystość oraz barwę,
2. dla każdego oznaczanego zanieczyszczenia odmierz do osobnych probówek odpowiednią objętość roztworu podstawowego substancji,
3. do przygotowanych probówek dodaj odpowiednie odczynniki zgodnie z opisaną procedurą (oznaczenie jonów amonowych oraz metali ciężkich należy wykonywać pod wyciągiem),
4. zawartość probówek wymieszaj, umieść w statywie laboratoryjnym i pozostaw na określony czas, jeżeli procedura tego wymaga,
5. równolegle przygotuj próbę ślełą, zawierającą wszystkie przewidziane w procedurze odczynniki, z pominięciem badanej substancji,
6. porównaj stopień zabarwienia, zmętnienia lub opalizacji w roztworze badanym z próbą ślełą,
7. w przypadku uzyskania niejednoznacznego wyniku reakcję powtórz,
8. po zakończeniu reakcji zgłoś się do asystenta w celu oceny poprawności wykonania ćwiczenia i interpretacji wyników.

Imię i nazwisko:

Numer grupy:

ĆWICZENIE 1. BADANIE CZYSTOŚCI SUBSTANCJI LECZNICZYCH

Nazwa międzynarodowa oznaczanego leku (łacińska):

Wzór chemiczny:

Nazwa chemiczna:

Sposób wykonania oznaczeń wraz z zachodzącymi reakcjami:

Wynik obserwacji:

Badane zanieczyszczenie	Próbka badana	Ślepa próba

Wynik analizy – pełnym zdaniem:

Zaliczenie analizy – podpis asystenta: