

МІНІСТЕРСТВО ОХОРОНИ ЗДОРОВ'Я УКРАЇНИ
ВІННИЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ МЕДИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМ. М.І.ПИРОГОВА
Кафедра фармацевтичної хімії

«УЗГОДЖЕНО»

Методичною радою
фармацевтичного факультету
протокол № 2
від «21» 12 2023р.

Голова методичної ради
фармацевтичного факультету

 доцент ЗВО Тетяна ЮЩЕНКО

«ЗАТВЕРДЖЕНО»

Вченою радою стоматологічного
та фармацевтичного факультетів
протокол № 2
від «26» 12 2023р.

Голова Вченої ради стоматологічного
та фармацевтичного факультетів

 професор ЗВО Сергій ПОЛІЩУК

**Інструкція до станції
об'єктивного структурованого практичного іспиту (ОСПІ)**

Назва станції	<i>Станція №5. Контроль якості лікарських засобів</i>
Дисципліна	Фармацевтична хімія
Спеціальність	226 «Фармація, промислова фармація»
Освітня кваліфікація	Магістр фармації
Професійна кваліфікація	Фармацевт
Курс	V, VI
Форма навчання	Денна, заочна

Вінниця 2023

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію за катіонами, аніонами та функціональними групами та вкажіть їх аналітичні ефекти;
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності та перехід забарвлення, розрахуйте кількісний вміст в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Оснащення станції:

1. Сценарій практичної ситуації.
2. Лікарські субстанції, хімічний посуд та реактиви.
3. Папір А4.
4. Ручка.
5. Калькулятор.

За умови **дистанційної форми** (правового режиму воєнного стану, надзвичайних ситуацій або надзвичайного стану (особливого періоду)) порядок проведення об'єктивного структурованого практичного (клінічного) іспиту (ОСП(К)І) регулюється **Положенням про запровадження елементів дистанційного навчання у ВНМУ ім. М.І. Пирогова** та відбуватиметься на платформі **Microsoft Teams**.

Оснащення для дистанційної форми ОСПІ: практична задача, методика кількісного визначення, калькулятор.

У день іспиту секретар Державної екзаменаційної комісії приєднує до наради екзаменатора студента, група, якого здає іспит згідно графіку. На станції студент повинен привітатись та представитись, **пред'явити документ** (паспорт), який засвідчує його особу, викладачу. Студент отримує практичну задачу, в якій передбачено перевірити вміння здобувачів вищої освіти організувати та здійснювати контроль якості лікарських засобів різних фармакологічних груп (якісний аналіз катіонів та аніонів; елементний аналіз та аналіз органічних сполук за функціональними групами; хімічні титриметричні методи аналізу тощо) у відповідності з вимогами чинної Державної фармакопеї України та методів контролю якості.

Тривалість проходження станції 8 хв. Після закінчення часу перебування на станції екзаменатор відповідь не приймає. Зверніть увагу, що викладач є спостерігачем ваших дій і не надає інструкції, не коментує і не опитує.

Вимоги до проходження станції:

- використання комп'ютера чи ноутбука під час відповіді, використання калькулятора;
- відповідь приймається за умови включеної камери, де чітко видно студента, який здає іспит, та включеного мікрофону з чітким звуком;
- проведені розрахунки надсилаються у чат;
- під час роботи на станції ведеться відеозапис.

Заборонено користуватись мобільним телефоном та іншими електронними гаджетами, передавати, копіювати та виносити будь-яку інформацію, яка стосується іспиту.

Частина ОСПІ з фармацевтичної хімії включає станцію №5 «Контроль якості лікарських засобів»

Представлені практичні задачі з аналізу якості лікарських засобів, що впливають на центральну нервову, серцево-судинну, видільну системи та систему згортання крові, антимікробних препаратів, лікарських засобів, які впливають на функції органів, обмін речовин та імунітет.

Приклад оцінювання відповіді здобувача вищої освіти (ЗВО) на практичну ситуацію з фармацевтичної хімії

На аналіз надійшла субстанція ізоніазиду. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивні результати в реакціях на піридиновий цикл та на залишок гідразину.

Кількісне визначення необхідно провести відповідно до методики ДФУ1. 2.: 0,250 г субстанції розчиняють у воді і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 100,0 мл. До 20,0 мл одержаного розчину додають 100 мл води, 20 мл кислоти хлористоводневої, 0,2 г калію броміду, 0,05 мл розчину метилового червоного і титрують краплями, при постійному перемішуванні 0,0167 М розчином калію бромату до зникнення червоного забарвлення ($V=11,3$ мл).

1 мл 0,0167 М розчину калію бромату відповідає 3,429 мг $C_6H_7N_3O$.

Втрата в масі при висушуванні 0,5 %.

Ізоніазид містить не менше 99,0 % і не більше 101,0 % піридин-4-карбогідразиду, у перерахунку на суху речовину.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію ізоніазиду за функціональними групами (піридиновий цикл, залишок гідразину) та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності та перехід забарвлення, розрахуйте кількісний вміст ізоніазиду в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Критерій	Виконання	Бал
Реакція ідентифікації №1. Студент пропонує будь-яку з можливих реакцій ідентифікації на вибір.		0 / 0,25 / 0,5
	А) 2,4-динітрохлорбензол, розчин лугу	0,5
	А) жовте забарвлення, яке від додавання розчину лугу переходить у фіолетове, а потім в бурувато-червоне	0,25
	В) роданбромідний реактив, розчин лугу, первинний ароматичний амін	0,5
	В) жовтий, оранжевий або червоний колір.	0,25
Реакція ідентифікації №2.		0 / 0,25 / 0,5

	амоніачний розчин аргентуму нітрату	0,25
	жовтуватий осад, потім – наліт металічного срібла на стінках пробірки	0,5
Кількісне визначення		0 / 0,25/ 0,5/0,75/1
	броматометрія, пряме титрування	0,75
	0,0167 М розчин калію бромату	0,25
	метиловий червоний	0,25
	титрують до зникнення червоного забарвлення	0,5
	$x, \% = \frac{V \cdot K \cdot T \cdot V_{\text{м.ж.}} \cdot 100 \cdot 100}{m_{\text{н}} \cdot V_{\text{д}} \cdot (100 - \%_{\text{втр.}})} = \frac{11,3 \cdot 1,000 \cdot 0,003429 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 100}{0,250 \cdot 20 \cdot (100 - 0,5)} = 97,35 \%$	1
	субстанція ізоніазиду не відповідає вимогам ДФУ1.2. за кількісним вмістом	0,75
Мінімальний / максимальний бал		0 / 5,0

Перелік ситуацій: контроль якості лікарських засобів різних фармакологічних груп (лікарські засоби, що впливають на центральну нервову, серцево-судинну, видільну системи та систему згортання крові, антимікробні препарати (хіміотерапевтичні засоби, антисептики і дезінфектанти); лікарські засоби, які впливають на функції органів, обмін речовин та імунітет).

ПЕРЕЛІК ПРАКТИЧНИХ СИТУАЦІЙ

Практична ситуація 1

На аналіз надійшла субстанція ізоніазиду. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивні результати в реакціях на піридиновий цикл та на залишок гідразину.

Кількісне визначення необхідно провести відповідно до методики ДФУ1. 2.: 0,250 г субстанції розчиняють у воді і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 100,0 мл . До 20,0 мл одержаного розчину додають 100 мл води, 20 мл кислоти хлористоводневої, 0,2 г калію броміду, 0,05 мл розчину метилового червоного і титрують краплями, при постійному перемішуванні 0,0167 М розчином калію бромату до зникнення червоного забарвлення (V=14,1 мл).

1 мл 0,0167 М розчину калію бромату відповідає 3,429 мг C₆H₇N₃O.

Втрата в масі при висушуванні 0,5 % .

Ізоніазид містить не менше 99,0 % і не більше 101,0 % піридин-4-карбогідрозиду, у перерахунку на суху речовину.

Завдання:

Ідентифікуйте субстанцію ізоніазиду за функціональними групами (піридиновий цикл, залишок гідразину) та вкажіть їх аналітичні ефекти.

Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки

еквівалентності та перехід забарвлення, розрахуйте кількісний вміст ізоніазиду в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 2

На аналіз надійшла субстанція бензокаїну. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивні результати в реакціях на первинну ароматичну аміногрупу та на залишок етанолу.

Кількісне визначення необхідно провести відповідно до методики ДФУ 1.2.: 0,400 г субстанції розчиняють у суміші 25 мл кислоти хлористоводневої і 50 мл води, додають 3 г калію броміду та 0,1 мл нейтрального червоного.

Охолоджують у льодяній воді повільно, при постійному перемішуванні додаючи 0,1 М розчин натрію нітриту ($V=24,1$ мл).

1 мл 0,1 М розчину натрію нітриту відповідає 16,52 мг $C_9H_{11}NO_2$

Втрата в масі при висушуванні 0,35 %.

Бензокаїн містить не менше 99,0 % і не більше 101,0 % етил 4-амінобензоату, у перерахунку на суху речовину.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію бензокаїну за функціональними групами (первинна ароматична аміногрупа, залишок етанолу) та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності та перехід забарвлення, розрахуйте кількісний вміст бензокаїну в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 3

На аналіз надійшла субстанція калію йодиду. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивні результати в реакціях на іони калію та йодиди.

Кількісне визначення необхідно провести відповідно до методики ДФУ 1.1.:

1,500 г субстанції розчиняють у воді і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 100,0 мл. До 20,0 мл одержаного розчину додають 40 мл кислоти хлористоводневої і титрують 0,05 М розчином калію йодату до переходу забарвлення від червоного до жовтого. Потім додають 5 мл хлороформу і продовжують титрування, інтенсивно перемішуючи, до знебарвлення хлороформного шару ($V=17,85$ мл).

1 мл 0,05 М розчину калію йодату відповідає 16,60 мг KI.

Втрата в масі при висушуванні 0,45 %.

Калію йодид містить не менше 99,0 % і не більше 100,5 % KI, у перерахунку на суху речовину.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію калію йодиду за катіонами та аніонами(K^+ , I^-) та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності та перехід забарвлення, розрахуйте кількісний

вміст калію йодиду в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 4

На аналіз надійшла субстанція кофеїну-бензоату натрію. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивні результати в реакціях на ксантини та бензоат-іони.

Кількісне визначення необхідно провести відповідно до методики МКЯ:

До 0,1 г субстанції додають 2-3 мл ефіру, 0,2 мл розчину метилового оранжевого і титрують 0,1 М розчином хлористоводневої кислоти при збовтуванні до зміни забарвлення водного шару ($V=2,55$ мл).

1 мл 0,1 М розчину хлористоводневої кислоти відповідає 23,20 мг кофеїну-бензоату натрію.

Втрата в масі при висушуванні 0,40 %.

Натрію бензоату в перерахунку на суху речовину має бути не менше 58,0 % і не більше 62,0 %.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію кофеїн-бензоат натрію (бензоат-іон, ксантини) та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності та перехід забарвлення, розрахуйте кількісний вміст кофеїну-бензоату натрію в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 5

На аналіз надійшла субстанція магнію сульфат гептагідрат. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивні результати в реакціях на сульфати та магній.

Кількісне визначення необхідно провести відповідно до методики ДФУ 1.1.:

0.450 г субстанції розчиняють у 100 мл води у конічній колбі місткістю 500 мл.

Доводять об'єм розчину водою до 300 мл, додають 10 мл амонію хлориду

буферного розчину рН 10,0 і близько 50 мг протравного чорного. Розчин

нагрівають до температури близько 40 ° С і титрують при цій температурі 0,1 М розчином натрію едетату ($V=36,6$ мл).

1 мл 0,1 М розчину натрію едетату відповідає 12,04 мг $MgSO_4$.

Втрата в масі при висушуванні 0,40 %.

Магнію сульфат гептагідрат містить не менше 99,0 % і не більше 100,5 %

$MgSO_4$, у перерахунку на суху речовину.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію магнію сульфату гептагідрату за катіонами та аніонами (Mg^{2+} , SO_4^{2-}) та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності та перехід забарвлення, розрахуйте кількісний вміст магнію сульфату гептагідрату в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 6

На аналіз надійшла субстанція метронідазолу. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивні результати в реакціях на нітро-групу

та гетероциклічний азот.

Кількісне визначення необхідно провести відповідно до методики ДФУ 1.2.: 0,150 г субстанції розчиняють у 50 мл кислоти оцтової безводної і титрують 0,1 М розчином кислоти хлорної потенціометрично ($V=8,5$ мл).

1 мл 0,1 М розчину кислоти хлорної відповідає 17,12 мг $C_6H_9N_3O_3$.

Втрата в масі при висушуванні 0,38 %.

Вміст 2-(2- Метил-5-нітро- 1 Н-імідазол- 1 -іл)етанол у субстанції від 99,0 % до 101,0 %, у перерахунку на суху речовину.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію метронідазолу за функціональними групами(нітро-група, гетероциклічний азот) та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності та перехід забарвлення, розрахуйте кількісний вміст метронідазолу в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 7

На аналіз надійшла субстанція кислоти саліцилової. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивні результати в реакціях на саліцилати-іон та карбоксильну групу.

Кількісне визначення необхідно провести відповідно до методики ДФУ 1.2.: 0,120 г субстанції розчиняють у 30 мл 96 % спирту, додають 20 мл води та 0,1 мл розчину фенолфталеїну і титрують 0,1 М розчином натрію гідроксиду($V=8,6$ мл).

1 мл 0,1 М розчину натрію гідроксиду відповідає 13,81 мг $C_7H_6O_3$.

Втрата в масі при висушуванні 0,44 %.

Кислота саліцилова містить не менше 99,0 % і не більше 100,5 % 2-гідроксибензолкарбонової кислоти, у перерахунку на суху речовину.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію кислоти саліцилової за функціональними групами(саліцилати-іон, карбоксильна група) та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності та перехід забарвлення, розрахуйте кількісний вміст кислоти саліцилової в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 8

На аналіз надійшла субстанція натрію гідрокбонату. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивні результати в реакціях на гідрокарбонати та натрій.

Кількісне визначення необхідно провести відповідно до методики ДФУ 1.1.: 1,500 г субстанції розчиняють у 50 мл води, вільної від вуглецю діоксиду, додають 0,2 мл розчину метилового оранжевого і титрують 1 М розчином кислоти хлористоводневої($V=17,50$ мл).

1 мл 1 М розчину кислоти хлористоводневої відповідає 84,0 мг $NaHCO_3$.

Натрію гідрокарбонат містить не менше 99,0 % і не більше 100,0 % NaHCO_3 .

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію натрію гідрокбонату за катіонами та аніонами(гідрокарбонати і натрій) та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності та перехід забарвлення, розрахуйте кількісний вміст натрію гідрокбонату в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 9

На аналіз надійшла субстанція кальцію хлориду дигідрат. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивні результати в реакціях на хлорид-іони та кальцій.

Кількісне визначення необхідно провести відповідно до методики ДФУ 1.1.: 0,280 г субстанції поміщають в конічну колбу місткістю 500 мл. Доводять об'єм розчину водою до 300 мл, додають 6.0 мл натрію гідроксиду розчину концентрованого, близько 200 мг кальконкарбонОВОЇ кислоти і титрують 0,1М розчину натрію едетату($V=18,5$ мл).

1 мл 0,1 М розчину натрію едетату відповідає 14,70 мг $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Кальцію хлорид дигідрат містить не менше 97.0 % і не більше 103,0 % $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію кальцію хлориду дигідрату за катіонами та аніонами (Ca^{2+} та Cl^-) та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності та перехід забарвлення, розрахуйте кількісний вміст кальцію хлориду дигідрату в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 10

На аналіз надійшла субстанція кислоти глутамінової. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивні результати в реакціях на карбоксильну групу та на аліфатичну аміногрупу.

Кількісне визначення необхідно провести відповідно до методики ДФУ 1.0.: 0,130 г субстанції при слабкому нагріванні розчиняють у 50 мл води, вільної від вуглецю діоксиду, охолоджують та додають і 0,1 мл розчину бромтимолового синього та титрують 0,1 М розчином натрію ($V=8,80$ мл).

1 мл 0,1 М розчину натрію гідроксиду відповідає 14,71 мг $\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4$.

Втрата в масі при висушуванні 0,44 %.

Вміст: не менше 98,5 % і не більше 100,5 % (2S)-2-амінопентандіоївої кислоти, у перерахунку на суху речовину.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію кислоти глутамінової за реакціями на карбоксильну групу та аліфатичну аміногрупу та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації

точки еквівалентності та перехід забарвлення, розрахуйте кількісний вміст кислоти глютамінової в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 11

На аналіз отримано субстанцію кислоти ацетилсаліцилової. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивні результати в реакціях саліцилати-іон та з концентрованою кислотою сульфатною і формальдегідом. Кількісне визначення проводили за наступною методикою МКЯ: 0,5 г субстанції розчиняють в 10 мл нейтралізованого за фенолфталеїном (5-6 кр.) та охолодженого до 8-10°C спирті. Титрують 0,1 М розчином натрію гідроксиду ($V=27,2$ мл).

1 мл 0,1 М розчину натрію гідроксиду відповідає 18,02 мг кислоти ацетилсаліцилової.

Вміст не менше 99,5% і не більше 101%.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію ацетилсаліцилової кислоти за наявністю саліцилат-іону та з концентрованою кислотою сульфатною і формальдегідом та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності (індикатор (перехід забарвлення) чи безіндикаторний метод), розрахуйте кількісний вміст ацетилсаліцилової кислоти в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 12

На аналіз отримано субстанцію кислоти аскорбінової. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивні результати в реакціях з розчином аргентуму нітрату та розчином феруму (II) сульфату.

Кількісне визначення проводили за наступною методикою ДФУ 2.0: 0,150 г субстанції розчиняють в суміші 10 мл кислоти сульфатної розведеної і 80 мл води. Додають 1 мл розчину крохмалю та титрують 0,05 М розчином йоду ($V = 17,0$ мл).

1 мл 0,05 М розчину йоду відповідає 8,81 мг кислоти аскорбінової.

Вміст не менше 99% і не більше 100,5%.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію аскорбінової кислоти з розчином аргентуму нітрату та розчином феруму (II) сульфату та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності (індикатор (перехід забарвлення) чи безіндикаторний метод), розрахуйте кількісний вміст аскорбінової кислоти в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 13

На аналіз отримано субстанцію метамізолу натрієва сіль (анальгін). Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивні результати в реакціях з розчином гідрогену пероксиду концентрованого та на катіон натрію.

Кількісне визначення проводили за наступною методикою ДФУ 2.0.: 0,2 г субстанції розчиняють в суміші 10 мл 0,01 М розчину хлористоводневої кислоти, попередньо охолодженої в льодяній бані, і відразу титрують, краплями, 0,05 М розчином йоду. Перед кожним додаванням розчину йоду

розчиняють осад перемішуванням. Наприкінці титрування додають 2 мл розчину крохмалю і титрують до забарвлення, що не зникає протягом більше 2 хв. ($V=11,9$ мл).

1 мл 0,05 М розчину йоду відповідає 16,67 мг анальгін.

Вміст не менше 99% і не більше 101%.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію анальгін реакціями з розчином гідрогену пероксиду концентрованого та на катіон натрію та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності (індикатор (перехід забарвлення) чи безіндикаторний метод), розрахуйте кількісний вміст анальгін в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 14

На аналіз отримано субстанцію парацетамолу. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивні результати в реакціях з розчином феруму (III) хлориду та сіллю діазонію.

Кількісне визначення проводили за наступною методикою МКЯ:

0,250 г субстанції поміщують в конічну колбу місткістю 100 мл, додають 10 мл кислоти хлоридної розведеної та кип'ятять зі зворотним холодильником протягом 1 години. Потім холодильник промивають 30 мл води, вміст колби кількісно переносять у склянку для діазотування, промивають колбу 30 мл води, додають 1 г калію броміду і титрують 0,1 М розчином натрію нітриту, додаючи його спочатку зі швидкістю 2 мл за хвилину, а в кінці титрування (за 0,5мл до еквівалентної кількості) по 0,05 мл кожну хвилину ($V=16,2$ мл). Кінець титрування встановлюють за допомогою йодкрохмального папірця (витримка 3 хв.).

1 мл 0,1 М розчину натрію нітриту відповідає 15,12 мг парацетамолу.

Вміст не менше 98,5%.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію парацетамолу реакціями з розчином феруму (III) хлориду та сіллю діазонію та вкажіть їх аналітичні ефекти /
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності (індикатор (перехід забарвлення) чи безіндикаторний метод), розрахуйте кількісний вміст парацетамолу в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 15

На аналіз отримано субстанцію сульфаетамід натрію. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивні результати на первинну ароматичну аміногрупу та на катіон натрію.

Кількісне визначення проводили за наступною методикою ДФУ 2.0:

0,50 г субстанції розчиняють в суміші 50 мл води і 20 мл кислоти хлористоводневої розведеної, охолоджують у водяній бані і титрують 0,1 М розчином натрію нітриту, додаючи його спочатку зі швидкістю 2 мл за хвилину, а в кінці титрування (за 0,5мл до еквівалентної кількості) по 0,05 мл кожну хвилину (21,1 мл). Кінець титрування встановлюють за допомогою йодкрохмального папірця (витримка 3 хв.).

1 мл 0,1 М розчину натрію нітриту відповідає 23,62 мг сульфацетаміду натрію.

Вміст в субстанції не менше 99% і не більше 101%.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію сульфацетаміду натрію реакціями на первинну ароматичну аміногрупу та на катіон натрію та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності (індикатор (перехід забарвлення) чи безіндикаторний метод), розрахуйте кількісний вміст сульфацетаміду натрію в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 16

На аналіз отримано субстанцію хлорамфеніколу (левоміцетину). Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивну реакцію на первинну ароматичну аміногрупу (після відновлення нітрогрупи) та на хлорид-іон (після переведення органічно зв'язаного хлору в хлорид-іон).

Кількісне визначення проводили за наступною методикою МКЯ:

0,50 г субстанції поміщують в конічну колбу місткістю 250 мл, додають 20 мл кислоти хлористоводневої концентрованої та обережно, невеликими порціями, 5 г цинкового пилу. Додають ще 10 мл кислоти, після розчинення цинкового пилу вміст колби кількісно переносять у склянку для діазотування, охолоджену зовні льодом, додають 3 г калію броміду і титрують 0,1 М розчином натрію нітриту ($V=15,62$ мл).

1 мл 0,1 М розчину натрію нітриту відповідає 32,31 мг хлорамфеніколу.

Вміст в субстанції не менше 98% і не більше 102%.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію хлорамфеніколу реакціями на первинну ароматичну аміногрупу (після відновлення нітрогрупи) та на хлорид-іон (після переведення органічно зв'язаного хлору в хлорид-іон) та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності (індикатор (перехід забарвлення) чи безіндикаторний метод), розрахуйте кількісний вміст в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 17

На аналіз отримано субстанцію фенілефрину гідрохлорид (мезатон). Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивний результат в реакціях на фенольний гідроксил та на хлорид-іон.

Кількісне визначення проводили за наступною методикою ДФУ 2.0:

0,15 г субстанції розчиняють в суміші 0,5 мл 0,1 М розчину хлористоводневої кислоти та 80 мл 96% етанолу, 0,2 мл розчину фенолфталеїну і титрують 0,1 М розчином натрію гідроксиду ($V = 7,25$ мл).

1 мл 0,1 М розчину натрію гідроксиду етанольного відповідає 20,37 мг фенілефрину гідрохлориду.

Вміст в субстанції не менше 98,5% і не більше 101%.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію фенілефрину гідрохлориду реакціями на

- фенольний гідроксил та на хлорид-іон та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності (індикатор (перехід забарвлення) чи безіндикаторний метод), розрахуйте кількісний вміст фенілефрину гідрохлориду в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 18

На аналіз отримано субстанцію диклофенаку натрію. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивний результат в реакціях на катіон натрію та з сумішшю розчинів калію фериціаніду та феруму (Ш) хлориду в присутності кислоти хлористоводневої.

Кількісне визначення проводили за наступною методикою ДФУ 2.0: 0,250 г субстанції розчинили в 30 мл кислоти оцтової безводної. Додали 0,1 мл кристалічного фіолетового і титрували 0,1 М розчином кислоти хлорної ($V=7,85$ мл).

1 мл 0,1 М розчину хлорної кислоти відповідає 31,81 мг диклофенаку натрію.

Вміст в субстанції не менше 99% і не більше 101%.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію диклофенаку натрію реакціями на катіон натрію та з сумішшю розчинів калію фериціаніду та феруму (Ш) хлориду в присутності кислоти хлористоводневої та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності (індикатор (перехід забарвлення) чи безіндикаторний метод), розрахуйте кількісний вміст диклофенаку натрію в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 19

На аналіз отримано субстанцію фенолу. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивний результат в реакціях на фенольний гідроксил та бромовання.

Кількісне визначення проводили за наступною методикою ДФУ 2.0: 2,00 г субстанції розчиняють у воді і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 1000,0 мл. До 25,0 мл одержаного розчину додають 50 мл 0,0167 М розчину бромід-бромату і 5 мл хлористоводневої кислоти. Закривають пробкою, витримують протягом 5 хв., періодично перемішуючи, потім залишають на 15 хв. Додають 5 мл розчину 200г/л титрують 0,1 М розчином натрію тіосульфату до появи слабо-жовтого забарвлення. Потім додають 0,5 мл крохмалю, 10 мл розчину хлороформу і продовжують титрування при перемішуванні ($V_0= 3,94$ мл титранту).

Паралельно проводять контрольний дослід ($V_k = 35,92$ мл титранту).

1 мл 0,0167 М розчину бромід-бромату відповідає 1,569 мг фенолу.

Вміст в субстанції має бути не менше 99,0% і не більше 100,5%.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію фенолу реакціями на фенольний гідроксил та бромовання та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення фенолу, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності (індикатор (перехід забарвлення) чи безіндикаторний метод), розрахуйте кількісний вміст в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 20

На аналіз отримано амброксолу гідрохлорид. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивний результат в реакціях на органічно зв'язаний бром та фенольний гідроксил.

Кількісне визначення проводили за наступною методикою ДФУ 2.0: 0,30 г субстанції розчиняють в 70 мл 96% етанолу, додають 5 мл 0,01 М розчину хлористоводневої кислоти, 0,2 мл розчину фенолфталеїну і титрують 0,1 М розчином натрію гідроксиду ($V=7,2$ мл).

1 мл 0,1 М розчину натрію гідроксиду відповідає 41,46 мг амброксолу гідрохлориду.

Вміст в субстанції має бути не менше 99,0% і не більше 101%.

Завдання:

3. Ідентифікуйте субстанцію амброксолу гідрохлориду за реакціями на органічно зв'язаний бром та фенольний гідроксил та вкажіть їх аналітичні ефекти.
1. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності (індикатор (перехід забарвлення) чи безіндикаторний метод), розрахуйте кількісний вміст в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 21

На аналіз отримано субстанцію кислоти нікотинової. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивний результат в реакціях на піридиновий цикл та карбоксильну групу.

Кількісне визначення проводили за наступною методикою ДФУ 2.0: 0,250 г субстанції розчиняють у 50 мл води і титрують 0,1 М розчином натрію гідроксиду до одержання рожевого забарвлення, використовуючи як індикатор 0,25 мл розчину фенолфталеїну ($V=20,13$ мл).

Паралельно проводять контрольний дослід ($V=0,2$ мл)

Втрата в масі при висушуванні складає 0,45%.

1 мл 0,1 М розчину натрію гідроксиду відповідає 12,31 мг кислоти нікотинової.

Кислота нікотина містить не менше 99,5 % і не більше 100,5% піридин-3-карбонової кислоти, у перерахунку на суху речовину.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію кислоти нікотинової за реакціями на піридиновий цикл та карбоксильну групу та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності (індикатор (перехід забарвлення) чи безіндикаторний метод), розрахуйте кількісний вміст в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 22

На аналіз отримано субстанцію натрію тіосульфату. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивний результат в реакціях на тіосульфат-іон та катіон натрію.

Кількісне визначення проводили за наступною методикою ДФУ 2.0:

0,500 г субстанції розчиняють у 20 мл води і титрують 0,05 М розчином йоду, використовуючи як індикатор 1 мл розчину крохмалю, що додають наприкінці титрування ($V=20,1$ мл).

1 мл 0,05 М розчину йоду відповідає 24,82 мг натрію сульфату гептагідрату.
Субстанція містить не менше 99,0 % і не більше 101,0 % натрію сульфату гептагідрату.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію натрію тіосульфату за реакціями на тіосульфат-іон та іон натрію та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності (індикатор (перехід забарвлення) чи безіндикаторний метод), розрахуйте кількісний вміст в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 23

На аналіз отримано субстанцію натрію хлориду. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивний результат в реакціях на хлорид-іон та катіон натрію.

Кількісне визначення проводили за наступною методикою МКЯ:

Біля 1 г препарату (точна наважка) розчиняють у воді в мірній колбі на 50 мл і доводять водою до мітки. 5 мл отриманого розчину розводять водою до 40 мл і титрують 0,1 М розчином аргентуму нітрату до оранжево-жовтого забарвлення, використовуючи як індикатор 0,2 мл розчину калію хромату ($V=17,1$ мл).

Втрата в масі при висушуванні складає 0,4%.

1 мл 0,1 М розчину аргентуму нітрату відповідає 5,844 мг натрію хлориду.

Вміст натрію хлориду в субстанції повинен бути не менше 99,0% і не більше ніж 100,5% в перерахунку на суху речовину

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію натрію хлориду за реакціями на хлорид-іон та іон натрію та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності (індикатор (перехід забарвлення) чи безіндикаторний метод), розрахуйте кількісний вміст в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 24

На аналіз отримано субстанцію прокаїну гідрохлориду. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивний результат в реакціях на первинні ароматичні аміни та на хлорид-іон.

Кількісне визначення проводили за наступною методикою ДФУ 2.0:

0,400 г субстанції розчиняють у 50 мл кислоти хлористоводневої і додають 3 г калію броміду, охолоджують у льодяній воді і титрують повільно, при постійному перемішуванні, додаючи 0,1 М розчин натрію нітриту ($V=14,6$ мл).

Втрата в масі при висушуванні складає 0,3%.

1 мл 0,1 М розчину натрію нітриту відповідає 27,21 мг прокаїну гідрохлориду.

Субстанція містить прокаїну гідрохлориду не менше 99,0% і не більше 101,0%, у перерахунку на суху речовину.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію прокаїну гідрохлориду за реакціями на хлорид-іон та на первинну ароматичну аміногрупу та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації

точки еквівалентності (індикатор (перехід забарвлення) чи безіндикаторний метод), розрахуйте кількісний вміст в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 25

На аналіз отримано субстанцію бендазолу гідрохлориду. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивний результат в реакціях на гетероциклічний основний нітроген та на хлорид-іон.

Кількісне визначення проводили за наступною методикою МКЯ:

Біля 0,15 г препарату (точна наважка) розчиняють у 10 мл води, додають 10 мл етанолу і титрують 0,1 М розчином натрію гідроксиду ($V=6,2$ мл).

Паралельно проводять контрольний дослід ($V=0,2$ мл).

Втрата в масі при висушуванні складає 1,2%.

1 мл 0,1 М розчину натрію гідроксиду відповідає 24,47 мг бендазолу гідрохлориду.

Субстанція містить бендазолу гідрохлориду не менше 99,0%.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію бендазолу гідрохлориду за реакціями на хлорид-іон і на гетероциклічний основний нітроген та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності (індикатор (перехід забарвлення) чи безіндикаторний метод), розрахуйте кількісний вміст в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 26

На аналіз отримано субстанцію натрію саліцилату. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивний результат в реакціях на катіон натрію та на саліцилат-іони.

Кількісне визначення проводили за наступною методикою МКЯ:

Біля 1,5 г препарату (точна наважка) поміщають в колбу з притертою пробкою на 250 мл та розчиняють у 20 мл води. Додають 45 мл ефіру, 3-4 краплі змішаного індикатору

(1 мл розчину метилового оранжевого і 1 мл розчину метиленового синього) та титрують 0,5 М розчином кислоти хлористоводневої ($V=18,55$ мл).

1 мл 0,5 М розчину кислоти хлористоводневої відповідає 80,05 мг $C_7H_5NaO_3$.

Втрата в масі при висушуванні складає 0,5%.

Натрію саліцилат містить не менше 99,0 % і не більше 101,0 % натрію 2-гідроксибензол карбоксилату, у перерахунку на суху речовину.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію натрію саліцилату за реакціями на катіони натрію та на саліцилат-іони та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності (індикатор (перехід забарвлення) чи безіндикаторний метод), розрахуйте кількісний вміст в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 27

На аналіз отримано субстанцію кальцію глюконату. Відомо, що при проведенні

якісного аналізу було отримано позитивний результат в реакціях на катіон кальцію та на глюконат-іони.

Кількісне визначення проводили за наступною методикою МКЯ:

Біля 0,35 г препарату (точна наважка) розчиняють при нагріванні у 20 мл води. Охолоджують та додають 10 мл аміачного буферного розчину, 7 крапель розчину кислотного хром темно-синього і титрують 0,1 М розчином натрію едетату ($V=7,82$ мл).

Втрата в масі при висушуванні складає 0,8%.

1 мл 0,1 М розчину натрію едетату відповідає 44,84 мг $C_{12}H_{22}CaO_{14} \cdot H_2O$.

Субстанція має містити не менше 99,5% та не більше 103, %.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію кальцію глюконату за реакціями на катіони кальцію та на глюконат-іони та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності (індикатор (перехід забарвлення) чи безіндикаторний метод), розрахуйте кількісний вміст в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 28

На аналіз отримано субстанцію норсульфазол-натрію. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивні результати на первинну ароматичну аміногрупу та на катіон натрію.

Кількісне визначення проводили за наступною методикою МКЯ:

Біля 0,5 г (точна наважка) субстанції збовтують протягом 15 хвилин з 10 мл кислоти хлористоводневої розведеної, відстоюють при кімнатній температурі та фільтрують. До фільтрату додають 40 мл води, 0,5 г калію броміду, 0,1 мл розчину тропеоліну 00 та 1 краплю розчину метиленового синього. Титрують 0,1 М розчином натрію нітриту, додаючи по 0,05 мл титранту в хвилину ($V=18,95$ мл).

1 мл 0,1 М розчину натрію нітриту відповідає 25,53 мг норсульфазолу натрію.

Вміст в субстанції не менше 98,5% і не більше 101,5 %.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію норсульфазол-натрію за реакціями на первинну ароматичну аміногрупу та на катіон натрію та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності (індикатор (перехід забарвлення) чи безіндикаторний метод), розрахуйте кількісний вміст норсульфазол-натрію в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 29

На аналіз отримано субстанцію калію хлориду. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивний результат в реакціях на хлорид-іон та катіон калію.

Кількісне визначення проводили за наступною методикою ДФУ 1.1.:

1,300 г субстанції розчиняють у воді та доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 100 мл. До 10 мл отриманого розчину додають 50 мл води, 5

мл кислоти азотної розведеної, 25 мл розчину срібла нітрату і 2 мл дибутилфталату. Одержаний розчин струшують, додають 2 мл розчину заліза (III) амонію сульфату і титрують 0,1 М розчином амонію тіоціанату ($V=13,2$ мл).

Втрата в масі при висушуванні складає 1 %.

1 мл 0,1 М розчину аргентуму нітрату відповідає 7,455 мг калію хлориду.

Вміст калію хлориду в субстанції повинен бути не менше 99,0% і не більше ніж 100,5% в перерахунку на суху речовину.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію калію хлориду за реакціями на хлорид-іон та іон калію та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності (індикатор (перехід забарвлення) чи безіндикаторний метод), розрахуйте кількісний вміст в субстанції та зробіть висновок про його якість.

Практична ситуація 30

На аналіз отримано субстанцію піридоксину гідрохлориду. Відомо, що при проведенні якісного аналізу було отримано позитивний результат в реакціях на хлорид-іон та фенольний гідроксил.

Кількісне визначення проводили за наступною методикою МКЯ:

Близько 0,1 г субстанції (точна наважка) розчиняють у воді в мірній колбі на 50,0 мл і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до мітки. До 20 мл одержаного розчину додають 2-3 краплі розчину бромтимолового синього і титрують 0,1 М розчином натрію гідроксиду ($V=1,92$ мл).

Втрата в масі при висушуванні складає 0,5 %.

1 мл 0,1 М розчину натрій гідроксиду відповідає 3,545 мг Cl, якого в препараті у перерахунку на суху речовину повинно бути не менше 17,1 % і не більше 17,35 %.

Завдання:

1. Ідентифікуйте субстанцію піридоксину гідрохлориду за реакціями на хлорид-іон та фенольний гідроксил та вкажіть їх аналітичні ефекти.
2. Вкажіть назву методу кількісного визначення, титрант, спосіб фіксації точки еквівалентності (індикатор (перехід забарвлення) чи безіндикаторний метод), розрахуйте кількісний вміст в субстанції та зробіть висновок про його якість.