

Ćwiczenie 120

Zarządzanie jakością w przemyśle farmaceutycznym

Oznaczenie tożsamości i zawartości chlorowodorku drotaweryny w tabletkach No-spa metodą UV

Odczynniki i roztwory:

Roztwór HCl 0,1 mol/l
Drotaweryny chlorowodorek – wzorzec
Tabletki No-spa

Aparatura i szkło laboratoryjne:

Moździerz i tłuczek
Kolba miarowa 100 ml 20szt
Lejek szklany mały 10 szt
Lejek szklany duży 10 szt
Zlewka 10 szt
Sączki papierowe 9 szt
Kuwety PMMA do analizy UV
Spektroskop UV-Vis

Wykonanie ćwiczenia:

Należy zważyć dwadzieścia tabletek No-spy w celu określenia średniej masy tabletki. Następnie przygotować sproszkowane tabletki. W tym celu zważone tabletki rozcieramy dokładnie w moździerzu.

Każda osoba z zespołu wykonuje roztwór badany (ilość naważek podaje prowadzący).

1 osoba przygotowuje roztwór wzorcowy.

Analizę tożsamości należy wykonać dla jednej próbki roztworu badanego i wzorcowego.

Analizę zawartości należy wykonać dla wszystkich przygotowanych roztworów badanych.

Obliczyć zawartość chlorowodorku drotaweryny w tabletkce dla wszystkich przygotowanych roztworów badanych. Obliczyć %RSD (procentowe względne odchylenie standardowe) dla wszystkich wykonanych naważek w zespole [RSD<2 – wynik b. dobry; 2<RSD<5 – wynik dobry; RSD>5 – wynik nieprawidłowy].

Wszystkie zlewki oraz pozostałości wlewamy do odpowiednio oznaczonego pojemnika do utylizacji!

Przygotowanie roztworów

Roztwór badany: Do kolby miarowej o pojemności 100 ml odważyć dokładnie 280 mg (z dokładnością 10%) sproszkowanych tabletek (Uwaga 1), dodać 70 ml 0,1 mol/l roztworu

HCl (uwaga 2) i wytrząsać mechanicznie około 10 minut (wytrząsarka, uwaga 3). Następnie uzupełnić do kreski tym samym rozpuszczalnikiem, wymieszać.

Przesączyć przez filtr papierowy odrzucając pierwszą porcję przesączu.

Pobrać 2 ml przesączu do kolby miarowej poj. 100 ml i uzupełnić do kreski 0,1 mol/l roztworem HCl, wymieszać .

Roztwór wzorcowy: Do kolby miarowej o poj. 100 ml dokładnie odważyć około 16 mg chlorowodoru drotaweryny – substancji wzorcowej (z dokładnością 10%), dodać 70 ml 0,1 mol/l roztworu HCl i wytrząsać mechanicznie około 10 minut. Następnie uzupełnić do kreski tym samym rozpuszczalnikiem, wymieszać.

Pobrać 10 ml roztworu do kolby miarowej poj. 100 ml i uzupełnić do kreski 0,1 mol/l roztworem HCl, wymieszać .

Wykonanie analizy:

Tożsamość:

Zbadać widma UV roztworu wzorcowego i roztworu próby badanej w zakresie 200 ÷ 400 nm na spektrofotometrze w 1 cm kuwetach stosując jako odnośnik 0,1 mol/l roztwór HCl .

Widma UV roztworu wzorcowego i roztworu badanego wykazują maksima i minima absorpcji przy tych samych długościach fali.

Maksimum absorpcji przy długości 241 nm, 302 nm, 353 nm (dopuszczalne odchylenie ± 3 nm). Minimum absorpcji przy długości fali 262 nm, 322 nm (dopuszczalne odchylenie ± 3 nm).

Zawartość:

Zmierzyć absorbancję roztworu badanego i wzorcowego przy długości fali około 353 nm (uwaga 4) w 1 cm kuwetach stosując jako odnośnik 0,1 mol/l roztwór HCl.

Zawartość (X) chlorowodoru drotaweryny w tabletkie w mg obliczyć wg wzoru :

$$X = \frac{A_{bad} \cdot m_{wz} \cdot c \cdot P_{wz} \cdot 5}{A_{wz} \cdot m_{bad} \cdot 100}$$

gdzie : A_{bad} - absorbancja roztworu badanego

m_{wz} – naważka wzorca , w mgramach [mg]

A_{wz} - absorbancja roztworu wzorcowego

M_{bad} - ciężar próbki pobranej do oznaczenia , w mgramach

c - średni ciężar tabletki, w mgramach [mg]

P_{wz} – zawartość wzorca

Uwaga 1: Ważymy bezpośrednio do kolby miarowej z lejkiem szklanym.

Uwaga 2: Przepłukujemy dokładnie lejek użyty do ważenia.

Uwaga 3: Jeśli po 10 minutach mieszanina nie będzie homogeniczna to wymieszać kolbę ok 2 minuty ręcznie.

Uwaga 4: Dokładną długość fali ustalamy na podstawie widma UV roztworu badanego i robimy po 5 pomiarów dla każdej mierzonej próbki.