

Ćwiczenie 121

Zarządzanie jakością w przemyśle farmaceutycznym

Zawartość węglań wapnia metodą miareczkowania w tabletkach Dicarbocalm

Odczynniki:

Kwas solny	1 mol/l
Sodu wodorotlenek	1 mol/l
disodu wersenian	0,05 mol/l <i>titrant</i>
trietanoloamina	<i>Cz.d.a.</i>
Błękit hydroksynaftolu	<i>Wskaźnik</i> <i>Zmieszać 1 g błękitu hydroksynaftolowego z 99 g chlorku sodu</i>
woda oczyszczona	

Aparatura i szkło laboratoryjne:

Moździerz i tłuczek	
Kolba miarowa 100 ml	10szt
Lejek szklany mały	10 szt
Lejek szklany duży	10 szt
Zlewka	10 szt
Sączki papierowe	9 szt
Kolby stożkowe 300 ml	20 szt
Pipeta miarowa	

Wykonanie ćwiczenia:

Należy zważyć dziesięć tabletek Dicarbocalm 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) i wykonuje miareczkowanie.

Pozostałości z tabletek i roztworów badanych wylewamy do zlewu, natomiast próbki po miareczkowaniu wylewamy do specjalnie przygotowanego pojemnika do utylizacji!

Przygotowanie roztworów:

Roztwór badany: Zważyć dokładnie masę sproszkowanych tabletek, około 1300 mg (z dokładnością 10%) co odpowiada 489 mg węglań wapnia, do kolby miarowej o poj. 100 ml (uwaga 1), dodać 25 ml wody (uwaga 2). Wytrząsać do rozpuszczenia (około 15 min). Dodać 20 ml roztworu kwasu solnego 1/mol/l.

Ogrzewać na łaźni wodnej w temp 80 – 100°C przez 30 min (sugerowane bliżej temp 100°C), ochłodzić.

Uzupełnić do kreski wodą i wymieszać.

Przefiltrować. Pobrać 20 ml przesączu do kolby stożkowej o poj. 300 ml. Dodać 80 ml wody, 30 ml roztworu wodorotlenku sodu 1 mol/l, 5 ml trietanolaminy, około 100 mg *wskaźnika* (niewielka ilość na szpatułce)(Uwaga 3).

Wykonanie analizy:

Roztwór badany miareczkować roztworem wersenianu disodu 0,05 mol/l do ciemno niebieskiego zabarwienia {*pierwsza zmiana zabarwienia*}.

Zawartość węglanu wapnia obliczyć wg wzoru [mg/tbl]:

$$X = \frac{V_{titr} \cdot f \cdot 5,004 \cdot c \cdot V_{bad(p)}}{m_{bad} \cdot R_{bad}}$$

gdzie:

V_{titr} - objętość titranta, ml;

f - faktor titranta

c - średni ciężar tabletek, [mg];

m_{bad} - naważka próby badanej, [mg];

$V_{bad(p)}$ - objętość r-ru badanego podstawowego [ml];

R_{bad} - obj. r-ru bad. podstawowego pobierana do sporządzenia rozcieńczenia [ml];

1 ml 0,05 mol/l roztworu wersenianu disodowego odpowiada 5,004 mg węglanu wapnia

Limity:

Zawartość węglanu wapnia [mg/tbl]: 464,5 – 513,4

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

Uwaga 2: Przepłukujemy dokładnie lejek użyty do ważenia.

Uwaga 3: Przesącz zachować do oznaczenia zawartości tlenu magnezu

Zawartość tlenu magnezu metodą miareczkowania w tabletkach Dicarbocalm

Odczynniki:

Bufor amonowy pH = 10	5,4 g chlorku amonowego rozpuścić w 20 ml wody, dodać 35 ml amoniaku 25 % i uzupełnić do objętości 100 ml tym samym rozpuszczalnikiem.
disodu wersenian	0,05 mol/l titrant
trietanolamina	Cz.d.a
Czerń eriochromowa	wskaźnik
woda oczyszczona	

Przygotowanie roztworów:

Roztwór badany Przesącz wykorzystać z metody na zawartość węgla wapnia.

Pobrać 20 ml przesączu do kolby stożkowej o poj 300 ml. Dodać 90 ml wody, 10 ml buforu amonowego o pH=10, dodać 5 ml trietyloaminy, dodać około 0,3 g wskaźnika (niewielka ilość na szpatułce).

Wykonanie analizy:

Roztwór badany miareczkować roztworem wersenianu disodu 0,05 mol/l do niebieskiego zabarwienia {*pierwsza zmiana zabarwienia*}.

Od całkowitej objętości zużytego wersenianu disodowego należy odjąć objętość wersenianu disodowego zużytego na miareczkowanie podczas oznaczenia zawartości węgla wapnia.

Zawartość tlenu magnezu obliczyć wg wzoru [mg/tbl]:

$$X = \frac{(V_{titr} - V_1) \cdot f \cdot 2,015 \cdot c \cdot V_{bad(p)}}{m_{bad} \cdot R_{bad}}$$

gdzie:

V_{titr} - objętość titranta, ml;

V_1 - objętość titranta zużyta do oznaczenia węgla wapnia, ml;

f - faktor titranta

c - średni ciężar tabletki, [mg];

m_{bad} - naważka próby badanej, [mg];

$V_{bad(p)}$ - objętość r-ru badanego podstawowego [ml];

R_{bad} - obj. r-ru bad. podstawowego pobierana do sporządzenia rozcieńczenia [ml];

1 ml 0,05 mol/l roztworu wersenianu disodowego odpowiada 2,015 mg tlenu magnezu

Limity:

Zawartość tlenu magnezu [mg/tbl]: nie mniej niż 6,1