

Фармацевтическая химия и фармакогнозия - кейс 2

Materials for the selected specialty

Тип: Кейсы | Образование: Высшее образование | Специализация: Фармацевтическая химия и фармакогнозия | Записей: 1 | Кейс: 2 | Вопросов: 12

Фармацевтическая химия и фармакогнозия - кейс 2

Образование: Высшее образование | Специализация: Фармацевтическая химия и фармакогнозия

1. УСЛОВИЕ СИТУАЦИОННОЙ ЗАДАЧИ

1.1. Ситуация

Для производства лекарственных растительных препаратов было закуплено измельченное сырьё крушины ольховидной кора. Сделайте заключение о возможности использования лекарственного растительного сырья в производстве.

1.2. Нормируемые показатели ФС.2.5.0021.18 Государственной фармакопеи XIVизд

ИСПЫТАНИЯ:

Влажность. Цельное сырье, измельченное сырье, порошок – не более 15%.

Зола общая. Цельное сырье, измельченное сырье, порошок – не более 5%.

Зола, нерастворимая в хлористоводородной кислоте. Цельное сырье, измельченное сырье, порошок – не более 0,6%.

Измельченность сырья. Измельченное сырье - частиц, не проходящих сквозь сито с отверстиями размером 7 мм – не более 5%; частиц, проходящих сквозь сито с отверстиями размером 0,5 мм – не более 5%.

Посторонние примеси.

Минеральная примесь. Цельное сырье, измельченное сырье, порошок – не более 0,5%.

Количественное определение. Цельное сырье, измельченное сырье, порошок: суммы антрагликозидов в пересчете на глюкофрангулин А – не менее 6 %.

1.3. Внешние признаки

Кусочки коры различной формы, проходящие сквозь сито с отверстиями диаметром 7 мм. Цвет коры с наружной стороны темно-серый, с внутренней — желтовато-оранжевый. Запах слабый, вкус водного извлечения горьковатый.

1.4. Микроскопические признаки

При рассмотрении микропрепаратов под микроскопом видны темно-красные элементы пробки, одревесневшие лубяные волокна желтоватого цвета с кристаллоносной обкладкой, друзы и одиночные кристаллы оксалата кальция.

1.5. Определение основных групп биологически активных веществ

На хроматограмме испытуемого раствора наблюдались две зоны адсорбции с флуоресценцией оранжевого цвета. При проведении качественной реакции с натрия гидроксида раствором 10% наблюдалось кроваво-красное окрашивание.

1.6. Испытания

Влажность составила 8,35%; зола общая 3,49%. При определении золы, нерастворимой в хлористоводородной кислоте, масса тигля $m_0=40,2596$ г; масса тигля с навеской ЛРС $m_1=43,5986$ г; масса тигля с золой, нерастворимой в хлористоводородной кислоте, после сжигания и прокаливании: взвешивание 1 $m_2=40,2708$ г; взвешивание 2 $m_2=40,2664$ г.

1.7. Измельченность, посторонние примеси

Частиц, не проходящих сквозь сито с отверстиями размером 7 мм – 3,1%; частиц, проходящих сквозь сито с отверстиями размером 0,5 мм – 4,4%. Органическая примесь 0,3%, минеральная примесь 0,3%.

1.8. Количественное определение

В результате количественного определения суммы антрагликозидов в пересчете на глюкофрангулин А оптическая плотность раствора В составила 0,744 при навеске сырья 0,2536 г.

Методика. Около 0,25 г (точная навеска) сырья помещали в колбу со шлифом вместимостью 100 мл, прибавляли 25 мл спирта 80 %, присоединяли к обратному холодильнику и нагревали на кипящей водяной бане в течение 15 мин. Содержимое колбы фильтровали через бумажный складчатый фильтр.

5,0 мл фильтрата помещали в делительную воронку вместимостью 250 мл, прибавляли 50 мл воды и 0,10 мл хлористоводородной кислоты концентрированной и осторожно взбалтывали в течение 2 – 3 мин с 20 мл петролейного эфира (х.ч.). После полного расслоения фаз нижний водный слой переносили в стакан вместимостью 100 мл, верхний эфирный слой переносили в колбу вместимостью 250 мл. Далее водный слой из стакана переносили в ту же делительную воронку и аналогичным образом обрабатывают еще 4 раза петролейным эфиром (порциями по 20 мл). Водный слой переносили в мерную колбу вместимостью 100 мл. Объединенные петролейные извлечения переносили обратно в делительную воронку и промывали водой 2 раза (порциями по 15 мл), водный слой помещали в ту же мерную колбу вместимостью 100 мл, оставляя темные хлопья в эфирном слое. В мерную колбу с объединенными водными извлечениями прибавляли 5 мл натрия карбоната раствора 5 % и доводили объем раствора водой до метки (раствор А).

50,0 мл раствора А пипеткой переносили в колбу со шлифом вместимостью 250 мл, прибавляли 20 мл железа(III) хлорида раствора (плотность 1,07 – 1,08), присоединяли к обратному холодильнику и нагревали на кипящей водяной бане при периодическом перемешивании в течение 20 мин, погружая колбу в воду бани выше уровня раствора в колбе. Затем в колбу прибавляли 2 мл хлористоводородной кислоты концентрированной и продолжали нагревать в течение 20 мин, часто встряхивая, до растворения осадка.

Колбу охлаждали, и ее содержимое переносили в делительную воронку вместимостью 500 мл, колбу ополаскивали 30 мл эфира, присоединяли к основному раствору в делительной воронке и осторожно взбалтывали в течение 2 – 3 мин. После полного расслоения фаз нижний водный слой переносили в ту же колбу вместимостью 250 мл, а эфирный слой собирали в колбу вместимостью 100 мл. Извлечение повторяли еще 2 раза аналогичным образом. Объединенные эфирные извлечения переносили обратно в делительную воронку и промывали 2 раза водой (по 15 мл), водный слой отбрасывали. Эфирные извлечения фильтровали через воронку с бумажным фильтром, содержащим 3,0 г натрия сульфата безводного, в мерную колбу вместимостью 100 мл. Воронку с натрия сульфатом безводным промывали эфиром и доводили объем раствора тем же растворителем до метки и перемешивали (раствор Б).

Через 60 мин 20,0 мл раствора Б пипеткой переносили в низкий стеклянный стакан и сушили досуха в вытяжном шкафу. Сухой остаток полностью растворяли в 10 мл магния ацетата спиртового раствора 0,5 % (раствор В).

Оптическую плотность раствора В измеряли на спектрофотометре при длине волны 515 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм, используя в качестве раствора сравнения спирт 96 %.

Расчет проводили по удельному показателю поглощения глюкофрангулина А при длине волны 515 нм, равному 204.

1. Вариатив

1. Вопрос

Установленные внешние признаки анализируемого сырья подтверждают его заготовку от производящего растения

1. *Frangula alnus* Mill

2. *Frangula austrosinensis* Hatus
3. *Frangula granulosa* (Ruiz & Pav.) Grubov
4. *Frangula discolor* (Donn.Sm.) Grubov

Правильный ответ: *Frangula alnus* Mill

ФС.2.5.0021.18 *Frangula ealnicortex*

http://resource.rucml.ru/feml/pharmacopia/14_4/HTML/985/index.html

Собранная весной до начала цветения кора стволов и ветвей дикорастущего кустарника или небольшого деревца крушины ольховидной (син.: крушина ломкая) — *Frangula alnus* Mill. (syn.: *Rhamnus frangula* L.), сем. крушиновых — *Rhamnaceae*.

2. Вопрос

Качество сырья по показателю «Внешние признаки» _____ требованиям Фармакопейной статьи

1. не соответствует, вкус водного извлечения не определяется (сырье ядовито)
2. не соответствует, должен быть с внутренней стороны коры красный цвет
3. не соответствует, должны быть кусочки корней

4. соответствует

Правильный ответ: соответствует

ФС.2.5.0021.18 Раздел «Внешние признаки»

http://resource.rucml.ru/feml/pharmacopia/14_4/HTML/985/index.html

Кусочки коры различной формы, проходящие сквозь сито с отверстиями диаметром 7 мм. Цвет коры с наружной стороны темно-коричневый, серо-коричневый, темно-серый или серый, с внутренней — желтовато-оранжевый или красновато-коричневый. Запах слабый, вкус водного извлечения горьковатый.

3. Вопрос

Качество сырья по показателю «Микроскопические признаки» _____ требованиям Фармакопейной статьи

1. не соответствует, должны быть устьица аномоцитного типа
2. не соответствует, должны быть простые волоски
3. не соответствует, должны быть эфиромасличные железки

4. соответствует

Правильный ответ: соответствует

ФС.2.5.0021.18 Раздел «Микроскопические признаки»

http://resource.rucml.ru/feml/pharmacopia/14_4/HTML/985/index.html

При рассмотрении «давленного» препарата должны быть видны фрагменты темно-красной пробковой ткани, группы желтоватых одревесневших лубяных волокон с кристаллоносной обкладкой, друзы, одиночные кристаллы оксалата кальция.

4. Вопрос

Подлинность сырья по показателю «Определение основных групп биологически активных веществ» _____ требованиям Фармакопейной статьи

1. не соответствует, при проведении качественной реакции с тушью на темно-сером (почти черном) фоне должны выделяться белыми пятнами клетки со слизью
2. не соответствует, при проведении качественной реакции с железом (III) аммония сульфатом раствором 1% должно наблюдаться черно-синее окрашивание (дубильные вещества)

3. соответствует

4. не соответствует, при проведении качественной реакции с натрия гидроксидом раствором 10% должно наблюдаться зеленое окрашивание

Правильный ответ: соответствует

ФС.2.5.0021.18 Раздел «Определение основных групп биологически активных веществ»

http://resource.rucml.ru/feml/pharmacopia/14_4/HTML/985/index.html

На хроматограмме испытуемого раствора должны обнаруживаться 2 зоны адсорбции с флуоресценцией оранжево-красного или оранжевого цвета, допускается обнаружение других зон адсорбции; не допускается обнаружение зоны от желтого до красно-оранжевого цвета на уровне зоны СО барбалоина.

Качественная реакция. При смачивании внутренней поверхности коры или порошка коры 1 – 2 каплями натрия гидроксида раствора 10 % должно наблюдаться кроваво-красное окрашивание (антраценпроизводные).

5. Вопрос

Качество сырья по показателю «Влажность» _____ требованиям Фармакопейной статьи

1. соответствует

2. не соответствует, должна быть не менее 15%
3. не соответствует, должна быть не более 1%
4. не соответствует, должна быть не более 3%

Правильный ответ: соответствует

ФС.2.5.0021.18 Раздел «Влажность»

http://resource.rucml.ru/feml/pharmacopia/14_4/HTML/985/index.html

Влажность. Цельное сырье, измельченное сырье, порошок – не более 15%.

6. Вопрос

Качество сырья по показателю «Зола общая» + _____ + требованиям Фармакопейной статьи

1. соответствует

2. не соответствует, должна быть не более 1%
3. не соответствует, должна быть не более 2%
4. не соответствует, должна быть не менее 10%

Правильный ответ: соответствует

ФС.2.5.0021.18 Раздел «Зола общая»

http://resource.rucml.ru/feml/pharmacopia/14_4/HTML/985/index.html

Зола общая. Цельное сырье, измельченное сырье, порошок _ – не более 5%.

7. Вопрос

Зола, нерастворимая в хлористоводородной кислоте + _____ + %

1. 0,002
2. 0,34
3. 0,003

4. 0,20

Правильный ответ: 0,20

ФС.2.5.0021.18 Раздел «Зола, нерастворимая в хлористоводородной кислоте»

http://resource.rucml.ru/feml/pharmacopia/14_4/HTML/985/index.html

m2=40,2664

8. Вопрос

Качество сырья по показателю «Зола, нерастворимая в хлористоводородной кислоте» _____ требованиям Фармакопейной статьи

1. соответствует

2. не соответствует, должна быть не менее 5%
3. не соответствует, должна быть не более 0,1%
4. не соответствует, должна быть не более 0,15%

Правильный ответ: соответствует

ФС.2.5.0021.18 Раздел «Зола, нерастворимая в хлористоводородной кислоте»

http://resource.rucml.ru/feml/pharmacopia/14_4/HTML/985/index.html

Зола, нерастворимая в хлористоводородной кислоте. Цельное сырье, измельченное сырье, порошок – не более 0,6%.

9. Вопрос

Качество сырья по показателю «Измельченность» + _____ + требованиям Фармакопейной статьи

1. не соответствует, частиц, проходящих сквозь сито с отверстиями размером 0,5 мм, должно быть не более 0,1%

2. соответствует

3. не соответствует, частиц, проходящих сквозь сито с отверстиями размером 0,5 мм, должно быть не более 0,2%
4. не соответствует, частиц, не проходящих сквозь сито с отверстиями размером 7 мм, должно быть не более 0,5%

Правильный ответ: соответствует

ФС.2.5.0021.18 Раздел «Измельченность сырья»

http://resource.rucml.ru/feml/pharmacopia/14_4/HTML/985/index.html

Измельченное сырье - частиц, не проходящих сквозь сито с отверстиями размером 7 мм – не более 5%; частиц, проходящих сквозь сито с отверстиями размером 0,5 мм – не более 5%.

10. Вопрос

Качество сырья по показателю «Минеральная примесь» + _____ + требованиям Фармакопейной статьи

1. не соответствует, должна быть не менее 6%

2. соответствует

3. не соответствует, должна быть не менее 9%

4. не соответствует, минеральная примесь не допускается

Правильный ответ: соответствует

ФС.2.5.0021.18 Раздел «Минеральная примесь»

http://resource.rucml.ru/feml/pharmacopia/14_4/HTML/985/index.html

Минеральная примесь.Цельное сырье, измельченное сырье, порошок – не более 0,5%.

11. Вопрос

Качество крушины ольховидной коры по количественному содержанию суммы антрагликозидов в пересчете на глюкофрангулин А _____ требованиям Фармакопейной статьи

1. не соответствует, должно быть не более 5%

2. не соответствует, должно быть не менее 10%

3. не соответствует, должно быть не менее 12%

4. соответствует (7,85%)

Правильный ответ: соответствует (7,85%)

ФС.2.5.0021.18 Раздел «Количественное определение»

Количественное определение. _Цельное сырье, измельченное сырье, __ порошок_: суммы антрагликозидов в пересчете на глюкофрангулин А – не менее 6 %.

http://resource.rucml.ru/feml/pharmacopia/14_4/HTML/985/index.html

12. Вопрос

Сырьё, которое хранилось в группе ядовитого и сильнодействующего сырья

1. использовать возможно, сырьё является сильнодействующим

2. использовать возможно, сырьё является ядовитым

3. использовать невозможно

4. использовать невозможно, сырье должно храниться отдельно в группе плоды и семена

Правильный ответ: использовать невозможно

ОФС.1.1.0011.15 Хранение лекарственного растительного сырья и лекарственных растительных препаратов

http://resource.rucml.ru/feml/pharmacopia/14_1/HTML/271/index.html

Сырьё должно храниться в общей группе

$$X = \frac{(m_2 - m_0) \times 100}{m_1 - m_0}$$

Justification

$$\frac{A \cdot 50000}{A_{1cm}^{1\%} \cdot a \cdot (100 - W)}$$

Justification