

Wersja alternatywna galerii. Poniżej przedstawiono kolejne sekcje dotyczące pracy w laboratorium analitycznym. Każda składa się z ilustracji oraz z tekstu.

## Sekcja pierwsza. Stanowisko pracy w laboratorium analitycznym

Stanowisko pracy w laboratorium analitycznym



1. Laboratorium to pomieszczenie przeznaczone do przeprowadzania analiz laboratoryjnych lub badań naukowych, wyposażone w odpowiedni do tego celu sprzęt.
2. Stanowisko pracy powinno znajdować się w pomieszczeniu spełniającym wymagania określone w regulaminie bezpieczeństwa i higieny pracy. Powinno także być wyposażone w środki do ochrony indywidualnej.
3. Charakterystyka stanowiska pracy w laboratorium analitycznym
  - a. oświetlenie naturalne lub światło sztuczne o barwie zbliżonej do naturalnego,
  - b. meble odporne na działanie szkodliwych warunków i substancji,
  - c. stabilny stół z odpowiednim blatem, na przykład odpornym na działanie stężonych roztworów kwasów,

- d. dygestorium do pracy z odczynnikami niebezpiecznymi,
- e. szafki podblatowe do przechowywania sprzętu laboratoryjnego,
- f. środki ochrony osobistej,
- g. odczynniki chemiczne wykorzystywane do aktualnych badań,
- h. oznakowanie miejsc na stanowisku, gdzie znajdują się niebezpieczne odczynniki,
- i. drobny sprzęt laboratoryjny: pipety, zlewki, kolby miarowe, aparatura analityczna, np. pehametr, mieszadło magnetyczne.

## **Sekcja druga. Stanowisko pracy w laboratorium analitycznym – zasady**

Stanowisko pracy w laboratorium analitycznym



### **Zasady obowiązujące w laboratorium analitycznym:**

1. na każdą osobę pracującą w laboratorium analitycznym muszą przypadać dwa metry kwadratowe wolnej powierzchni,

2. sprzęt, z którego korzystają analitycy, nie może narażać ich zdrowia, być zagrożeniem pożarowym i wybuchowym,
3. urządzenia i wszystkie narzędzia, które są potrzebne do pracy, muszą być starannie dobrane i wykorzystywane zgodnie z ich przeznaczeniem, by zapewnić bezpieczną pracę i sprawne funkcjonowanie całego laboratorium.

## Sekcja trzecia. Odczynniki chemiczne

Odczynniki chemiczne



1. Odczynniki chemiczne to substancje chemiczne i ich mieszaniny, lub ich roztwory.
2. Mogą występować w postaci ciekłej lub stałej, na przykład jako proszek, granulki, tabletki.
3. Mają określone właściwości i parametry fizykochemiczne.
4. Charakteryzują się określoną czystością. Mają odpowiednio dobrane opakowanie i wyznaczony sposób przechowywania, które gwarantują zachowanie ich pierwotnych właściwości w terminie ważności.
5. Sposób ich utylizacji musi być zgodny z obowiązującymi przepisami prawa.
6. Informacje o właściwościach fizykochemicznych, a także o zagrożeniach, które może powodować dla człowieka lub środowiska dana substancja chemiczna lub mieszanina

chemiczna, oraz o sposobach minimalizowania tych zagrożeń, na przykład poprzez stosowanie środków ochrony indywidualnej, pracy pod dygestorium i tak dalej, procedurach postępowania w przypadku powstania sytuacji niebezpiecznej, sposobach utylizacji są zawarte w Karcie charakterystyki substancji chemicznej jak na przykład SDS, Safety Data Sheet).

7. Odczynniki chemiczne mają zastosowanie:
  - a. w analizie jakościowej i ilościowej różnych substancji,
  - b. w syntezie,
  - c. podczas prowadzenia różnych prac naukowo-badawczych.
8. Dobór rodzaju odczynnika i jego czystości jest uzależniony od jego zaplanowanego przeznaczenia, czyli od rodzaju wykonywanej analizy, stosowanej metody analitycznej, a także aspektu ekonomicznego.
9. Użycie odczynników o odpowiedniej dla danej analizy lub metody czystości gwarantuje uzyskanie wyników charakteryzujących się wysoką precyzją i dokładnością.
10. Istnieje wiele różnych standardów stosowanych w klasyfikowaniu odczynników chemicznych. Biorąc pod uwagę czystość odczynników, czyli zawartość głównej substancji oraz zanieczyszczeń, możemy wyróżnić różne klasy: odczynniki techniczne, w skrócie techn., czyste, w skrócie cz., czyste do analizy, w skrócie cz. d. a., czyste chemicznie, w skrócie cz. chem., a także odczynniki przeznaczone do przeprowadzania specyficznych analiz, na przykład odczynnik czysty spektralnie, w skrócie spektr.cz. Te ostatnie muszą spełniać specjalne wymagania wynikające z ich przeznaczenia, na przykład do analizy spektralnej czy chromatografii cieczowej, oznaczenie HPLC. W specyfikacji takich odczynników powinny być zawarte informacje dotyczące ich właściwości fizykochemicznych istotnych dla danej metodyki.
11. Na rynku istnieją również odczynniki chemiczne, które mogą być dodatkowo oznaczane jako zgodnie z określonymi normami, na przykład:

- a. farmakopealnymi, wówczas opatrzone są symbolem danej farmakopei: Farmakopei Polskiej, w skrócie FP, Farmakopei Amerykańskiej, w skrócie USP, Farmakopei Europejskiej, w skrócie Ph.Eur.; mogą być wykorzystane między innymi do celów farmaceutycznych w danym rejonie świata,
  - b. Amerykańskiego Towarzystwa Chemicznego, czyli American Chemical Society, w skrócie ACS.
12. Wśród odczynników chemicznych możemy wyróżnić grupę odczynników analitycznych przeznaczonych do analizy jakościowej i ilościowej. Reagują one w ściśle określonych warunkach z pierwiastkami, jonami czy związkami, pozwalając między innymi na ich wykrycie poprzez ich strącenie, tworzenie z nimi barwnych lub fluorescencyjnych produktów i tym podobnych. W Farmakopei Polskiej opisano wykorzystanie odczynników analitycznych między innymi do potwierdzenia tożsamości wybranych substancji farmakopealnych.
13. Odczynnik specyficzny reaguje tylko z jednym pierwiastkiem lub związkiem, odczynnik selektywny – z niewielką liczbą pierwiastków lub związków, odczynnik grupowy – z dużą liczbą pierwiastków lub związków pochodzących z danej grupy chemicznej. W związku z tym, że wynik analizy zależy w dużej mierze od warunków reakcji, dany odczynnik może stać się w zależności od zastosowanego środowiska i środka maskującego, czyli środka reagującego ze składnikami przeszkadzającymi w analizie, odczynnikiem specyficznym, selektywnym czy też grupowym. Odczynniki analityczne w wielu przypadkach dostępne są komercyjnie, na przykład odczynnik Ehrlicha – roztwór dimetyloaminobenzaldehydu, lub można je przygotować w laboratorium według odpowiedniej procedury, na przykład farmakopealnej.
14. Źródła błędów:
- a. zastosowanie niewłaściwie dobranego odczynnika, na przykład o zbyt niskiej czystości, który zawiera zanieczyszczenia przeszkadzające w analizie,

- b. zanieczyszczenie odczynnika w wyniku niepoprawnego postępowania analityka podczas wielokrotnego pobierania porcji z tego samego opakowania,
- c. użycie przeterminowanego lub źle przechowywanego odczynnika.

## Sekcja czwarta. Pipety

### Pipety



1. Pipety jednomiarowe 2. Pipety wielomiarowe 3. Pompki do pipet  
4. Gruszka do pipet

1. To przykład laboratoryjnego sprzętu miarowego, umożliwiającego odmierzenie i przeniesienie określonych objętości cieczy. Ze względu na przyjęte kryterium pipety możemy podzielić na szklane i automatyczne oraz na szklane jedno- lub wielomiarowe. **Pipety jednomiarowe** umożliwiają odmierzenie tylko jednej konkretnej objętości, na którą są skalibrowane. **Pipety wielomiarowe**, te z podziałką, umożliwią odmierzenie różnych objętości w zakresie przewidzianym dla danej pipety. Analogicznie wśród pipet automatycznych wyróżniamy pipety o stałej lub regulowanej objętości.

## 2. Zasada użytkowania pipet szklanych

Ciecz jest wciągana do pipety szklanej za pomocą pompki, nasadki lub gruszki gumowej, niewłaściwe jest wciąganie roztworu ustami ze względów higienicznych i z powodu możliwości przedostania się cieczy do ust. Roztwór pobiera się pipetą powyżej wymaganej objętości, następnie wyciąga pipetę z roztworu, wyciera z zewnątrz i wypuszcza ciecz tak, aby dolna część menisku znalazła się na wysokości kreski odpowiadającej odmierzanej objętości. Aby przenieść roztwór do innego naczynia, umieszcza się pipetę pionowo nad tym naczyniem, opierając końcówkę pipety o ściankę naczynia, i pozwala wypłynąć określonej objętości cieczy. W przypadku całkowitego opróżniania pipet po swobodnym, całkowitym wypłynięciu cieczy należy odczekać około 15 sekund, aby pozostałości roztworu spłynęły ze ścianek pipety. Pipety zwykle kalibrowane są na wylew, w związku z tym kropli, która pozostała w przewężeniu na końcu pipety, nie należy usuwać.

3. Pipety szklane są zaopatrzone w kreskę, czyli pipety jednomiarowe, lub podziałkę ze skalą, czyli pipety wielomiarowe, dzięki czemu można precyzyjnie odmierzyć ciecz. Dodajmy też, że wielomiarowe mogą mieć zero na górze lub na dole, mogą też mieć pasek Schellbacha. Wzrok analityka musi się znajdować na wysokości poziomu cieczy, aby zapobiec błędowi paralaksy.
4. Źródła błędów związane z użytkowaniem pipet szklanych:
  - a. użycie zatłuszczonej lub zabrudzonej pipety,
  - b. niewłaściwe dopasowanie wielkości pipety do pobieranej objętości cieczy,
  - c. niewłaściwe trzymanie pipety, co może prowadzić do ogrzania pipety i wypierania cieczy, brak pionu,
  - d. błąd związany ze zjawiskiem paralaksy,
  - e. zbyt płytkie zanurzenie końcówki pipety w pobieranej cieczy zwiększające ryzyko zaciągnięcia powietrza,
  - f. nieuwzględnienie wpływu temperatury na rozszerzalność szkła i cieczy,

- g. wydmuchiwanie cieczy z pipety po swobodnym wypłynięciu przenoszonego roztworu, za czym idzie zwiększenie odmierzanej objętości,
- h. suszenie pipet w wysokiej temperaturze.

**5. Zasada użytkowania pipet automatycznych z poduszką powietrzną – pipetowanie proste: standardowe i do przodu**

W przypadku pipet o regulowanej objętości należy ustawić wymaganą objętość, następnie nałożyć odpowiednią końcówkę na pipetę i zwilżyć ją odmierzaną cieczą, jeśli jest to konieczne. Następnie wcisnąć przycisk do pierwszego oporu i zanurzyć dolną część końcówki niewiele poniżej powierzchni cieczy. Pobieranie cieczy rozpoczyna się poprzez powolne zwolnienie tłoka. Po pobraniu należy odczekać dwie – trzy sekundy. Po wyjęciu końcówki z cieczy należy dotknąć ścianki naczynia, aby pozbyć się nadmiaru cieczy z jej zewnętrznej strony. Kończówkę z cieczą umieszcza się w naczyniu docelowym, opierając o jego ściankę. Ciecz wypuszcza się powoli przez naciśnięcie przycisku, najpierw do pierwszego, potem do drugiego oporu. Po usunięciu cieczy wyjmuje się pipetę i usuwa zużytą końcówkę z trzonu pipety. Ciecz pobiera się i wypuszcza powolnym i płynnym ruchem.

6. Ten sposób pipetowania stosuje się do odmierzania roztworów wodnych, natomiast dla lepkich czy pieniających się cieczy można stosować, na przykład pipetowanie odwrotne, polegające na pobraniu cieczy przez wciśnięcie przycisku od razu do drugiego oporu i wypuszczaniu cieczy do pierwszego oporu. Pozostałą w końcówce część odrzuca się.
7. Źródła błędów związane z użytkowaniem pipet automatycznych:
- a. stosowanie niewłaściwych lub zabrudzonych końcówek, brak zwilżania końcówek przed właściwym pipetowaniem,
  - b. nieuwzględnienie wpływu temperatury cieczy, pipety, końcówki i otoczenia na proces pipetowania,



- c. niewłaściwy sposób trzymania pipety i, lub jej obsługi: zbyt głębokie skutkujące pobraniem zbyt dużej objętości cieczy przez zmniejszenie objętości gazu w końcówce pod wpływem ciśnienia lub zbyt płytkie skutkujące ryzykiem zaciągnięcia powietrza, niewłaściwe zanurzenie końcówki pipety w pobieranej cieczy, zbyt gwałtowne i mało płynne pobieranie cieczy skutkujące ryzykiem zalania trzonu pipety lub pojawieniem się pęcherzy w końcówce, pobieranie roztworu do drugiego oporu przy pipetowaniu standardowym,
- d. brak odpowiedniego serwisowania pipet: czyszczenia, wymiany filtrów, jeżeli są, konserwacji i okresowej kalibracji pipet.

## Sekcja piąta. Biurety

Biurety



1. Biurety z automatycznym nastawianiem zera 2. Biurety szklane, proste

1. Biurety są jednym ze standardowych, miarowych sprzętów laboratoryjnych, służącym do odmierzania określonej objętości cieczy. Wykorzystywane są najczęściej w analizie ilościowej klasycznej do miareczkowania lub przygotowywania roztworów mianowanych. Wiele substancji

farmakopealnych jest oznaczanych z wykorzystaniem metod miareczkowych.

2. Biureta ma kształt rurki z podziałką, na dole lejkowatej i zakończonej kranem, który umożliwia regulację wypływu cieczy. Konstrukcja kranu jest odmienna w zależności od rodzaju biurety, np. kran z kurkiem szklanym lub teflonowym, kran w postaci przycisku spustowego z mikrośrubą.
3. Biurety najczęściej wykonane są z wysokiej jakości przezroczystego szkła borokrzemowego bezbarwnego lub oranżowego, rzadziej – z tworzywa sztucznego.
4. Wśród biuret można wymienić między innymi:
  - a. biuretę prostą – nie ma butli, jest umieszczana pionowo na statywie i uzupełniana płynem ręcznie, ma kranik z kurkiem szklanym lub teflonowym,
  - b. biuretę z automatycznym napełnianiem i nastawianiem poziomu zerowego – jest stosowana w zestawie z plastikową butlą i kranem w postaci przycisku spustowego z mikrośrubą. Przez naciśnięcie butli automatycznie uzupełnia się biuretę i nastawia poziom zerowy,
  - c. biurety cyfrowe, elektroniczne – są wyposażone w napęd elektryczny i cyfrowy wyświetlacz, umożliwiają elektroniczny pomiar odmierzanej objętości.
5. Tradycyjnie biurety mają odwrotną skalę, czyli na górze znajduje się pozycja zerowa, zaś na samym dole – najwyższa wartość. Biuretę przed użyciem należy każdorazowo napełnić roztworem do pozycji zero, przy czym w większości przypadków bierze się pod uwagę menisk dolny, a dla cieczy mocno zabarwionych, na przykład  $\text{KMnO}_4$ , menisk górny. Wzrok analityka musi być na wysokości poziomu cieczy, aby zapobiec błędowi paralaksy.
6. W celu lepszego odczytywania objętości na biuretach, z wyłączeniem biuret wykonanych ze szkła brązowego, często umieszcza się pasek Schellbacha.
7. Źródła błędów:
  - a. brak pionowego ustawienia biurety podczas odmierzania cieczy,

- b. błąd związany ze zjawiskiem paralaksy,
- c. niewłaściwy sposób odczytu poziomu cieczy w zależności od barwy roztworu, menisk górny, dolny,
- d. suszenie biuret w wysokiej temperaturze,
- e. nieusunięcie powietrza z końcówki biurety przed uzupełnieniem biurety do zera,
- f. brak ustawienia poziomu zero przed rozpoczęciem odmierzenia cieczy.

## Sekcja szósta. Statyw z probówkami

Sprzęt szklany – Statyw z probówkami



1. Probówki okrągłodenne 2. Probówka stożkowa

### Probówki szklane

1. Probówki szklane mają kształt walca otwartego z jednej strony.
2. Wyróżniamy różne rodzaje probówek, między innymi okrągłodenne, płaskodenne, z dnem stożkowym.
3. Mogą być z gwintem i nakrętkami lub bez gwintu, a także ze szlifem, zamykane na szklany korek.
4. Tradycyjne probówki szklane służą przede wszystkim do przeprowadzania wybranych reakcji chemicznych, rozpuszczania substancji, ogrzewania małych objętości

cieczy, przy czym ogrzewaną probówkę należy trzymać łapą drewnianą, przechowywania niewielkich ilości substancji i roztworów, w przypadku probówek z nakrętkami, a także do zbierania na ich dnie niewielkich ilości substancji. Do tego ostatniego zadania sprawdzają się najlepiej probówki z dnem stożkowym.

5. Na rynku dostępne są także probówki przeznaczone do określonych zadań, charakteryzujące się specyficznymi cechami, na przykład probówki do wirówek wykonane ze szkła o zwiększonej wytrzymałości na przeciążenia.
6. Probówki mogą być wykonane nie tylko ze szkła, lecz także z **tworzyw sztucznych**. Takie probówki mają różne kształty i pojemności, są zakręcane, zamykane na zatrzask lub wcisk.

### **Statywy do probówek**

1. Statywy do probówek umożliwiają bezpieczną i wygodną pracę analityczną z probówkami oraz nadają się do ich przechowywania.
2. Są wykonywane z różnych materiałów: metalu, tworzyw sztucznych lub drewna, dostępne w wielu kształtach i rozmiarach, co jest związane z dużą różnorodnością probówek, zwłaszcza z tworzyw sztucznych.
3. W zależności od zastosowania mogą charakteryzować się odpowiednimi cechami, na przykład mogą być odporne na warunki panujące w autoklawie, mieć numerację ułatwiającą przyporządkowanie poszczególnych probówek.

## Sekcja siódma. Zlewki szklane

Sprzęt szklany – Zlewki szklane



1. Zlewki szklane należą do podstawowego sprzętu laboratoryjnego.
2. Mają cylindryczny kształt, płaskie dno, które jest zaokrąglone w miejscu łączenia ze ściankami, co zwiększa ich wytrzymałość, są wyposażone w wylew ułatwiający przelewanie płynów, nieraz mają orientacyjną podziałkę informującą o przybliżonej pojemności, dlatego nie można ich stosować jako szkło miarowe.
3. Są dostępne w różnych pojemnościach, od kilku mililitrów do kilku litrów, na przykład: 5 mililitrów, 25 mililitrów, 100 mililitrów, 800 mililitrów, 2000 mililitrów.
4. Używane są do wielu czynności laboratoryjnych, między innymi do: przelewania, przenoszenia i ogrzewania cieczy, miareczkowania, przygotowywania roztworów, na przykład rozpuszczania substancji, ich mieszania, także z wykorzystywaniem mieszadła magnetycznego, doprowadzania do określonego pH.

## Sekcja ósma. Kolby stożkowe szklane

Sprzęt szklany – Kolby stożkowe szklane



1. Kolba stożkowa bez szlifów 2. Kolby stożkowe ze szlifem

1. Kolby stożkowe (zwane kolbami Erlenmeyera) należą do standardowego sprzętu laboratoryjnego.
2. Kolby stożkowe (zwane kolbami Erlenmeyera) należą do standardowego sprzętu laboratoryjnego.
3. Mają postać płaskodennych kolb stojących, o różnych pojemnościach, od kilku mililitrów do kilku litrów, na przykład 25 mililitrów, 50 mililitrów, 300 mililitrów, 500 mililitrów, 1000 mililitrów.
4. Mogą mieć wąską lub szeroką szyjkę, być bez szlifów lub ze szlifem. Połączenie na szlif umożliwia między innymi zamknięcie kolb szklanym korkiem.
5. Niektóre kolby wyposażone są w pole opisowe i, lub w uproszczoną, mało dokładną podziałkę, która wskazuje przybliżoną pojemność. Kolby stożkowe nie są jednak sprzętem miarowym i nie mogą być jako taki wykorzystywane.
6. Najczęściej wykonane są ze szkła charakteryzującego się wysoką odpornością chemiczną i termiczną.
7. W zależności od rodzaju kolby stożkowe są wykorzystywane między innymi do:

- a. miareczkowania,
- b. przechowywania, dotyczy kolb ze szlifem i z korkiem,
- c. ogrzewania, uwaga: należy, na przykład wrzucić kamyczki wrzenne, aby zapobiec ewentualnemu przegrzaniu i kipieniu cieczy.

## Sekcja dziewiąta. Kolby miarowe szklane

Sprzęt szklany – Kolby miarowe szklane



1. Kolby miarowe to przykład laboratoryjnego sprzętu miarowego.
2. Najczęściej wykonane są z przezroczystego szkła borokrzemowego bezbarwnego lub oranżowego, odpornego na działanie czynników chemicznych i wysokiej temperatury, rzadziej – z tworzyw sztucznych.
3. Mają płaskie dno i wysoką szyjkę, na której zaznaczona jest kreska, do której należy uzupełnić kolbę cieczą, aby uzyskać objętość nominalną. Każda kolba jest wykalibrowana na jedną objętość, zwykle kalibracja na wlew, przy czym na rynku dostępne są kolby miarowe o różnej pojemności, od jednego mililitra do kilku litrów, na przykład: 10 mililitrów, 25 mililitrów, 50 mililitrów, 100 mililitrów, 1000 mililitrów.

4. Na kolbie powinna zostać umieszczona informacja m.in. o pojemności kolby i jej zakresie tolerancji, o sposobie kalibracji i temperaturze odniesienia, a także o rodzaju, klasie szkła i o producencie, na przykład 100 plus minus 0,01 mililitrówn, In, 20°C, Boro 3,3, A. Każda kolba wyposażona jest w dopasowany korek, zwykle wykonany z tworzywa sztucznego.
5. Kolby miarowe służą do przygotowywania roztworów o określonym stężeniu, m.in. roztworów mianowanych.
6. Źródła błędów:
  - a. kolba postawiona na nierównej powierzchni podczas uzupełniania jej roztworem,
  - b. natychmiastowe uzupełnienie kolby do kreski przed rozpuszczeniem ciał stałych w cieczy lub przed wymieszaniem zawartości kolby, uwaga: należy wyrównać stężenia, zwłaszcza w przypadku mieszania cieczy o różnej gęstości lub stężeniach ze względu na zjawisko kontrakcji,
  - c. błąd związany ze zjawiskiem paralaksy,
  - d. kropelki cieczy nad kreską na szyjce kolby na końcowym etapie jej uzupełniania,
  - e. brak lub niepełne wymieszanie roztworu w kolbie przed jego pobraniem i brak jednakowego stężenia w całej objętości,
  - f. suszenie szkła miarowego w wysokiej temperaturze, co może być potencjalną przyczyną rozkalibrowania szkła.



## Sekcja dziesiąta. Cylindry miarowe

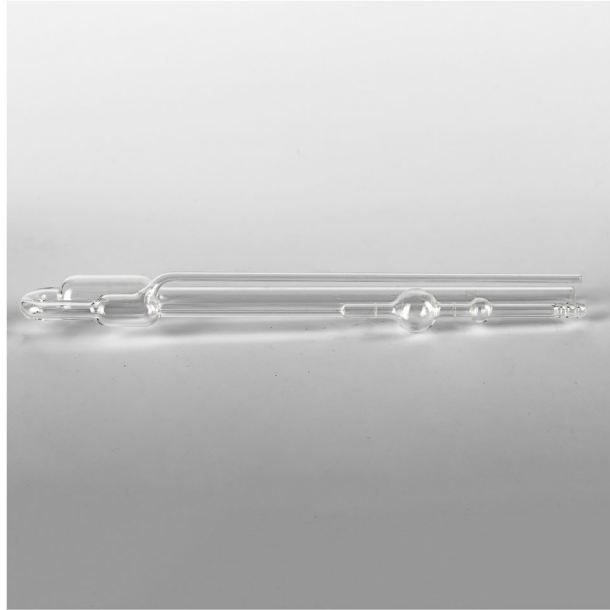
Sprzęt szklany – Cylindry miarowe



1. Cylindry miarowe należą do podstawowego sprzętu laboratoryjnego.
2. Służą do odmierzania objętości z małą dokładnością, mniejszą niż pipety czy biurety.
3. Mają kształt wąskiej rurki zakończonej na górze wylewem ułatwiającym przelewanie odmierzonej objętości cieczy, a w dolnej części są zaopatrzone w szklaną lub zdejmowalną, plastikową podstawę, są wyposażone w podziałkę ze skalą.
4. Skalibrowane są na wylew, bardzo rzadko – na wlew.
5. Niektóre cylindry miarowe mogą być zakończone u wylotu szlifem, który umożliwia zamknięcie cylindra korkiem, nie mają wówczas wylewu.
6. Na cylindrze producent podaje informacje między innymi o temperaturze odniesienia 20°C, objętości nominalnej wraz z zakresem tolerancji, na przykład 100 plus minus 1 mililitr.

## Sekcja jedenasta. Wiskozymetr

Wiskozymetr



1. Wiskozymetr, inaczej lepkościomierz, reometr, to przyrząd służący do pomiaru lepkości płynów, przede wszystkim cieczy.
2. Podział lepkościomierzy:
  - a. lepkościomierz kapilarny. Zasada pomiaru polega na pomiarze czasu przepływu określonej ilości płynu przez odpowiednio skalibrowane rurki kapilarne pod działaniem znanej różnicy ciśnień,
  - b. lepkościomierz rotacyjny. Zasada pomiaru polega na pomiarze wartości siły działającej między dwoma współosiowymi cylindrami. Badana ciecz wypełnia szczelinę między cylindrami – cylindrem zewnętrznym i obracającym się względem niego cylindrem wewnętrznym. W farmacji zastosowanie ma przede wszystkim właśnie ten typ lepkościomierza – przyrząd wykorzystywany jest w badaniach właściwości reologicznych maści,
  - c. lepkościomierz z opadającą kulką, czyli reowiskozymetrem. Zasadą działania jest pomiar prędkość opadania kulki o znanych parametrach, czyli wymiar

- i gęstość, w badanym ośrodku pod wpływem siły ciężkości,
- d. lepkościomierz porównawczy. Zasada działania polega na wyznaczeniu lepkości badanej substancji względem substancji wzorcowej o znanej lepkości, zwykle wody.
3. Źródła błędów:
- zbyt wysoka temperatura otoczenia,
  - niewłaściwa konserwacja elementów aparatu,
  - użycie kulki o niewłaściwych parametrach.

## Sekcja dwunasta. Areometr

Areometr



1. Areometr 2. Piknometr

### Areometr

- Areometr to obustronnie zamknięta rurka, której jeden koniec jest wypełniony rtęcią lub ołowianym śrutem, ma skalę, która informuje o gęstości. Rurkę zanurza się w naczyniu, na przykład w cylindrze miarowym, z cieczą, której gęstość mierzymy.
- To przyrząd do pomiaru gęstości cieczy i stężenia roztworu lub innych wielkości jednoznacznie związanych z gęstością.

W urządzeniu wykorzystuje się siłę wyporu, z jaką ciecz działa na zanurzone w niej ciało stałe.

3. Ze względu na materiał, którego gęstość mierzymy, areometry dzielimy na: alkoholomierz, urynometr, laktodensymetr, cukrometr, piknometr, areometr Oechsle badający gęstość moszczu winogronowego, kwasomierz, solomierz.
4. Urządzenia kalibruje się na wzorzec przed każdym pomiarem, najczęściej kalibrowane są dla temperatury 20°C.
5. Źródła błędów:
  - a. zbyt niska lub zbyt wysoka temperatura próbki,
  - b. zbyt mała objętość próbki, pływak dotykający dna naczynia,
  - c. zanieczyszczenia obecne w próbce,
  - d. niedokładnie umyte części urządzenia.

## **Piknometr**

1. Typ areometru o innej budowie, jest to małe kalibrowane na określoną objętość naczynie szklane zamknięte korkiem na szlif z zatopioną rurką kapilarną, która umożliwia łatwą obserwację poziomu cieczy umieszczonej w naczyniu. Naczynie napełnia się cieczą. Pomiar, ważenie naczynia z cieczą, wykonuje się po czasie, w którym ciecz osiąga temperaturę otoczenia, najlepiej, gdy ma temperaturę 20°C. Przy odczycie uwzględnia się menisk dolny dla cieczy przezroczystych, dla nieprzejrzystych – menisk górny, oczy analityka powinny znajdować się na poziomie menisku cieczy. Metoda piknometryczna jest metodą porównawczą w stosunku do wzorca. Jako wzorca najczęściej używa się wody.

## Sekcja trzynasta. Parownica

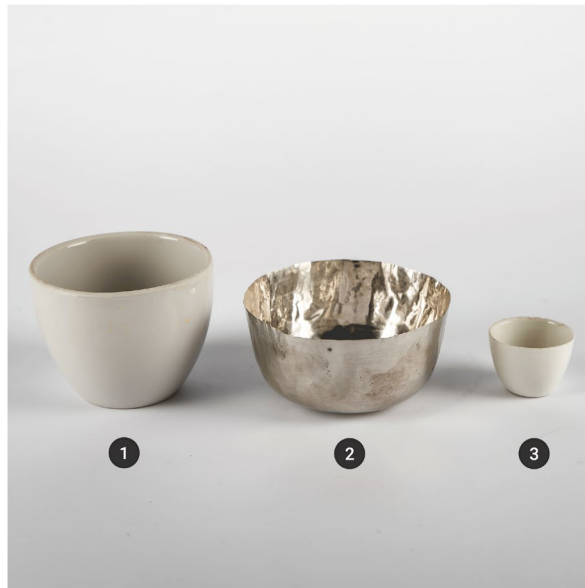
Parownica



1. Jest naczyniem laboratoryjnym wykonanym z porcelany, szkła, metalu szlachetnego, ma kształt płaskiej misy o cienkich ściankach z dziobkiem, który ułatwia przelewanie cieczy.
2. Maksymalna odporność termiczna parownic laboratoryjnych wynosi  $1000^{\circ}\text{C}$ .
3. Parownica wykorzystywana jest do odparowania niewielkich objętości płynów, zateżzania roztworów, przeprowadzenia reakcji chemicznych.

## Sekcja czternasta. Tygiel

Tygiel



1. Tygiel porcelanowy wysoki 2. Tygiel platynowy 3. Tygiel porcelanowy niski

1. Tygiel to sprzęt laboratoryjny przeznaczony do operacji wykonywanych na substancji stałej, odporny na działanie bardzo wysokich temperatur.
2. Wykonany jest ze specjalnego typu porcelany odpornej na bardzo wysokie temperatury, z kwarcu lub metali szlachetnych, na przykład platyna, ma kształt kubka o wysokich ściankach.
3. Tygiel wykorzystywany jest w laboratorium do czynności, w których wymagana jest wysoka temperatura: spalanie substancji, wyprażanie do suchej masy, mineralizacja próbki.

## Sekcja piętnasta. Moździerz

Moździerz porcelanowy, moździerz agatowy

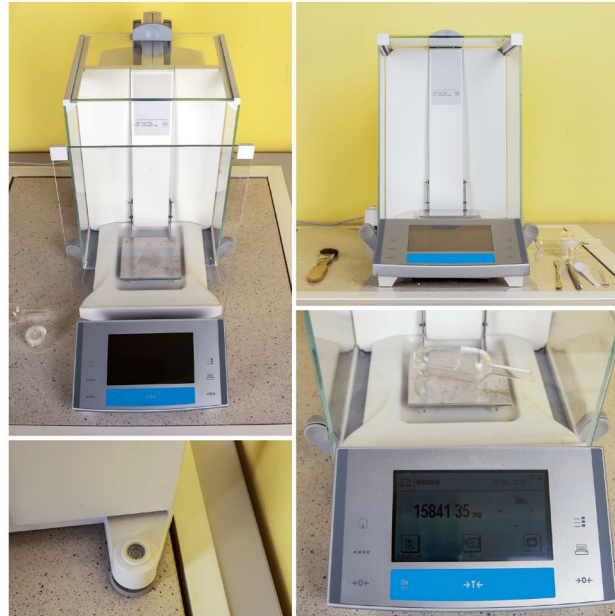


1. Moździerz agatowy 2. Moździerz porcelanowy duży  
3. Moździerz porcelanowy mały

1. Moździerz wykonany jest z porcelany, agatu, wyposażony w pestel, ma kształt płytkiej miski o grubych ściankach.
2. Należy do sprzętu wykorzystywanego w laboratorium analitycznym, recepturze aptecznej, ale także w kuchni. Służy do ręcznego rozdrabniania substancji na miazki proszków, rozcierania stałych postaci leków, jak tabletki, drażetki, sporządzania leków i kosmetyków, mieszania składników leków oraz miażdżenia miękkich części roślin.
3. Wewnętrzne ścianki moździerza oraz część robocza pestla są chropowate, dzięki temu łatwo jest ucierać, rozdrabniać substancje.
4. Aby rozdrobnić lub wymieszać w moździerzu substancję lub przygotowywaną postać leku, korzystamy z pestla, którym ucieramy, a nie uderzamy o ścianki. Maści i zawiesiny mieszamy w jedną stronę.

## Sekcja szesnasta. Waga

Waga analityczna



Ważenie to określenie ciężaru próbki za pomocą wagi. Ważenie jest podstawową czynnością w laboratorium analitycznym, recepturze aptecznej.

1. Waga podlega:
  - a. kalibracji: wewnętrzna lub zewnętrzna po każdorazowym włączeniu wagi,
  - b. legalizacji: proces wykonywany przez laboratorium posiadające akredytację Polskiego Centrum Akredytacji w zakresie wzorcowania wag nieautomatycznych mechanicznych i elektronicznych.
2. Podział wag laboratoryjnych ze względu na dokładność i nośność:
  - a. waga techniczna – dokładność pomiaru 0,1 grama, nośność do 10 kg; do ważenia większych próbek,
  - b. waga precyzyjna – dokładność pomiaru 0,001 grama, nośność do 1 kg,
  - c. waga analityczna – dokładność pomiaru 0,0001 grama, nośność do 220 gramów; najczęściej wykorzystywana w laboratoriach,



- d. waga mikroanalityczna – dokładność pomiaru 0,00001 grama, nośność do 30 gramów,
  - e. waga ultramikroanalityczna – dokładność do 10 µg lub wyżej, nośność do 10 gramów.
3. Ważenie przeprowadzamy, korzystając ze szklanego naczynka wagowego, łożeczki, naczynia laboratoryjnego przy większych odważkach.
4. Waga powinna stać na stole antywibracyjnym, w pomieszczeniu o stabilnej temperaturze, wilgotności powietrza w zakresie 40 – 60%, miejscu nienasłonecznionym. Ważenia nie powinno się dokonywać blisko okien, drzwi i grzejników. W procesie ważenia istotne jest dopasowanie dokładności wagi do odważki.
5. Źródła błędów:
- a. zła konserwacja wagi, brak legalizacji i kalibracji,
  - b. ustawienie wagi w nieprawidłowym miejscu, gdzie narażona jest na przykład na drgania w otoczeniu i drgania stołu wagowego, przepływ powietrza,
  - c. niedokładne wypoziomowanie wagi,
  - d. zbyt krótki czas stabilizacji wagi po włączeniu,
  - e. ważenie przy otwartych drzwiczkach wagi,
  - f. umieszczanie próbek o masie większej niż dopuszczalne obciążenie wagi,
  - g. zanieczyszczenie szalki wagi,
  - h. ważenie w mokrych, ciepłych naczyniach,
  - i. nieuwzględnienie właściwości próbki: parowania (substancje lotne), pochłaniania wilgoci (substancje higroskopijne),
  - j. brak ustabilizowania temperatury próbki.

## Sekcja siedemnasta. Mieszadło magnetyczne

Mieszadło magnetyczne

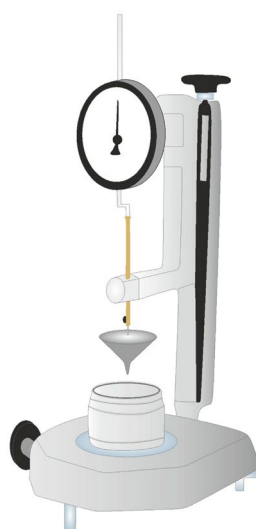


1. Mieszadło magnetyczne należy do podstawowego wyposażenia laboratorium analitycznego, to urządzenie wykorzystywane do bezkontaktowego mieszania cieczy oraz zawiesin w naczyniach laboratoryjnych o płaskim lub okrągłym dnie.
2. Mieszadła mogą być jedno - lub wielostanowiskowe, wyposażone w termostat.
3. Proces mieszania zachodzi w naczyniu z roztworem, w którym umieszcza się mieszadło magnetyczne, ustawionym na płytce, która podłączona jest do generatora pola magnetycznego. W wyniku oddziaływania pola z mieszadłem ciecz się miesza.
4. Mieszadło wykorzystujemy do mieszania roztworów, miareczkowania lub rozpuszczania substancji.
5. Źródła błędów:
  - a. niewłaściwy dobór wielkości mieszadła do objętości cieczy; zbyt duże mieszadło ociera się o ścianki naczynia, powodując hałas, zbyt małe – tworzy lej w środku naczynia, powodując, że ciecz przy ściankach nie miesza się,
  - b. niedopasowanie wielkości naczynia do objętości mieszanej próby – w za małym naczyniu próba nie miesza się w całej objętości,

- c. nieodpowiednia szybkość mieszania – zbyt szybkie mieszanie powoduje wyrzucanie cieczy na zewnątrz, zbyt wolne – to, że ciecz nie miesza się w całej objętości),
- d. za wysoka temperatura w termostacie powodująca parowanie cieczy.

## Sekcja osiemnasta. Penetrometr

Penetrometr



1. Penetrometr to urządzenie pozwalające ocenić konsystencję półstałej postaci leku, np. maści. W aparacie dokonuje się pomiaru głębokości penetracji swobodnie spadającego obiektu penetrującego w badanym preparacie, w ściśle określonych warunkach. Element penetrujący może mieć kształt igły, pręta lub stożka. Farmakopea Polska przewiduje zastosowanie penetrometru stożkowego.
2. Badanie wykonuje się dla trzech prób, czyli trzech pojemników całkowicie wypełnionych badaną postacią leku, którą można wcześniej stopić lub nie. FP dopuszcza trzy sposoby przygotowania próby badanej. Powierzchnia wypełnionego pojemnika musi być gładka, a temperatura próby i elementu penetrującego powinna wynosić  $25^{\circ}\text{C}$  plus minus  $0,5^{\circ}\text{C}$ . Pomiar rozpoczyna się od ustawienia stożka penetrującego w taki sposób, aby jego wierzchołek dotykał powierzchni próbki. Następnie element penetrujący zwalnia się na 5 sekund, po

- czym zatrzymuje go i mierzy głębokość, na jaką zanurzył się w badanej próbce.
3. Po wykonaniu pomiaru dla wszystkich trzech prób oblicza się średnią i podaje wynik w dziesiętnych częściach milimetra. Żaden z wyników nie może różnić się od średniej więcej niż 3%. W przeciwnym razie badanie należy powtórzyć dla kolejnych trzech prób i wynik obliczyć z sześciu prób.
  4. Źródła błędów:
    - a. nieodpowiednie przygotowanie próbki, np. obecność pęcherzyków powietrza,
    - b. nieodpowiednie warunki temperaturowe.

## Sekcja dziewiętnasta. Pehametr

Pehametr



1. Pehametr to urządzenie służące do pomiaru pH, czyli odczynu próbki, inaczej kwasowość lub zasadowość roztworów. Aparat wyposażony jest w elektrodę, która powinna być dobrana do badanej próbki. Określamy pH roztworów wodnych, na przykład: iniekcji, wlewów), zawiesin, emulsji, mieszanin do żywienia pozajelitowego.
2. Pehametr podlega kalibracji: pehametr kalibrujemy na roztwory buforowe o pH zależnym od odczynu próbki, zazwyczaj w dwóch punktach. Proces kalibracji przeprowadzamy w każdym dniu wykonywania pomiarów na roztwory buforowe,

na przykład o pH: 2,0; 4,0; 5,0; 7,0; 10,0. Pehametr automatycznie kompensuje temperaturę użytych buforów, aby wyeliminować różnicę spowodowaną temperaturą buforu, na przykład bufor o pH 7,01 ma tę wartość tylko w temperaturze 25°C.

3. Przy pomiarach wskazania pH muszą być korygowane ze względu na to, że temperatura ma wpływ na otrzymany wynik. Większość pehametrów jest wyposażona w czujnik temperatury. Czujnik może być wbudowany lub dodatkowy. Kompensuje on wskazanie aparatu. Czujnik musi być zanurzony w badanej próbce. Niezależnie od metody pomiaru temperatury pehametr automatycznie skompensuje wynik do wartości odniesionej do 25°C, z zastrzeżeniem, że nie może to być zbyt zimna lub zbyt ciepła próbka. Podczas pomiarów pH należy pamiętać, aby pomiaru dokonywać w temperaturze pokojowej, jak najbliższej 25°C, w innym przypadku wskazanie może być obarczone dużym błędem.
4. Elektrode należy wymieniać raz na rok.
5. Źródła błędów:
  - a. źle skalibrowany pehametr – zły dobór roztworów buforowych do badanej próbki,
  - b. zbyt mała objętość próbki powodująca, że elektroda nie jest w całości zanurzona,
  - c. niewłaściwa temperatura próbki; pomiar pH powinien być wykonany dla roztworów o temperaturze pokojowej,
  - d. złe wymieszanie analizowanego roztworu,
  - e. zastosowanie niewłaściwej elektrody do badanej próby,
  - f. zużyta elektroda,
  - g. zbyt niski poziom elektrolitu wewnątrz elektrody,
  - h. nieprzestrzeganie zasady, że elektroda nie może być sucha, uwaga: w czasie, gdy aparat nie działa, powinna być ona zanurzona w odpowiednim roztworze,
  - i. nieprzemycie elektrody wodą po każdym pomiarze, uwaga: zaleca się mycie elektrody w płynie czyszczącym,
  - j. wycieranie elektrody, można ją delikatnie osuszyć.

## Sekcja dwudziesta. Refraktometr

Refraktometr



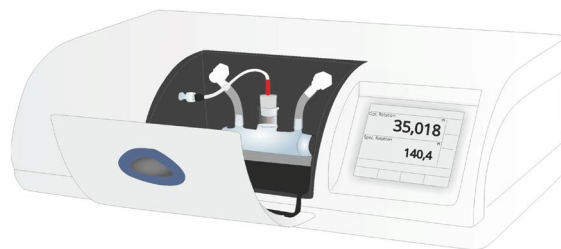
1. Refraktometr to aparat, za pomocą którego mierzymy współczynnik załamania światła w dwóch różnych ośrodkach.
2. Aparat kalibruje się, na wodę lub odpowiednie wzorce, przed każdym pomiarem.
3. Refraktometr poddawamy wzorcowaniu w laboratoriach Głównego Urzędu Miar.
4. Refraktometria to metoda badania własności fizykochemicznych substancji na podstawie pomiarów ich współczynników załamania światła, jest metodą optyczną wykorzystującą zależność wartości współczynnika załamania światła od stężenia roztworu. W refraktometrii wykorzystujemy metodę krzywej wzorcowej. Po każdym pomiarze należy wytrzeć pryzmat refraktometru wacikiem i przemyć wodą destylowaną.
5. Za pomocą refraktometru możemy określić na przykład: zawartość cukru w syropie, zawartość chlorku sodu w roztworach, zawartość wody w miodzie.
6. Prowadzenie pomiaru zaczyna się od naniesienia na skośny szklany pryzmat kilku kropli cieczy, zamyka się przezroczystą przykrywkę, żeby ciecz lepiej rozlała się po powierzchni pryzmatu, i wykonuje pomiar. Pomiary refraktometryczne należy przeprowadzać w stałej temperaturze z wykorzystaniem fal świetlnych o określonej długości.

## 7. Źródła błędów:

- a. nieuwzględnienie faktu, iż na pomiar mają wpływ temperatura oraz wilgotność powietrza w pomieszczeniu,
- b. brak kalibracji aparatu,
- c. źle wykonana krzywa wzorcowa, zły dobór stężeń roztworów wzorcowych,
- d. niewłaściwie czyszczony szklany pryzmat,
- e. źle dobrana długość fali światła.

## Sekcja dwudziesta pierwsza. Polarymetr

Polarymetr



1. Polarymetr należy do sprzętu wykorzystywanego w laboratorium analitycznym do określania skręcalności substancji aktywnych optycznie, chiralnych. Może także mierzyć stężenie substancji chiralnych. Cząsteczki substancji aktywnych optycznie, chiralnych, skręcają płaszczyznę polaryzacji światła.
2. Polarymetr jest zbudowany z dwóch pryzmatów: polaryzatora i analizatora. Pomiędzy pryzmatami znajduje się standaryzowana kuweta, w której umieszcza się badaną substancję. Za pomocą polarymetru mierzy się kąt obrotu, a po odpowiednim wyskalowaniu może służyć bezpośrednio do pomiaru stężenia roztworów tych substancji oraz do określania składu mieszanin enancjomerów. Na kąt obrotu wpływają:

stężenie próbki, długość fali światła, które przechodzi przez próbę, temperatura próby, długość kuwety pomiarowej oraz warunki napełniania kuwety.

3. Metoda polarymetryczna jest metodą wykorzystującą krzywą wzorcową, czyli zależność kąta od stężenia roztworu.
4. Polarymetr w farmacji jest wykorzystywany do oceny jakościowej surowców i gotowych produktów. Za pomocą polarymetru można wykryć zafałszowanie, na przykład: zastąpienie olejku anyżowego tańszym olejkim koperkowym. Olejki różnią się skręcalnością.
5. Źródła błędów:
  - a. nieprawidłowe napełnienie kuwety pomiarowej, pęcherzyki powietrza w próbce,
  - b. złe dobranie stężenia próby,
  - c. zużyte źródło światła,
  - d. zbyt wysoka lub zbyt niska temperatura w pomieszczeniu.

## Sekcja dwudziesta druga. Tekstuometr

Tekstuometr



1. Tekstuometr to urządzenie do analizowania własności tekstury, czyli szeregu własności fizycznych ciała wynikających z jego struktury. Ponieważ jest to kompleks powiązanych własności,



a nie jedna konkretna własność, często zaleca się, aby używać wyrażenia *właściwości teksturometryczne* zamiast *tekstura*.

2. Właściwości teksturometryczne:
  - a. twardość,
  - b. kruchość,
  - c. przyczepność,
  - d. rozciągliwość,
  - e. kleistość.
3. Badanie polega na określeniu właściwości wytrzymałościowych i aplikacyjnych zarówno materiałów, jak i preparatów w postaci stałej takich jak: wytrzymałość na zgniatanie lub zrywanie, twardość, elastyczność, i półstałej takich jak: konsystencja, lepkość, spoistość, rozsmarowywalność, przyczepność do skóry. Tekstura jest jedną z ważniejszych cech decydujących o jakości preparatu i wpływających na właściwości reologiczne i fizyczne postaci leku.
4. Dzięki pomiarom właściwości teksturometrycznych za pomocą teksturometru można szacować i porównywać w sposób obiektywny cechy, które zwykle określa się jedynie za pomocą zmysłów, takie jak twardość, kruchość, ciągliwość czy kleistość. Poniżej zebrano cechy mierzone przez tekstuometr w odniesieniu do cech sprawdzanych subiektywnie.
  - a. Wielkość szacowana za pomocą tekstuometru to twardość, a cecha określana subiektywnie, za pomocą zmysłów – dotyku to ocena materiału lub preparatu jako miękki lub twardy
  - b. tekstuometr – łamliwość, ocena subiektywna – materiał kruchy, łamliwy,
  - c. tekstuometr – żujność, ocena subiektywna – materiał ciągnący się, twardy,
  - d. tekstuometr – gumowatość, ocena subiektywna – materiał gumowaty, sztywny,
  - e. tekstuometr – lepkość, ocena subiektywna – materiał gęsty, lepki, klejący się,
  - f. tekstuometr – sprężystość, ocena subiektywna – materiał plastyczny, elastyczny,

- g. teksturometr – adhezyjność, ocena subiektywna – materiał suchy, lepący się.
5. Źródła błędów:
- a. nieodpowiednia temperatura próbki,
  - b. niewłaściwa szybkość testu,
  - c. nieodpowiedni dobór kształtu i wielkości sondy,
  - d. nieodpowiedni sposób przygotowania próbki,
  - e. zła wielkość próbki.

## Sekcja dwudziesta trzecia. Aparat do mierzenia temperatury topnienia

Aparat do mierzenia temperatury topnienia



1. Aparat mierzy temperaturę topnienia ciał stałych, czyli temperaturę, w której substancja przechodzi ze stanu stałego w ciecz.
2. Temperatura topnienia to parametr fizyczny substancji leczniczej i pomocniczej w fazie stałej, parametr określający jakość, a więc czystość, parametr farmakopealny. Temperatura wyrażana jest w skali Celsjusza, jednostką jest stopień Celsjusza, symbol: °C.
3. Przystępując do pomiaru temperatury topnienia metodą kapilarną, należy upewnić się, że substancja jest sucha i drobno sproszkowana. Tak przygotowaną substancję wprowadza się do

kapilary na wysokość około 5 milimetrów i ubija się. Kapilarę wkłada się do aparatu i rozpoczyna proces podgrzewania, początkowo szybko do temperatury około 10°C niższej niż spodziewana temperatura topnienia, następnie ogrzewanie prowadzi się z szybkością grzania 1°C na minutę. Zachodzący proces obserwuje się na ekranie aparatu. Punkt, w którym cała substancja przechodzi w ciecz, nazywany jest temperaturą topnienia. Na temperaturę topnienia ma wpływ:

- a. czystość substancji,
  - b. obecność zanieczyszczeń, produktów rozkładu,
  - c. domieszka innej substancji.
4. Błąd pomiaru:
- a. nierównomierne ogrzewanie substancji – niejednakowa średnica kapilary na całej jej długości, nierównomierne upakowanie substancji w kapilarze,
  - b. nieprecyzyjnie ustawiona szybkość ogrzewania – zbyt szybkie ogrzewanie – błąd odczytu początku i końca procesu topnienia.

## Sekcja dwudziesta czwarta. Aparat do badania uwalniania substancji leczniczej z postaci leku

Aparat do badania uwalniania substancji leczniczej z postaci leku



Aparat do badania uwalniania substancji czynnej z postaci leku:  
1. łopatkowy 2. koszyzkowy

1. Aparat pozwala na przeprowadzenie badania szybkości uwalniania substancji leczniczej z postaci leku, często określanego badaniem dostępności farmaceutycznej. Aparaty zapewniają warunki podobne do panujących w organizmie: temperatura 37°C, odpowiedni rodzaj płynu do uwalniania, i umożliwiają monitorowanie uwalniania substancji czynnej z danej postaci leku i jej rozpuszczania w zastosowanym medium w danej jednostce czasu. Próby pobiera się w odpowiednich przedziałach czasowych, a następnie oznacza się w nich uwolnioną zawartość substancji czynnej za pomocą odpowiednich technik analitycznych, na przykład metodą chromatograficzną lub spektrofotometryczną.
2. Badanie dostępności farmaceutycznej pozwala między innymi:
  - a. ustalić dla nowych formułacji profil uwalniania substancji leczniczej w warunkach *in vitro*, co może pomagać w przewidywaniu zdolności uwalniania substancji leczniczej z finalnej postaci leku w warunkach *in vivo*,
  - b. potwierdzić powtarzalność procesu produkcyjnego, ważna jest jakość poszczególnych serii,
  - c. porównać różne produkty lecznicze w celu oceny ich biorównoważności.
3. Farmakopea Polska XII wyróżnia cztery typy aparatów do badania uwalniania substancji leczniczej ze stałych doustnych postaci leków:
  - a. aparat 1 – koszyczkowy,
  - b. aparat 2 – łopatkowy,
  - c. aparat 3 – z ruchomym cylindrem,
  - d. aparat 4 – przepływowy.
4. Typ aparatu i przewidziane przez farmakopee parametry badania oraz kryteria interpretacji wyników są dobierane odpowiednio do danej postaci leku. Farmakopea Polska XII prezentuje badanie uwalniania substancji aktywnej z doustnych stałych postaci leku, systemów transdermalnych, aparat łopatkowy wyposażony w dodatkowe elementy, leczniczych gum do żucia za pomocą odpowiednio zaprojektowanego aparatu oraz lipofilowych stałych postaci leku, na przykład czopków, kapsułek miękkich, aparat przepływowy wyposażony

w specjalną komorę. Badanie dostępności powinno się jednak przeprowadzać także dla innych postaci leków wykazujących działanie ogólnoustrojowe.

5. Najpopularniejsze są aparaty 1 i 2, które w rzeczywistości są tym samym aparatem różniącym się tylko elementem mieszającym i sposobem umieszczenia postaci leku odpowiednio w koszyczku lub na dnie zlewki pod łopatką. Aparaty te są zbudowane z łaźni z kilkoma lub kilkunastoma stanowiskami, na przykład 6, 8, 14. Stanowisko składa się z:
  - a. przezroczystej, okrągłodennej zlewki wykonanej ze szkła lub innego obojętnego materiału, białego lub oranżowego, mającej zwykle pojemność 1000 mililitrów, zanurzonej w łaźni wodnej lub ogrzewanej za pomocą innego urządzenia, najczęściej z przykrywką, w której jest miejsce na termometr, mieszadło i element do pobierania próbek,
  - b. elementu mieszającego: cylindrycznego koszyczka, aparat 1, lub mieszadła łopatkowego, aparat 2, osadzonego na wałku napędowym, który jest wprowadzany w ruch obrotowy o kontrolowanej szybkości.
6. Aparaty wyposażone są w urządzenie regulujące prędkość obrotów mieszadła. Dodatkowo mogą mieć automatyczny system pobierania próbek, pompę strzykawkową, funkcję uzupełniania medium i kolektor frakcji.
7. Źródła błędów:
  - a. otrzymanie błędnych wyników badania może być związane między innymi z niewłaściwym doбором:
    - I. rodzaju aparatu do danej postaci leku,
    - II. częstotliwości, sposobu i objętości pobierania prób,
    - III. rodzaju zlewek, na przykład niezastosowanie ciemnego szkła dla substancji wrażliwych na światło,
    - IV. warunków badania w zależności od zastosowanego aparatu, na przykład: prędkości obrotów, prędkości zanurzania lub szybkości przepływu medium, częstotliwości i objętości pobierania prób, składu, objętości i temperatury płynu do uwalniania – niezapewnienie warunków *sink*, brakiem przed

badaniem odpowietrzenia i, lub doprowadzenia  
pływu akceptorowego do temperatury 37°C,  
b. metody oznaczania substancji aktywnej.

## Sekcja dwudziesta piąta. Aparat do badania czasu całkowitej deformacji czopków

Aparat do badania czasu całkowitej deformacji czopków



1. Czopek jest to stała, jednodawkowa postać leku do stosowania doodbytniczego. Składa się z podłoża i substancji czynnej. W ocenie jakości czopków bierze się pod uwagę: czas uwalniania substancji czynnej, czas całkowitej deformacji, czas rozpadu, wytrzymałość mechaniczną. Czas całkowitej deformacji czopków wyznaczamy z zastosowaniem aparatu do deformacji.
2. W badaniu czasu całkowitej deformacji czopków określa się czas potrzebny do zmięknienia czopka umieszczonego w wodzie o temperaturze 36,5°C, poddanego określonemu obciążeniu symulującemu nacisk występujący po aplikacji.
3. Farmakopea Polska podaje dwa aparaty służące do pomiaru czasu deformacji. Zasada oznaczania jest taka sama w obu aparatach. Czopek umieszcza się w szklanej rurce w obecności niewielkiej ilości wody. Od góry naciska się na czopek za pomocą pręta obciążającego. Rurkę umieszcza się w wodzie

o temperaturze 36,5°C. Pod wpływem temperatury, obciążenia i wody czoppek deformuje się. Masa czopkowa przemieszcza się, pręt opada. Za czas całkowitej deformacji czopka przyjmuje się czas, jaki upłynął od momentu obciążenia do dotknięcia przez pręt dna szklanego naczynia. Całkowity czas deformacji czopków jest uzależniony od typu podłoża:

- a. podłoże lipofilowe – czas nie powinien przekraczać 15 minut,
  - b. podłoże hydrofilowe – maksymalnie 60 minut.
4. Źródła błędów:
- a. awaria termostatu,
  - b. zła konserwacja aparatu,
  - c. źle dobrany nacisk do typu podłoża czopkowego.

## Sekcja dwudziesta szоста. Spektrofotometr UV-Vis

Spektrofotometr UV-Vis



1. Spektrofotometr UV-Vis 2. Spektrofotometr UV-Vis z otwartą komorą pomiarową 3. Komora pomiarowa z kuetetami 4. Kuetety kwarcowe – różne rozmiary

1. Spektrofotometry UV-Vis są aparatami mierzącymi natężenie promieniowania elektromagnetycznego: z zakresu nadfioletu UV od 180 do 400 nanometrów i światła widzialnego Vis od 400 do 800 nanometrów selektywnie absorbowanego przez analit.
2. Wyróżniamy dwa rodzaje spektrofotometrów UV-Vis:
  - a. jednowiązkowe, w których najpierw rejestrowane jest widmo próby odniesienia, a następnie analitu, widmo

próby odniesienia jest automatycznie odejmowane od widma związku badanego,

- b. dwuwiazkowe, w których następuje równoległy pomiar widma próby odniesienia i analitu.
3. Spektrofotometry UV-Vis umożliwiają przeprowadzenie spektrofotometrycznej analizy jakościowej i ilościowej związków organicznych i nieorganicznych, które są zdolne do absorpcji promieniowania w zakresie UV-Vis lub które mogą być w takie przeprowadzone poprzez ich derywatyzację. W monografiach wielu farmakopealnych związków spektrofotometria UV-Vis jest zalecana do potwierdzenia tożsamości, oznaczania związków i ich zanieczyszczeń.
4. Badania wykonuje się zwykle dla próbki w roztworze.
5. Najczęściej pomiary przeprowadzane są w kuwetach pomiarowych; w zakresie nadfioletu stosuje się kuwety kwarcowe, natomiast w świetle widzialnym – szklane, kwarcowe oraz z tworzyw sztucznych.
6. Pomiar absorpcji może być wykonany w punkcie przy danej długości fali lub w ustawionym zakresie długości fal, dzięki czemu możliwe jest zarejestrowanie elektronowego widma absorpcyjnego, opisanego jako zależność absorpcji  $A$  od długości fali promieniowania  $\lambda$  liczoną w nanometrach lub od liczby falowej
$$\tilde{\nu} = \frac{1}{\lambda} [\text{cm}^{-1}].$$
7. Źródła błędów:
  - a. fałszywy wynik analizy może wynikać z sumy błędów popełnianych na każdym etapie analizy i być związany między innymi z:
    - I. niewłaściwym doбором rodzaju kuwety do zakresu długości fali,
    - II. obecnością pęcherzyków w kuwecie wypełnionej cieczą,
    - III. brakiem przeprowadzania kalibracji sprzętu i jego konserwacji, na przykład: pomiary wykonywane przy zastosowaniu lampy po jej gwarantowanym czasie pracy,



- IV. niewłaściwym: przygotowaniem próbki, jej pobieraniem i odważaniem, rozpuszczaniem, rozcieńczaniem, rozdzielaniem analitu od pozostałych składników próbki; na każdym etapie istotne jest użycie odpowiedniego szkła laboratoryjnego,
- V. niewłaściwym doбором warunków oznaczania, na przykład brakiem selektywności metody, zastosowaniem stężenia analitu poza granicą jego liniowości).