

2.2.32. ВТРАТА В МАСІ ПІД ЧАС ВИСУШУВАННЯ

▼ ПРИНЦИП

Втрата в масі під час висушування — це втрата маси після висушування за визначених умов, обчислена у відсотках (*м/м*).

Висушування до постійної маси означає, що результати 2 послідовних зважувань не відрізняються більш ніж на 0.5 мг, друге зважування проводять після додаткового періоду висушування, який становить принаймні 30 хв, за умов, передбачених для випробовуваної речовини.

ОБЛАДНАННЯ

Обладнання зазвичай складається з:

- бюксів для зважування, виготовлених із відповідного інертного матеріалу, які легко висушуються до постійної маси; їх діаметр має бути досить великим, щоб шар випробовуваного зразка в бюксі не перевищував приблизно 5 мм;
- аналітичних вагів, які визначають зміну маси до 0.1 мг;
- залежно від застосовуваної процедури: ексикатора, вакуумної шафи, вакуумної печі або звичайної лабораторної сушильної шафи; у будь-якому разі температура сушильних шаф регулюється до заданої температури ± 2 °С; використовують вакуумні шафи, в яких тиск може бути принаймні знижено приблизно до 2 кПа; кваліфікацію сушильних шаф проводять за встановленими процедурами системи управління якістю, наприклад з використанням придатного сертифікованого стандартного матеріалу (може застосовуватися *ФСЗ натрію аміносалицилату дигідрату для кваліфікації обладнання*).

Допускається використання обладнання з іншими засобами висушування, такими як мікрохвильові печі, галогенні лампи, інфрачервоні лампи, або можуть використовуватись змішані технології за умови, що продемонстрована їх придатність для цих цілей.

ПРОЦЕДУРА

Випробування рекомендується проводити в середовищі, яке має мінімальний вплив на вимірювання зразка (наприклад, вологість).

Зважують пустий бюкс для зважування, попередньо висушений протягом принаймні 30 хв, за умов, визначених для випробовуваної речовини. Потім зазначену кількість випробовуваної речовини поміщають у бюкс і зважують бюкс з випробовуваною речовиною. Сушать до постійної маси або протягом зазначеного часу. Якщо для температури висушування зазначено одинарне значення температури, а не

температурний діапазон, висушування проводять за зазначеної температури ± 2 °С.

Використовують одну з цих процедур, якщо інше не зазначено в монографії:

- в ексикаторі: висушування проводять над *молекулярним ситом Р* (приблизно 100 г) за атмосферного тиску й кімнатної температури;
- у *вакуумі*: висушування проводять над *молекулярним ситом Р* (приблизно 100 г) за тиску, що не перевищує 2.5 кПа, і за температури, зазначеної в монографії;
- у сушильній шафі за зазначеної температури: висушування проводять за атмосферного тиску в сушильній шафі за температури, зазначеної в монографії.

Після висушування в сушильній шафі бюкс із випробовуваним зразком охолоджують до кімнатної температури в ексикаторі, після чого бюкс із випробовуваним зразком зважують.

Маса зразка — це різниця між масою бюкса з випробовуваним зразком і масою порожнього висушеного бюкса.

Втрата в масі під час висушування — це різниця в масі зразка до і після висушування, виражена у відсотках, за замовчуванням (*м/м*).▲

N

ПРОЦЕДУРА⁽¹⁾. Зазначену в індивідуальній монографії кількість випробовуваної речовини перемішують. Великі частинки подрібнюють до розміру приблизно 2 мм. Випробовуваний зразок поміщають у зважений бюкс, закривають кришкою і зважують бюкс з вмістом. Легким поперечним струшуванням розподіляють випробовуваний зразок рівномірним шаром. Під час висушування кришку знімають і поміщають разом з бюксом. Після висушування бюкс знову закривають кришкою.

1) Використано матеріали загальної статті <731> «Loss on drying» Фармакопеї США.