

ООО «Архангельский водорослевый комбинат»	Спецификация		Стр. 1 из 7
	Подразделение: Отдел контроля качества	Код документа: СП 05-06-11.22	Номер редакции документа 06
	Спецификация Натрия альгинат		
	Введение в действие 18.11.2022		Действительно до 01.11.2027

1. ОПИСАНИЕ

1.1 Наименование

Натрия альгинат, субстанция

1.2 Нормативный документ

Р N003250/01-130121

1.3 Требования к упаковке и маркировке

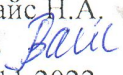
Упаковка	По 1, 2, 3 кг в пакеты из пленки полиэтиленовой, снабженные этикетками из бумаги этикеточной или писчей или этикетки самоклеящиеся. Пакеты по 1,2,3 кг помещают в коробку из картона.
Маркировка	В соответствии с Р N003250/01-130121

2. МЕТОДИКИ ОТБОРА ПРОБ

СОП 03.-2-03-01.20

3. КАЧЕСТВЕННЫЕ И КОЛИЧЕСТВЕННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ



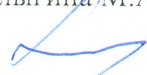
Показатели качества	Метод контроля	Норма
Описание	Органолептический Р N003250/01-130121	Аморфный белый, кремовый или светло-серый с кремовым оттенком порошков без запаха
Растворимость	ГФ РФ	Медленно растворим в воде с образованием мутных коллоидных растворов, практически нерастворим в спирте 95%, в хлороформе
Подлинность	Р N003250/01-130121 Качественные реакции с: -кальция хлорида раствором 2% -аммония сульфата	Образуется гелеобразный осадок Не должен образовываться осадок

Разработал: Инженер по качеству ОКК ФИО: Вайс Н.А. Подпись  Дата 18.11.2022	Согласовал: Начальник ОКК ФИО: Карпенко Е.Г. Подпись  Дата 18.11.2022	Утвердил: Главный технолог ФИО: Малыгина М.А. Подпись  Дата 18.11.2022
---	---	--

Спецификация Натрия альгинат	Код документа: СП 05-06-11.22	Стр. 2 из 7
------------------------------	----------------------------------	-------------

	насыщенным раствором -с хлористоводородной кислотой разведенной	Образуется гелеобразный осадок (альгиновая кислота)
	ГФ РФ, реакция Б на натрий	Реакция должна быть положительной
Относительная вязкость	ГФ РФ	От 9,0 до 26,0 (марка 1); От 26,0 до 45,0 (марка 2); От 45,0 до 120,0 (марка 3)
pH	ГФ РФ, потенциометрический	От 6,0 до 8,0
Вещества, нерастворимые кипящей воде	Весовой в Р N003250/01-130121	Не более 0,2%
Сульфатная зола	ГФ РФ	Не более 35,0%
Тяжелые металлы	ГФ РФ	Не более 0,001%
Мышьяк	ГФ РФ, метод 1	Не более 0,0002%
Потеря в массе при высушивании	ГФ РФ	Не более 15,0%
Микробиологическая чистота	ГФ РФ, категория 3.2	- Общее число аэробных микроорганизмов - не более 10^4 КОЕ в 1 г (мл) - Общее число дрожжевых и плесневых грибов - не более 10^2 КОЕ в 1 г (мл) - Отсутствие Escherichia coli в 1 г (мл) - Отсутствие бактерий рода Salmonella в 25 г (мл) - Отсутствие Pseudomonas aeruginosa в 1 г (мл) - Отсутствие Staphylococcus aureus в 1 г (мл) - Энтеробактерий, устойчивых к желчи, - не более 10^2 КОЕ в 1 г (мл)
Количественное определение	Спектрофотометрический Р N003250/01-130121	Не менее 90,8% и не более 106,0% натрия альгината в пересчете на сухое вещество

4. МЕТОДИКИ ПРОВЕДЕНИЯ ИСПЫТАНИЙ

Разработал: Инженер по качеству ОКК ФИО: Вайс Н.А. Подпись  Дата 18.11.2022	Согласовал: Начальник ОКК ФИО: Карпенко Е.Г. Подпись  Дата 18.11.2022	Утвердил: Главный технолог ФИО: Малыгина М.А. Подпись  Дата 18.11.2022
--	---	--

4.1 Описание

Аморфный белый, кремовый или светло-серый с кремовым оттенком порошок без запаха. Испытание проводят органолептически.

4.2 Растворимость

Медленно растворим в воде с образованием мутных коллоидных растворов, практически нерастворим в спирте 95%, в хлороформе. Испытание проводят в соответствии с требованиями ГФ РФ, ОФС.1.2.1.0005.15 «Растворимость».

4.3 Подлинность

К 5 мл испытуемого раствора прибавляют 1 мл кальция хлорида раствора 2,0%. Образуется гелеобразный осадок (отличие от карбоксиметилцеллюлозы, желатина, горной камеди, метилцеллюлозы, пектина).

К 5 мл испытуемого раствора прибавляют 2,5 мл аммония сульфата насыщенного раствора. Не должен образоваться осадок (отличие от карбоксиметилцеллюлозы, желатина, горной камеди, метилцеллюлозы, пектина).

К 5 мл испытуемого раствора прибавляют 1 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3%. Должен выпасть гелеобразный осадок (альгиновая кислота).

Субстанция дает характерную реакцию Б на натрий в соответствии с требованиями ГФ РФ, ОФС.1.2.2.0001.15 «Общие реакции на подлинность».

Приготовление растворов

Кальция хлорида раствор 2,0 %.

2 г кальция хлорида безводного помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Срок годности раствора – 3 месяца

Аммония сульфата насыщенный раствор.

К 80,0 г аммония сульфата прибавляют 100 мл воды и оставляют на 24 ч, периодически взбалтывая или перемешивая стеклянной палочкой. Раствор фильтруют через воронку с ваткой или через фильтр из бумаги фильтровальной лабораторной. Срок годности раствора – 3 месяца.

Испытуемый раствор.

0,5 г субстанции помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в воде, при непрерывном перемешивании доводят объем раствора водой до метки. Раствор используют свежеприготовленным.

4.4 Относительная вязкость

Норма: От 9,0 до 26,0 (марка1)

От 26,0 до 45,0 (марка2)

От 45,0 до 120,0 (марка 3)

Испытание проводят на капиллярном вискозиметре типа ВПЖ-2 в соответствии с требованиями ГФ РФ, ОФС.1.2.1.0015.15 «Вязкость».

Приготовление испытуемого раствора

<p>Разработал: Инженер по качеству ОКК ФИО: Вайс Н.А. Подпись <i>Вайс</i> Дата 18.11.2022</p>	<p>Согласовал: Начальник ОКК ФИО: Карпенко Е.Г. Подпись <i>Карпенко</i> Дата 18.11.2022</p>	<p>Утвердил: Главный технолог ФИО: Малыгина М.А. Подпись <i>Малыгина</i> Дата 18.11.2022</p>
---	---	--

1,0 г субстанции в пересчете на сухое вещество помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, медленно растворяют в воде, доводя объем водой до метки и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

4.5 pH

Норма: от 6,0 до 8,0.

Испытание проводят потенциометрическим методом в соответствии с требованиями ГФ РФ, ОФС.1.2.1.0004.15 «Ионометрия».

Приготовление испытуемого раствора

1,0 г субстанции помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, медленно растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

4.6 Вещества, нерастворимые в кипящей воде.

Норма: не более 0,2%.

Испытание проводят весовым методом.

Около 1,0 г (точная навеска) субстанции помещают в стакан или колбу из термоустойчивого стекла, прибавляют 300 мл горячей воды и нагревают на кипящей водяной бане в течение 2 ч. Затем в горячем виде раствор фильтруют через стеклянный фильтр № 1 (ПОР 160), предварительно высушенный до постоянной массы. Осадок на фильтре промывают 100 мл горячей воды, после чего фильтр с осадком сушат в сушильном шкафу при температуре от 102,5±2,5 °С до постоянной массы.

Содержание веществ, нерастворимых в кипящей воде, в процентах (X), вычисляют по формуле:

$$X = \frac{a_1 * 100 * 100}{a * (100 - W)}$$

где: a – навеска субстанции, в г;

W – потеря в массе при высушивании, в % (см. «Потеря в массе при высушивании»);

a₁ – масса сухого осадка на фильтре, в г.

4.7 Сульфатная зола

Сульфатная зола из 1,0 г (точная навеска) субстанции не должна превышать 35,0%.

Испытание проводят в соответствии с требованиями ГФ РФ, ОФС.1.2.2.2.0014.15 «Сульфатная зола».

4.8 Тяжелые металлы

Норма: не более 0,001%.

Зольный остаток из 1,0 г (точная навеска) субстанции должен выдерживать испытание на тяжелые металлы.

Испытание проводят в соответствии с требованиями ГФ РФ, ОФС.1.2.2.2.0012.15 «Тяжелые металлы».

4.9 Мышьяк

Норма: не более 0,0002%.

<p>Разработал: Инженер по качеству ОКК ФИО: Вайс Н.А. Подпись <i>Вайс</i> Дата 18.11.2022</p>	<p>Согласовал: Начальник ОКК ФИО: Карпенко Е.Г. Подпись <i>ЖБ</i> Дата 18.11.2022</p>	<p>Утвердил: Главный технолог ФИО: Малыгина М.А. Подпись <i>М.А. Малыгина</i> Дата 18.11.2022</p>
---	---	---

0,25 г субстанции должны выдерживать испытание на мышьяк.

Испытание проводят в соответствии с требованиями ГФ РФ, ОФС.1.2.2.2.0004.15 «Мышьяк», метод 1.

4.10 Потеря в массе при высушивании

Норма: не более 15,0%.

Около 0,5 г (точная навеска) субстанции сушат при температуре $102,5 \pm 2,5^\circ\text{C}$ до постоянной массы (не менее 4 ч).

Испытание проводят в соответствии с требованиями ГФ РФ, ОФС.1.2.1.0010.15 «Потеря в массе при высушивании».

4.11 Микробиологическая чистота

Норма: общее число аэробных микроорганизмов не более 10^4 КОЕ в 1 г (мл), общее число дрожжевых и плесневых грибов не более 10^2 КОЕ в 1 г (мл), отсутствие *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa* и *Staphylococcus aureus* в 1 г (мл), отсутствие *Salmonella* в 25 г (мл), энтеробактерий, устойчивых к желчи, не более 10^2 КОЕ в 1 г (мл).

Испытание проводят в соответствии с требованиями ГФ РФ, ОФС.1.2.4.0002.18 «Микробиологическая чистота» (категория 3.2).

4.12 Количественное определение

Норма: не менее 90,8% и не более 106,0% натрия альгината в пересчете на сухое вещество.

Испытание проводят спектрофотометрическим методом.

Приготовление растворов

Мочевина и борной кислоты раствор.

200 мл серной кислоты концентрированной помещают в фарфоровый стакан вместимостью 250-300 мл, прибавляют 0,6 г мочевины, нагревают на песчаной бане в течение 2 ч, охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 1,2 г борной кислоты и продолжают нагревать на песчаной бане в течение 1 ч. Срок годности раствора при температуре $6 \pm 4^\circ\text{C}$ – 3 месяца.

Спирт 95 % очищенный.

1000 мл спирта 95 % помещают в стакан вместимостью 2,0 л, прибавляют 4,0 г цинковой пыли, 4 мл серной кислоты концентрированной, оставляют на 24 ч, периодически перемешивая стеклянной палочкой, спирт перегоняют. К перегнанному спирту вновь прибавляют 4,0 г цинковой пыли и 4,0 г калия гидроксида, перемешивают и снова перегоняют. Срок годности раствора – 6 мес.

Карбазола раствор 0,5 %.

0,5 г предварительно возогнанного карбазола помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в спирте 95 % очищенном, доводят объем раствора тем же растворителем до метки и перемешивают. Срок годности раствора при температуре $6 \pm 4^\circ\text{C}$ – 3 месяца.

Стандартный раствор.

<p>Разработал: Инженер по качеству ОКК ФИО: Вайс Н.А. Подпись <i>Вайс</i> Дата 18.11.2022</p>	<p>Согласовал: Начальник ОКК ФИО: Карпенко Е.Г. Подпись <i>Карпенко</i> Дата 18.11.2022</p>	<p>Утвердил: Главный технолог ФИО: Малыгина М.А. Подпись <i>Малыгина</i> Дата 18.11.2022</p>
---	---	--

Около 0,01 г (точная навеска) альгиновой кислоты (Sigma, кат. номер А7003 или аналогичного) сушат в сушильном шкафу при температуре $102,5 \pm 2,5$ °С в течение 4 ч, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 0,1 М растворе натрия гидроксида, доводят объем раствора 0,1 М раствором натрия гидроксида до метки и перемешивают. Срок годности раствора – 15 сут.

Испытуемый раствор.

Около 0,01 г (точная навеска) субстанции помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 0,1 М растворе натрия гидроксида, доводят объем раствора тем же растворителем до метки и перемешивают.

0,5 мл испытуемого раствора помещают в пробирку, которую погружают в ледяную баню, прибавляют 0,25 мл карбазола раствора 0,5 %, 5,5 мл мочевины и борной кислоты раствора, перемешивают, переносят на кипящую водяную баню, нагревают в течение 15 мин и охлаждают до комнатной температуры.

Измеряют оптическую плотность полученного раствора на спектрофотометре в максимуме поглощения при длине волны 520 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения используют 0,5 мл воды, обработанные аналогично испытуемому раствору.

Параллельно измеряют оптическую плотность стандартного раствора, обработанного аналогично испытуемому раствору.

Содержание натрия альгината в процентах (X), в процентах, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A \cdot a_0 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 1,125}{A_0 \cdot a \cdot (100 - W) \cdot 100} = \frac{A \cdot a_0 \cdot 100 \cdot 112,50}{A_0 \cdot a \cdot (100 - W)}$$

где А – оптическая плотность испытуемого раствора;

А₀ – оптическая плотность стандартного раствора;

а – навеска препарата, в г;

а₀ – навеска альгиновой кислоты, в г;

W – потеря в массе при высушивании, в %;

1,125 – коэффициент пересчета молекулярной массы альгиновой кислоты на молекулярную массу натрия альгинат.

5 УПАКОВКА

По 1, 2, 3 кг в пакеты из пленки полиэтиленовой по ГОСТ 10354-82, снабженные этикетками из бумаги этикеточной по ГОСТ 7625-86 или писчей по ГОСТ 18510-87 или этикетки самоклеящиеся.

Пакеты по 1, 2, 3 кг помещают в коробку из картона по ГОСТ 33781-2016.

Групповая упаковка и транспортная тара в соответствии с ГОСТ 17768-90 и РД 9301-006-05749470-93.

6 ХРАНЕНИЕ

При температуре не выше 25 °С

Разработал: Инженер по качеству ОКК ФИО: Вайс Н.А. Подпись <i>Вайс</i> Дата 18.11.2022	Согласовал: Начальник ОКК ФИО: Карпенко Е.Г. Подпись <i>Карпенко</i> Дата 18.11.2022	Утвердил: Главный технолог ФИО: Малыгина М.А. Подпись <i>Малыгина</i> Дата 18.11.2022
---	---	--

7 СРОК ГОДНОСТИ

5 лет

8 ССЫЛКИ

1. Р N003250/01-130121 Натрия альгинат, субстанция-порошок;
2. ГФ РФ;
3. СОП 03.-2-03-01.20. Отбор проб;
4. ГОСТ 10354-82. Пленка полиэтиленовая. Технические условия (с Изменениями N 1,2,3,4,5);
 1. ГОСТ Р 7625-86. Бумага этикеточная. Технические условия (с Изменениями N 1,2,3);
 5. ГОСТ 18510-87. Бумага писчая. Технические условия (с Изменениями N 1,2,3, с Поправкой);
 6. ГОСТ 33781-2016. Упаковка потребительская из картона, бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия;
 7. ГОСТ 17768-90. Средства лекарственные. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение;
 8. ГОСТ 14192-96. Маркировка грузов (с Изменениями N 1,2,3).

9 РАССЫЛКА

ОКК (в бумажном виде);

ОГТ (в бумажном виде);

ОП (в бумажном виде).

10 ПРИЛОЖЕНИЯ

Приложений нет.

Разработал: Инженер
по качеству ОКК
ФИО: Вайс Н.А.
Подпись *Вайс*
Дата 18.11.2022

Согласовал: Начальник ОКК
ФИО: Карпенко Е.Г.
Подпись *Карпенко*
Дата 18.11.2022

Утвердил: Главный технолог
ФИО: Малыгина М.А.
Подпись *Малыгина*
Дата 18.11.2022