

НАЦІОНАЛЬНИЙ ФАРМАЦЕВТИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ  
КАФЕДРА ФАРМАЦЕВТИЧНОЇ ХІМІЇ  
61168, м. Харків, вул. Валентинівська, 4 тел. (0572) 67-92-04

ПРОТОКОЛ АНАЛІЗУ № \_\_\_\_\_ / \_\_\_\_\_ від « \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 20 \_\_\_\_\_ р.

Назва аналізу:

*Аналіз лікарських речовин, похідних ароматичних сульфокислот:*

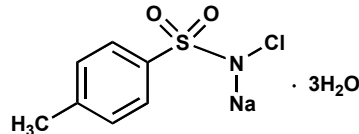
- |                                    |                         |
|------------------------------------|-------------------------|
| 1. Тосилхлорамід натрію (хлорамін) | 5. Сульфаніламід        |
| 2. Етазол                          | 6. Сульфацетамід натрію |
| 3. Норсульфазол натрію             | 7. Уросульфан           |
| 4. Сульфадимезин                   |                         |

ПРОТОКОЛ АНАЛІЗУ № \_\_\_\_\_ / \_\_\_\_\_ від « \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 20 \_\_\_\_\_ р.

Назва аналізу: *Аналіз лікарських речовин, похідних амідів сульфокислот ароматичного ряду.*

**ТОСИЛХЛОРАМІД НАТРІЮ (хлорамін)**  
Tosylchloramidum natricum

TOSYLCHLORAMIDE SODIUM



$C_7H_7ClNaO_2S \cdot 3H_2O$

М.м. 281.7

**Натрію N-хлор-4-метилбензол-сульфонімідат тригідрат**

**Вміст:** не менше 98.0 % і не більше 103.0 %  $C_7H_7ClNaO_2S \cdot 3H_2O$

**Опис.** Кристалічний порошок білого або слабо жовтого кольору.

**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ, 2-е вид., Т. 2., с. 627

**Спостереження.**

**ІДЕНТИФІКАЦІЯ.**

*Методика проведення ідентифікації.*

**А.** Розчин S, приготований, як зазначено в розділі "Випробування", забарвлює лакмусовий папір червоний Р у синій колір, а потім знебарвлює його.

**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ, 2-е вид., Т. 2., с. 627

**Рівняння реакції:**

**Спостереження.**

**В.** До 10 мл розчину S додають 10 мл водню пероксиду розчину розведеного Р, утворюється білий осад, що розчиняється при нагріванні. Одержаний гарячий розчин фільтрують, охолоджують. Білі кристали, що утворилися, промиті й висушені при температурі (100-105)°С, повинні мати температуру плавлення (2.2.14) від 137°С до 140°С.

**Спостереження.**

**С.** 1 г субстанції прожарюють, дотримуючи запобіжних заходів від займання. Залишок розчиняють у 10 мл води Р. Одержаний розчин дає реакцію (а) на хлориди (2.3.1).

**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз**

ДФУ, 2-е вид., Т. 2., с. 627

ДФУ, 2-е вид., Т 1, с. 178

**Рівняння реакції:**

**Спостереження.**

**Д.** Розчин, приготований для випробування С, дає реакцію (а) на сульфати (2.3.1).

**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз**

ДФУ, 2-е вид., 2015 р., 177 с.

**Рівняння реакції:**

**Спостереження.**

**Розчин S.** 1.0 г субстанції розчиняють у воді, вільній від вуглецю діоксиду, Р і доводять об'єм розчину тим самим розчинником до 20 мл.

**КІЛЬКІСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ**

*Методика проведення кількісного визначення*

0.125 г субстанції поміщають у колбу з притертою скляною пробкою, розчиняють у 100 мл води Р, додають 1 г калію йодиду Р і 5 мл сірчаної кислоти розведеної Р, витримують протягом 3 хв і титрують 0.1 М розчином натрію тіосульфату, використовуючи як індикатор 1 мл крохмалю розчину Р.

1 мл 0.1 М розчину натрію тіосульфату відповідає 14.08 мг  $C_7H_7ClNNaO_2S \cdot 3H_2O$ .

**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз**

ДФУ, 2-е вид., Т. 2., с. 627

**Рівняння реакції:**

**Розрахунки**

$$s = \text{_____}; m_n = \text{_____}; V_{0,1 M Na_2S_2O_3} = \text{_____} \text{ мл}$$

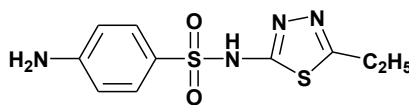
$$T = \text{_____} = \text{_____}$$

$$X(\%) = \text{_____} = \text{_____}$$

**Висновок про доброякісність (задовільно/незадовільно)** \_\_\_\_\_

**ЕТАЗОЛ  
AETHAZOLUM**

**Sulfaethidolum**



2-(п-Амінобензолсульфамідо)-5-етил-1,3,4-тіодіазол

$C_{10}H_{12}N_4O_2S_2$

М.м. 284.36

**ВЛАСТИВОСТІ**

**Опис.** Білий або білий зі злегка жовтуватим відтінком порошок, без запаху.

**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФ СРСР, X вид., 1968 р., С. 69

**Спостереження.**

**ІДЕНТИФІКАЦІЯ**

*Методика проведення ідентифікації.*

1. Субстанція дає реакцію на первинні ароматичні аміни (2.3.1)

**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ, 2-е вид., Т. 1, С. 173

ДФ СРСР, X вид., 1968 р., С. 69

**Рівняння реакції:**

**Спостереження.**

2. Субстанція дає реакцію на сульфамідну групу.

**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

\_\_\_\_\_ N  
 ДФ СРСР, X вид., 1968 р., С. 69  
 “Фармацевтичний аналіз” за загальною редакцією В.А. Георгіянци, 2013 р., С. 112, 114

**Рівняння реакції:**

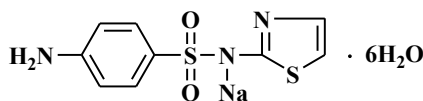
**Спостереження.**

Колір осаду або розчину з реактивами		
FeCl <sub>3</sub>	CoCl <sub>2</sub>	CuSO <sub>4</sub>

**Висновок про доброякісність (задовільно/незадовільно)** \_\_\_\_\_

**НОРСУЛЬФАЗОЛ НАТРІЮ  
 NORSULFAZOLUM-NATRIUM**

Norsulfazolum solubile  
 Sulfathiazolum \*



2- (п-Амінобензолсульфамідо)-тіазол-натрій

$C_9H_8N_3NaO_2S_2 \cdot 6H_2O$

М.м. 385,39

**ВЛАСТИВОСТІ**

**Опис.** Пластинчасті, блискучі, безбарвні або з злегка жовтуватим відтінком кристали без запаху.

**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФ СРСР, X вид., 1968 р., стор. 472

**Спостереження.**

**ІДЕНТИФІКАЦІЯ.**

*Методика проведення ідентифікації.*

1. Субстанція дає реакцію на первинні ароматичні аміни (2.3.1)

**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ, 2-е вид., Т. 1, С. 173

\_\_\_\_\_ N  
 ДФ СРСР, X вид., 1968 р., С. 472

**Рівняння реакції:**

**Спостереження.**

2. Субстанція дає реакцію на сульфамідну групу.

0,1 г субстанції розчиняють в 3 мл води Р. Розчин розливають у три пробірки і додають по 1 мл розчинів феруму(III) хлориду; кобальту(II) хлориду; купруму(II) сульфату.

**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

\_\_\_\_\_ N  
 ДФ СРСР, X вид., 1968 р., С. 472  
 “Фармацевтичний аналіз” за загальною редакцією В.А. Георгіянц, 2013 р., С. 112, 114

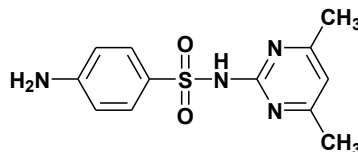
**Рівняння реакцій:****Спостереження.**

Колір осаду або розчину з реактивами		
FeCl <sub>3</sub>	CoCl <sub>2</sub>	CuSO <sub>4</sub>

**Висновок про доброякісність (задовільно/незадовільно)** \_\_\_\_\_

**СУЛЬФАДИМЕЗИН**  
**SULFADIMEZINUM**

Sulfadimidinum



2-(п-Аминобензолсульфамидо) -4,6-диметилпиримидин

C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>S

М.м. 278,33

**ВЛАСТИВОСТІ**

**Опис.** Білий або злегка жовтуватий порошок без запаху.

**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

\_\_\_\_\_ N  
 ДФ СРСР, X вид., 1968 р., стор. 654

**Спостереження.****ІДЕНТИФІКАЦІЯ.**

*Методика проведення ідентифікації.*

1. Субстанція дає реакцію на первинні ароматичні аміни (2.3.1)

**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ, 2-е вид., Т. 1, С. 173  
 \_\_\_\_\_ N  
 ДФ СРСР, X вид., 1968 р., С. 654

**Рівняння реакцій:****Спостереження.**

2. Субстанція дає реакцію на сульфамідну групу.

**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

\_\_\_\_\_ N  
 ДФ СРСР, X вид., 1968 р., С. 654  
 “Фармацевтичний аналіз” за загальною редакцією В.А. Георгіянце, 2013 р., С. 112, 114

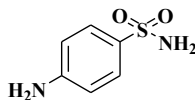
**Рівняння реакцій:****Спостереження.**

Колір осаду або розчину з реактивами		
FeCl <sub>3</sub>	CoCl <sub>2</sub>	CuSO <sub>4</sub>

Висновок про доброякісність (задовільно/незадовільно) \_\_\_\_\_

**СУЛЬФАНІЛАМІД (СТРЕПТОЦИД)  
 SULFANILAMIDUM**

SULFANILAMIDE

C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S

М.м. 172,2

**ВЛАСТИВОСТІ**

**Опис.** Кристали або дрібний порошок білого або жовтаво-білого кольору.

**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ, 2-е вид., 2014 р., Т 2, 599 с.

**Спостереження.****Ідентифікація.**

*Методика проведення ідентифікації.*

1. Субстанція дає реакцію на первинні ароматичні аміни (2.3.1)

**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ, 2-е вид., Т. 2, С. 599

ДФУ, 2-е вид., Т. 1, С. 173

**Рівняння реакцій:****Спостереження.**

2. Субстанція дає реакцію на сульфамідну групу.

**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

\_\_\_\_\_ N  
ДФ СРСР, X вид., 1968 р., С. 654  
“Фармацевтичний аналіз” за загальною редакцією В.А. Георгіянц, 2013 р., С. 112, 114

**Рівняння реакції:**

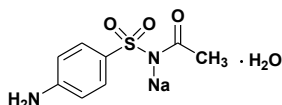
**Спостереження.**

Колір осаду або розчину з реактивами		
FeCl <sub>3</sub>	CoCl <sub>2</sub>	CuSO <sub>4</sub>

**Висновок про доброякісність (задовільно/незадовільно)** \_\_\_\_\_

**СУЛЬФАЦЕТАМІД НАТРІЮ (СУЛЬФАЦИЛ НАТРІЮ)  
SULFACETAMIDUM NATRICUM**

Sulfacetamide sodium



$C_8H_9N_2NaO_3S \cdot H_2O$

**М.м. 254.2**

**Натрію ацетил[(4-амінофеніл)сульфоніл]азадін**

**ВЛАСТИВОСТІ**

**Опис.** Кристалічний порошок білого або жовтавобілого кольору.

**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ, 2-е вид., Т 2, С. 600

**Спостереження.**

**Ідентифікація.**

*Методика проведення ідентифікації.*

1. Субстанція дає реакцію на первинні ароматичні аміни (2.3.1)

**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

ДФУ, 2-е вид., Т. 2, С. 601

ДФУ, 2-е вид., Т. 1, С. 173

**Рівняння реакції:**

**Спостереження.**

2. Субстанція дає реакцію на сульфамідну групу.

0,1 г субстанції розчиняють в 3 мл води Р. Розчин розливають у три пробірки і додають по 1 мл розчинів феруму(III) хлориду; кобальту(II) хлориду; купрум(II) сульфату.

**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

\_\_\_\_\_ N  
ДФ СРСР, X вид., 1968 р., С. 654

“Фармацевтичний аналіз” за загальною редакцією В.А. Георгіянц, 2013 р., С. 112, 114

**Рівняння реакції:**

--

Спостереження.

Колір осаду або розчину з реактивами		
FeCl <sub>3</sub>	CoCl <sub>2</sub>	CuSO <sub>4</sub>

3. Субстанція дає реакцію (а) на натрій (2.3.1.)

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

\_\_\_\_\_ N  
ДФ СРСР X-е вид., 1968 р., С. 601

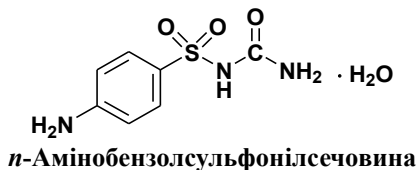
Рівняння реакції:

Спостереження.

Висновок про доброякісність (задовільно/незадовільно) \_\_\_\_\_

**УРОСУЛЬФАН  
UROSULFANUM**

Sulfacarbamidum



C<sub>7</sub>H<sub>9</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S · H<sub>2</sub>O

М.м. 233,25

**ВЛАСТИВОСТІ**

Опис. Кристалічний порошок білого кольору, без запаху, кислого смаку.

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

\_\_\_\_\_ N  
ДФ СРСР X-е вид., 1968 р., С. 721

Спостереження.

**Ідентифікація.**

Методика проведення ідентифікації.

1. Субстанція дає реакцію на первинні ароматичні аміни (2.3.1)

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

ДФУ, 2-е вид., Т. 1, С. 173  
\_\_\_\_\_ N  
ДФ СРСР X-е вид., 1968 р., С. 721

Рівняння реакції:

Спостереження.

2. Субстанція дає реакцію на сульфамідну групу.

Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:

\_\_\_\_\_ N  
ДФ СРСР, X вид., 1968 р., С. 721  
“Фармацевтичний аналіз” за загальною редакцією В.А. Георгіянц, 2013 р., С. 112, 114

**Рівняння реакції:****Спостереження.****Колір осаду або розчину з реактивами**

FeCl <sub>3</sub>	CoCl <sub>2</sub>	CuSO <sub>4</sub>

3. 0,05 г субстанції нагрівають з 1 мл 5% розчину натрію нітриту до кипіння; з'являється рубіново-червоне забарвлення (відмінність від других сульфаніламідів).

**Нормативна документація, відповідно до якої проводився аналіз:**

\_\_\_\_\_ N  
ДФ СРСР, X вид., 1968 р., С. 721

**Спостереження.**

**Висновок про доброякісність (задовільно/незадовільно)** \_\_\_\_\_

**Виконавець****Викладач****ДОДАТОК ДО ПРОТОКОЛУ АНАЛІЗУ****Назва аналізу:***Аналіз лікарських речовин, похідних ароматичних сульфокислот:***ІДЕНТИФІКАЦІЯ****СУЛЬФАТИ****Методика:**

а) Близько 45 мг випробовуваної субстанції розчиняють у 5 мл води Р. До одержаного розчину або до 5 мл розчину, зазначеного в монографії, додають 1 мл хлористоводневої кислоти розведеної Р і 1 мл барію хлориду розчину Р1; утворюється білий осад.

**ХЛОРИДИ****Методика:**

а) 2 мл розчину, зазначеного в монографії, підкислюють азотною кислотою розведеною Р, додають 0.4 мл срібла нітрату розчину Р1, перемішують і відстоюють; утворюється білий сирнистий осад, який центрифугують і промивають трьома порціями води Р по 1 мл кожна. Цю операцію проводять швидко в захищеному від яскравого світла місці, при цьому допускається, щоб рідина над осадом не була цілком прозорою. Осад суспендують у 2 мл води Р і додають 1.5 мл аміаку розчину Р, осад швидко розчиняється; допускається наявність декількох крупних частинок, які розчиняються повільно.

**АМІНИ АРОМАТИЧНІ ПЕРВИННІ****Методика:**

0,05 г препарату розчиняють в 2 мл води Р, підкисленої 3 краплями кислоти хлористоводневої розведеної Р, додають 3 краплі 0,1 М розчину натрію нітриту і збовтують; отриманий розчин додають до 3 мл розчину β-нафтолу Р; з'являється вишнево-червоне забарвлення або утворюється оранжево-червоний осад.

**РЕАКЦІЯ НА СУЛЬФАМІДНУ ГРУПУ****Методика:**

0,1 г речовини збовтують з 3 мл 0,1 М розчину натрію гідроксиду 1-2 хв. і фільтрують. Фільтрат розливають у три пробірки і додають по 2-3 краплі розчинів феруму(III) хлориду; кобальту(II) хлориду; купрум(II) сульфату.

**НАТРІЙ****Методика:**

0,1 г субстанції розчиняють у 2 мл води Р. До одержаного розчину додають 2 мл розчину 150 г/л калію карбонату Р і нагрівають до кипіння: осад не утворюється. До розчину додають 4 мл калію піроантимонату розчину Р і нагрівають до кипіння, потім охолоджують у крижаній воді і, якщо необхідно, потирають внутрішні стінки пробірки скляною паличкою; утворюється густий осад білого кольору.