

**ОДЕСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ І.І. МЕЧНИКОВА**

**ФАКУЛЬТЕТ ХІМІЇ ТА ФАРМАЦІЇ**

**КАФЕДРА ФАРМАКОЛОГІЇ ТА ТЕХНОЛОГІЇ ЛІКІВ**

**ФАРМАЦЕВТИЧНА ХІМІЯ ОРГАНІЧНИХ СПОЛУК**

**Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт. Робочий зошит**

Студента(ки) \_\_\_\_\_  
Прізвище, ім'я та по-батькові

20 \_\_\_/20 \_\_\_ навчальний рік

УДК 615.011(075)

Рекомендовано до друку Вченою радою факультету хімії та фармації

Протокол № 3 от 21.10.2019 р.

Укладачі:

к.б.н. Кобернік А.О.

к.б.н. Радаєва І.М.

Рецензенти: Грицук О.І., доктор медичних наук, завідувач кафедри фармакології та технології ліків Одеського національного університету імені І.І Мечникова

Раскола Л.А. кандидат хімічних наук, доцент кафедри неорганічної хімії та хімічної екології Одеського національного університету імені І.І. Мечникова

Методичні вказівки для виконання лабораторних робіт з фармацевтичної хімії призначені для студентів денної та заочної форми навчання, що навчаються за першим (бакалаврським) рівнем освіти, спеціальності 102«Хімія» / Кобернік А.О., Радаєва І.М. - О.: 2019.- 41 с. (електронне видання).

В методичних вказівках для лабораторних робіт з фармацевтичної хімії наведена схема протоколу аналізу лікарських речовин різної хімічної структури і природного походження. В процесі освоєння навчального матеріалу студенти повинні опрацювати теоретичний матеріал і заповнити таблицю за результатами лабораторної роботи: структурна формула, властивості, методики аналізу (ідентифікація, випробування на чистоту, кількісне визначення); методики аналізу лікарських речовин.

УДК 615.011(075)

@Кобернік А.О., Радаєва І.М., 2019

## Лабораторна робота №1

### АНАЛІЗ ЛІКАРСЬКИХ ПРЕПАРАТІВ ПОХІДНИХ АЛЬДЕГІДІВ (формальдегід, гексаметилентетрамін) І ПОХІДНИХ ФЕНОЛІВ (фенолфталеїн, резорцин)

#### Протокол

результатів аналізу Розчин формальдегіду 36,5-37,5%

(Латинська і російська назва лікарської речовини)

1. Властивості лікарської речовини.		
Назва, структурна формула, молекулярна маса	Опис	Розчинність
<i>Розчин формальдегіду 36,5-37,5%</i>		
2. Випробування на справжність.		
<i>Розчин формальдегіду 36,5-37,5%</i>  До 1 мл розчину $\text{AgNO}_3$ додають 1-2 краплі розчину $\text{NH}_3$ і 2-3 краплі препарату, нагрівають на водяній бані. Відмітити аналітичний ефект.		
3. Випробування на доброякісність.		
<i>Мурашина кислота.</i> 10 мл препарату титрують 0,1н розчином $\text{NaOH}$ до рожевого забарвлення (індикатор - фенолфталеїн). 1мл 0,1н розчину		

NaOH відповідає 0,0046г мурашиної кислоти, якої в препараті повинно бути не більше 0,2%.

#### 4. Кількісне визначення.

0,8г препарату помістити в мірну колбу об'ємом 10 мл і розводять до 100мл. До 5мл цього розчину (в колбі з притертою пробкою) додають 20мл 0,1н розчину йоду і 10мл 1н розчину NaOH. Збовтують і залишають на 10хв в темному місці. Потім додають 11мл 1н розчину  $H_2SO_4$  при виділенні йоду титрують 0,1н розчином  $Na_2S_2O_3$  до знебарвлення (індикатор-крохмаль)

Розрахунок ведуть по формулі:

$$\omega = 100 \%$$

де  $\omega$  - відсотковий вміст формальдегіду, %;

N – титр розчину  $Na_2S_2O_3$ , мг\*екв/мл;

V – об'єм розчину,  $Na_2S_2O_3$ , мл;

m – маса наважки формальдегіда, взятої для аналізу, г;

Мекв. – молярна маса еквівалента мурашиної кислоти, 46 гекв/моль.

1мл 0,1н розчину йоду відповідає 0,001501г формальдегіду.

**Протокол**  
Результатів аналізу

Гексаметилентетраміну

---

(Латинська і російська назва лікарської речовини)

1. Властивості лікарської речовини.		
Назва, структурна формула, молекулярна маса	Опис	Розчинність
<i>Гексаметилентетрамін</i>		
2. Випробування на справжність.		
Нагрівають 2 мл препарату (1:10) з 2 мл розведеної H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> . Потім додають 2 мл 30% розчину гідроксиду натрію і нагрівають. Відмітити аналітичний ефект.		
3. Випробування на доброякісність.		
<b>Кислотність або лужність:</b> 1г препарату в 2,5 мл води повинен фарбувати лакмусовий папір у синій колір і не давати лужної реакції за фенолфталеїном. <b>Органічні домішки:</b> до 2мл концентрованої H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> додають 0,1г уротропіну і струшують. Розчин не повинен фарбуватися. <b>Хлориди:</b> 0,5г препарату розчиняють в 10 мл води. До 10 мл розчину додають 0,5мл HNO <sub>3</sub> і 0,5мл AgNO <sub>3</sub> . Порівнюють з еталоном (2мкг / мл) -10 мл. Не більше 0,004%).		

<p><b>Сульфати:</b> той же розчин (3.2.в.) об'ємом 10мл повинен витримати випробування на сульфати (не більше 0,02%).</p> <p><b>Важкі метали:</b> до 2г препарату додають 10мл води, 1мл розведеної оцтової кислоти і 2 краплі розчину <math>\text{Na}_2\text{S}</math>. Перемішують і порівнюють з еталоном (2,5 розчину ацетату свинцю, що містить 5мкг/мл свинцю (розбавити до 10 мл). Допускається не більше 0,00025%.</p> <p>Відзначимо аналітичні ефекти.</p>	
<p>4. Кількісне визначення.</p>	
<p>0,12 г препарату розчиняють в конічній колбі в 10мл води, додають 50мл 0,1н розчину <math>\text{H}_2\text{SO}_4</math>, суміш кип'ятять на невеликому вогні протягом 30хв і охолоджують. До охолодженої рідини додають 2 краплі розчину метилового червоного і надлишок <math>\text{H}_2\text{SO}_4</math> відтитрують 0,1 н розчином <math>\text{NaOH}</math> до жовтого забарвлення. Паралельно проводять контрольний дослід. 1 мл 0,1н розчину <math>\text{H}_2\text{SO}_4</math> відповідає 0,003505 г уротропіну, якого в препараті повинно бути не менше 99,0%.</p>	

## Протокол

Результатів аналізу Фенолфталеїну

(Латинська і російська назва лікарської речовини)

1. Властивості лікарської речовини.		
Назва, структурна формула, молекулярна маса	Опис	Розчинність
<i>Фенолфталеїн</i>		
2. Випробування на справжність.		
100 мг препарату розчиняють в 5 мл NaOH. Утворюється розчин фуксину - червоного кольору, знебарвлюється при додаванні надлишку кислоти. Відзначити аналітичний ефект.		
3. Випробування на доброякісність.		
<b>Прозорість і кольоровість розчину:</b> розчин препарату в етанолі (1:50) (100мг: 5 мг) повинен бути прозорим і безбарвним. <b>Флюоран:</b> збовтують 0,25 г препарату з 2 мл 1н розчину NaOH, до суміші додають 25 мл води і перемішують. Препарат повинен повністю розчинятися. Відзначити аналітичні ефекти.		

## Протокол

Результатів аналізу Резорцину

(Латинська і російська назва лікарської речовини)

1. Властивості лікарської речовини.		
Назва, структурна формула, молек. маса	Опис	Розчинність
<i>Резорцин</i>		
2. Випробування на справжність.		
При додаванні до 10мл розчину препарату (1:200) (50мг на 10мл) 3 краплі розчину FeCl <sub>3</sub> , з'являється синьо-фіолетове забарвлення, що переходить від додавання розчину NH <sub>3</sub> в буро-жовте. Відзначити аналітичний ефект.		
3. Випробування на доброякісність.		
<b>Прозорість і кольоровість розчину:</b> розчин 0,5г препарату в 10мл свіжопрокип'яченої і охолодженої води повинен бути прозорим і його забарвлення не повинно бути інтенсивніше еталона № 5а або №5в. <b>Кислотність або лужність:</b> до 10мл розчину (0,5г на 10мл додають 1 краплю розчину бромфенолевого синього). Забарвлення розчину повинно змінюватися від додавання не більше 0,1мл 0,02н розчину NaOH або HCl.		



**Пірокатехін:** до 10мл розчину (0,5г) додають 0,5мл розчину ацетату свинцю протягом 2хв. Не повинно з'являтися ні осаду, ні ополесценції.

**Фенол:** при нагріванні 1г препарату з 2мл води не повинен відчуватися запах фенолу. Відзначити аналітичні ефекти.

#### 4. Кількісне визначення.

0,2г препарату поміщають в мірну колбу місткістю 100мл, розчиняють в 20мл води, доводять до мітки. 20мл цього розчину поміщають в склянку для бромовання ( $V = 250$  мл), додають 0,1н розчину броміду калію, 10мл розчину  $KBr$  10-го%, 10мл 50-го% розчину  $H_2SO_4$ , перемішують і залишають на 15хв. Потім додають  $KI$ , суміш збовтують і залишають на 10хв в темному місці. Після цього додають 2-3мл хлороформу і титрують, (виділився йод)

0,1 розчином  $Na_2S_2O_3$ . 1мл 0,1н розчину  $KBr$  відповідає 0,00183г резорцину, якого в препараті повинно бути не менше 99,0%.

**Загальний висновок по роботі:**

---

---

---

---

## Лабораторна робота №2

### АНАЛІЗ ЛІКАРСЬКИХ ПРЕПАРАТІВ АРОМАТИЧНИХ КИСЛОТ ТА ЇХ ПОХІДНИХ

Протокол \_\_\_\_\_

Результати аналізу \_\_\_ Саліцилова кислота \_\_\_\_\_

(Латинська і російська назва лікарської речовини)

Кислота саліцилова містить не менше 99% і не більше 100,5% 2-гідроксibenзолкарбоновой кислоти в перерахунку на суху речовину.

1. Властивості лікарської речовини.		
Назва, структурна формула, молекулярна маса	Опис	Розчинність
<i>1. Саліцилова кислота</i>		
2. Випробування на справжність.		
<b><i>Саліцилова кислота</i></b> 1. До 0,02г препарату додають 0,5мл реактиву Марки і нагрівають. Відзначити аналітичний ефект. 2. До 0,1г препарату додають 0,3г натрію цитрату і нагрівають. Відзначити аналітичний ефект.		
3. Випробування на чистоту.		
<b><i>Прозорість:</i></b> 1г субстанції розчиняють у 10мл 96% спирту.		

<p><b>Кольоровість:</b> 1 г субстанції розчиняють у 10мл 96% спирту.</p> <p><b>Сульфати</b> (не більше 0,02%).</p> <p>1г субстанції розчиняють у 5 мл диметилфармаміду, додають 4мл води, ретельно перемішати і додати 0,2мл НСІ розведеною і 0,5мл 25% розчину хлориду барію. Через 15 хвилин порівняти з еталонним розчином.</p>	
<p>4. Кількісне визначення.</p>	
<p>0,12г субстанції розчинити в 30мл 96% спирту, додати 20мл води і титрувати 0,1М розчином гідроксиду натрію, використовуючи як індикатор 0,1мл розчину фенолового червоного.</p> <p>Розрахунок ведуть по формулі:</p> $\omega = \frac{N_{NaOH} V_{NaOH} M_{екв.}}{1000m} 100\%$ <p>де <math>\omega</math> -відсотковий вміст кислоти саліцилової, %,   <math>N_{NaOH}</math> – титр розчину NaOH, мг*екв/мл,   <math>V_{NaOH}</math> – об'єм розчину NaOH, мл,   <math>m</math> – маса наважки кислоти саліцилової, взятої для аналізу, г.   <math>M_{екв.}</math> – молярна маса еквівалента кислоти саліцилової, 138,1 гекв/моль</p> <p>1мл 0,1М розчину гідроксиду натрію відповідає 0,01381 г саліцилової кислоти.</p>	

## Протокол \_\_\_\_\_

Результати аналізу Саліцилату натрію

(Латинська і російська назва лікарської речовини)

Натрію саліцилат містить не менше 99% і не більше 101% натрію 2-гідроксібензолкарбонової кислоти в перерахунку на суху речовину.

1. Властивості лікарської речовини.		
Назва, структурна формула, молекулярна маса	Опис	Розчинність
<i>Натрію саліцилат</i>		
2. Випробування на справжність.		
<b>1. Натрій-іон.</b> Частину розчину на графітовій паличці вносять в безбарвне полум'я; Відзначити аналітичний ефект.		
<b><i>Натрію саліцилат</i></b> 1.0,05г натрію саліцилату розчиняють в 2 мл води і додають декілька крапель розчину міді сульфату. Відзначити аналітичний ефект. Додати 1-2мл хлороформу. Відзначити аналітичний ефект. 2. До наважки препарату 0,05г додати 5мл води і 2-3 краплі розв. HCl, додати 2-3 краплі		

<p>3% розчину хлориду заліза (III), спостерігається характерне фарбування.</p>	
<p>3. Випробування на чистоту.</p>	
<p><b>Прозорість:</b> 1г субстанції розчиняють у 10мл води.  <b>Кольоровість:</b> 1г субстанції розчиняють у 10мл води.  <b>Кислотність:</b> 2г субстанції розчинити в 20мл води, додати 0,1мл розчину фенолового червоного.  Відзначити аналітичний ефект.  Колір повинен змінитися при додаванні не більше ніж 2мл 0,01М розчину натрію гідроксиду.</p>	
<p>4. Кількісне визначення</p>	
<p><b>Саліцилат натрію.</b>  0,13г субстанції розчинити в 30мл оцтової кислоти безводної і титрувати 0,1М розчином <math>\text{HClO}_4</math> хлорної кислоти, використовуючи як індикатор 0,1мл розчину кристалічного фіолетового.   1мл 0,1М розчину кислоти відповідає 0,01601г саліцилату натрію.</p>	

## Протокол

Результату аналізу Ацетилсаліцилова кислота

(Латинська і російська назва лікарської речовини)

Кислота ацетилсаліцилова містить не менше 99,5% і не більше 101% 2- (ацетокси) бензойної кислоти в перерахунку на суху речовину.

1. Властивості лікарської речовини.		
Назва, структурна формула, молекулярна маса	Опис	Розчинність
<i>Ацетилсаліцилова кислота</i>		
2. Випробування на справжність.		
<p>1.0,25г препарату кип'яють з 3мл розчину гідроксиду натрію протягом 3хв, охолоджують і підкисляють розведеною сірчаною кислотою. Відзначити аналітичний ефект. Профільтрувати.</p> <p>До фільтрату додати 2мл етанолу і 1мл концентрованої сірчаної кислоти. Відзначити аналітичний ефект.</p> <p>До осаду додають 5мл води, переносять в пробірку і додають 2-3 краплі 3% розчину хлориду заліза (III). Відзначити аналітичний ефект.</p> <p>2.0,2г препарату поміщають в фарфорову чашку і додають 0,5мл концентрованої сірчаної кислоти.</p> <p>Відзначити аналітичний ефект.</p>		

<p>Додати кілька крапель розчину формальдегіду (формаліну). 3.Відзначити аналітичний ефект.</p>	
<p>3. Випробування на чистоту.</p>	
<p><b>Ацетилсаліцилова кислота</b> <b>Хлориди.</b> 1,5г препарату збовтують з 30мл води і фільтрують. 10мл фільтрату порівняти з еталоном. <b>Сульфати.</b> 10мл того ж фільтрату порівняти з еталоном. <b>Органічні домішки.</b> 0,5г препарату розчиняють в 5мл концентрованої сірчаної кислоти; Порівняти з еталоном. <b>Вільна саліцилова кислота.</b> 0,3г препарату розчиняють в 5мл спирту і додають 25мл води (випробуваний розчин). В один циліндр поміщають 15мл цього розчину, в іншій - 5мл того ж розчину. 0,5мл 0,01% водного розчину саліцилової кислоти, 2мл спирту і доводять водою до 15мл (еталонний розчин). Потім в обидва циліндра додають по 1мл кислого 0,2% розчину залізоамонієвих квасців. Забарвлення випробуваного розчину не повинно бути інтенсивніше еталонного розчину (не більше 0,05% в препараті).</p>	
<p>4. Кількісне визначення</p>	
<p><b>Ацетилсаліцилова кислота</b> Близько 0,3г (точна наважка) порошку розтертих таблеток збовтують з 10мл</p>	

нейтралізованого за фенолфталеїном спирту протягом 10 хвилин. Потім рідину охолоджують до 8-10°C і титрують з тим же індикатором 0,1н. розчином їдкою натру до рожевого фарбування.  
1мл 0,1н. розчину їдкою натру відповідає 0,01802г  $C_9H_8O_4$ , якої відповідно повинно бути 0,238-0,262г або 0,475-0,525г, вважаючи на середню вагу однієї таблетки.

### Протокол

Результатів аналізу Бензойна кислота

(Латинська і російська назва лікарської речовини)

Бензойної кислоти міститься не менше 99% і не більше 100,5% бензолкарбонової кислоти в перерахунку на суху речовину.

1. Властивості лікарської речовини.		
Назва, структурна формула, молекулярна маса	Опис	Розчинність
<i>Бензойна кислота</i>		
2. Випробування на справжність.		
<b>Бензоат-іон.</b> До 2-3 крапель розчину додають 1мл води і 1-2 краплі розчину заліза (III) хлориду; Відзначити аналітичний ефект.		
<b>Бензойна кислота</b> До наважки препарату 0,02 г додати 2 мл 0,1р-р NaOH, додати 2-3 краплі 3% розчину хлориду заліза (III), спостерігається характерне забарвлення.		



<b>3. Випробування на чистоту.</b>	
<b>Прозорість:</b> 1г субстанції розчиняють у 10мл води.	
<b>Кольоровість:</b> 1 г субстанції розчиняють у 10мл води.	
<b>4. Кількісне визначення</b>	
<p>0,2г субстанції розчинити в 20мл 96% спирту і відтитрувати 0,1М розчином гідроксиду натрію, використовуючи як індикатор 0,1мл розчин фенолового червоного.</p> <p>1мл 0,1М розчину гідроксиду натрію відповідає 0,01221г бензойної кислоти.</p> <p>Розрахунок ведуть за формулою:</p> $\omega = \frac{N_{NaOH} V_{NaOH} M_{екв.}}{1000m} 100\%$ <p>Де <math>\omega</math> - відсотковий вміст кислоти бензойної, %,  <math>N_{NaOH}</math> – титр розчину гідроксиду натрію, мг*екв/мл,  <math>V_{NaOH}</math> – об'єм розчину гідроксиду натрію, мл,  <math>m</math> – маса наважки кислоти бензойної, взятої для аналізу, г,  <math>M_{екв.}</math> – молярна маса еквівалента кислоти бензойної, 122,12 гекв/моль</p>	

## Протокол

Результати аналізу Бензоат натрію

(Латинська і російська назва лікарської речовини)

Бензоату натрію міститься не менше 99% і не більше 100,5% натрію бензолкарбоксилата в перерахунку на суху речовину.

1. Властивості лікарської речовини.		
Назва, структурна формула, молекулярна маса	Опис	Розчинність
<i>Натрія бензоат</i>		
2. Випробування на справжність.		
<p><b>1. Натрій-іон.</b> Частина розчину на графітовій паличці вносять в безбарвне полум'я; Відзначити аналітичний ефект.</p> <p><b>2. Бензоат-іон.</b> До 2-3 крапель розчину додають мл води і 1-2 краплі розчину заліза (III) хлориду; Відзначити аналітичний ефект.</p>		
<p><b>Натрію бензоат</b></p> <p>1. До наважки препарату 0,02г додати 2мл води, додати 2-3 краплі 3% розчину хлориду заліза(III), Спостерігається характерне фарбування..</p> <p>2. 0,05г натрію бензоату розчиняють в 1,5мл води і додають 1-2 краплі розчину міді сульфату. Відзначити аналітичний ефект.</p>		

<p>Додати 1 мл хлороформу. Відзначити аналітичний ефект.</p>	
<p>3. Випробування на чистоту.</p>	
<p><b>Прозорість:</b> 1 г субстанції розчиняють в 10мл води. <b>Кольоровість:</b> 1 г субстанції розчиняють в 10мл води. <b>Кислотність:</b> 1 г субстанції розчинити в 20мл води, додати 0,2мл розчину фенолфталеїну. Відзначити аналітичний ефект. Колір повинен змінитися при додаванні не більше ніж 2мл 0,1М розчину натрію гідроксиду або 0,1М розчину соляної кислоти.</p>	
<p>4. Кількісне визначення</p>	
<p><b>Бензоат натрія</b> 0,25г субстанції розчинити в 20мл оцтової кислоти безводної (якщо необхідно - нагріти) і титрувати 0,1М розчином <math>\text{HClO}_4</math> хлорної кислоти до зеленого забарвлення, використовуючи як індикатор 0,05мл розчину нафтолбензеїна.  1мл 0,1М розчину кислоти відповідає 0,01441г бензоата натрія.</p>	

**Загальний висновок по роботі:**

---



---



---

### Лабораторна робота №3

**ТЕМА: Аналіз лікарських препаратів, похідних амідасульфанилової кислоти (стрептоцид, сульфадимезин, фталазол) і похідних піразолу (антипірин, амідопірин, анальгін, бутадіон).**

**Протокол \_\_\_\_\_**

Результати аналізу Стрептоцид і Сульфадимезин  
(Латинська і російська назва лікарської речовини)

Стрептоцид містить не менше 99% в перерахунку на суху речовину.

1. Властивості лікарської речовини.		
Назва, структурна формула, молекулярна маса	Опис	Розчинність
1. <i>Стрептоцид</i>		
2. <i>Сульфадимезин</i>		
2. Випробування на справжність.		
<b>Загальні реакції, які можуть бути використані для ідентифікації сульфаніламідних препаратів:</b>		

До 0,05г препарату додають 1мл розведеної HCl, охолодженої в льоду, додати 2мл 1% розчину нітриту натрію і збовтати. Отриманий розчин долити до 1мл лужного розчину - нафтолу, що містить 0,5г ацетату натрію.  
Відзначити аналітичний ефект.

### 3. Випробування на доброякісність препарату.

#### 1. Стрептоцид

**3.1.1.Кислотність.** 0,8 г субстанції розчиняють у 40 мл свіжо прокип'яченої води, нагрівають на водяній бані при 70С протягом 5хв, швидко охолоджують і фільтрують. До 25мл фільтрату додають 2 краплі спиртового розчину бромтимолового синього.

Відзначити аналітичний ефект.

Забарвлення розчину повинно змінитися від додавання не більше, ніж 0,05мл 0,05н. розчину гідроксиду натрію.

**3.1.2.Хлориди.** Збовтати 0,5г препарату з 20мл води протягом 1-2хв, ретельно перемішати і профільтрувати. 4мл фільтрату розвести водою до 10мл. Отриманий розчин повинен витримувати випробування на хлориди, (не більше 0,02% в препараті).

**3.1.3. Сульфати.** Той же фільтрат об'ємом 10мл повинен витримувати випробування на сульфати (дати 0,2мл НСІ розведеної і 0,5мл 25% розчину хлориду барію). - не більше 0,04% в препараті.

## **2. Сульфадимезин**

**3.2.1. Прозорість і кольоровість.** 0,2г г препарату розчинити в 5мл 1н. розчину гідроксиду натрію.

**3.2.2. Кислотність.** 1г субстанції розчиняють у 50мл свіжо прокип'яченої води, нагрівають на водяній бані при 70С протягом 5хв, швидко охолоджують і фільтрують. До 25мл фільтрату додають 2 краплі спиртового розчину бромтимолового синього. Відзначити аналітичний ефект.

Забарвлення розчину повинно змінитися від додавання не більше, ніж 0,2мл 0,1н. розчину гідроксиду натрію.

**3.1.2. Хлориди.** Збовтати 0,5г препарату з 20мл води протягом 1-2хв, ретельно перемішати і профільтрувати. 4мл фільтрату розвести водою до 10мл. Отриманий розчин повинен витримувати випробування на хлориди (не більше 0,02% в препараті).

<p><b>3.1.3. Сульфати.</b> Той же фільтрат об'ємом 10мл повинен витримувати випробування на сульфати (додати 0,2мл HCl розведеною і 0,5мл 25% розчину хлориду барію). - не більше 0,04% в препараті.</p>	
<p>4. Кількісне визначення</p>	
<p>0,25г субстанції розчинити в 10мл води, додати 10мл розведеної HCl, розбавити водою до 80мл, додати 1г KBr і титрувати 0,1М розчином нітриту натрію, додаючи його спочатку по 2мл в 1хв, а в кінці титрування по 0,05мл через 1хв. Використовуючи як індикатор тропеолін OO в суміші з метиленовим синім</p> <p>1мл 0,1М розчину нітриту натрію відповідає 0,01722г стрептоциду, якого повинно бути не менше 99%.</p>	

## Протокол \_\_\_\_\_

Результати аналізу Анальгін  
(Латинська і російська назва лікарської речовини)

Анальгін містить не менше 99% в перерахунку на суху речовину.

1. Властивості лікарської речовини.		
Назва, структурна формула, молекулярна маса	Опис	Розчинність
<i>1. Анальгін</i>		
2. Випробування на справжність.		
До 0,05г препарату додають 5мл H <sub>2</sub> O, додають 1мл 1% розчину FeCl <sub>3</sub> . Відзначити аналітичний ефект.		
До 0,05г препарату додають 2мл H <sub>2</sub> O, додати кілька крапель NaNO <sub>2</sub> і 10 крапель розведеної HCl. Відзначити аналітичний ефект.		
До 0,2 г препарату додають 2мл H <sub>2</sub> O, додати 0,5мл розведеної H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> і 0,5мл свіжо приготованого розчину хлорного вапна. Відзначити аналітичний ефект.		
3. Випробування на доброякісність препарату.		



<p><b>Прозорість.</b> 0,5г препарату розчиняють в 5мл води.</p> <p><b>Сульфати.</b> 0,5г препарату розчинити в 10мл води. Розчин повинен витримувати випробування на сульфати (додати 0,2мл HCl розведеною і 0,5 мл 25% розчину хлориду барію). - не більше 0,02% в препараті.</p>	
<p>4. Кількісне визначення</p>	
<p>0,2 г препарату помістити в суху колбу, розчинити в 20 мл етанолу, додати 5 мл 0,01н. розчину HCl, перемішати до розчинення і титрувати 0,1 н розчином йоду до появи жовтого забарвлення розчину, яке не зникає протягом 30 сек.</p> <p>1мл 0,1н розчину йоду відповідає 0,01667 г анальгін, якого повинно бути не менше 99%.</p>	

**Загальний висновок по роботі**

---



---



---



---



---



---



---

## Лабораторна робота №4

**ТЕМА: Аналіз лікарських препаратів, похідних хіноліну (хінозол, хінефон) і вітамінів аліфатичного і гетероциклічного ряду (аскорбінова і ніотинова кислоти).**

**Протокол \_\_\_\_\_**

Результати аналізу Хінозол \_\_\_\_\_  
(Латинська і російська назва лікарської речовини)

Хінозолу в препараті повинно бути не менше 98% в перерахунку на суху речовину.

1. Властивості лікарської речовини.		
Назва, структурна формула, молекулярна маса	Опис	Розчинність
<i>1.Хінозол</i>		
2. Випробування на справжність.		
До 0,05г препарату додають 5мл Н <sub>2</sub> О, додати 1мл 1% розчину FeCl <sub>3</sub> . Відзначити аналітичний ефект.		
До 0,05г препарату додають 2мл Н <sub>2</sub> О, додати кілька крапель NaNO <sub>2</sub> і 10 крапель розведеної HCl. Відзначити аналітичний ефект.		

<p>До 0,2 г препарату додають 2 мл H<sub>2</sub>O, додати 0,5мл розведеної H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> і 0,5мл свіжо приготованого розчину хлорного вапна. Відзначити аналітичний ефект.</p>	
<p>3. Випробування на доброякісність препарату.</p>	
<p><b>Прозорість.</b> 0,5г препарату розчиняють в 5мл води</p> <p><b>Сульфати.</b> 0,5 г препарату розчинити в 10мл води. Розчин повинен витримувати випробування на сульфати (додати 0,2 мл HCl розведеної і 0,5мл 25% розчину хлориду барію). - не більше 0,02% в препараті.</p>	
<p>4. Кількісне визначення</p>	
<p>0,5г препарату розчинити в 50мл свіжо прокип'яченої і охолодженої води в колбі з притертою пробкою, додати 20мл хлороформу, перемішати і титрувати 0,1н розчином гідроксиду натрію до появи рожевого забарвлення водного шару (індикатор-фенолфталеин).</p> <p>1мл 0,1н розчину NaOH відповідає 0,01942 г хінозола, якого повинно бути не менше 98%.</p>	

## Протокол

Результати аналізу Аскорбінова кислота  
(Латинська і російська назва лікарської речовини)

Аскорбінової кислоти в препараті повинно бути не менше 99,0% в перерахунку на суху речовину.

1. Властивості лікарської речовини.		
Назва, структурна формула, молекулярна маса	Опис	Розчинність
<i>1. Аскорбінова кислота</i>		
2. Випробування на справжність.		
До 0,05г препарату додають 2мл Н <sub>2</sub> О, додати 0,5мл розчину нітрату срібла Відзначити аналітичний ефект.  До 0,05г препарату додають 2мл Н <sub>2</sub> О, додати по краплях розчин діхлорфеноліндофенона. Відзначити аналітичний ефект.  До 0,2г препарату додають 2мл Н <sub>2</sub> О, додати кілька крапель реактиву Фелінга. Відзначити аналітичний ефект.		

<p>До 0,2г препарату додають 2 мл Н<sub>2</sub>О, додати 1-2 мл розчину сульфату заліза (II). Відзначити аналітичний ефект.</p>	
<p>3. Випробування на доброякісність препарату.</p>	
<p><b>Органічні домішки.</b> До 0,1г препарату додати 2мл сірчаної кислоти конц. і залишити на 30хв. Забарвлення розчину не повинна перевищувати забарвлення еталонного розчину 5б, розведеного в 2 рази.</p>	
<p>4. Кількісне визначення</p>	
<p>0,5г препарату розчинити в 50мл води в мірній колбі на 50мл. До 10мл розчину додати 0,5мл 1% розчину КJ, 2мл крохмалю, 1мл 2% розчину НСl і титрувати 0,1н розчином КJО<sub>3</sub> до появи стійкого слабосинього фарбування. 1мл 0,1н розчину КJО<sub>3</sub> відповідає 0,008806 г кислоти аскорбінової, якої в препараті повинно бути не менше 99%</p>	

## Протокол

Результати аналізу Нікотинова кислота  
(Латинська і російська назва лікарської речовини)

Нікотинової кислоти в препараті повинно бути не менше 99,5% в перерахунку на суху речовину.

1. Властивості лікарської речовини.		
Назва, структурна формула, молекулярна маса	Опис	Розчинність
<i>1. Нікотинова кислота</i>		
2. Випробування на справжність.		
До 3мл теплового розчину препарату (1: 100) додають 1мл розчину CuSO <sub>4</sub> . Відмітити аналітичний ефект.		
3. Випробування на доброякісність препарату.		
<b>Прозорість і кольоровість.</b> 0,2г препарату розчинити в 10мл води при нагріванні. <b>Хлориди.</b> Розчинити 0,25г препарату в 25мл води. 10мл отриманого розчину повинні витримувати випробування на хлориди (не більше 0,02% в препараті).		

<p><b>Сульфати.</b> Той же розчин об'ємом 10мл повинен витримати випробування на сульфати (додати 0,2мл HCl розведеної і 0,5мл 25% розчину хлориду барію). - не більше 0,04% в препараті.</p> <p><b>Нітрати.</b> До 0,01г препарату додати 2мл розчину дифеніламіну. Відзначити аналітичний ефект.</p>	
4. Кількісне визначення	
<p>0,3г препарату розчинити в 25мл свіжо прокип'яченої гарячої води в конічній колбі, охолодити і титрувати 0,1н розчином гідроксиду натрію до появи рожевого забарвлення (індикатор - фенолфталеїн). 1 мл 0,1 н розчину NaOH відповідає 0,018231г кислоти нікотинової, якої в препараті повинно бути не менше 99,5%.</p>	

### Загальний висновок по роботі

---



---



---



---



---



---



---



---

## Лабораторна робота №5

### Тема: АНАЛІЗ ЛІКАРСЬКИХ ПРЕПАРАТІВ АЛКАЛОЇДІВ, ПОХІДНІ ПУРИНУ (ТЕОФІЛІН, ЕУФІЛІН, КОФЕЇН-БЕНЗОАТ НАТРІЮ, ТЕОБРОМИН)

Протокол \_\_\_\_\_

Результати аналізу Теофіліну  
(Латинська і російська назва лікарської речовини)

1. Властивості лікарської речовини.		
Назва, структурна формула, молекулярна маса	Опис	Розчинність
<i>Теофілін</i>		
2. Випробування на справжність.		
<b><i>Загальна реакція на похідні пурину (мурексидна реакція)</i></b> 1.0,1г препарату поміщають в фарфорову чашку, додають 10 крапель пергідролю, 10 крапель розведеної HCl і випарюють на водяній бані насухо. Залишок змочують 1-2 краплями NH <sub>3</sub> .  Відзначити аналітичний ефект.		



<p>2. Струшують 0,1г препарату 2-3 хв з 2мл 0,1н NaOH. До отриманого розчину додають 3 краплі розчину CoCl<sub>2</sub>.</p> <p>Відмітити аналітичний ефект.</p>	
<p>3. Випробування на доброякісність препарату.</p>	
<p><b>Кислотність:</b> розчиняють 0,5г препарату в 75мл свіжо кип'яченої води і додають 1 краплю розчину метиленового червоного. Червоне забарвлення має переходити в жовте від додавання не більше 0,4мл 0,05н розчину NaOH.</p> <p><b>Хлориди:</b> розтирають в порошок 1,5г препарату, збовтують з 30мл води протягом 1хв і фільтрують. З 10мл фільтрату виконують випробування на хлориди (не більше 0,004%).</p> <p><b>Сульфати:</b> 10 мл розчину 3.1.в. повинні витримати випробування на сульфати (не більше 0,02%).</p> <p><b>Сульфатна зола і важкі метали:</b> сульфатна зола з 0,5 г препарату не повинна перевищувати 0,1% і повинна витримати випробування на важкі метали (НЕ більше 0,001% в препараті).</p> <p><b>Втрата в масі при висушуванні:</b> близько 0,5г препарату (точна маса) сушать при 100-150 ° С до постійної маси, втрата якої не повинна перевищувати 9,5%.</p>	

<p><b>Органічні домішки:</b> 0,1 г в 2 мл H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> повинен бути прозорим і безбарвним.</p> <p><b>Інші пуринові дослід:</b> розчиняють 0,2 г препарату в 5 мл NH<sub>3</sub>. Розчин повинен бути прозорим і безбарвним.</p> <p>Відзначити аналітичні ефекти.</p>	
<p>4. Кількісне визначення</p>	
<p>0,4 г попередньо висушеного препарату розчиняють в 100 мл окропу. До охолодженого розчину додають 25 мл 0,1 н розчину AgNO<sub>3</sub> 1,0-1,5 мл розчину бромфенолового червоного і титрують 0,1 н розчином NaOH до появи фіолетово-червоного забарвлення. 1 мл 0,1 н розчину NaOH відповідає 0,01802 г теофіліну, якого в висушеному препараті повинно бути не більше 99,0%.</p>	

## Протокол \_\_\_\_\_

Результати аналізу Еуфіліну  
(Латинська і російська назва лікарської речовини)

1. Властивості лікарської речовини.		
Назва, структурна формула, молекулярна маса	Опис	Розчинність
<i>Еуфілін</i>		
2. Випробування на справжність.		
<p>1. Струшують 0,1 г препарату 2-3 хв з 2 мл 0,1н NaOH. До отриманого розчину додають 3 краплі розчину CoCl<sub>2</sub>. Відмітити аналітичний ефект.</p> <p><b>2. Виявлення етілендіаміну</b> Струшують 0,1 г препарату 2-3 хв з 2 мл 0,1 н NaOH. До отриманого розчину додають 3 краплі розчину CoCl<sub>2</sub>. Відзначити аналітичний ефект.</p>		
3. Випробування на доброякісність препарату.		
<p><b>Сульфати:</b> розчиняють 0,5 г препарату в 7,5мл води, додають 2,5 мл розведеної HCl, збовтують, осад відфільтровують. Фільтрат повинен витримувати випробування на SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> (не більше 0,02%)</p> <p><b>Сульфатна зола і важкі метали:</b> сульфатна</p>		

<p>зола з 0,5 г препарату не повинна перевищувати 0,15% і повинна витримувати випробування на важкі метали (не більше 0,001% в препараті). Відзначити аналітичні ефекти.</p>	
<p>4. Кількісне визначення</p>	
<p><b>Етилендіамін:</b> 0,3 г препарату розчиняють в 25 мл свіжо кип'яченої і охолодженої води і титрують 0,1 н розчином HCl до оранжево-рожевого забарвлення (індикатор-метилловий оранжевий).</p>	

**Загальний висновок по роботі:**

---



---



---



---



---



---



---

## Лабораторна робота №6

### АНАЛІЗ ЛІКАРСЬКИХ ПРЕПАРАТІВ, ПОХІДНИХ 5-нітрофурану (фурациліну, фурадонін, фуразолідон)

#### Протокол

Результати аналізу Фурацилін

(Латинська і російська назва лікарської речовини)

1. Властивості лікарської речовини.		
Назва, структурна формула, молекулярна маса	Опис	Розчинність
<i>Фурацилін</i>		
2. Випробування на справжність.		
Розчиняють 0,01 г препарату в суміші 5 мл води і 5 мл розчину NaOH. Відзначити аналітичний ефект		
3. Випробування на доброякісність .		
<b>Хлориди:</b> 2 г препарату розчиняють в 40 мл води, фільтрують. До 10 мл фільтрату додають 0,5 мл HNO <sub>3</sub> і 0,5 мл AgNO <sub>3</sub> . Порівнюють з еталоном (2 мкг / мл). (Не більше 0,004%). <b>Сульфати:</b> до того ж фільтрату (10 мл)		

<p>додають 0,5 мл розведеної HCl і 1 мл розчину BaCl<sub>2</sub>. Порівнюють з еталоном (не більше 0,02%).</p> <p><b>Сульфатна зола і важкі метали:</b> сульфатна зола з 0,5 г препарату не повинна перевищувати 0,1% (важкі метали не більше 0,001%).</p> <p>Відзначити аналітичні ефекти.</p>	
<p>4. Кількісне визначення</p>	
<p>0,1 г препарату поміщають в мірну колбу місткістю 500 мл, додають 4 г NaCl, 300 мл води і розчиняють при підігріванні до 70-80С на водяній бані. Охолоджений розчин доводять до мітки водою і перемішують. До 5 мл 0,01н розчину йоду, який міститься в колбі місткістю 50 мл, додають 0,1 мл розчину NaOH і 5 мл випробуваного розчину. Через 1-2 хв до розчину додають 2мл розведеної H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> виділився йод, далі титрують з мікробюретки 0,01н розчином Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (індикатор-крохмаль) .1 мл 0,01 М розчину йоду відповідає 0,0004954 г фурациліну, якого в препараті повинно бути не менше 97,5%.</p>	

## Протокол

Результати аналізу Фурадонін

(Латинська і російська назва лікарської речовини)

1. Властивості лікарської речовини.		
Назва, структурна формула, молекулярна маса	Опис	Розчинність
<i>Фурадонін</i>		
2. Випробування на справжність.		
3. Випробування на доброякісність .		
<b>Хлориди:</b> 2 г препарату розчиняють в 40 мл води, фільтрують. До 10 мл фільтрату додають 0,5 мл $\text{HNO}_3$ і 0,5 мл $\text{AgNO}_3$ . Порівнюють з еталоном (2 мкг / мл). (Не більше 0,004%). <b>Сульфати:</b> до того ж фільтрату (10 мл) додають 0,5 мл розведеної $\text{HCl}$ і 1 мл розчину $\text{BaCl}_2$ . Порівнюють з еталоном (не більше 0,02%).		

<p><b>Сульфатна зола і важкі метали:</b> сульфатна зола з 0,5 г препарату не повинна перевищувати 0,1% (важкі метали не більше 0,001%). Відзначити аналітичні ефекти.</p>	
<p>4. Кількісне визначення</p>	
<p>Алкаліметрія в неводному середовищі, титрант – розчин натрію метилату в суміші диметилформаміду і діоксану, індикатор – тимоловий синій, s=1.</p>	

**Загальний висновок по роботі:**

---



---



---



---



---



---



---



Методичні вказівки з курсу навчальної дисципліни «Фармацевтична хімія»  
для студентів факультету хімії та фармації

Укладачі:  
Кобернік Альона Олександрівна  
Радаєва Ірина Миколаївна

В авторській редакції

Затверджено 21.10.2019. Протокол №3 Засідання Вченої ради факультету хімії та фармації

Здано у виробництво 31.10.2019р. Підписано макет 01.11.2019р.

Ум.друк.арк. 2. Зам.№ 662.

Типографія «Прінт Бистро»

м.Одеса, вул. Троїцька,11

Дата та номер запису в Єдиному державному реєстрі юридичних осіб, фізичних осіб-підприємців та громадських формувань: 01.02.2017, 25560000000128170