

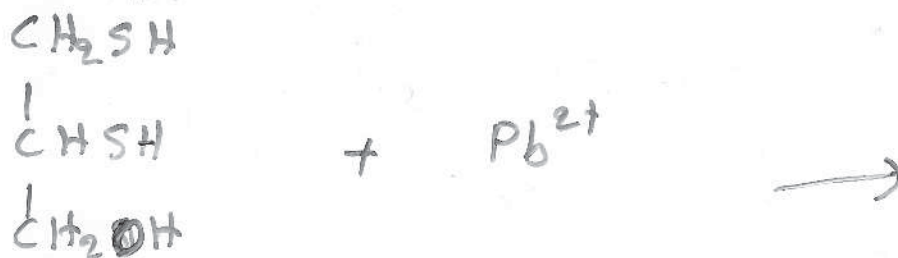
Εξέταση Τελώνιας Βερ. Φαρμάκων

A. ανιχνεύσει καθίζησης

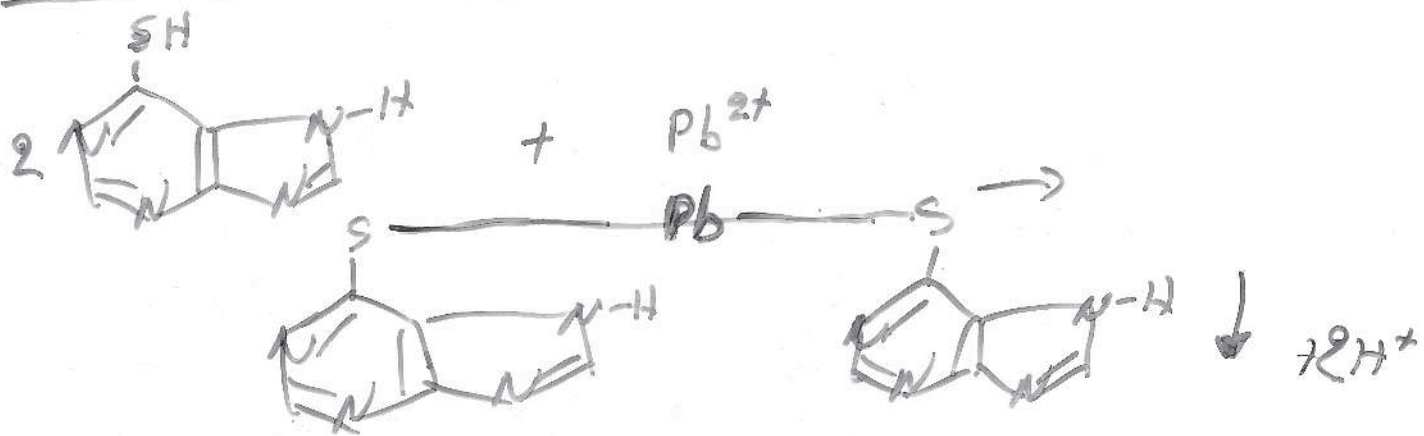
1. βιώσει με όξινο περιβάλλον

α). Σουλφονυλίου οξείδα

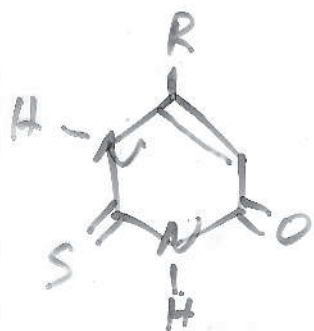
i. Δικερματισμός



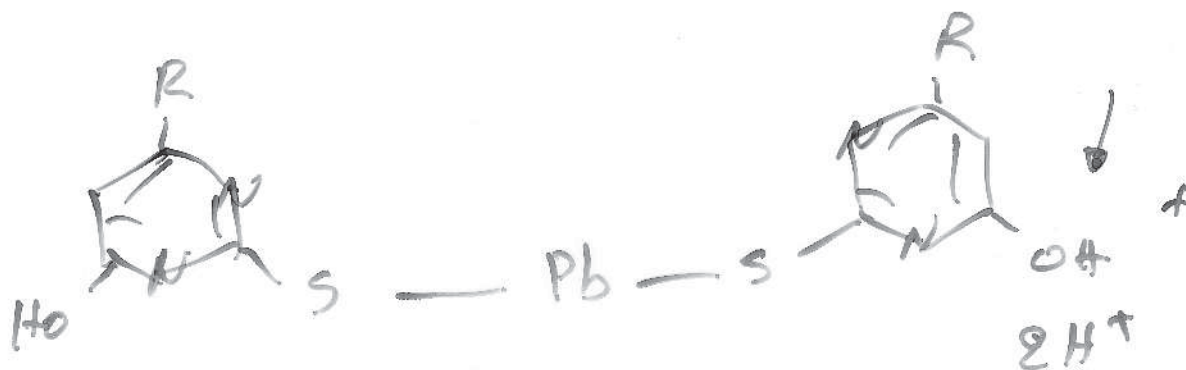
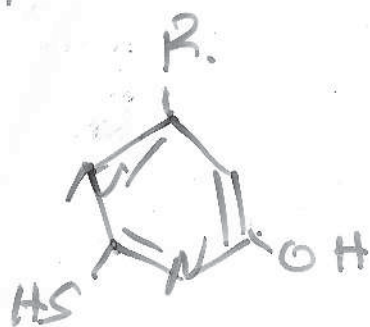
ii) Μεραπυζοναρίνη



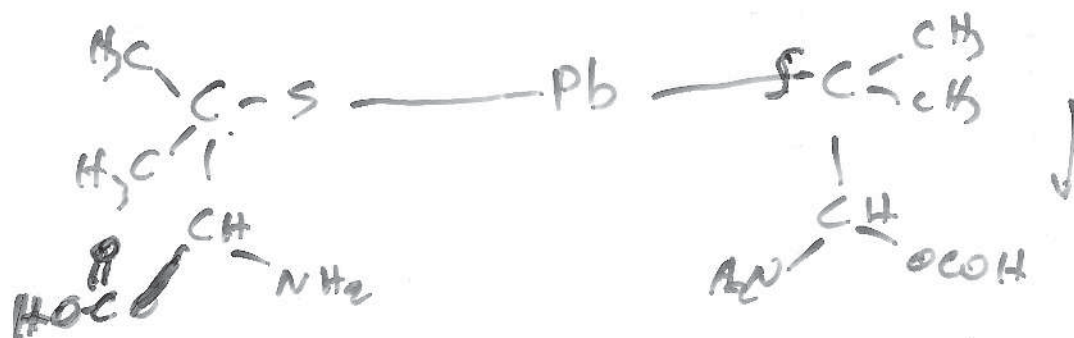
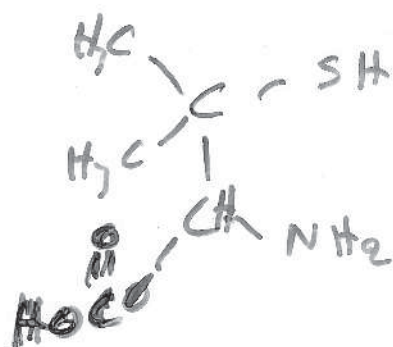
### 3) μεθυλο-πρωτο θιολαμίνη



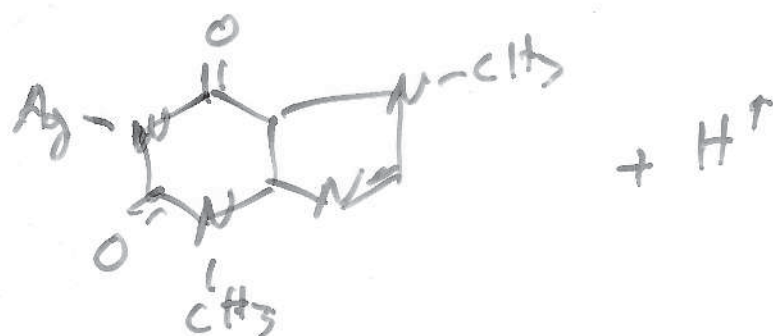
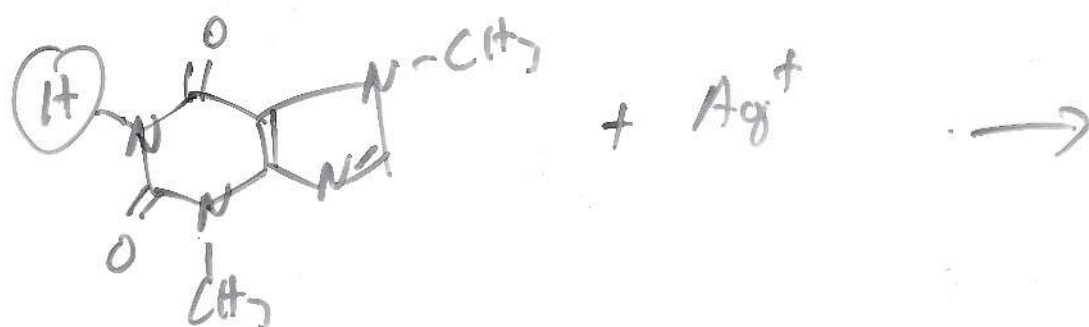
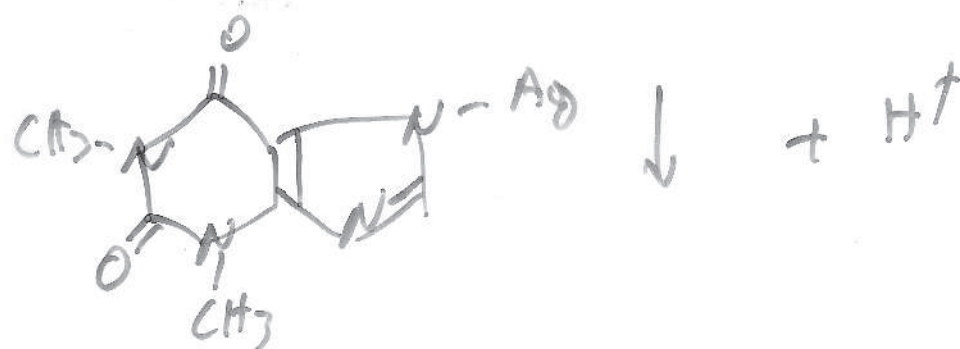
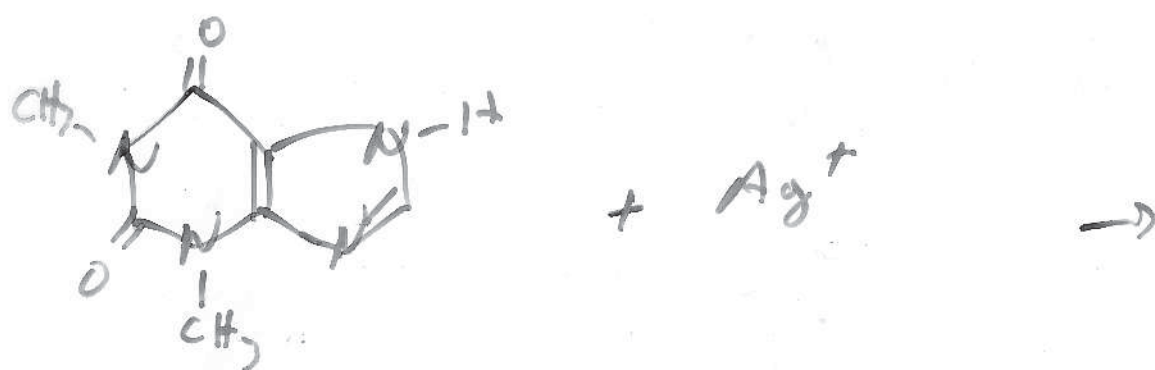
δ/λσε NaOH  
ρύθμιση του pH  
σε 0,3100



### IV) πρωτομίνη



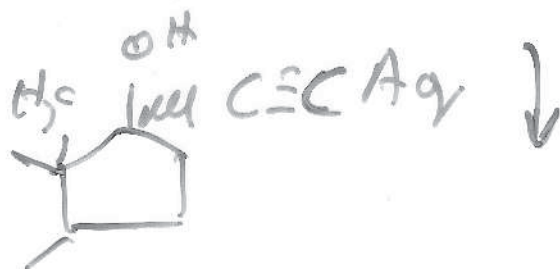
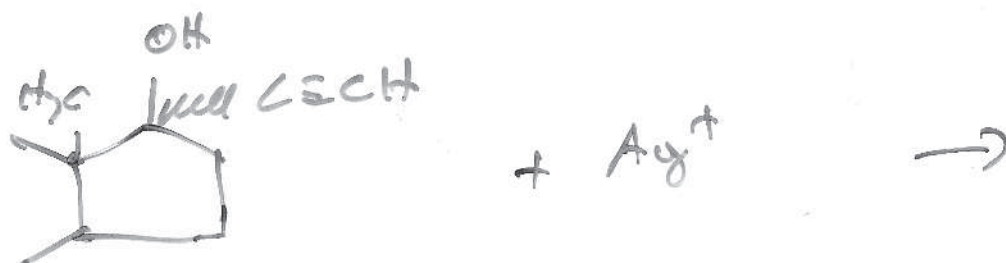
# v) Oxonium - Oxidation

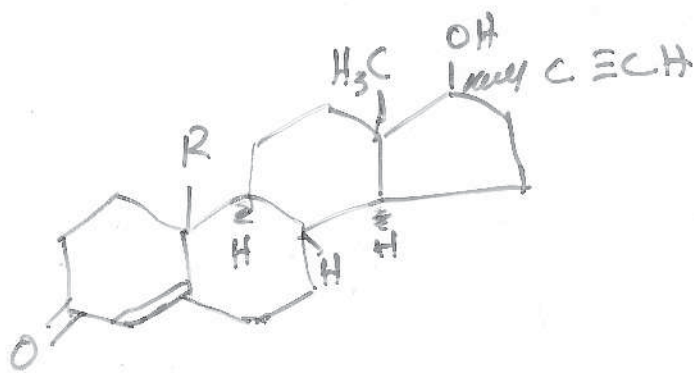


8). αλκυλίνης ημερίο

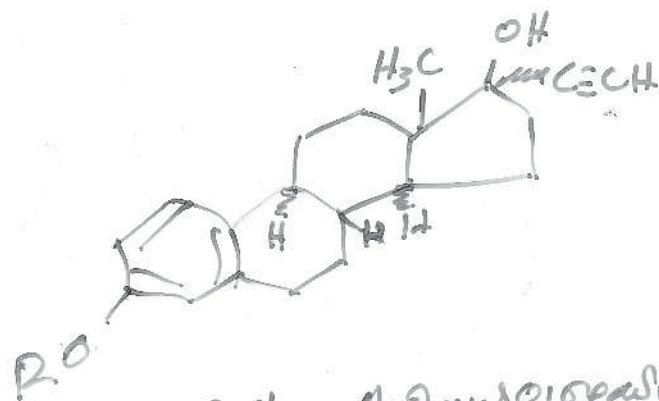


αλκυλίνης ημερίο





$R:CH_3$  Αιθιστερόν  
 $R:H$  Νορχιδιστερόν



$R:H$  Αιθινυλοιστερόν  
 $R:CH_3$  Μεστανόλ

Αναγωγική ανζιδράση αλδεϋδών, σακχαρών με  
 ελεύθερη καρβονοϋμάδα, κρυσταλινών στεροειδών και  
 απορβίτου οξέως

Αναγωγική ιδιότητες  $\begin{cases} \rightarrow$  ψυγόμενος αέρας  
 $\rightarrow$  ανζιδρομύρω Tollen

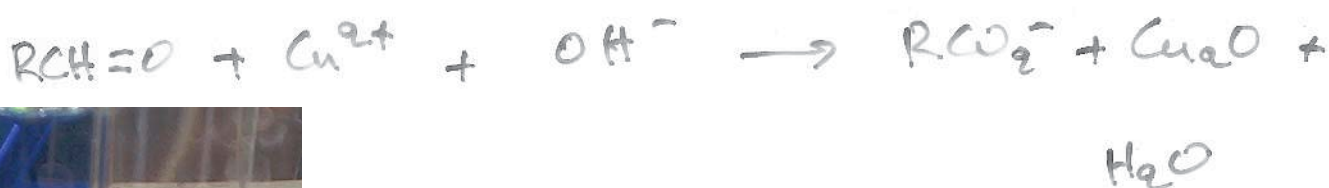
φείγεται υπό A και B

δείκνυται χαμηλό

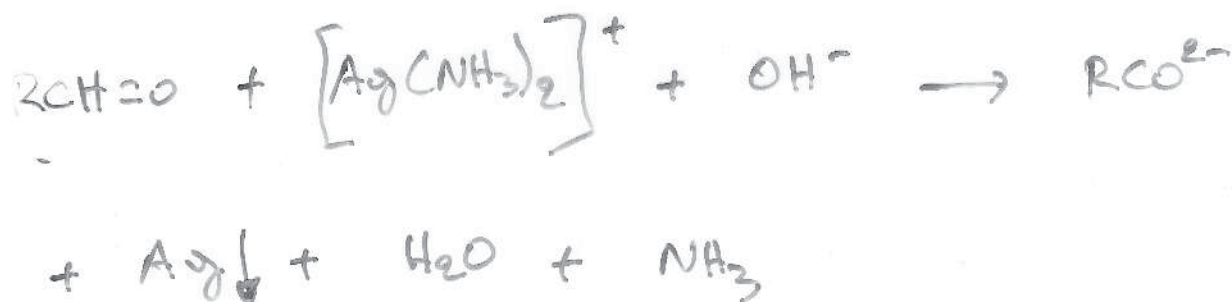
$\text{NaOH}$  + ζεστό υδατικό διάλυμα

Αντίδοχο: ανάγω ιόντα  $\text{Cu}^{2+}$  σε ιόντα υποχαλκού  
(καταμέτρητο οξείδιο του υποχαλκού)

Οξειδώνονται στο  $\alpha$  ή  $\beta$  του ορατού οξέος.



αντιδραστήριο Tollens: αμμονιακό δ/μα  $\text{AgNO}_3$

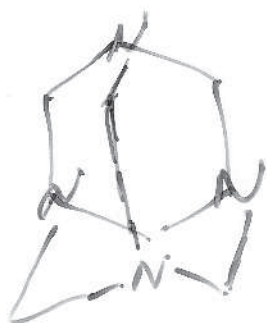


Φορμύλη (υδατικό δ/μλ φορμαλδεΐδης).



Μεθαναμίνη (θέρμανση με θειώδες οξύ)

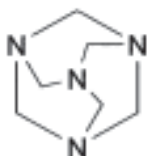
αψοί φορμαλδεΐδες (μαύρο χρώμα). σε συνδυασμό  
χαρτί φθορομετρίας με κρυσταλλικό δ/μλ υγρικού  
αργύρου



## Methenamine

General Notices

(*Ph Eur monograph 1545*)



$C_6H_{12}N_4$  140.2 100-97-0

### Action and use

Anti-infective.

*Ph Eur*

---

### DEFINITION

1,3,5,7-Tetraazotricyclo[3.3.1.1<sup>3,7</sup>]decane.

### Content

99.0 per cent to 100.5 per cent (dried substance).

### CHARACTERS

#### Appearance

White or almost white, crystalline powder or colourless crystals.

#### Solubility

Freely soluble in water, soluble in ethanol (96 per cent) and in methylene chloride.

### IDENTIFICATION

*First identification* A.

*Second identification* B, C, D.

A. Infrared absorption spectrophotometry (2.2.24).

*Comparison* methenamine CRS.

B. To 1 ml of solution S (see Tests) add 1 ml of *sulphuric acid R* and immediately heat to boiling. Allow to cool. To 1 ml of the solution add 4 ml of *water R* and 5 ml of *acetylacetone*

reagent R1. Heat on a water-bath for 5 min. An intense yellow colour develops.

C. To 1 ml of solution S add 1 ml of *dilute sulphuric acid R* and immediately heat to boiling. The solution gives the reaction of ammonium salts and salts of volatile bases (2.3.1).

D. Dissolve 10 mg in 5 ml of *water R* and acidify with *dilute hydrochloric acid R*. Add 1 ml of *potassium iodobismuthate solution R*. An orange precipitate is formed immediately.

## TESTS

### Solution S

Dissolve 10.0 g in *carbon dioxide-free water R* prepared from *distilled water R* and dilute to 100 ml with the same solvent.

### Appearance of solution

Solution S is clear (2.2.1) and colourless (2.2.2, Method II).

### Acidity or alkalinity

To 5 ml of solution S add 0.1 ml of *phenolphthalein solution R*. Not more than 0.2 ml of 0.1 M *hydrochloric acid* or 0.1 M *sodium hydroxide* is required to change the colour of the indicator.

### Free formaldehyde

Maximum 50 ppm.

Dissolve 0.8 g in *water R* and dilute to 8 ml with the same solvent. Add 2 ml of *ammoniacal silver nitrate solution R*. After 5 min, any grey colour in the solution is not more intense than that in a standard prepared at the same time and in the same manner with a mixture of 8 ml of freshly prepared *formaldehyde standard solution (5 ppm CH<sub>2</sub>O) R* and 2 ml of *ammoniacal silver nitrate solution R*.

### Chlorides (2.4.4)

Maximum 100 ppm.

Dilute 5 ml of solution S to 15 ml with *water R*.

### Sulphates (2.4.13)

Maximum 100 ppm, determined on solution S.

### Ammonium (2.4.1)

Maximum 50 ppm.

Dilute 2 ml of freshly prepared solution S to 13 ml with *water R*. Add 2 ml of *dilute sodium hydroxide solution R*.

### Heavy metals (2.4.8)

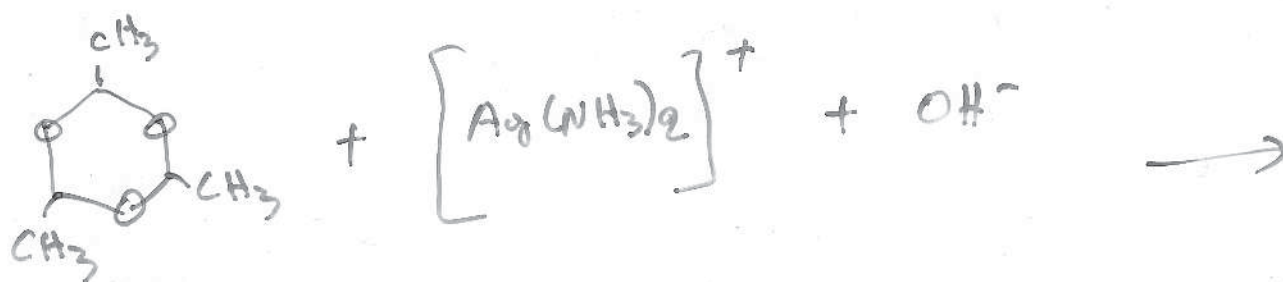
Maximum 20 ppm.

12 ml of solution S complies with test A. Prepare the reference solution using *lead standard solution (2 ppm Pb) R*.

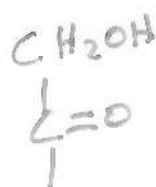
### Loss on drying (2.2.32)



Παραγωγή  $\xrightarrow{\text{θέρμανση}}$  Αυτοξ. Tollens.  $\downarrow$  Ag.

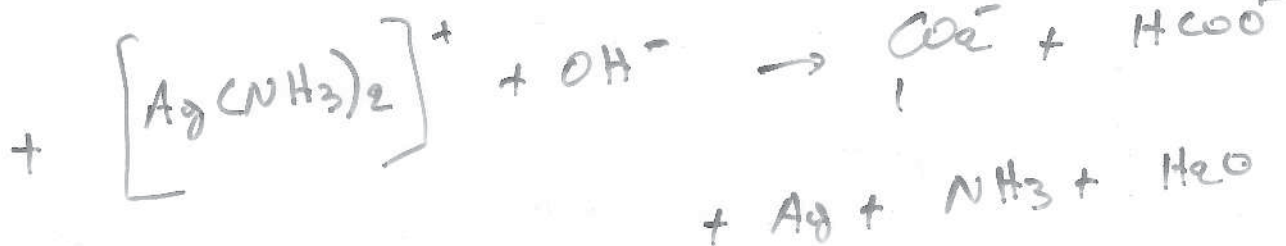
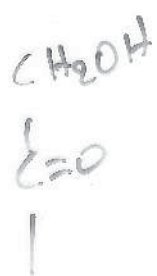
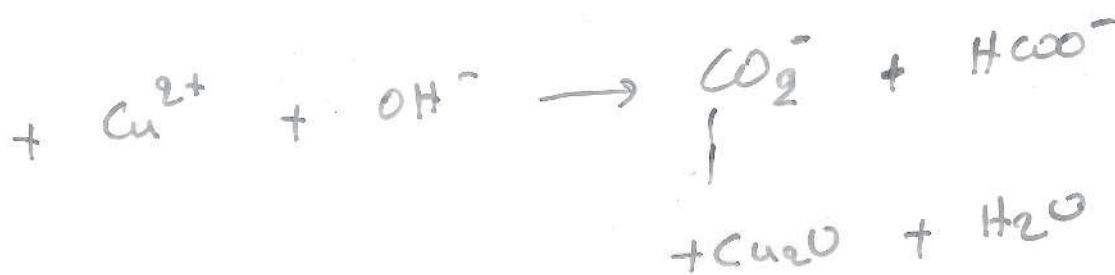
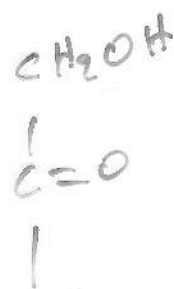


α-κετογλυκίνη οξείδα

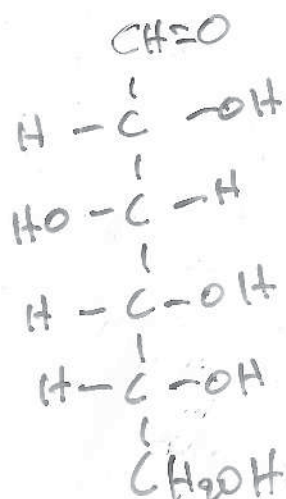


πορρ. οξύ με 1 αλκυλο  
αυτοοξ. ισομερο

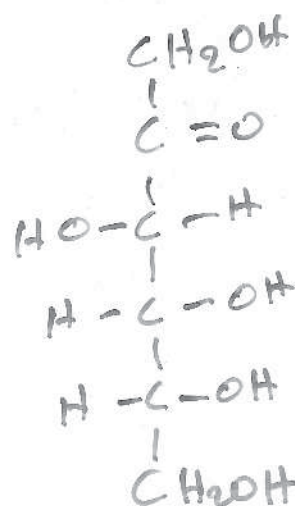
Δευτερικό οξύ



σάκχαροι: γλυκόφι και καρβονοϋάδα



Γλυκόζη



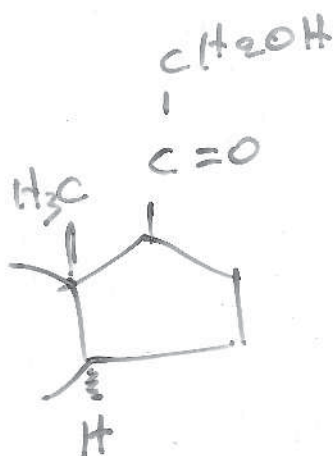
Φρουκτόζη

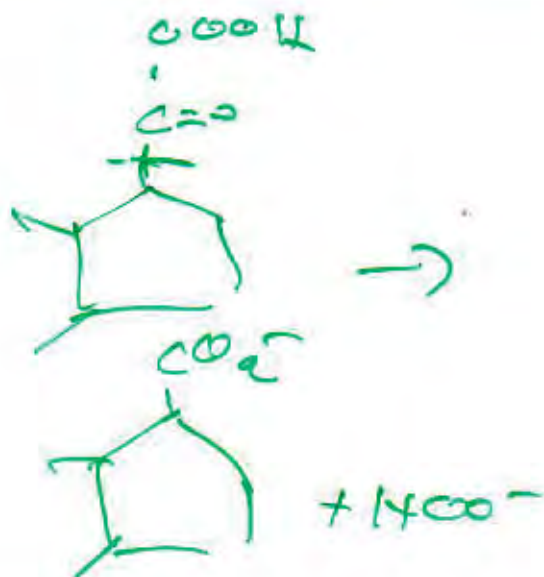
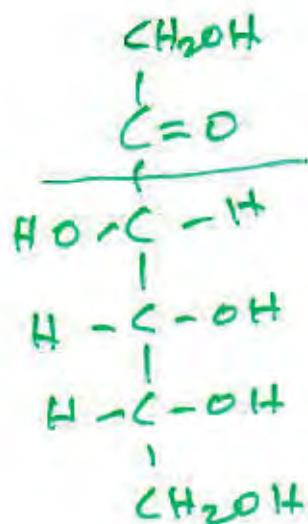
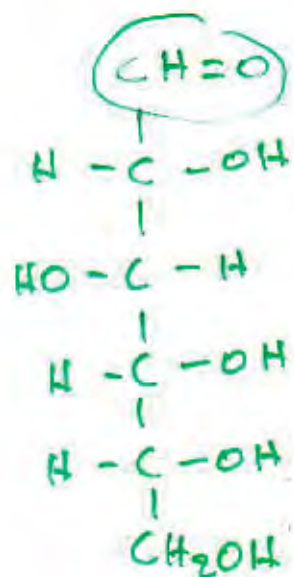
Λακτόζη  
~~Γαλακτόζη~~

Φρουκτόζη

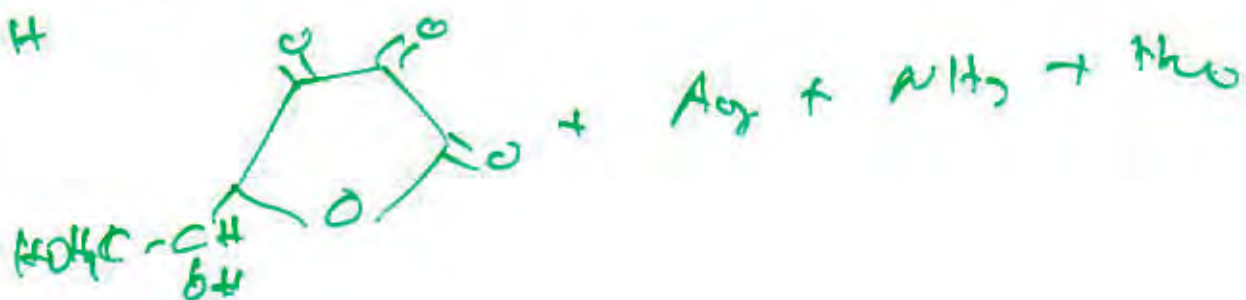
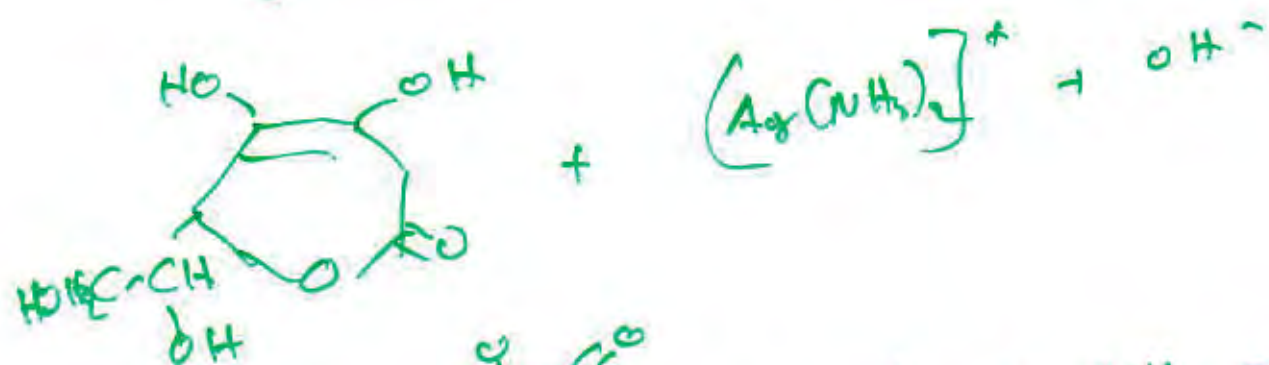
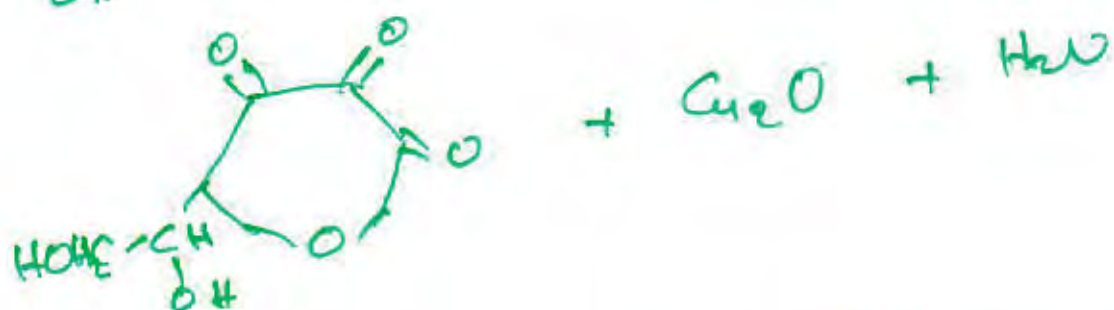
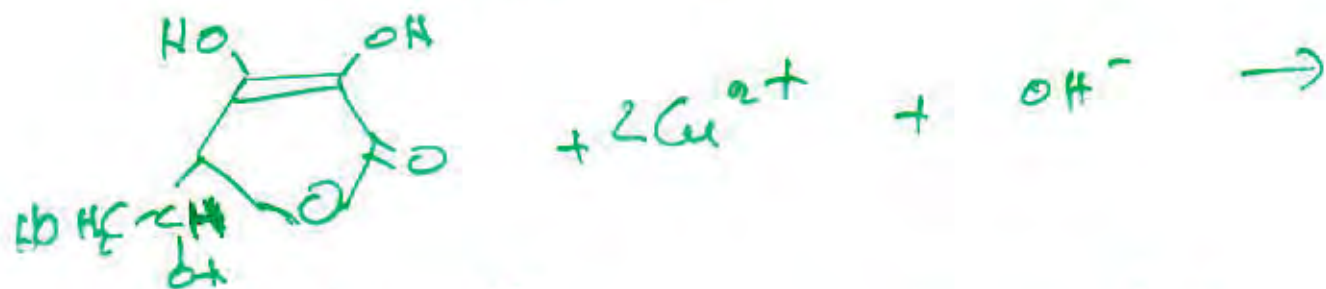
α-υδροξυκετόνη σπυροειδί

(21 υδροξυ, 20 κετο σπυροειδί).





прирост 034



# οργανική συνθετική αλυσίδα

## 1) χλωρίο

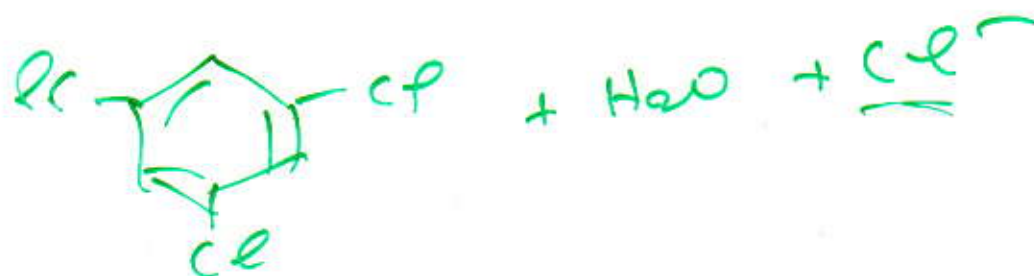
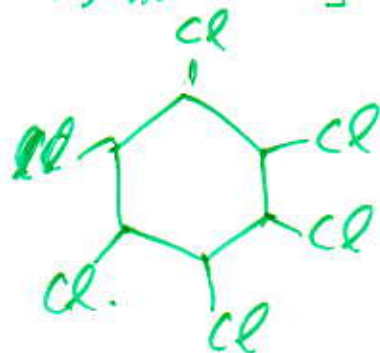
- σύνθεση με οξεία ή απρόσφορα  $NH_4Cl$
- αποξείφρωση
- ψήν
- προσθήκη  $NaOH$
- οξείωση με  $HNO_3$ .

↓  
αποξείφρωση χλωρίου

↓  $AgNO_3$

↓  $AgCl$  ↓

Εξαχλωροκυκλοεξανίου



## Ιωδοπαράγωγα

Πύρωση με ή χωρίς θειικό οξύ  $\left\{ \begin{array}{l} \text{Ιώδες αζίδιο} \end{array} \right.$   
π.χ. Ναφθαλένης θιορζίνης

Αυξιδρώσεις αυχυν. οργαν. ενώσεων Αρσενικού  
μετατροπή σε ιόντα  $As^{3+}$  + υδροθείο  
 $\rightarrow$  κίτρινο ίζητ. ( $As_2S_3$ )

ΟΧΖΙΑ πύρωση με π.  $H_2SO_4$  και αζιζου  
 $HNO_3$

φύση  $\rightarrow$  αραιώνει με  $H_2O$  + ηφιδ. ΚΙ.

(Αναγωγή  $As^{5+} \rightarrow As^{3+}$ )



εξουδετέρωση με  $\text{NaOH}$

εξάφρα οξίνισμα με προσθήκη  $\text{H}_2\text{SO}_4$  σε άρδω  
+ υδροθεώχο ύδαρ ↓ κίτρινο ίζημα



---

Χρωδίζει αυτιβάδω

---

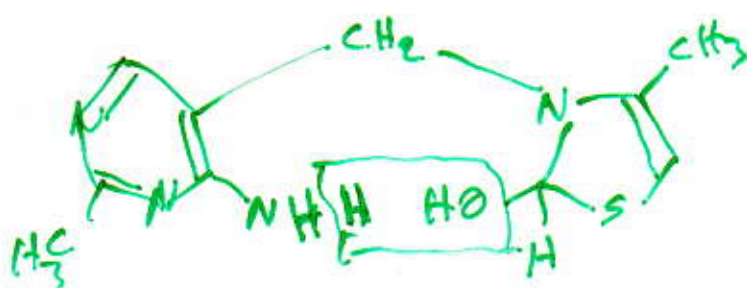
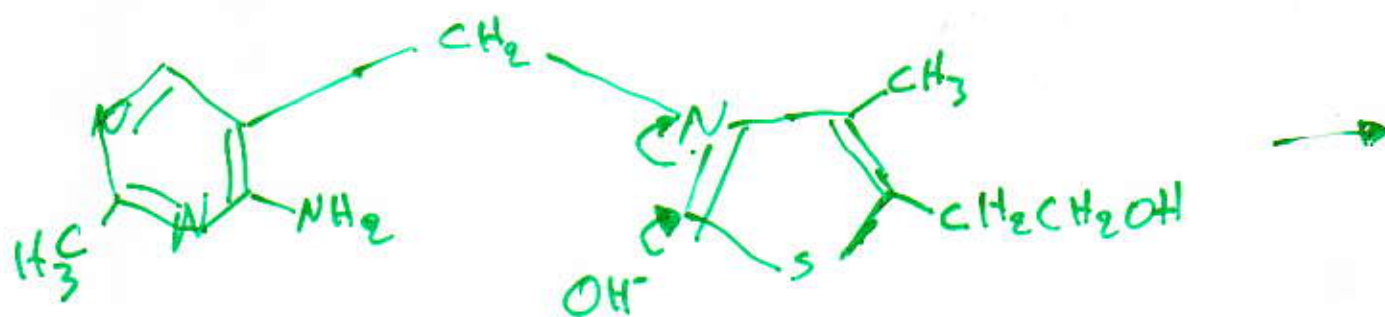
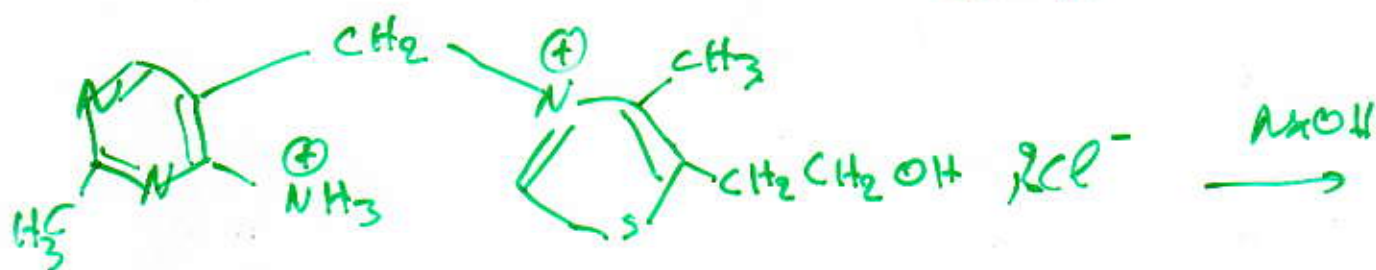
Βαρβιζουρικά :

1) δ/μκ (B) σε αήγυα αιδανόγυ ή μωδανόγυ  
+ αιδανόγυ ή μωδανόγυ. δ/μκ  $\text{Co}^{2+}$  +  
προσθήκη βάδω (αφκωνία) → ΙΩΔΗΣ ΧΡΟΙΑ

2) Δμκ  $\text{CuSO}_4$  σε πυριδίου + πυριδινώ  
δ/μκ (B) → ΕΡΥΘΡΑ ΧΡΟΙΑ

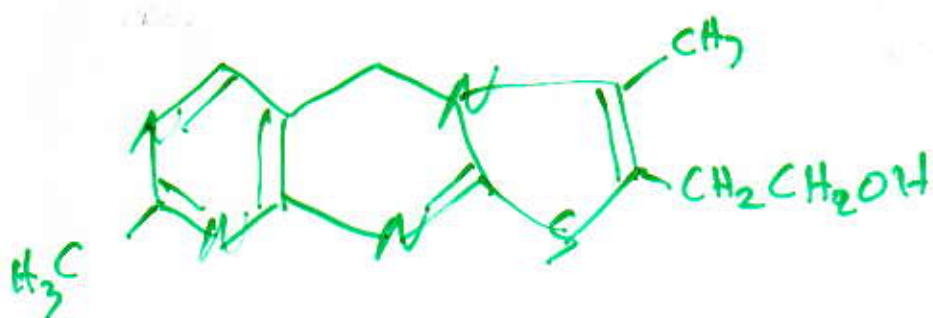
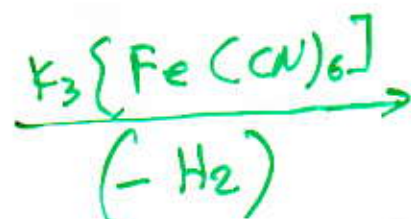
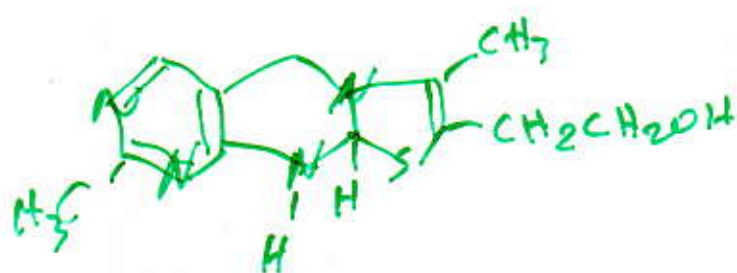
# Υδροχλωρική Θεαφιλίνη

υδρεργασία με NaOH → τέταρτοταγής αμινω-  
βάση.



(ψευδοβάση, στερεοχημική  
προσέγγιση για αλληλεπίδραση  
του πυριμιδινικού δακτυλίου  
και του OH του  
θειαζολινικού δακτυλίου  
αφυδατώνεται ενδομο-  
ριακά)

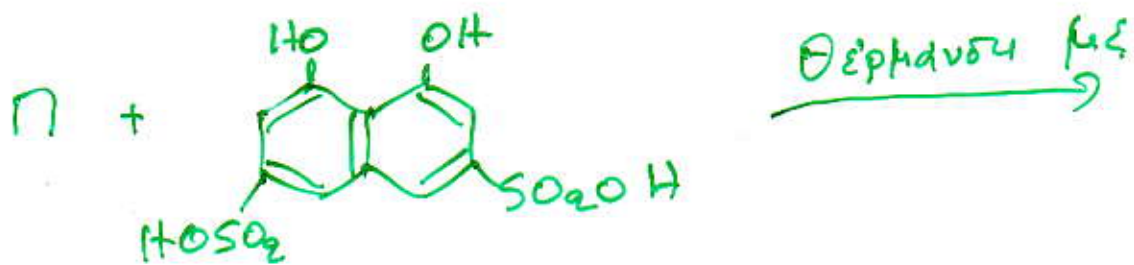
→ Παράγωγο με θαλασφαιρίνη



θαλασφαιρίνη

↓  
 διαφοχικά συζυγισμένα ουσήματα  
 οξυρεοχρωμική αντίφρα.  
 παραφαιβάνεται με H-βαζανόνη.  
 είναι γθορισμό

# ΧΡΩΣΤΙΚΑ ΑΝΤΙΔΡΑΣΗ ΠΕΝΤΗΛΛΙΝΟΝ



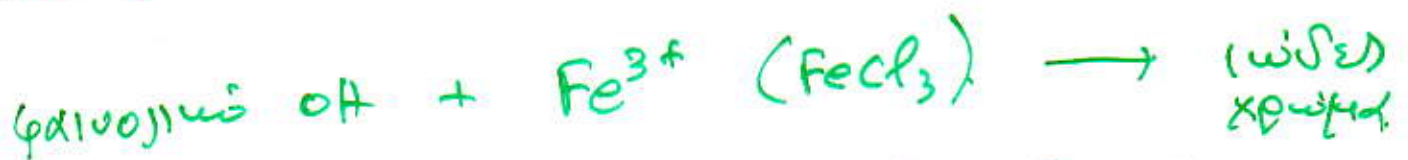
1,8 Διυδροξυναφθαλινό - 3,6 δισουλφονικό οξύ  
(ή χρωμαζονίου οξύ)

→ χρωικά μεταβαλλόμενο χρώμα.

Τετρακυλίνες



Φαινοϋλικό ή ευοϋλικό οΗ



π.χ. Φαινόλη, Σαλικυλικό Να, PAS Να,

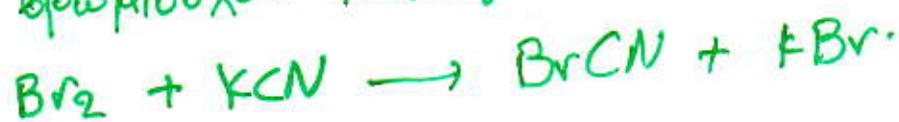
κρεσόλη → (ώδες  
ένω

Μορφίνη χλωροκρεσόλη → λευκό  
χρώμα

# ΧΡΩΣΤΙΚΑ ΑΝΤΙΔΡΑΣΗ ΠΥΡΙΔΙΝΙΚΩΝ ΠΑΡΑΓΩΓΩΝ

## αυτίδραση Κομίντ

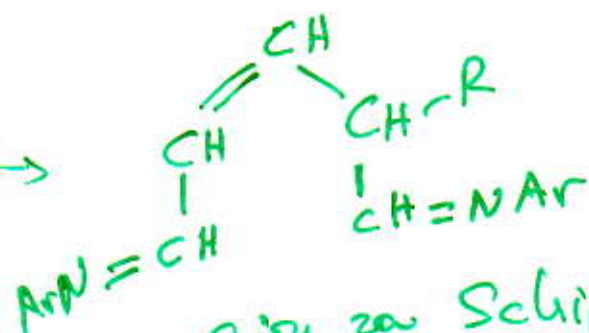
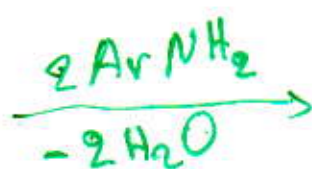
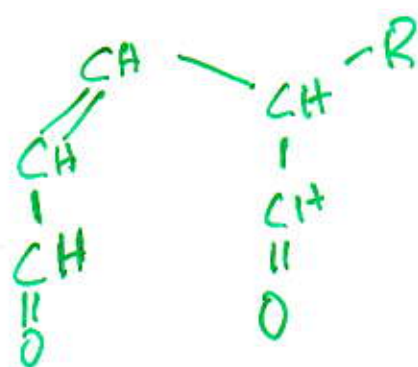
Επίδραση βρωμικού καυνογόνου



και αρωματισμός αλίνων :



↑↓



είναι το Schiff

$\text{Ar} = \text{ανιλίνη}$  ( $\text{Ar} = \text{C}_6\text{H}_5$ )

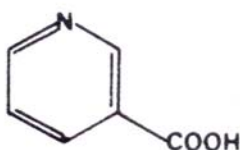
π-σουλφονικό οξύ

( $\text{Ar} = \text{π-HOSO}_2\text{C}_6\text{H}_4-$ )



## ΝΙΚΟΤΙΝΙΚΟ ΟΞΥ

*Acidum nicotinicum*



$C_6H_5NO_2$

$M_r$  123,1

Η περιεκτικότητα του νικοτινικού οξέος σε πυριδινο-3-καρβοξυλικό οξύ δεν πρέπει να είναι μικρότερη από 99,5% ούτε μεγαλύτερη από το ισοδύναμο του 100,5%, υπολογισμένη με αναγωγή στην ξηρανθείσα ουσία.

## ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΑ

Λευκή, κρυσταλλική κόνις, διαλυτή σε ζέον ύδωρ και σε ζέουσα αλκοόλη, μέτρια διαλυτή στο νερό, πολύ λίγο διαλυτή στο χλωροφόρμιο, πρακτικά αδιάλυτη στον αιθέρα. Διαλύεται σε αραιά διαλύματα ανθρακικών αλκαλίων και υδροξειδίων των αλκαλίων.

## ΤΑΥΤΟΠΟΙΗΣΗ

Ο έλεγχος ταυτοποίησης Β μπορεί να παραλειφθεί εάν γίνουν οι έλεγχοι Α και Γ. Ο έλεγχος ταυτοποίησης Γ μπορεί να παραλειφθεί εάν γίνουν οι έλεγχοι Α και Β.

Α. Σημείο τήξεως (V.6.11.1): 234 °C έως 240 °C.

Β. Έλεγχος με φασματοφωτομετρία υπερύθρου (V.6.18). Τα μέγιστα απορρόφησης στο φάσμα της εξεταζόμενης ουσίας αντιστοιχούν ως προς τη θέση και τη σχετική ένταση με εκείνα του φάσματος νικοτινικού οξέος ΧΟΑ.

Γ. Περίπου 10 mg ουσίας διαλύονται σε 10 ml νερού. Σε 2 ml του διαλύματος αυτού προστίθενται 2 ml διαλύματος βρωμοκυανίου (Α) και 3 ml διαλύματος ανιλίνης (Α) 2,5% μ/ο. Το μίγμα ανακινείται. Εμφανίζεται κίτρινο χρώμα.

## ΕΛΕΓΧΟΙ ΚΑΘΑΡΟΤΗΤΑΣ

**Συγγενείς ουσίες.** Έλεγχος με χρωματογραφία λεπτής στιβάδας (V.6.20.2) χρησιμοποιώντας ως υλικό επίστρωσης πήγμα οξειδίου του πυριτίου GF<sub>254</sub> (A).

**Διάλυμα ελέγχου.** 0,5 g εξεταζόμενης ουσίας διαλύονται σε νερό, το διάλυμα θερμαίνεται ελαφρά εάν είναι αναγκαίο, και αραιώνεται στα 25 ml με τον ίδιο διαλύτη.

**Διάλυμα αναφοράς.** 0,5 ml του διαλύματος ελέγχου αραιώνονται στα 100 ml με νερό.

Τοποθετούνται χωριστά στην πλάκα 5 ml από κάθε διάλυμα. Ακολουθεί ανάπτυξη μέχρι ύψους 15 cm, χρησιμοποιώντας μίγμα 5 όγκων νερού, 10 όγκων άνυδρου μυρμηκικού οξέος (A) και 85 όγκων προπανόλης (A). Η πλάκα ξηραίνεται στους 100 °C έως 105 °C για 10 min και εξετάζεται στο

υπεριώδες φως, στα 254 nm. Καμμία κηλίδα στο χρωματογράφημα του διαλύματος ελέγχου εκτός από την κύρια, δεν πρέπει να είναι εντονότερη από την κηλίδα στο χρωματογράφημα του διαλύματος αναφοράς.

**Χλωριούχα (V.3.2.4).** 0,25 g ουσίας διαλύονται σε νερό με θέρμανση σε υδατόλουτρο και ακολουθεί αραίωση στα 15 ml με τον ίδιο διαλύτη. Το διάλυμα ανταποκρίνεται στον έλεγχο ορίου για τα χλωριούχα (200 ppm).

**Βαρέα μέταλλα (V.3.2.8).** 1,0 g ουσίας συμφωνεί με τον έλεγχο Γ του ορίου για τα βαρέα μέταλλα (20 ppm). Το πρότυπο παρασκευάζεται χρησιμοποιώντας 2 ml προτύπου διαλύματος μολύβδου (10 ppm Pb) (Α).

**Απώλεια κατά την ξήρανση (V.6.22).** Όχι μεγαλύτερη από 1,0%. Ο προσδιορισμός γίνεται σε 1,000 g ουσίας με ξήρανση στους 100 °C έως 105 °C για 1 h.

**Θευκή τέφρα (V.3.2.14).** Όχι περισσότερη από 0,1%. Ο προσδιορισμός γίνεται σε 1,0 g ουσίας.

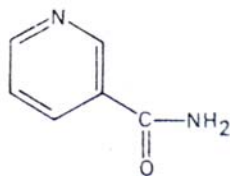
## ΠΟΣΟΤΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ

0,250 g ουσίας διαλύονται σε 50 ml νερού. Εκτελείται ογκομέτρηση με 0,1 N υδροξείδιο του νατρίου, χρησιμοποιώντας ως δείκτη 0,25 ml διαλύματος φαινολοφθαλεΐνης (Α) μέχρι να παρουσιασθεί ρόδινο χρώμα. Εκτελείται και τυφλός προσδιορισμός.

1 ml 0,1 N υδροξειδίου του νατρίου ισοδυναμεί με 12,31 mg  $C_6H_5NO_2$ .

## ΔΙΑΤΗΡΗΣΗ

Διατηρείται προστατευμένο από το φως.

**ΝΙΚΟΤΙΝΑΜΙΔΙΟ****Nicotinamidum** $C_6H_6N_2O$  $M_r$  122,1

Η περιεκτικότητα του νικοτιναμιδίου σε πυριδινό-3-καρβοξαμίδιο δεν πρέπει να είναι μικρότερη από 99,0% ούτε μεγαλύτερη από το ισοδύναμο του 101,0%, υπολογισμένη με αναγωγή στην ξηρανθείσα ουσία.

## ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΑ

Λευκή, κρυσταλλική κόνις ή άχρωμοι κρύσταλλοι, ασθενούς χαρακτηριστικής οσμής, εύκολα διαλυτό στο νερό και την αιθανόλη, λίγο διαλυτό σε χλωροφόρμιο και αιθέρα.

## ΤΑΥΤΟΠΟΙΗΣΗ

*Ο έλεγχος ταυτοποίησης Β μπορεί να παραλειφθεί αν γίνουν οι έλεγχοι Α, Γ και Δ. Οι έλεγχοι Γ και Δ μπορεί να παραλειφθούν να γίνουν οι έλεγχοι Α και Β.*

Α. Σημείο τήξεως (V.6.11.1): 128 °C έως 131 °C.

Β. Έλεγχος με φασματοφωτομετρία υπερύθρου (V.6.18). Τα μέγιστα απορρόφησης στο φάσμα της εξεταζόμενης ουσίας αντιστοιχούν ως προς τη θέση και τη σχετική ένταση με τα μέγιστα στο φάσμα του νικοτιναμίδιου ΧΟΑ.

Γ. 0,1 g ουσίας ζέεται με 1 ml αραιού διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου (Α). Εκλύεται αμμωνία που αναγνωρίζεται από την οσμή.

Δ. 2 ml διαλύματος Δ (βλ. Έλεγχοι καθαρότητας) αραιώνονται στα 100 ml με νερό. Σε 2 ml του διαλύματος προστίθενται 2 ml διαλύματος βρωμοκυανίου (Α) και 3 ml διαλύματος ανιλίνης (Α) 2,5% μ/ο και το σύνολο ανακινείται. Εμφανίζεται κίτρινο χρώμα.

## ΕΛΕΓΧΟΙ ΚΑΘΑΡΟΤΗΤΑΣ

**Διάλυμα Δ.** 2,5 g ουσίας διαλύονται σε νερό ελεύθερο διοξειδίου του άνθρακα (Α) και το διάλυμα αραιώνεται στα 50 ml με τον ίδιο διαλύτη.

**Εμφάνιση του διαλύματος.** Το διάλυμα Δ είναι διαυγές (V.6.1) και όχι εντονότερα χρωματισμένο από το διάλυμα αναφοράς BY<sub>7</sub> (Μέθοδος II, V.6.2).

**pH (V.6.3.1).** Το pH του διαλύματος Δ είναι από 6,0 έως 7,5.

**Συγγενείς ουσίες.** Έλεγχος με χρωματογραφία λεπτής στιβάδας (V.6.20.2), χρησιμοποιώντας ως υλικό επίστρωσης πήγμα οξειδίου του πυριτίου GF<sub>254</sub> (Α).

**Διάλυμα ελέγχου.** 0,4 g της εξεταζόμενης ουσίας διαλύονται σε μίγμα ίσων όγκων αλκοόλης (Α) και νερού. Το διάλυμα αραιώνεται στα 5,0 ml με το ίδιο μίγμα διαλυτών.

**Διάλυμα αναφοράς.** 0,5 ml του διαλύματος ελέγχου αραιώνονται στα 200 ml με μίγμα ίσων όγκων αλκοόλης (Α) και νερού.

Στην πλάκα τοποθετούνται χωριστά 5 μl από κάθε διάλυμα. Το χρωματογράφημα αναπτύσσεται μέχρι ύψους 10 cm χρησιμοποιώντας μίγμα 48 όγκων χλωροφορμίου (Α), 45 όγκων αιθανόλης (Α) και 4 όγκων νερού. Η πλάκα αφήνεται να στεγνώσει και εξετάζεται σε υπεριώδες φως, στα 254 nm. Στο χρωματογράφημα του διαλύματος ελέγχου, καμμία κηλίδα εκτός από την κύρια, δεν είναι εντονότερη από την κηλίδα που δίνει το διάλυμα αναφοράς.

**Βαρέα μέταλλα (V.3.2.8).** 10 ml διαλύματος Δ αραιώνονται στα 15 ml με νερό. 12 ml του διαλύματος ανταποκρίνονται στον έλεγχο Α του ορίου για τα βαρέα μέταλλα (30 ppm). Το πρότυπο διάλυμα παρασκευάζεται χρησιμοποιώντας πρότυπο διάλυμα μολύβδου (1 ppm Pb) (Α).

**Απώλεια κατά την ξήρανση (V.6.22).** Όχι μεγαλύτερη από 0,5%. Ο προσδιορισμός γίνεται σε 1,00 g ουσίας με ξήρανση υπό κενό επί 18 h.

**Θεική τέφρα (V.3.2.14).** Όχι περισσότερη από 0,1%. Ο προσδιορισμός γίνεται σε 1,0 g ουσίας.

#### ΠΟΣΟΤΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ

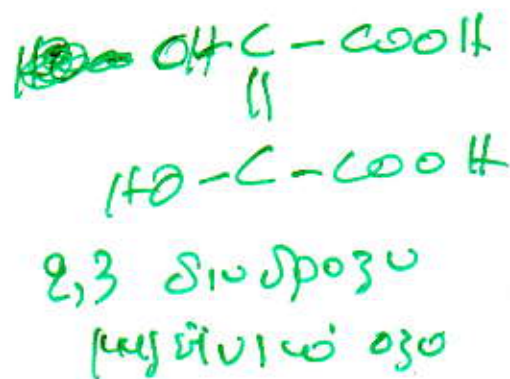
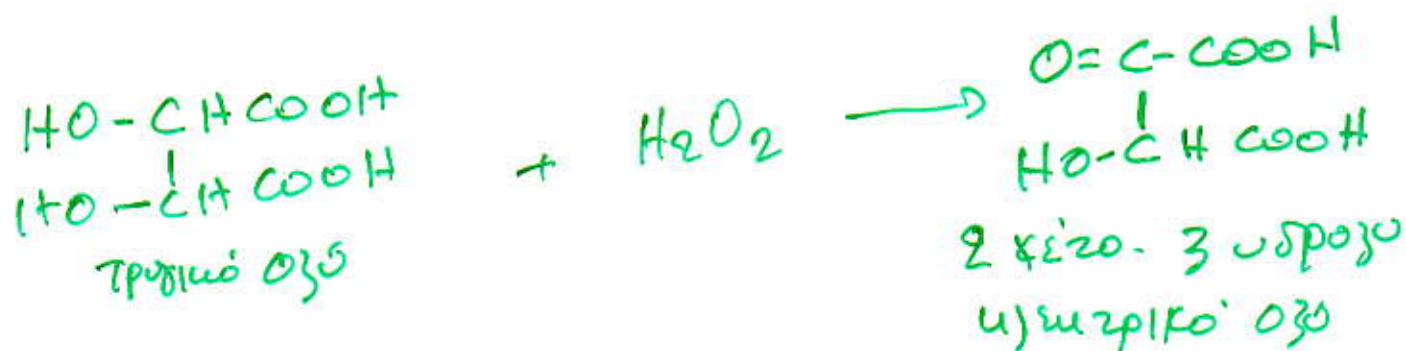
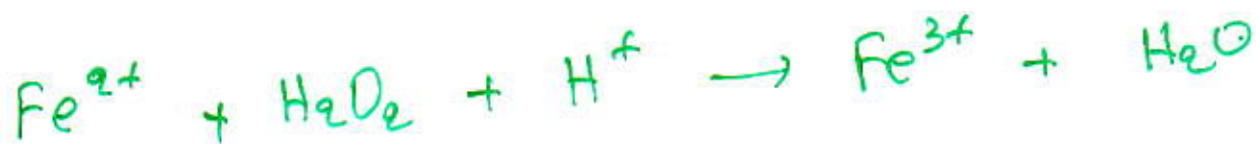
0,250 g ουσίας διαλύονται σε 20 ml άνυδρου οξικού οξέος (A), θερμαίνοντας ήπια αν χρειαστεί, και προστίθενται 5 ml οξικού ανυδρίτη (A). Εκτελείται μη υδατική ογκομέτρηση οργανικών θάσεων (V.3.5.5) με 0,1 N υπερχλωρικό οξύ, χρησιμοποιώντας διάλυμα κρυσταλλικού ιώδους (A) ως δείκτη, έως ότου το χρώμα αλλάξει σε κυανοπράσινο.

1 ml 0,1 N υπερχλωρικού οξέος ισοδυναμεί με 12,21 mg  $C_6H_6N_2O$ .

~~Αυτοξυγόνωση~~  
 Αυτοξυγόνωση με έντονα αναγωγικό μέσο  
 γαβονόλιο (έντονο υποοξυγόνο) δίνουν αυξήσεις  
 χρωμάτων

π.χ. τρυφικά ιόντα  $\xrightarrow[\text{O}_3 \cdot \text{O}_3]{\text{O}_3 \cdot \text{O}_3}$  + προστίκη δ/205

Θυϊκό υποοξυγόνο και δ/205 υποοξυγόνο 20% δίνουν ιώδη χρώματα



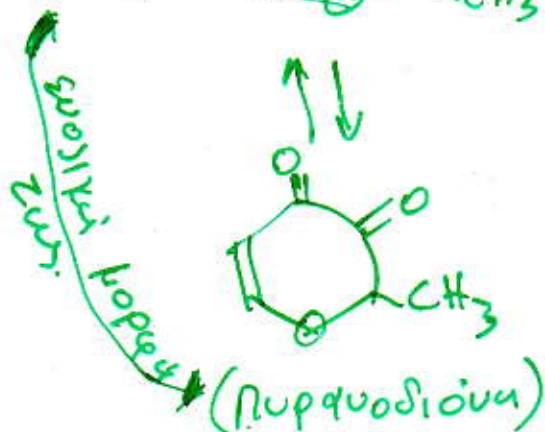
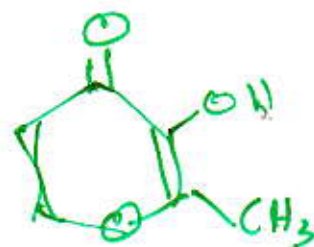
ΣΤΡΕΠΤΟΜΥΚΙΝΗ

αλκαλική  
υδροlyση

ΣΤΡΕΠΤΟΖΗ



Μεταζωή  
(πυρόνη)

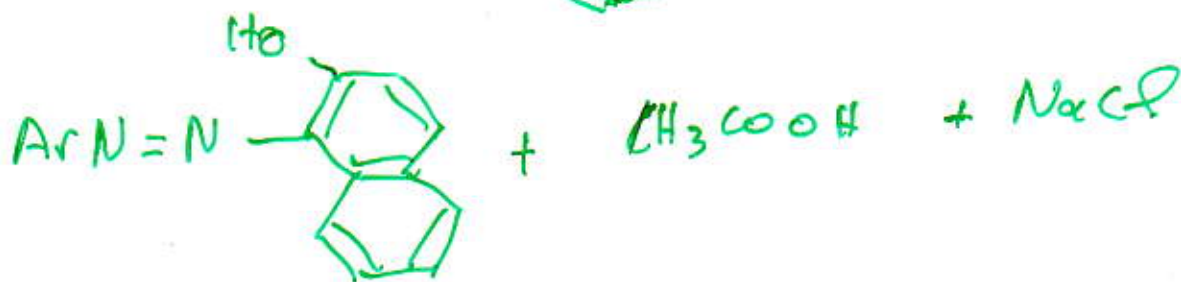
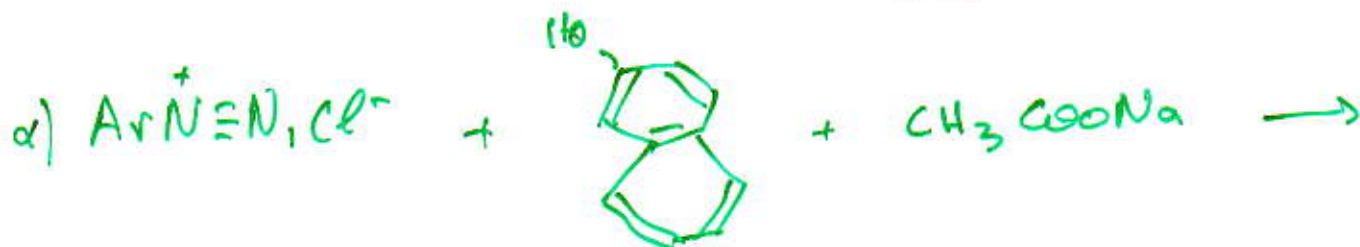
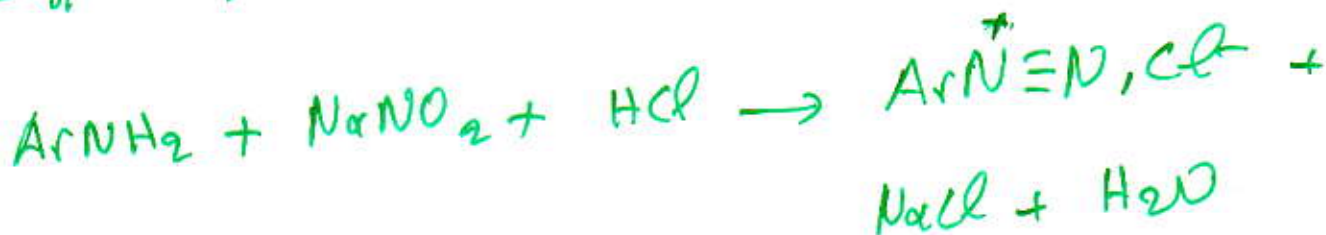


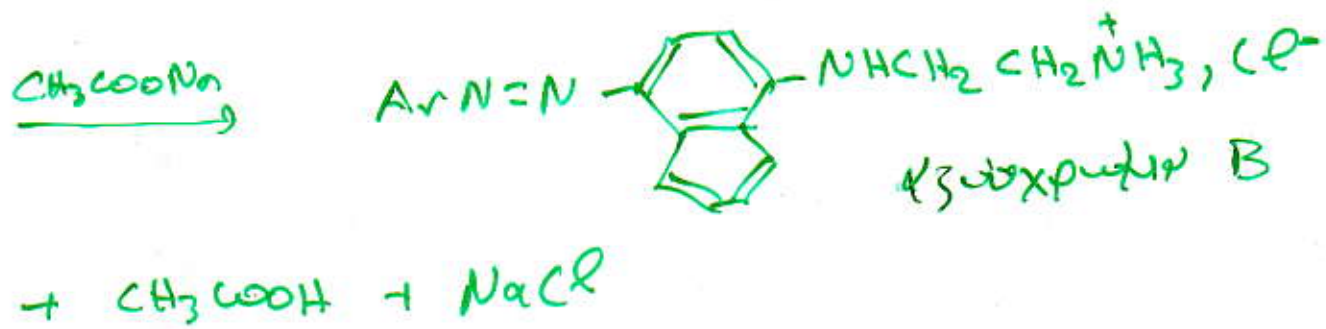
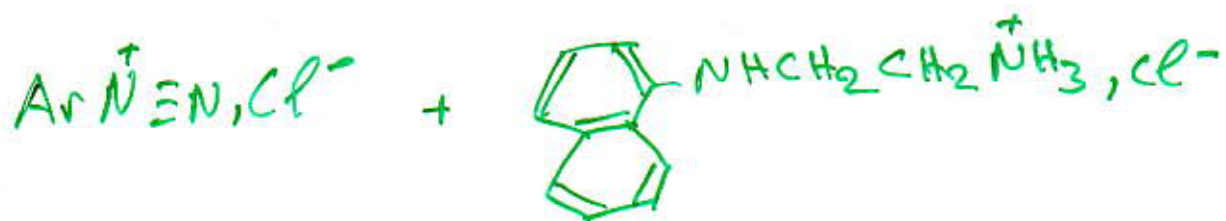
ΧΡ. ΑΝΤ.

ΠΡΟΤΟΤΑΓΩΝ ΑΡΩΜ. ΑΜΙΝΩΝ

Διαζώωση → σύζωση του διαζ. υγρού με  
αρ αμίνη + φαινόλη.

Διάζωα → οξίνισμα με HCl → ψήν με πάτο → NaNO<sub>2</sub>





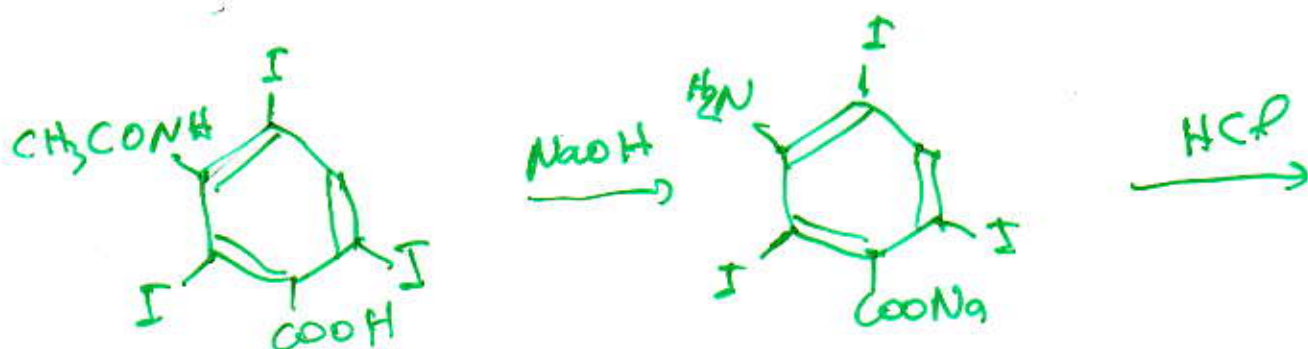
Τα αζωχρυσά Β → διαλύει στο Η<sub>2</sub>O  
(χρωμαζομικτικό προσδιορισμό).

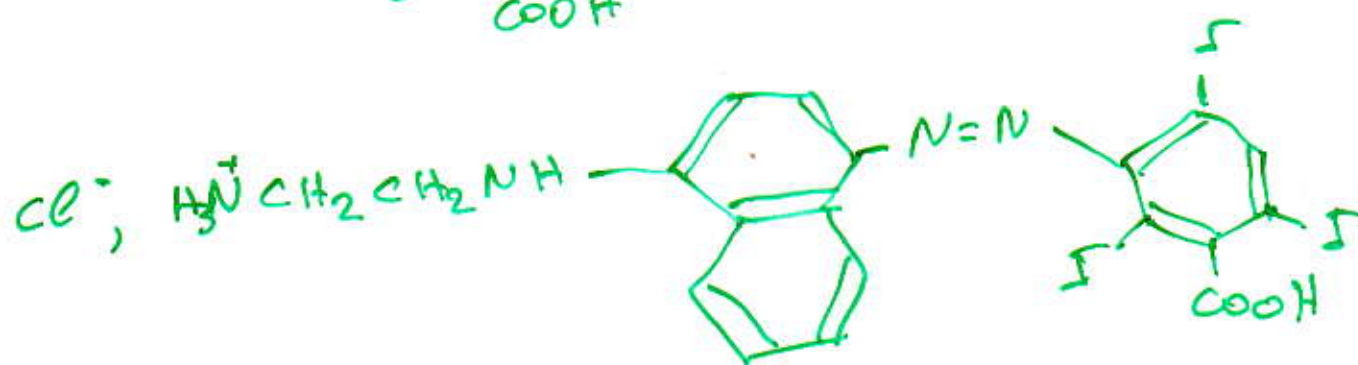
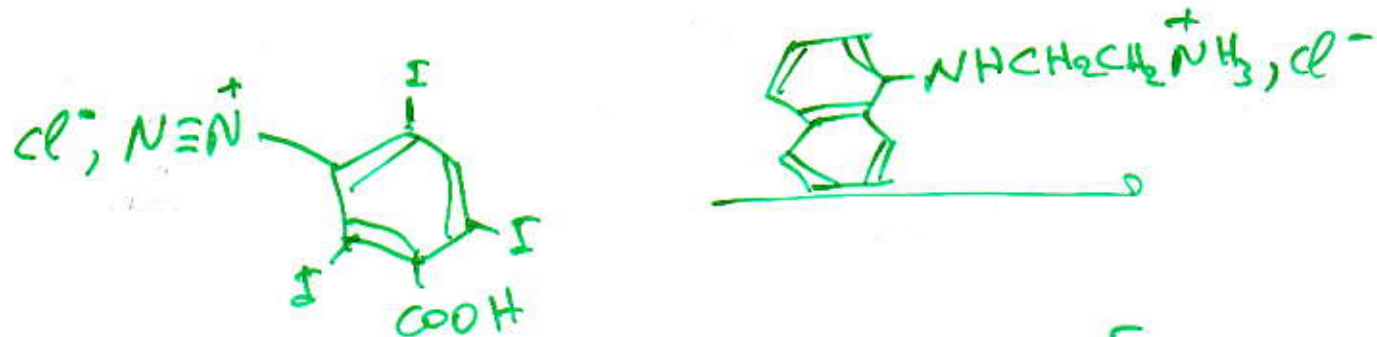
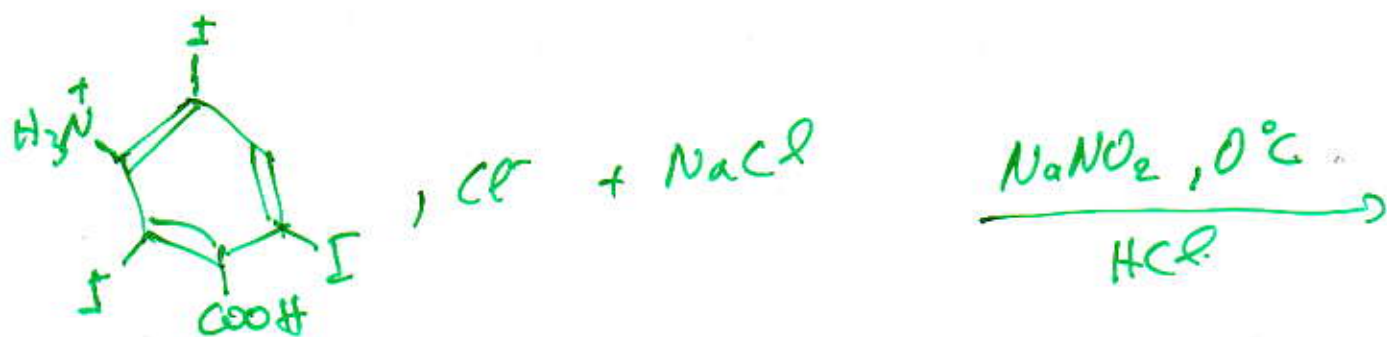
α) Τοπικά αναισθητικά : εστέρες π-αμινοβενζοϊκού οξέως (Βενζοκαΐνη, Προκαΐνη).

β) Αντιηλεκτροβιακά συσφουακίδια.

Ακυλωμένα καρβαμικά αμίνια (σφοδα αμιδίου)

Οξίνι ή αλκαλική υδρολύση

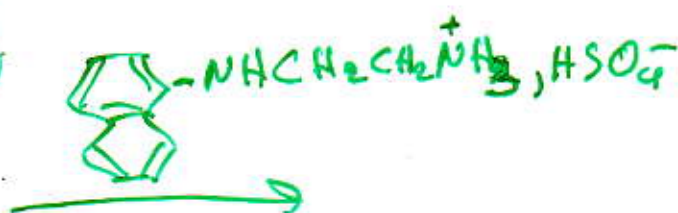
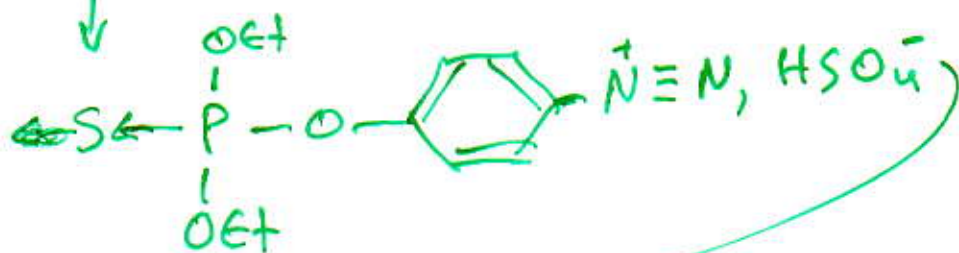
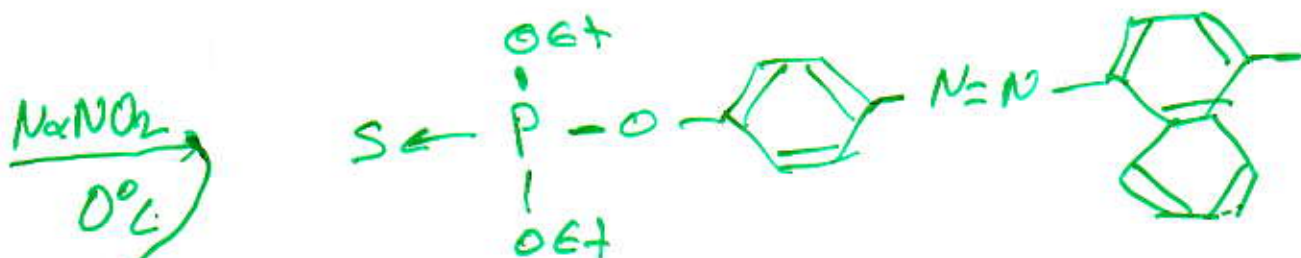
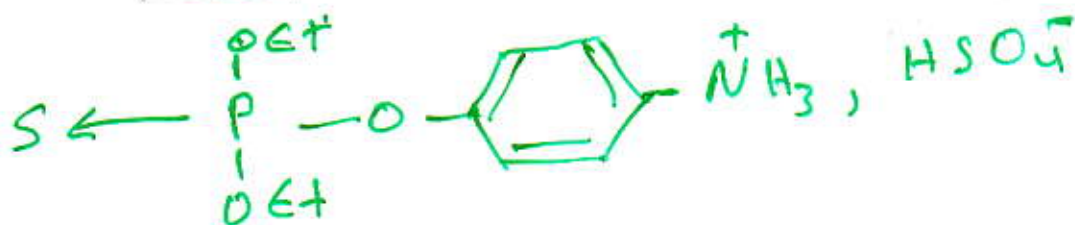
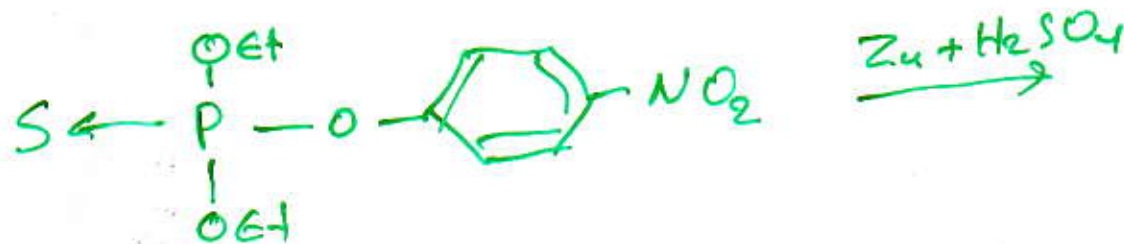




Αρωματικές νιτροπαραγώγους ανάδουρα/  
ακούη ψευδαπώρευ  
 α' γει's αρωματικές αμίνες

Π.χ. Αντιπαραρριζική γεωφάρμακα.

O-(η-νιτροφαινόλο)-O,O-διαεθυλο-O-θειώφω  
 σφορκού οξείω (Παραθυό)



## ΑΝΤΙΔΡΑΣΕΙΣ ΜΕΤΑΤΡΟΠΗΣ ΣΕ ΠΡΟΪΟΝ ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΟΥ Σ.Τ

- Ισως η πιο αξιόπιστη μέθοδος
- Απομάκρυνση προϊόντος: πύρεξ, αναμεσάλλωση  
ζήρανση, ζήψη Σ.Τ

### α) Αντιδράσεις εστεροποίησης:

Συνδυάζει με αλκοόλη ή φαινόλικο οΗ<sup>+</sup>  $\xrightarrow[\text{ποίηση}]{\text{εστερο-}}$

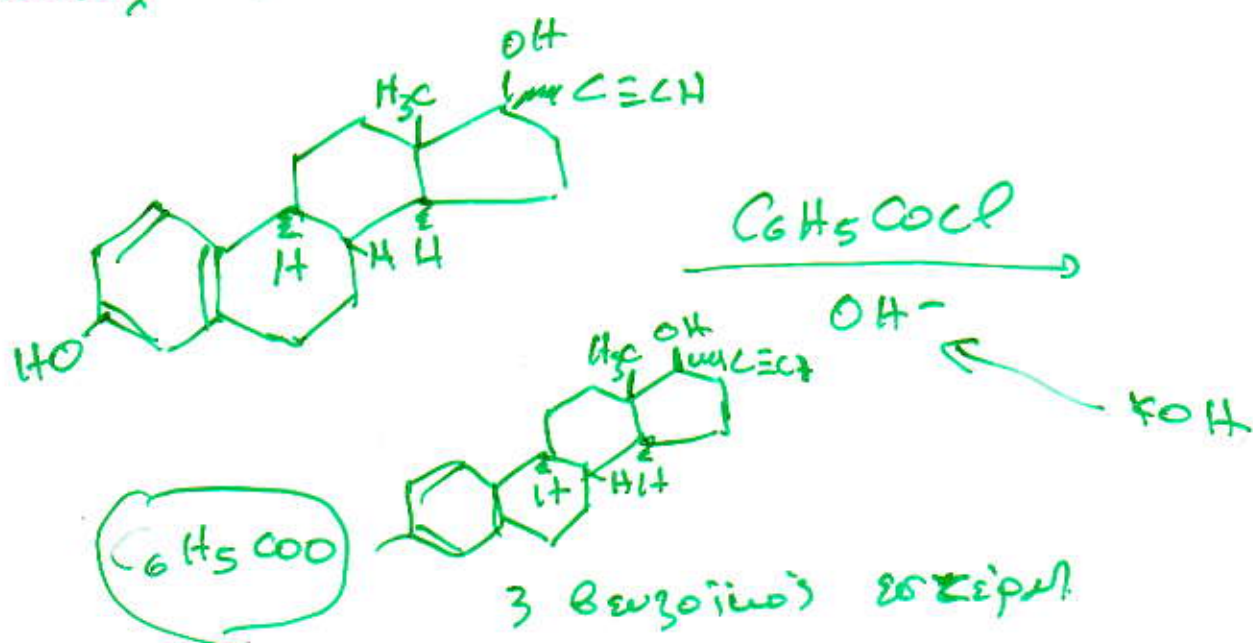
Επίδραση ανυδριζών ή χλωριδίων των οξέων  
σε αλκοόλη ή φαινόλη, παρουσία βάσης (πυριδίνη)  
ως μέσο συμπύκνωσης

Αλκοόλη μικρού Μ.Β με νιτροπαραίτητα του  
βενζόξοχλωριδίου (π. νιτροβενζόλιο ή 3,5  
δινιτροβενζόλιο χλωρίδιο. Η παρουσία  
νιτροοφαιδίων  $\uparrow$  Σ.Τ.

Αλκοόλη μορφοστέρο Μ.Β. σχηματίζουν  
οξικούς εστέρες με αλκυφαιρικά οξέα ή αληθ  
αρωματικά οξέα.

Οξικός ανδρόστεν, με υποαξεσμημένο  
βενζοϊόχλωριδο.

Αιθουλοιστεροειδή



3 βενζοϊκός εστέρας  
ανακρυστάλλωση σε κρύσταλλους.

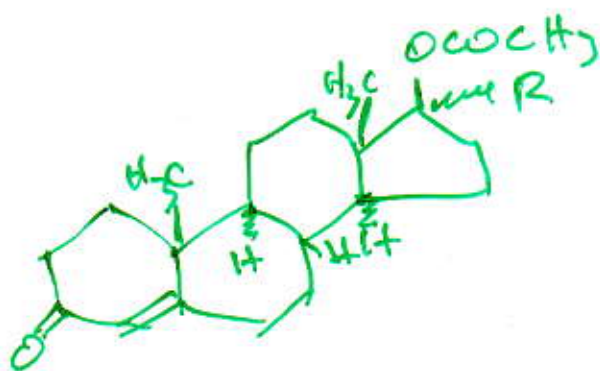
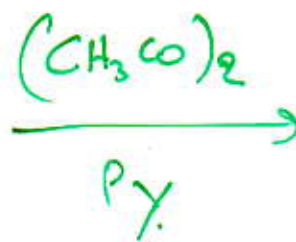
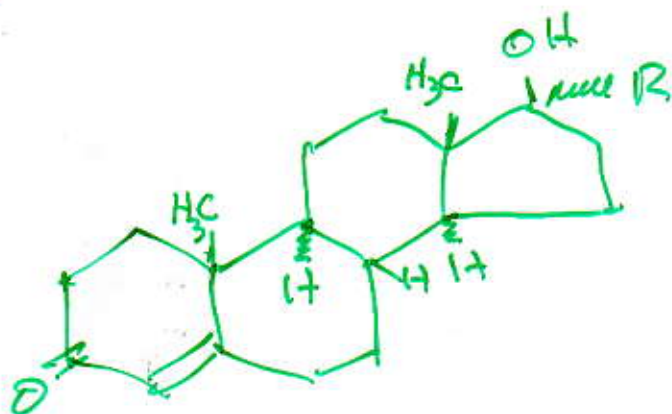
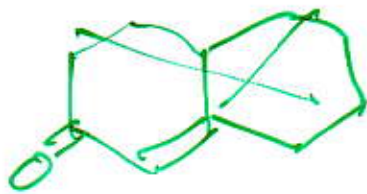
Τεστωστερόνη, μέθυλο τεστωστερόνη

οξικός ανδρόστεν και πυριδίνη

→ 17-οξικός εστέρας

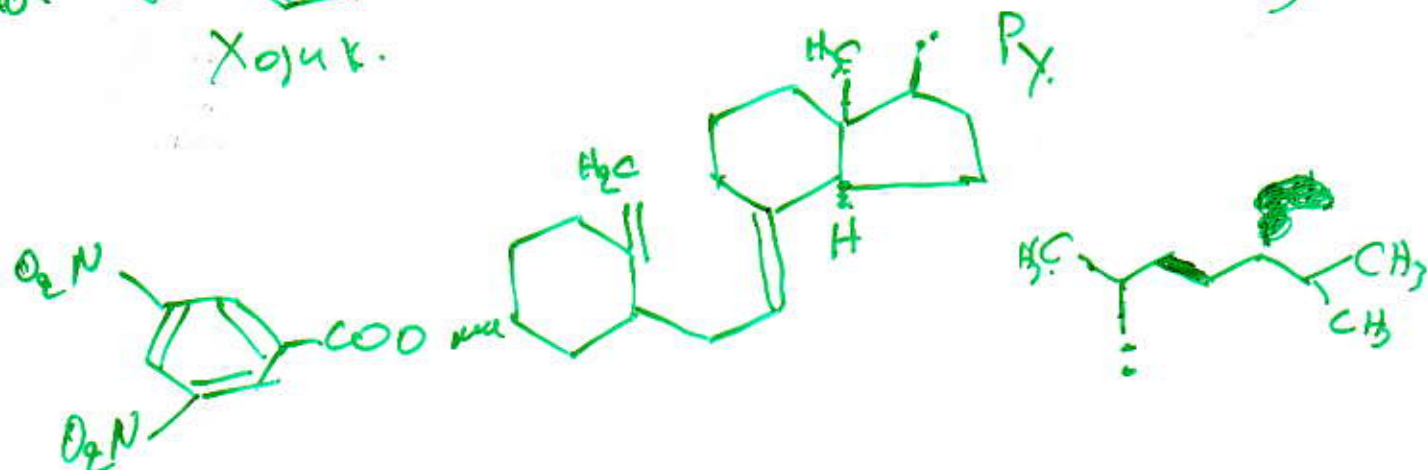
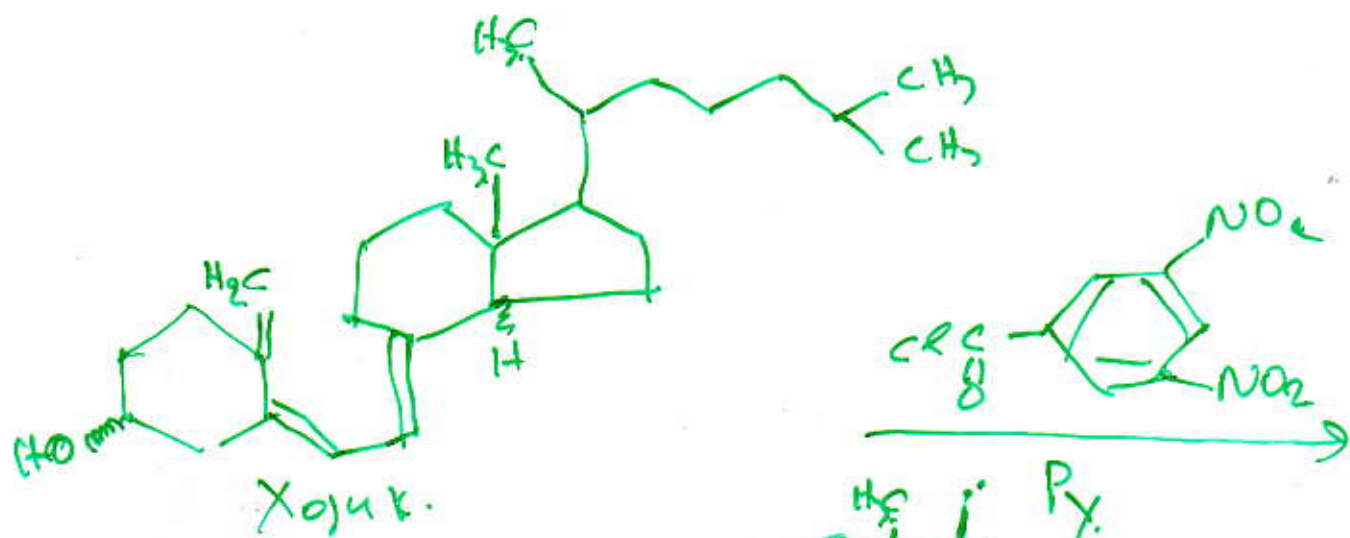
ανακρυστάλλωση με αιθέρα

→ χαρακτηριστικό Σ.Τ

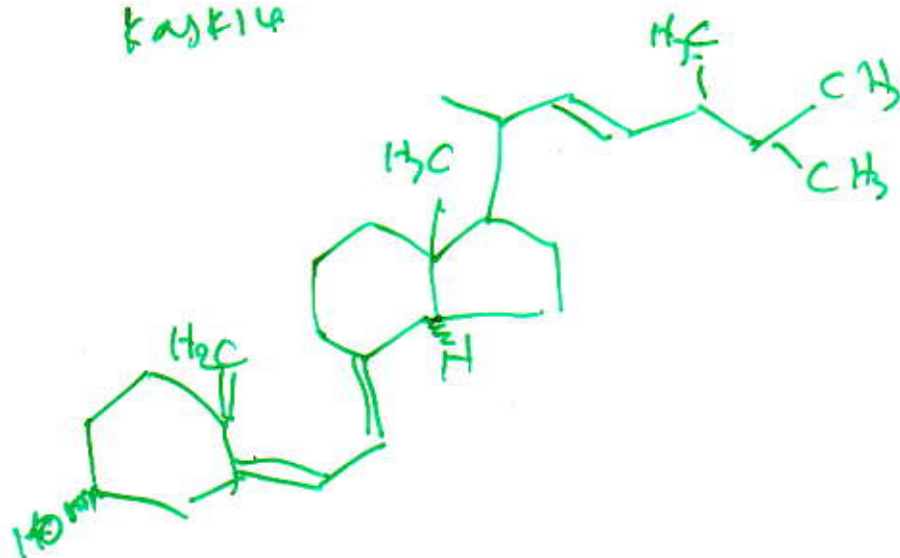


Χοληχάληφάρμα και καρκιφάρμα  
 εσέρ. με 3,5 διυδροβενζοϊόχηρικό  
 παρουσία πυριδίνης → εσέρ

διακρυστάλλωση με αιθέρα. → Χ.Σ.Τ



kasika

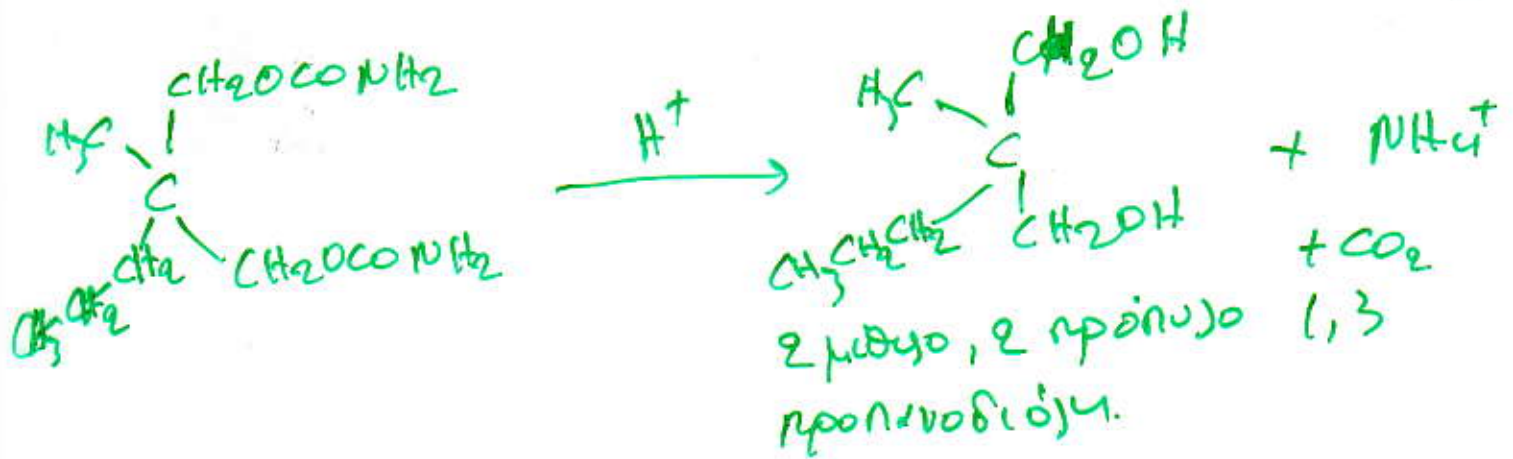


## Μεπρωβαμίδη

καταργασία με  $O_3$ . αναστρέφει με  $H_2SO_4$

υδρόλυση → κατόντι αυξήσεων →

1,3 διοξικό εστέρας → Χ.Σ.Τ (έκλυση με  $H_2O$  και ζύρανση).



## Στηνωποίνηση εστέρων

Εστέρες προσκλιμα αμφοτών ή φαυλοτών  
αμφοτον. → προϊόν ΧΣΤ μετά από  
ανακρυστάλλωση.

π.χ Βουζοϊκή οιστραδιόλη

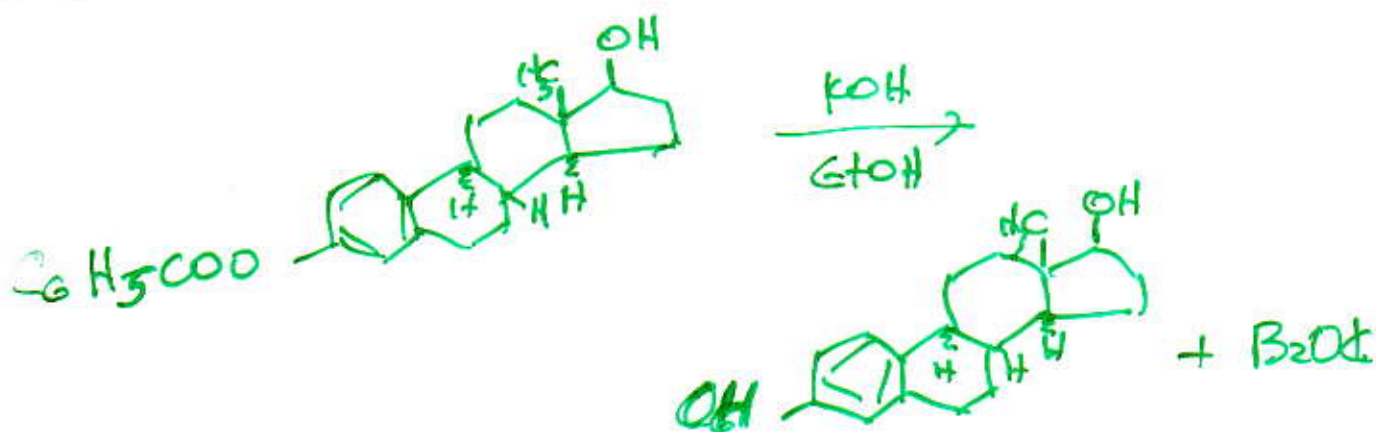
+ αιθανοϊκό δ/μα  $\text{KOH} \rightarrow$  οξύλιον με  $\text{HCl}$

εξχύλιον με αιθέρα. Τα αιθέρα ευχυσιοποιάζει

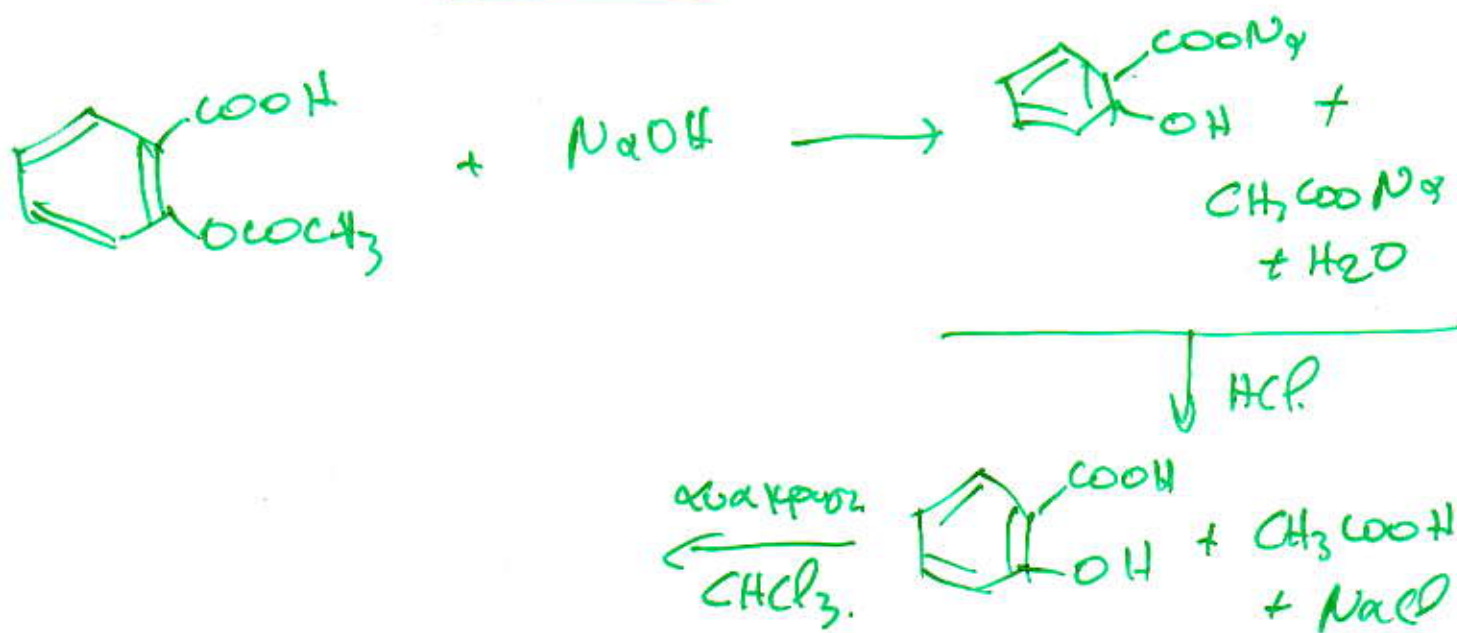
Πιένονται με δ/μα οξίνων ανθρακικού  $\text{Na}$ .

$\rightarrow$  απομάκρυνση βουζοϊκού οξέως  $\rightarrow$  εξάχλιον

αιθέρα ευχυσιοποιήσουν  $\rightarrow$  οιστραδιόλη



$\xrightarrow{\text{NaHCO}_3}$  εξάχλιον αιθ. ευχυσί



N-αυτοξώδευ αμινιικά παραγώγων

π.χ α-γεί ή β-γεί αμίνες  $\xrightarrow{\text{αυτοξώδευ}}$   
αμιδία χαρακ. δ.τ.

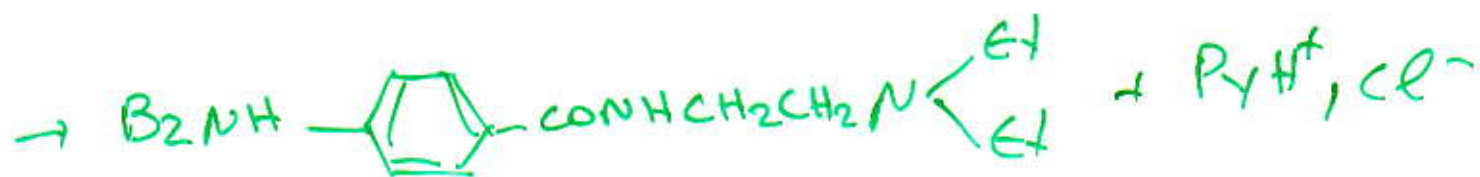
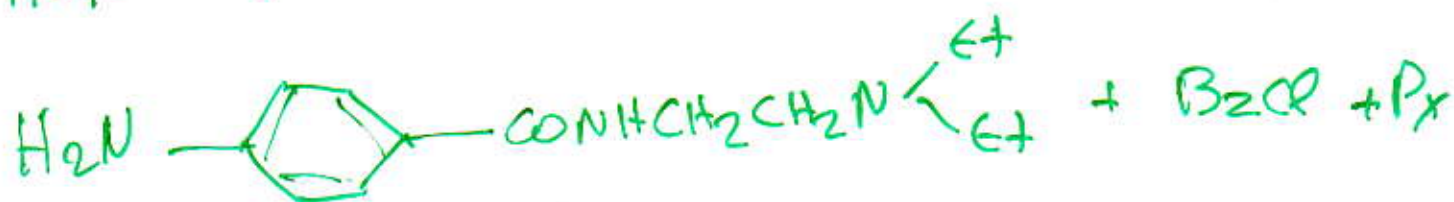
π.χ Υδροχλωρική Προκαϊνатиδία + KOH

→ εξωθερμώνεται η βάση, εκχύσιον  $\text{HCl}$   $\text{CHCl}_3$

Εξάτμισιον του δ/του, υπολείπεται δ/ται σε

λυρίδιον και βενζοϋχώνεται. Το N-βενζοϊκό  
παραγώγον μετὰ από αναμρ. από  $\text{EtOH}$

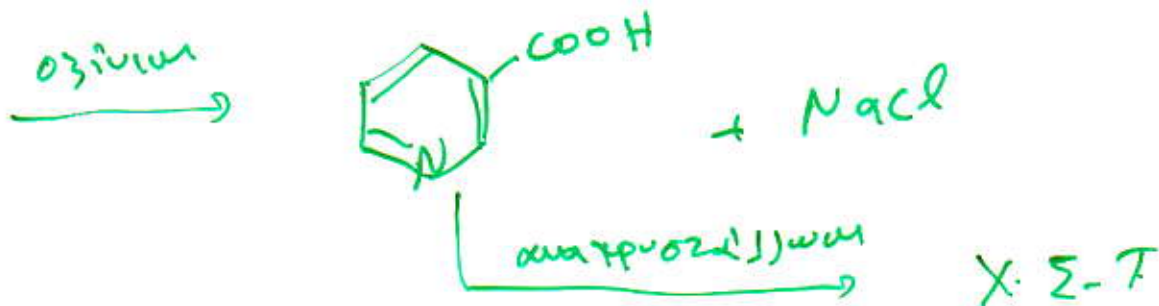
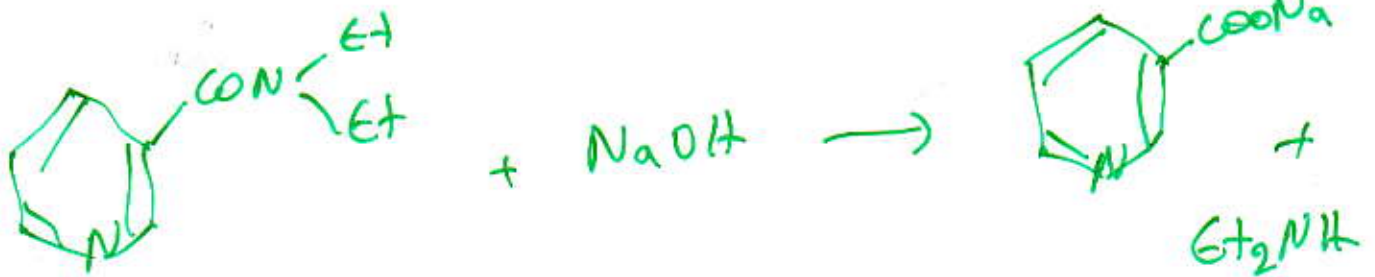
Παρουσίαση Σ.Τ. 186.



Υδρόλυση αμιδίων και ιμιδίων

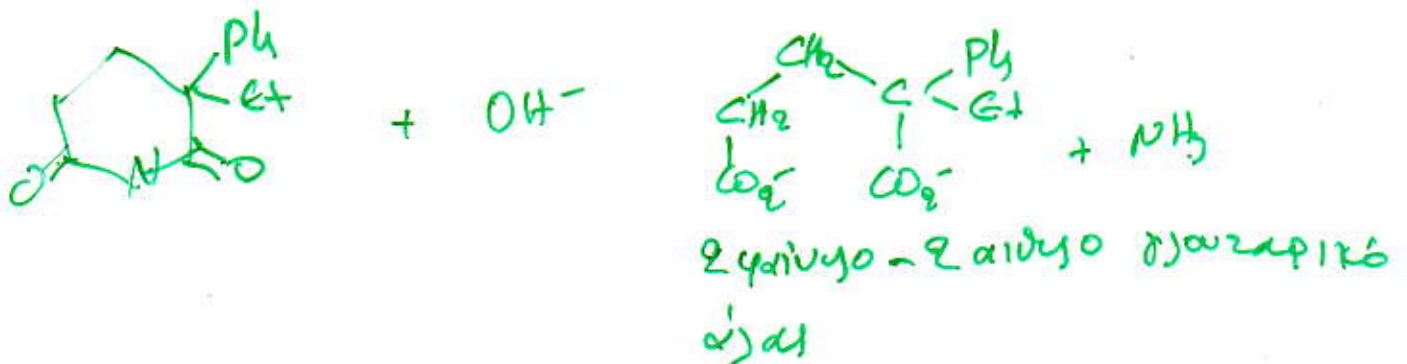
Οξίνιση ή αλκαλίνη υδρόλυση αμιδίων  $\rightarrow$   
αμίνες + αντιστοιχεί οξύ

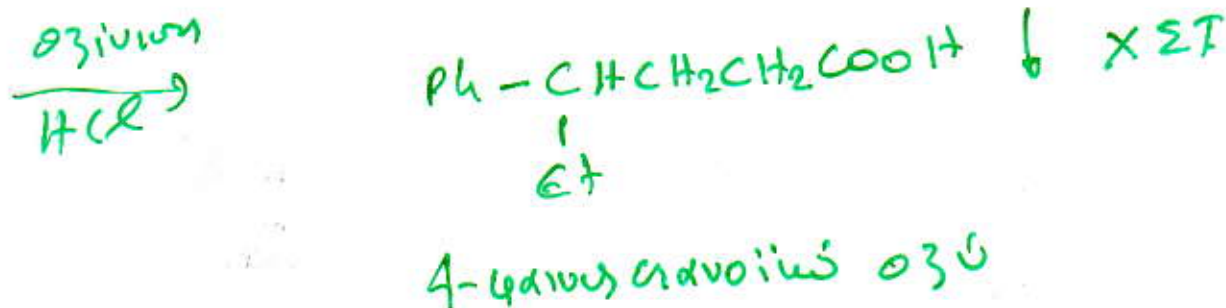
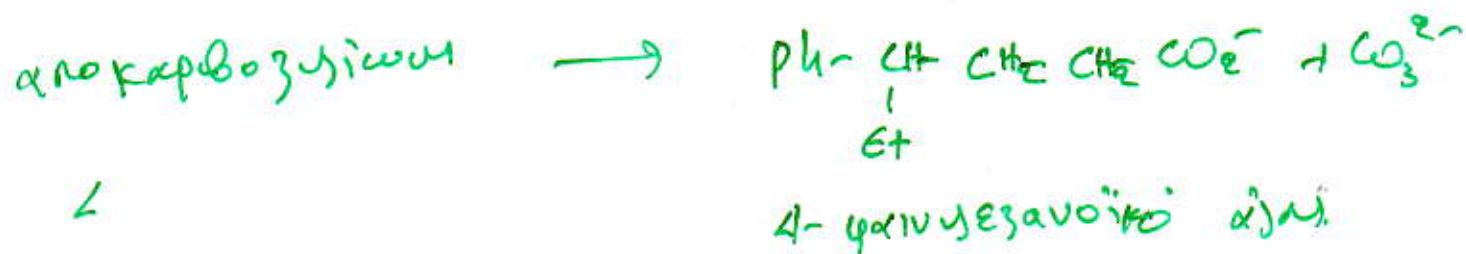
Π-Υ Νικαιταμίδης  $\xrightarrow[\text{NaOH}]{\text{οξινωτικό}}$



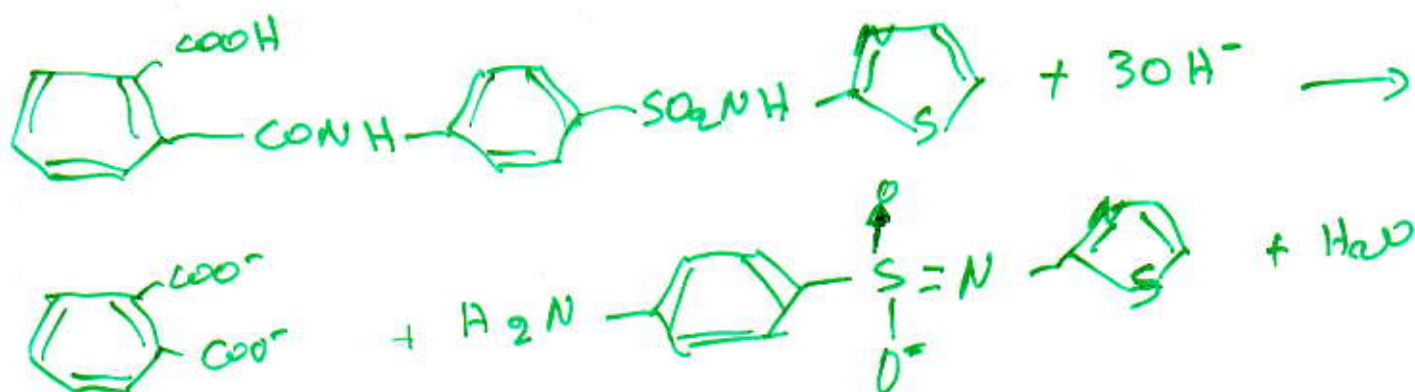
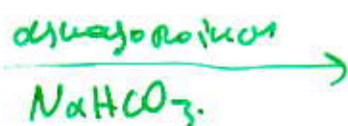
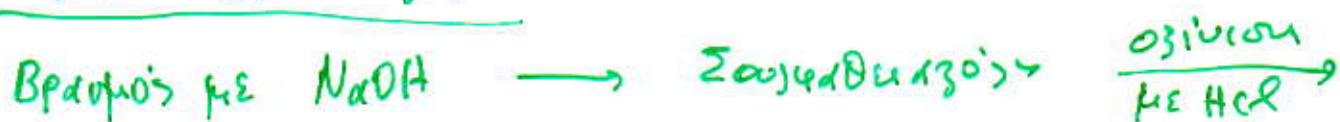
Γλουταμίδης βραφών με δ/ηα NaOH

$\rightarrow$  υδρόλυση  $\rightarrow$



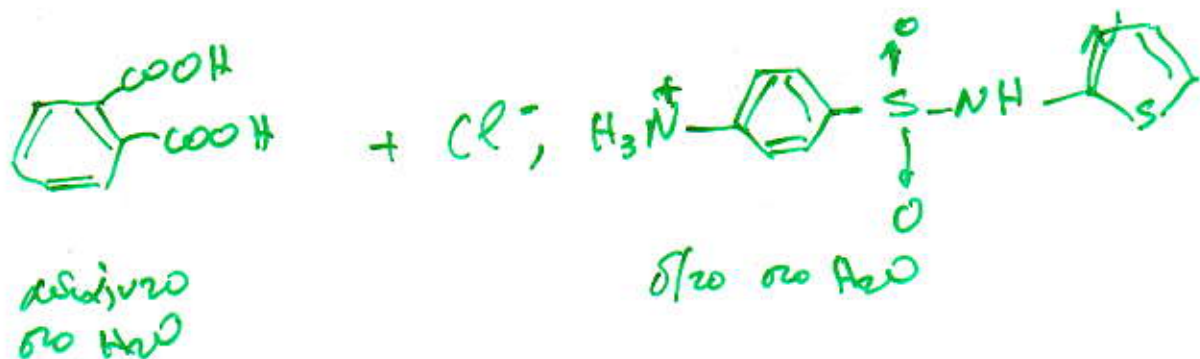


### Φαρυγγοσουλφαθιαζόλη

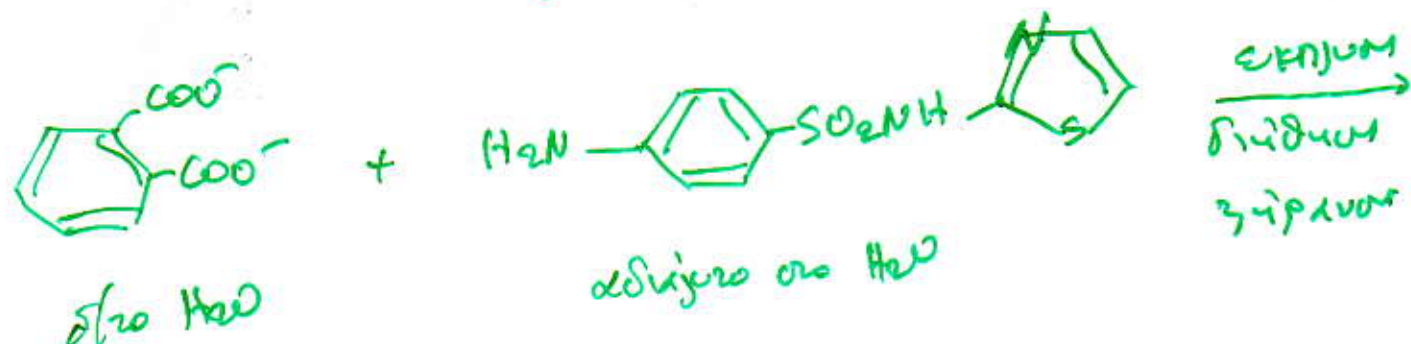


Διόξυλο στο  $\text{H}_2\text{O}$





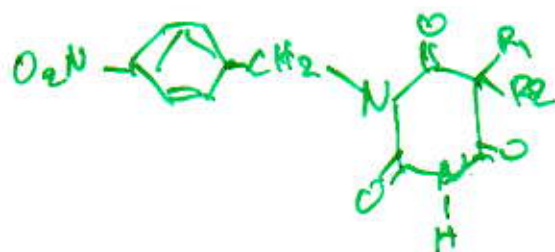
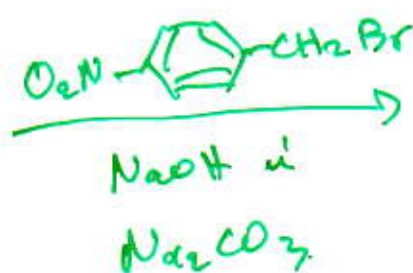
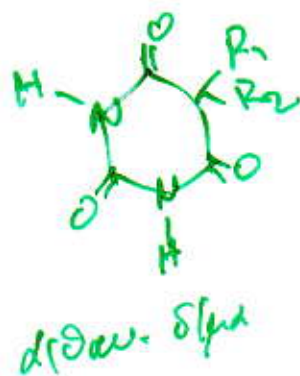
↓  $\text{NaHCO}_3$



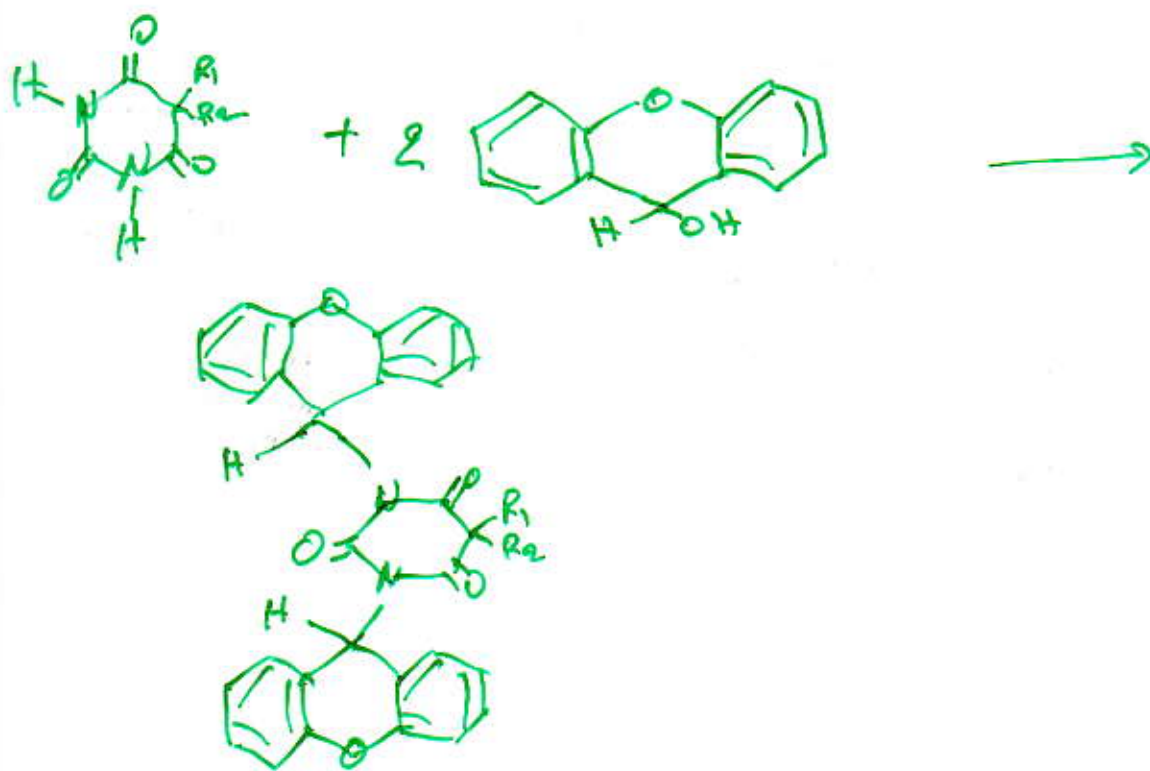
N-αμυνωτές βαρβιτουρικούς παράγωγων

Βαρβ + αμυνωτικό οξείδιο σε αμεταλλικό περιβάλλον

→ 3-υποκαρβοξυλικά παράγωγα



## Συμπύκνωση με 2 αλδεϋδες σε οξικό οξύ



Κρυσταλλικά παράγωγα καρβονικών ενώσεων.

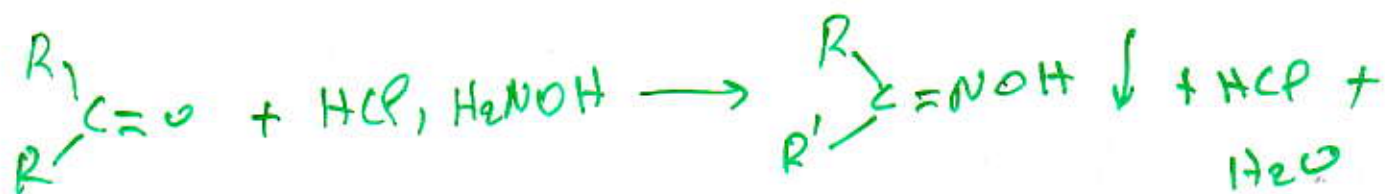
Προστίκη πυρηνόφιλων αλδεϋδών

(υδροξυακίτη - υδραζίνη - θειοθειοκαρβονικό οξύ)

απόσπαση H<sub>2</sub>O → κρυστα. παράγωγα. (οξική, υδραζόνια, θειοθειοκαρβονικά.)

π.χ

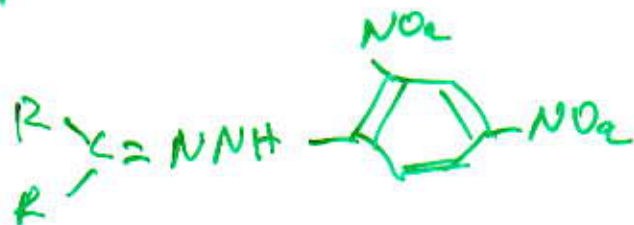
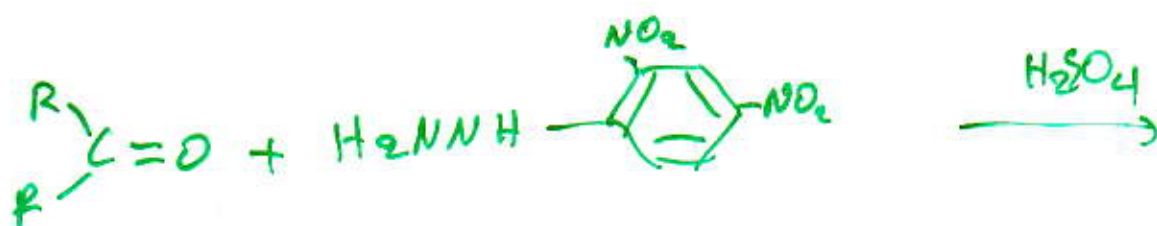
Καρβον. Ένωσι + υδροχλ. υδροξυακίτη → οξική



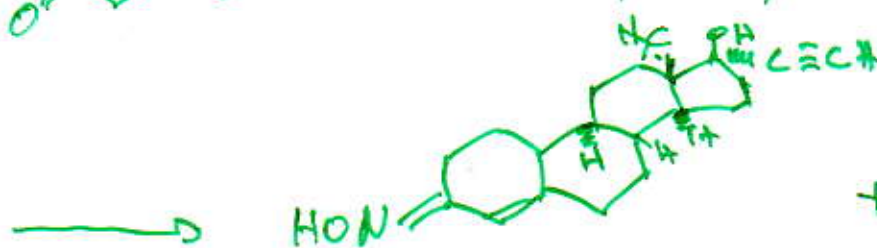
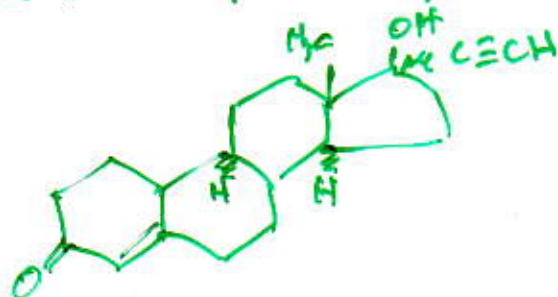
ii

2,4 δινιτρο φαιλυυδραζίνι, παρουσία  $H_2O \longrightarrow$

εξοχρ. κρυσταλ. φαιλυυδραζίνι



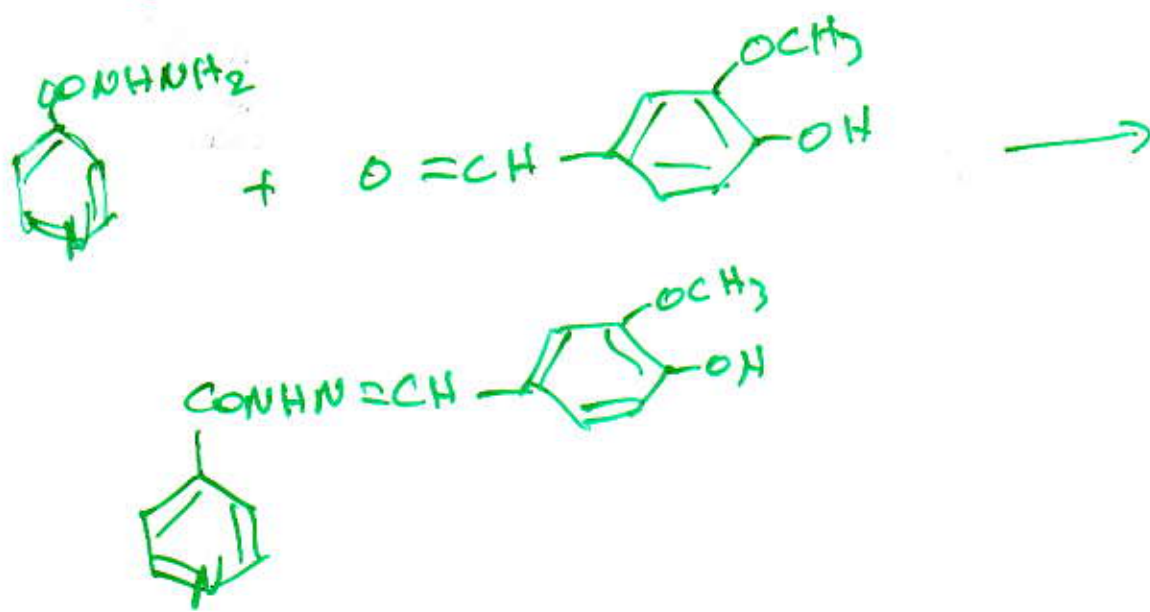
π.χ. Νοραδιουστερόνη



Ενώσεις που περιέχουν (υδραζινική ομάδα.)

π.χ. Ισονιαζιδίο με υδραζίδιο και νερό  $\rightarrow$   
υδραζόνη.

Ισονιαζιδίο με δ/μυ βαλυσίνης



# Αντιδράσεις οξυδωδισκοί παραγώγων κρυσταλλικών zw καρβοϋλικών ενώσεων

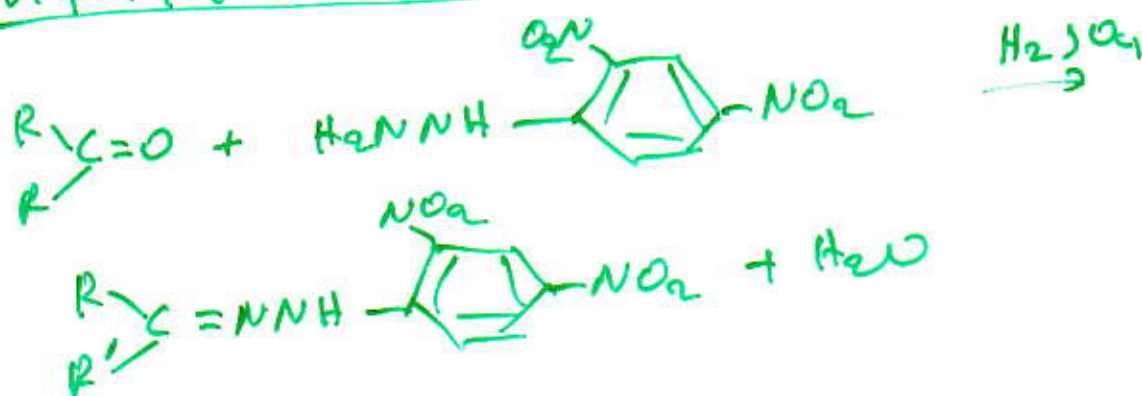
(8)

καρβου. ενώσεις — προστίθεν πυρηνόφιλα αντιδραστήρια  
(υδροχλωρίδιο, υδραζίνη) → κρυσταλλικά παράγωγα  
(οζίτη, υδραζόνες.)

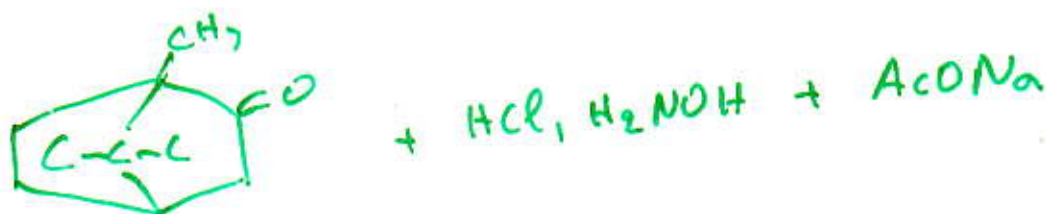
## υδροχλωρική υδροχλωρίνη



## νιτροπαραγωγα γαιουυδραζίνης



π.χ. καφορά στο καφερούχο οινόπνευμα



Εξήγηση

όλου σε βενζόνη

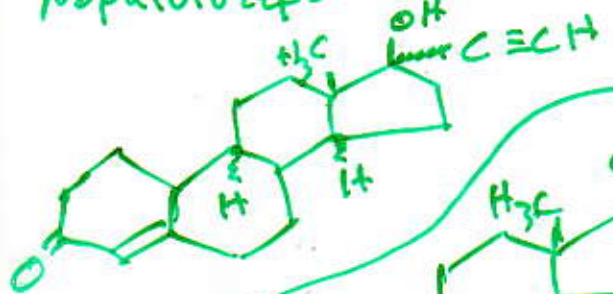
υδροχλ. υδροχλωρίνη + AcONa

βασικός ή μέτριο περιεχόμενο για ερώτα

ρήν και άραιων με Ηαω →  
καρμποξίτη

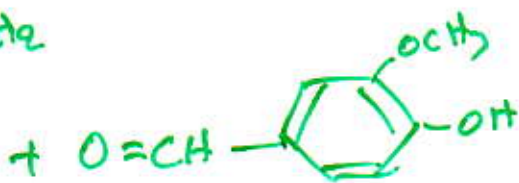
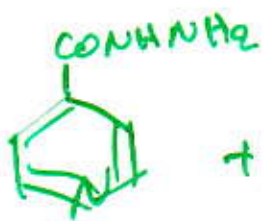
3

Νορκεδιστερόν

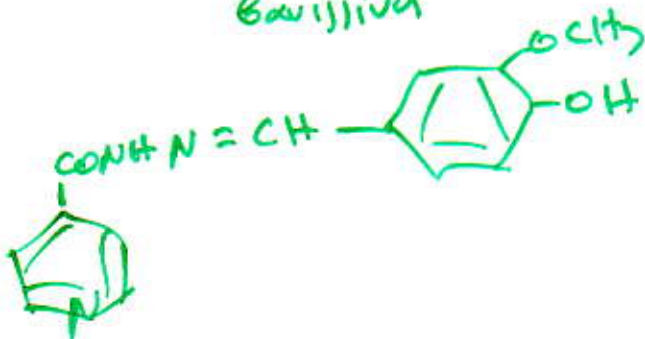


ένωση που αντιδρά με το καρβονύλιο (π.χ. υδραζινική) ομάδα

π.χ. Ισοουκζίδιο με αλδ. και υερίνο → υδραζίνη



Βανιλίνη

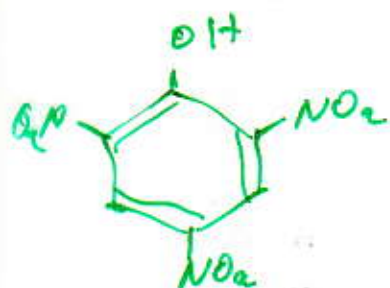


Αυξιδρωτικό δαύτημα οξείων

(10)

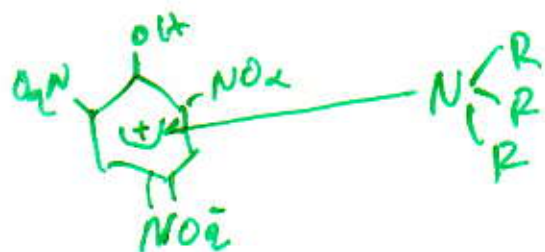
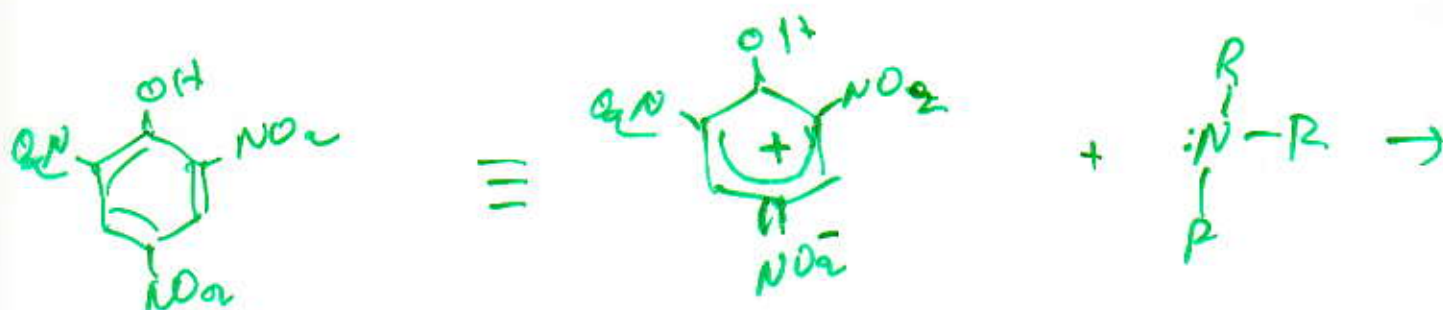
πικρικό οξύ

πικρικό οξύ (2, 4, 6 τρινοτριτοξύ)  
οξυ κενά Lewis



$\text{NO}_2$ : χαρκτηριστική υπεργονιότητα  
 $\text{OH}$ : υπεργονιότητα

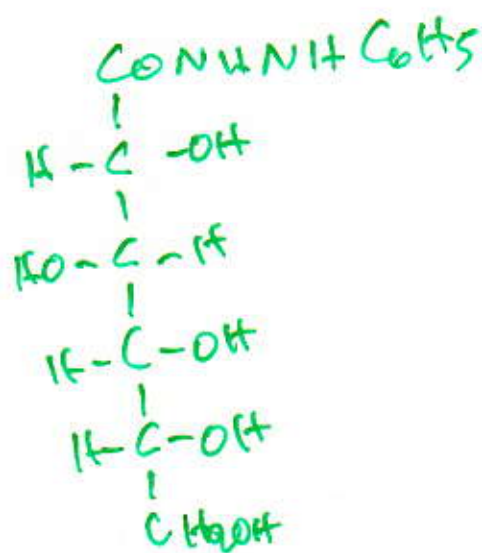
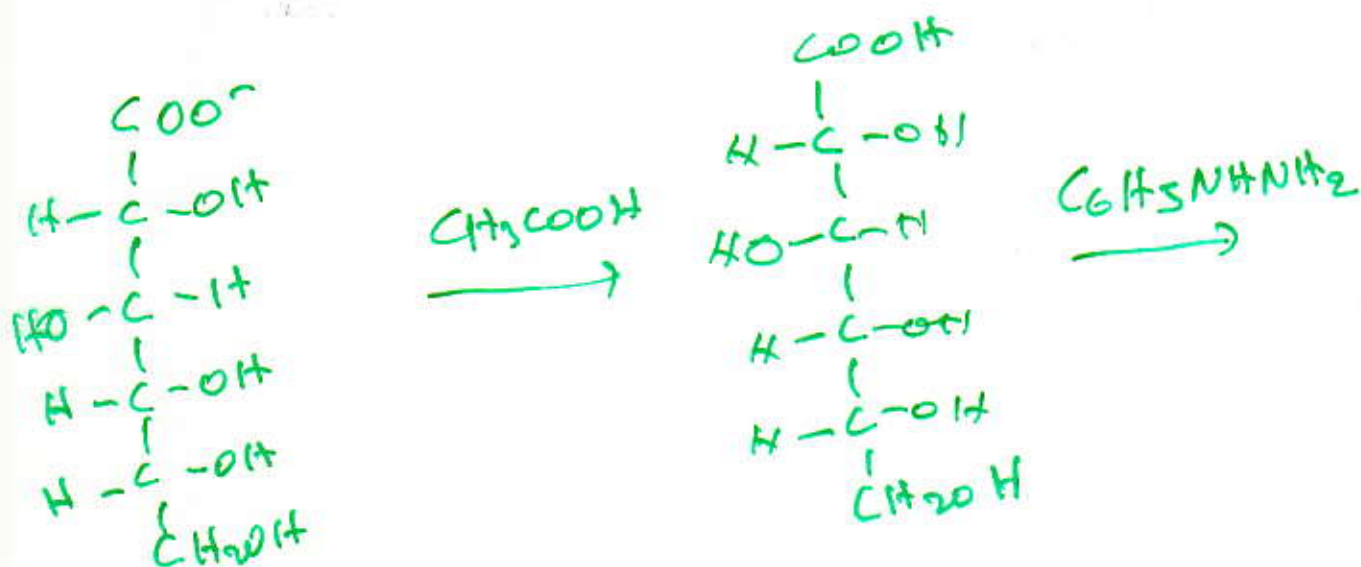
το πικρικό οξύ δέχεται έντονη υπεργονιότητα  
και άρα οργάνωση  $\rightarrow$  π-σύνθεση

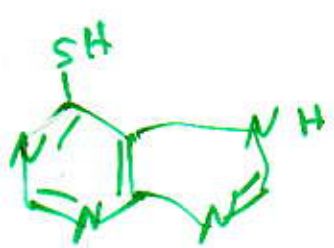


Γλυκουκικό άξον

το γλυκουκικό οξύ οξείδωσις δρωδιδρω  
καταυγυοπαζιδω

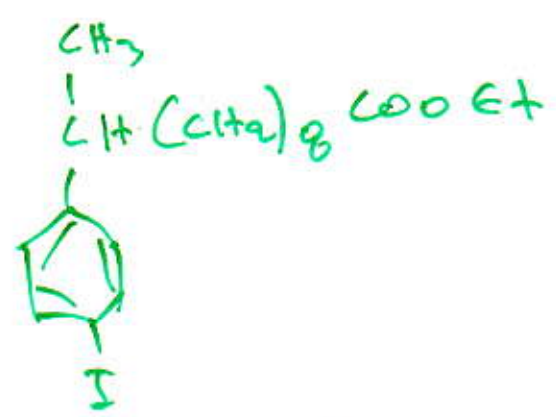
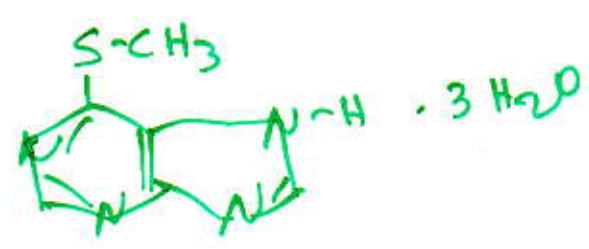
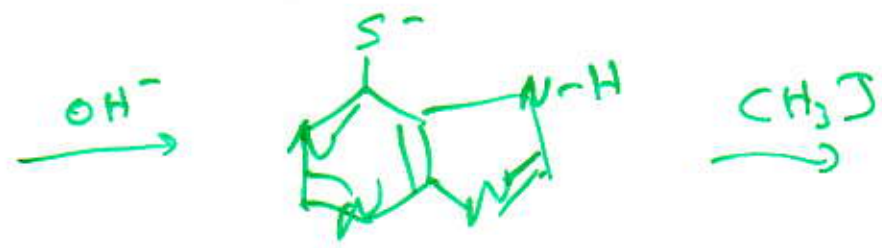
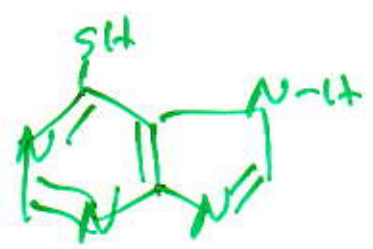
Γλυκονικό άξον  $\xrightarrow{\text{οξιδωσις}}$  γλυκου. οξύ  
δρωδιδρω με καταυγυοπαζιδω



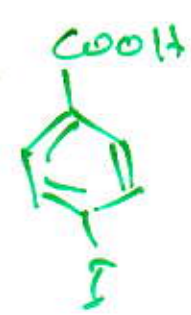
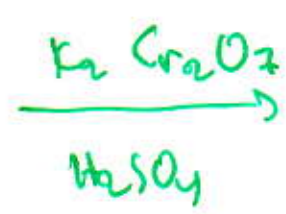


μερκαπτονοπρίνη  $\xrightarrow{\text{NaOH}}$  προϊόν  $\text{CH}_3\text{S}$  (2-ώρη)  $\rightarrow$

φύση - οξύτητα  $\text{CH}_3\text{COOH}$  (pH = 5) προϊόν, οί  
 προϊόν με S-μεθυλομερκαπτονοπρίνη



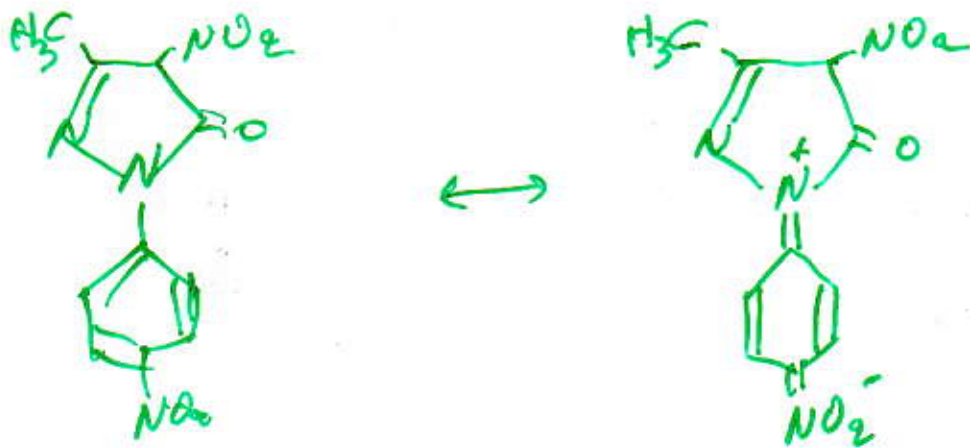
ισωχλωροδίαση



π-ισωβενζοϊκό  
 οξύ

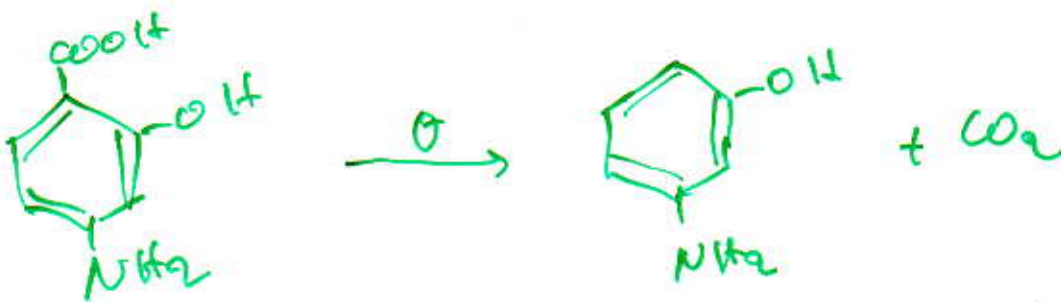
Πικροδυσινικό οξύ [(3-μεθυλο-4-νιτρο-1-(π-νιτροφαινόξυ)-2-πυραζολίν-5-ονη)]

όταν η κρυσταλλική πικρική οξεία είναι δύσκολη



π.χ. υδροκυρική μεθανόλη

π. αφινοςυλικού οξύ : αποκαρβοξυσίωση σε  
μ-αφινοςυλικό (εξάχνωση)



↓  
θερμαίνεται σε χαμητό, αποκαρβοξυσίωση  
έξυσι CO<sub>2</sub>, κάλυψη με νερό υδροξυλίου → λευκό  
εξάχνωση μ-αφινοςυλικό

# ΕΛΕΓΧΟΣ ΕΛΑΘΑΡΟΤΗΤΑΣ

Προέταση προσκρίσεων:  $\left\{ \begin{array}{l} \text{σύνδεση} \\ \text{παραγωγή} \\ \text{απομάκρυνση} \end{array} \right.$

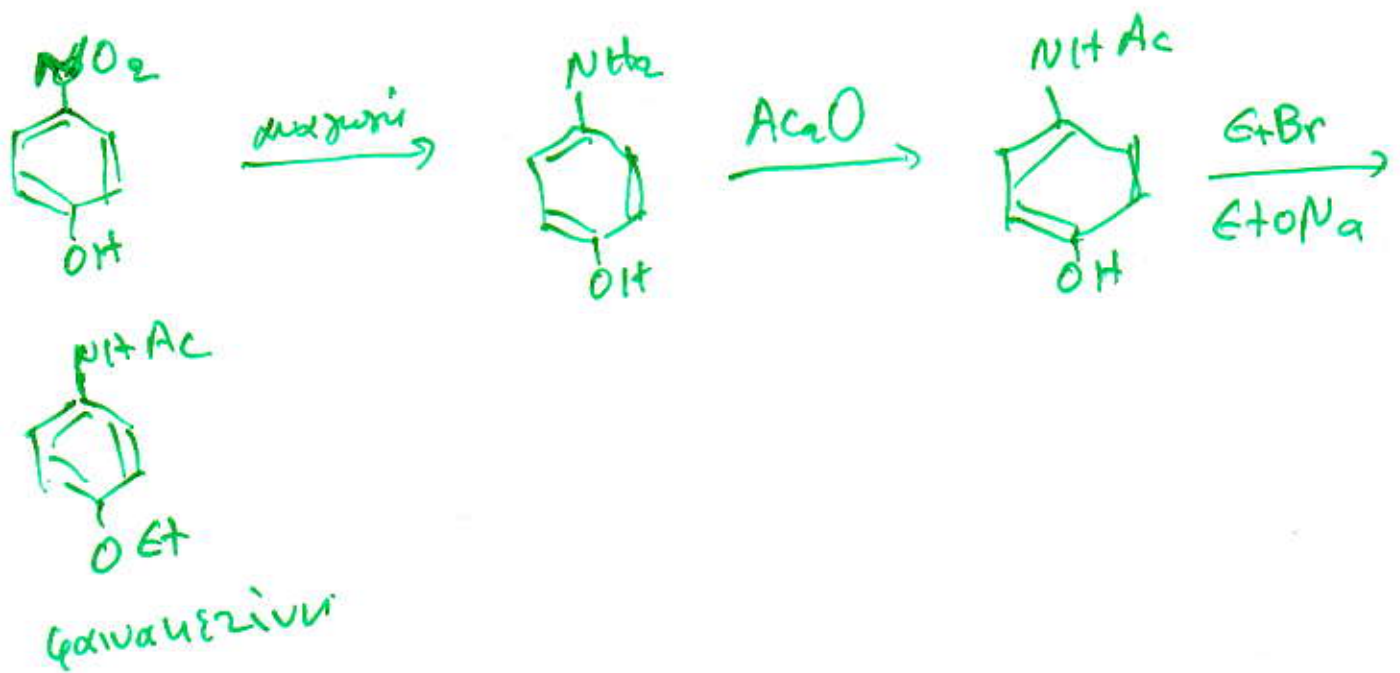
1) Προκρίσεις από τη σύνδεση: αντιστραβίριδα, πρωταί υγι, αλυσή καθαρισμού ζεύγος προϊόντων.

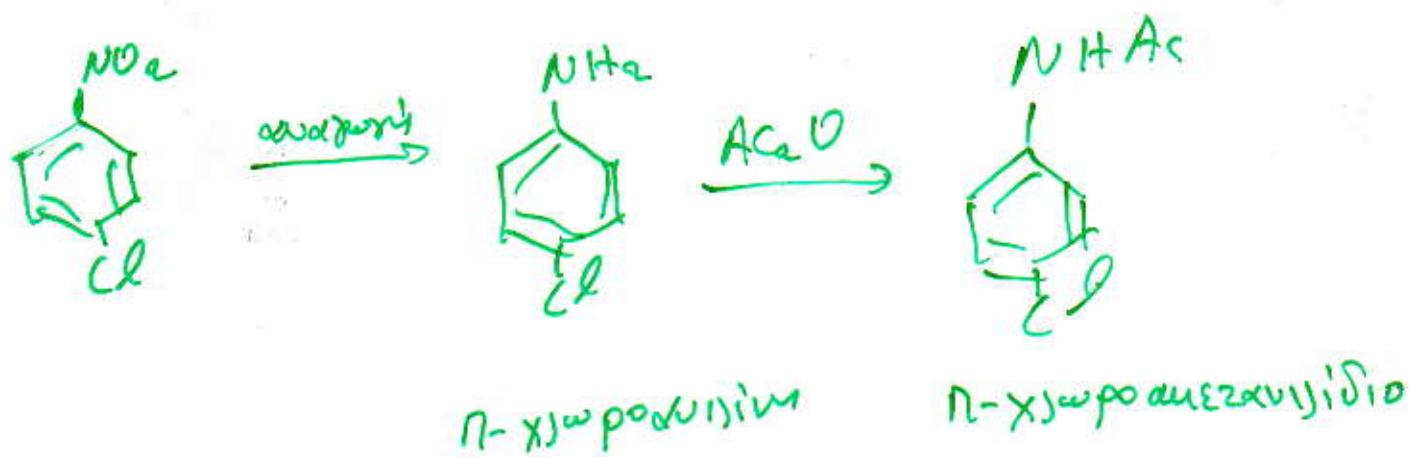
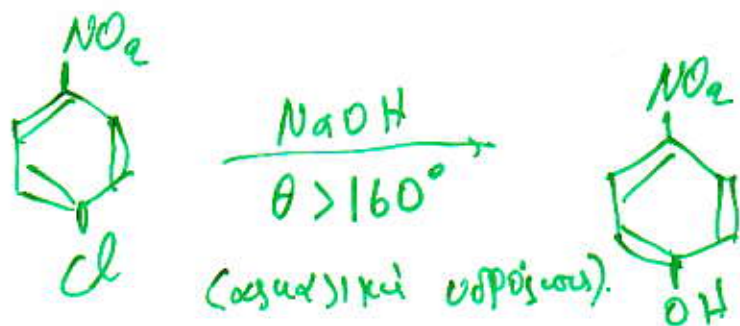
π.χ. θυμικό οξύ  $\rightarrow$  βαρέα μέταλλα

Pb (μέθοδος μοχθιδίου θειάκω)

As (πάρουσι προνομιρία σως σιδεροπυρίτι).

Αρα. έλεγχο ανευτών ορίων για βαρέα μέταλλα.



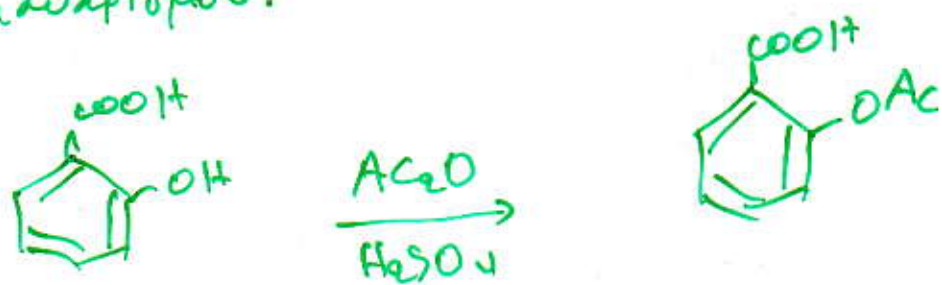


$\text{P}_2\text{S}_5$ : σύνταξη σε φωσφορού και θείου  
 μεζωφονή  $\text{OH}^-$  παράγωγα σε τερματισμοπαράγωγα

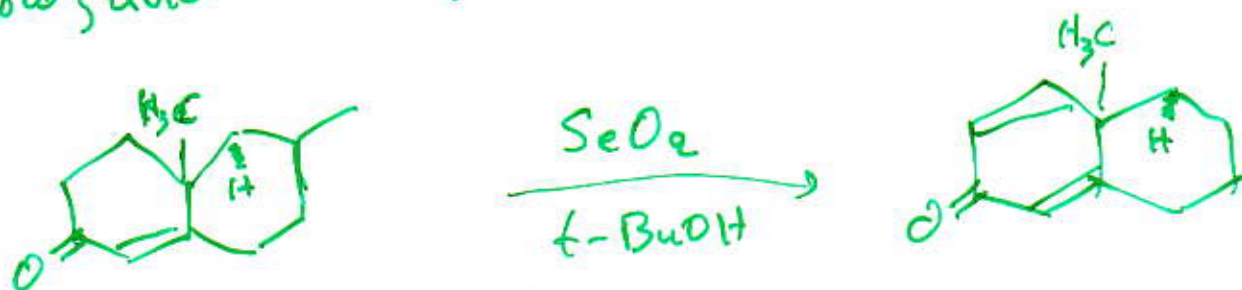


έξοδος με φωσφορού και τερματισμοπαράγωγα

Προσμίξεν στο ζεστό προϊόν. Δόσε αζετούς  
καθαρίσθου.

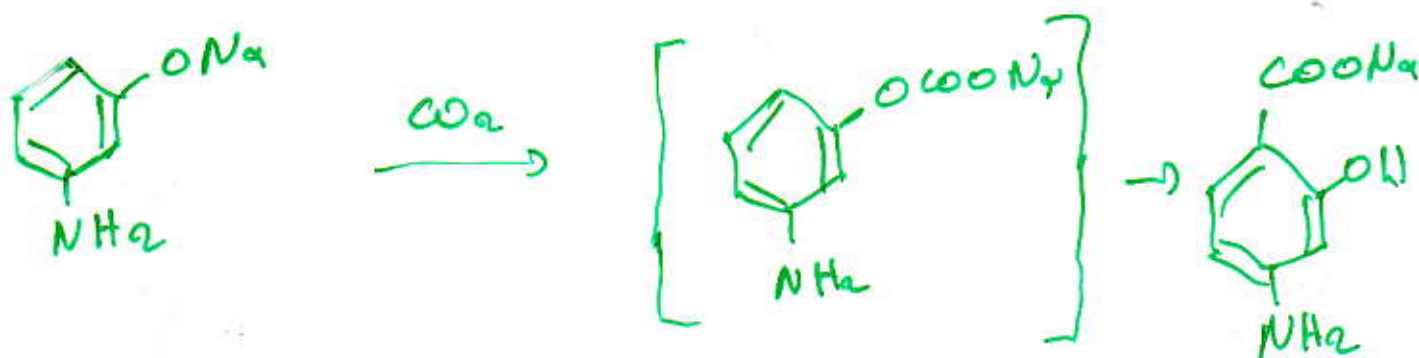


Διπλοοργία διπλού δεσμού στα θέσα 1,2 των  
3 030 4,5 δευδροστεροειδών. : αφυδρογένωση της  
δωζήδα του στενυίου :



Παρουσία μέγαλινου στενυίου

Βιοχημική παρασκευή του PAS Na.



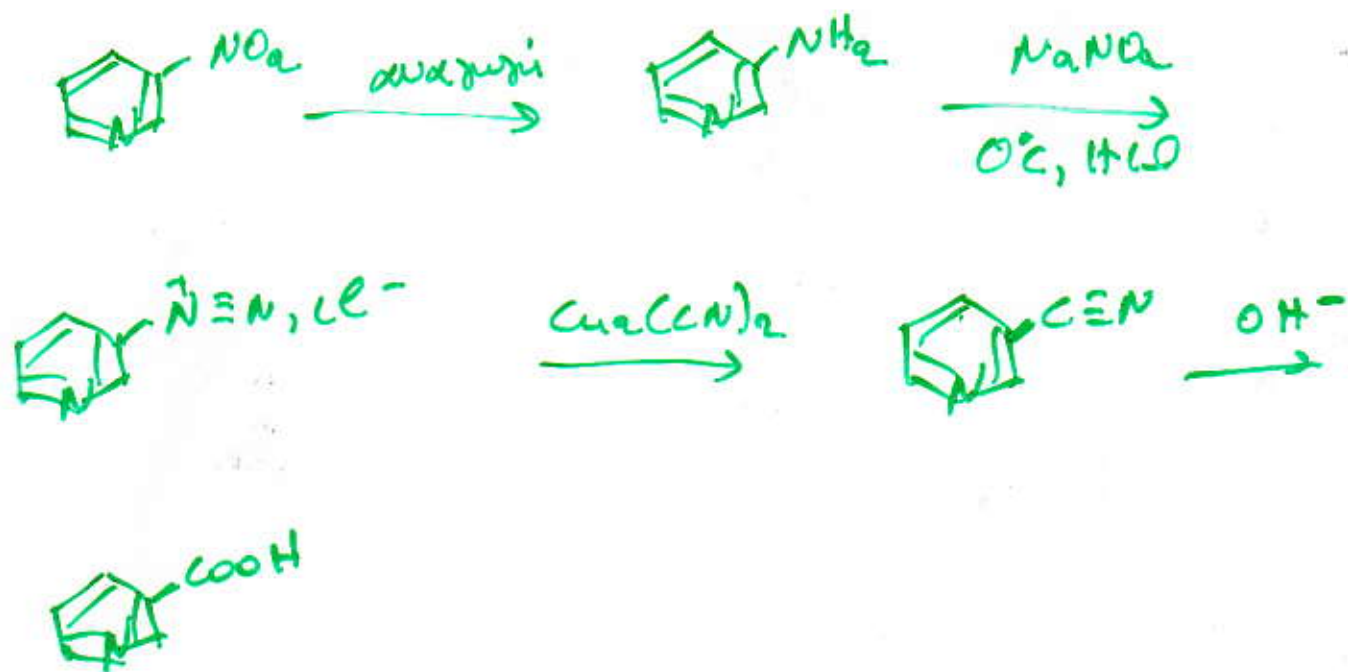
Μετά σε αυτό έχουμε θερμότητα και N άμεσος ως  
μ-αμινοφαινόλη με  $\omega\alpha$ .

Εξέλεγχος για αμινοφαινόλη

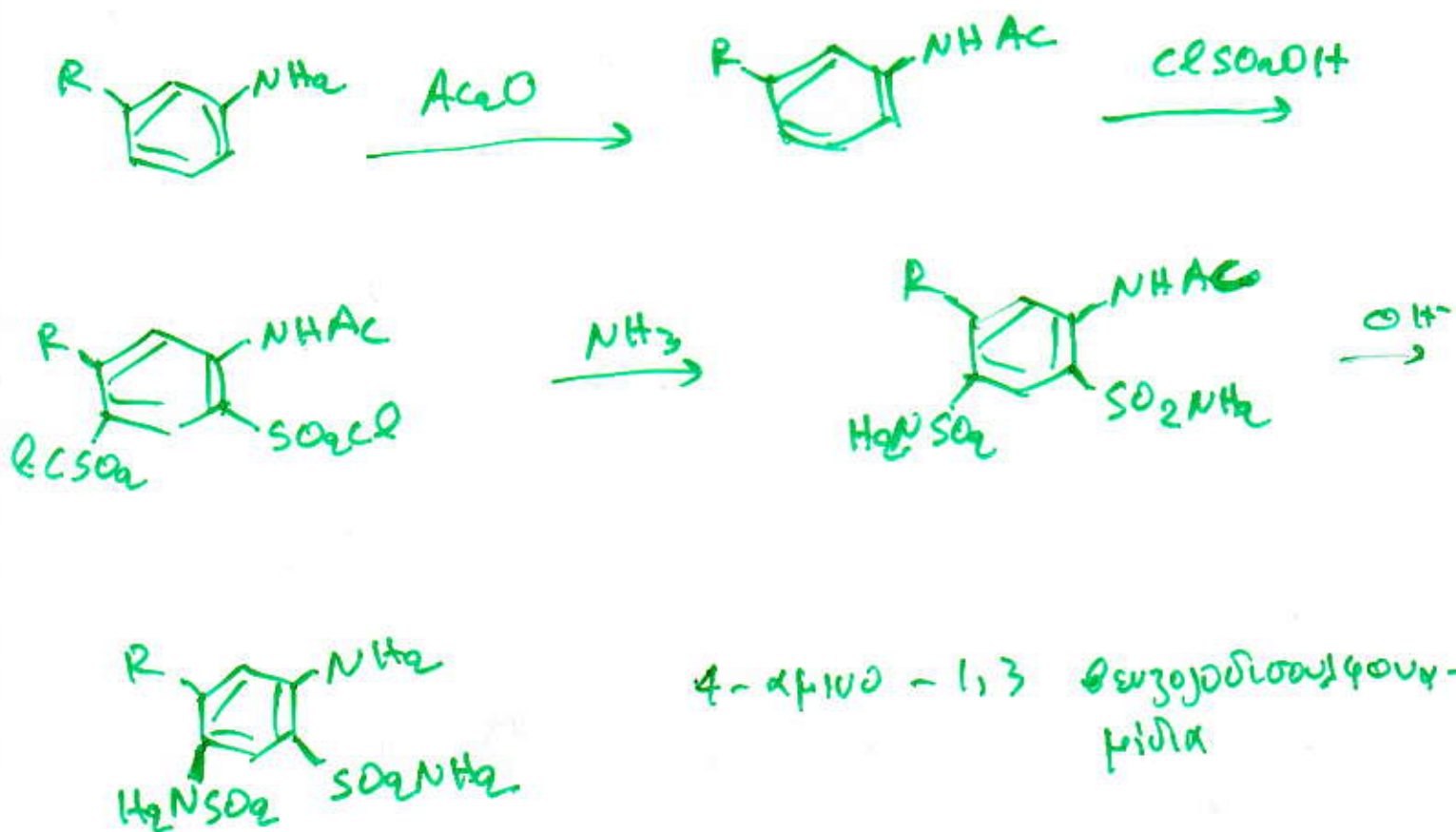
Παρασκευή Νιτροβενζικού οξέως.



Εξέλεγχος νιτροζ. οξέως για νετρονάρκωση  
πρωτίου.



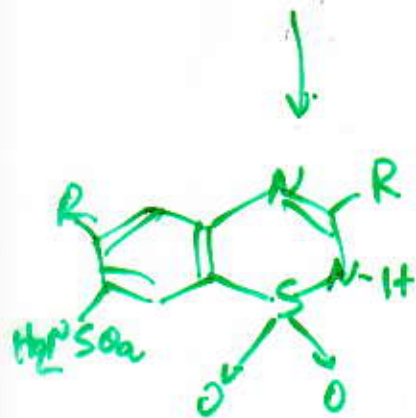
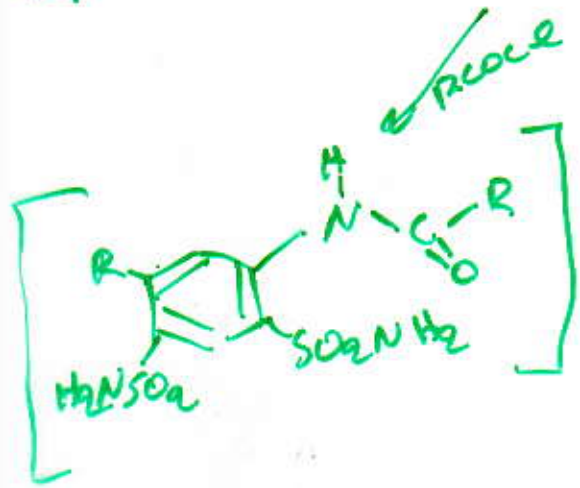
Διουφωρική Ουριδία και Υδροθειουριδία



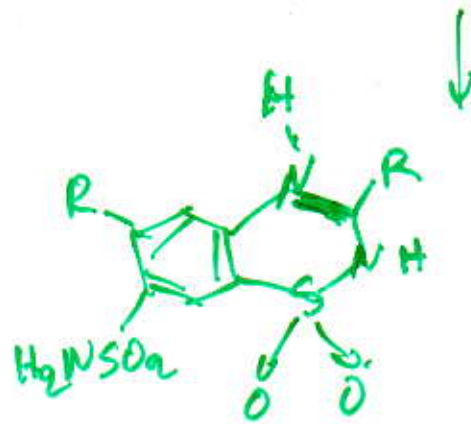
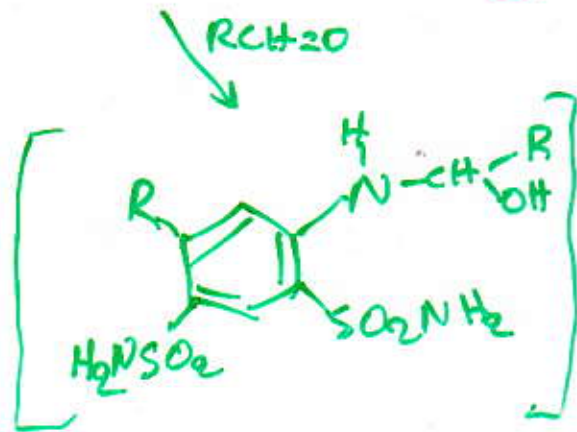
4-αμινο - 1,3 φευγοοξισουλφονυλ-  
πυρίδα

~~4-αμινο, 1,3 φευγοοξισουλφονυλ-  
πυρίδα~~

σφαιρικό με αμφοχρωμίδα ή α) δεινέι. (11)



θινζιδία.



χρυσινζιδία.

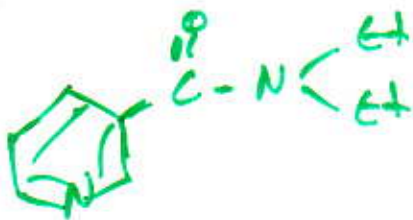
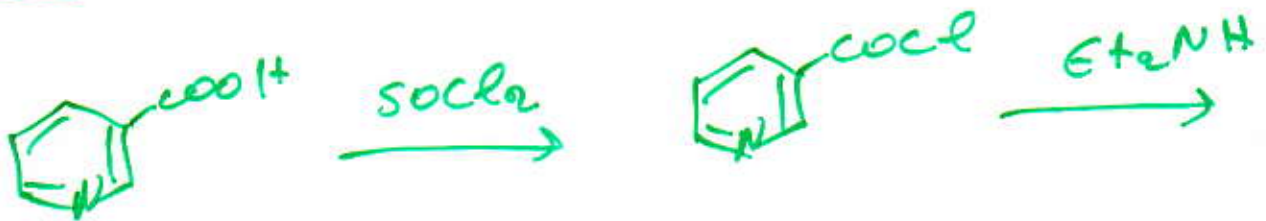
# Παραμετάφωση (π-Αιδιακιδωφαινοΐνη)

(19)

N-ακετυλίνωση π-αφιδωφαινοΐνης

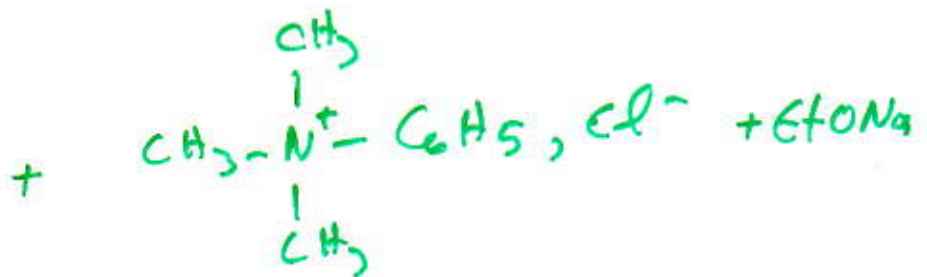
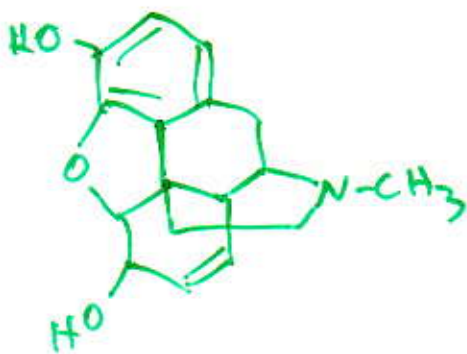


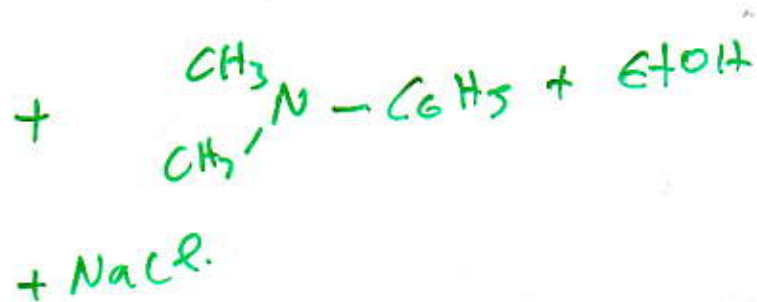
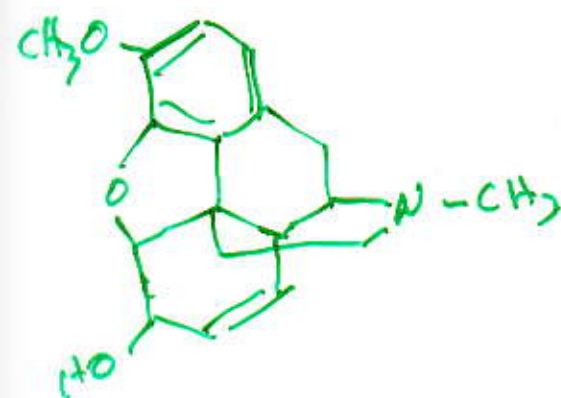
## Μικροθωΐνη



Φωσφορικὴ φωδΐνη.  
μορφΐνη με χυμωχο

παρουσιάζεται με φωδΐνων με  
τρίηδρω φαιδωφαινοΐνη :



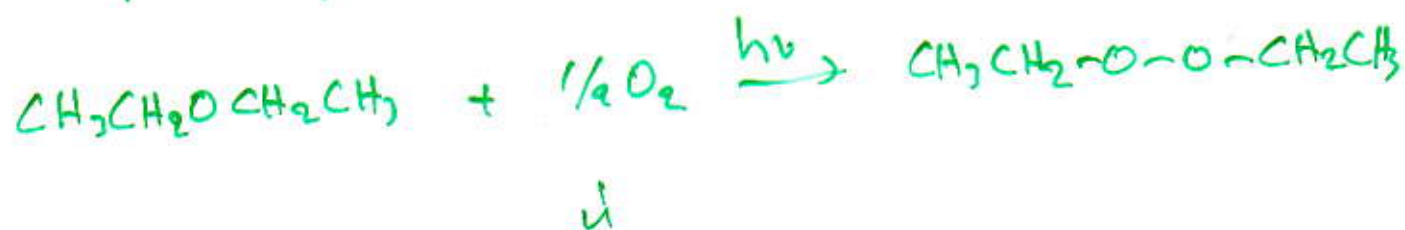


Επίσης έλεγχος για χλωριούχο.

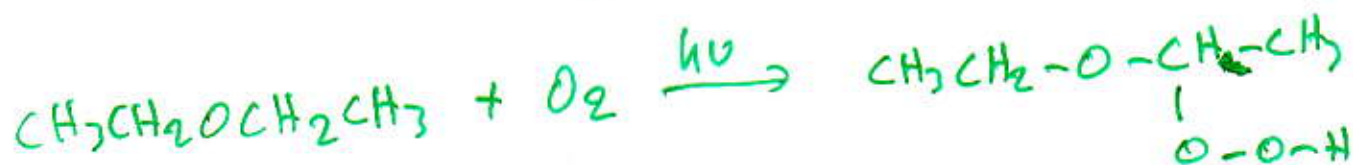
Ποιοτικές αντιδράσεις ανίχνευσης προϊόντων.

1) Έλεγχος παρουσία υπεροξειδίου στον αιθέρα

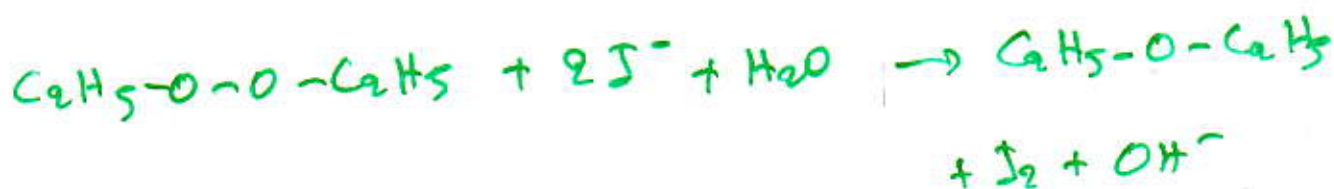
Επίδραση κρύστη οξυγόνου στον αιθέρα (κατακρύσταλλο)



ή

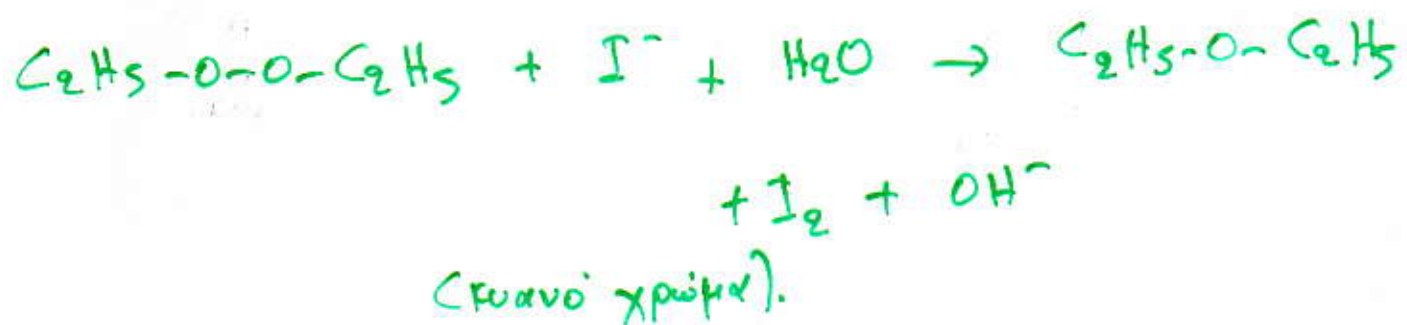
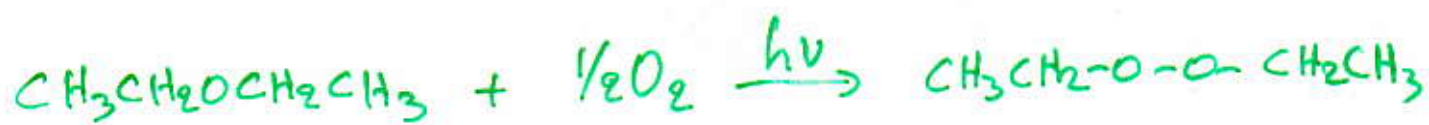


Έλεγχος του αιθέρα στον κέρα → υπεροξείδια (έσφραξη)



Ποιοτικές αντιδράσεις ανιχνεύσεων προστίθενται

Εξυγχείας παρουσία υπεροξειδίων στον αέρα.



παρουσία μεθανόλης στον αιθανόλη (νοθεία)  
ή στον αέρα.

χρήση μερυστημένου σινοπυρίματος. αυξή καθαρότητας  
αιθανόλης

Εξωζωική οξείδωση μεθανόλης → φωσφορική οξύτητα  
με  $\text{KMnO}_4$  σε όξινο με φωσφορικό οξύ !!



$\text{CH}_2=\text{O}$ : επαναφέρει ερυθροϊώδες χρώμα σε δ/μ  
φουζίου το οποίο έχει αποχρωματισθεί με θειώδες  
οξύ

Εξέρχεται άμεσών όρίων προστίξεων.  
Συμπροσποζικές δοκιμές

Σύμπλοκα του αλκοεξόστρωτος με κύριό του προστίξεση  
π.χ. NaCl ανώτατο όριο σε θάρια κίτρινος (κοινοβόου)  
5. ppm (κίτρινος ανά ενδοσφύριο

Εξέρ NaCl  $\rightarrow$  20 ppm 0,01 mg. κοινοβόου

Εξέρ NaCl σε 25 ml H<sub>2</sub>O + θωόχο Na  $\rightarrow$  χρώμα

όχι εντονότερο από 1 ml ποσού όπως υιζνίκοι κοινοβόου  
σημειώνεται 0,01 mg Pb/ml μετά από αραίωση στα  
25 ml.

Σύμπλοκα με 21η που αναφέρεται σε Φάρμακοποιία

Σύμπλοκα σε 100 mg Δεξαμεθαζόνη λικέρ 4 ml

Απορρόφηση  $< 0,212$ .

Σταθμικοί, ογκομετρικοί, TLC, HPLC, GC  
χρωματομετρικοί, φασματοφωτομετρικοί.

---

Σταθμικοί έλεγχοι : Βαρβιτουρικά οξέα σε καρβ. αΐδα

Ανεγής μετανόμι οξέων σε αΐδα

οξύ οίκο σε βενζόλιο . Αΐδα με διαλυτό

Εκχύση με βενζόλιο → εξαγωγή → ξήλωση

1 gr. Υαριούχα Αποβερβιζάση → μέχρι 5 mg.  
(0,5%)

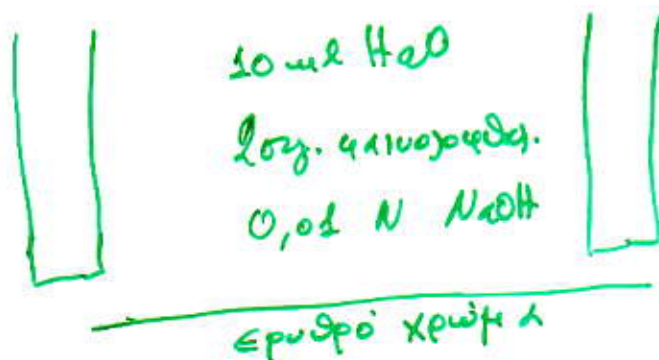
Ορυφίεργκοί έρχονται κυρίως από

(4)

φωσγένιο σε  $\text{CHCl}_3$ .



ορυφίεργκοι με ίση μολ (συμμορφίζονται με το HCl)



+  
20 ml  
 $\text{CHCl}_3$

↓  
έναντι του ερυθρού  
χρώματος εξαχνώνεται

↓ +  $\text{NaOH}$  μέχρι ότου το χρώμα

δχι περνάει από 0,2 ml 0,01 N  $\text{NaOH}$

- έλεγχος για  $Fe^{3+}$  στο πυκνωμένο  $Fe$  ( $Fe^{2+}$ )

οξείδωση  $Fe^{2+}$  σε  $Fe^{3+}$

επαίρεται στη οξείδ. (κανονικά του  $Fe^{2+}$   
σε οξυγόνο περιβάλλον ελεύθερου  $I_2$  από  $KI$

Γλυκον. ζάχαρη +  $KI$  +  $HCl$  (5' στο σκουρόδι.)

οξομείζουσα  $I_2$  με θινωμίνω / α



3) Έλεγχος Α.Ο με Τ.Λ.Σ.

οργανική οξεομενική (α-υδροξυ) σκερομενική  
Υδρομολιζόνη - δεζαφενόλη - φθοροακινολόνη

στέα σε 1 ml  $CHCl_3$  :  $MeOH$  1:1.

α) 1,5% στη εξετ. ουσία

β) 1,5% πρώτης ουσίας

γ) 0,03% πρώτης οξυμολιζόνη - πριμολιζόνη - οξυμολιζόνη

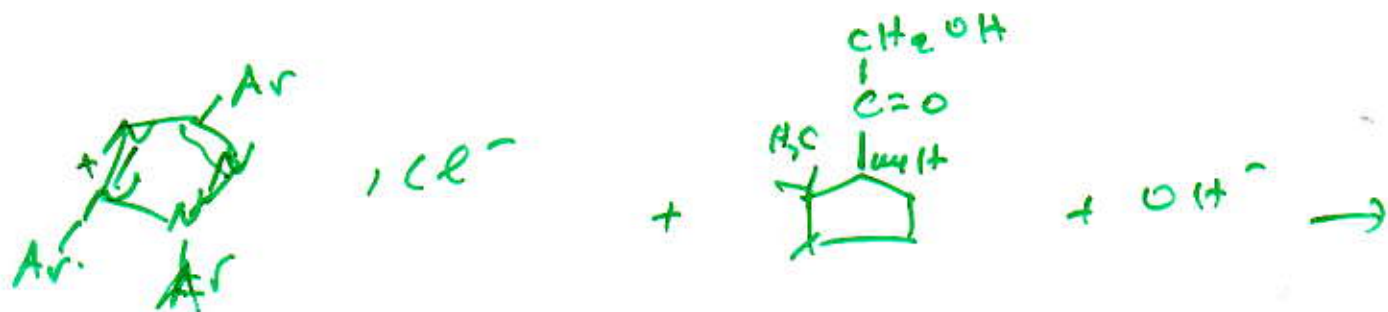
ανάλυση με  $CH_2Cl_2 - Et_2O - MeOH - H_2O$

ζύρευσαν

πυκνωμένο με 2,3,5 τριαμυνο τετραζόλιο χρωμίου

σε αλκοόλη χρωματίζονται ερυθρά

ωαγωνί του κυκλ. σε 1,3,5 τριπρωτογονικότητα ⑥



Θοξερφεζρική έξηχοι κυεζική ορμή

- χρωμεζομεζρικοί οωζήες Nessler (15cm, 50cm)

έξηχοι για θείκη



+ BaCl<sub>2</sub>



Θοξερφεζρική

- χρωμαίχα

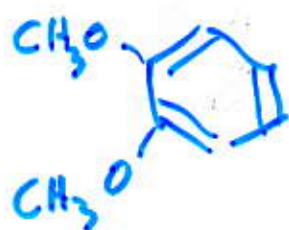


$\text{HNO}_3 + \text{AgNO}_3$

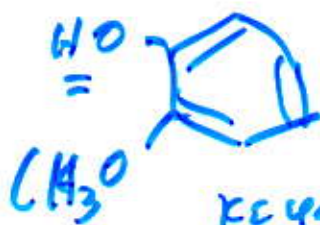
→ Θοξερφεζρική

Έλεγχος ανεύρεσης ορίου για κεφαλιόνια στον υποχλωρίνη  
ερεθισμό

φαινογλυκό  $\text{OH}^-$  ως κεφαλιόνια λόγω του οποίου  
με αλκαλικά δίνει οξείδιο διαζωτιά κεφαλιονικά υλικά



HCl ερεθισμό



κεφαλιόνια

HCl ερεθισμό + HCl κεφαλιόνια (πρόσμιξη)



ερεθισμό (βίον)

αδυναμία σε  $\text{H}_2\text{O}$

διαζωτιά σε αλκαλικά

κεφαλιονικό Νάτριο

διαζωτιά σε  $\text{H}_2\text{O}$

αδυναμία σε αλκ.

εξόχισμα με αλκαλικά

Αλκαλικά γάλα

περιέχει ερεθισμό-βίον  
(απορρίπτεται)

Υδατικά γάλα

κεφαλιονικό υλικό



Θετική Κεφαλίδα  
στην Η<sub>2</sub>O  
αδύνη ~~α~~ αιδέρη



Κεφαλίδα βάση  
Αδύνη σε Η<sub>2</sub>O  
στην σε αιδέρη



Θετική βάση

Αιθετική βάση  
(Κεφαλίδα βάση)  
εξήφισον  
ζυγισον  
→

Χλωριούχο υδροχλωρικό σε χλωριούχο υδροχλωρικό



σμός με εξαγωγή, ηύσιτο με  $\text{H}_2\text{O}$

$\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  (ισχυρά διαβρωτικός)

↳ διατίθεται στον αέρα σε αναλογία 1:25

$\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  σε αέρα → διείσδυση

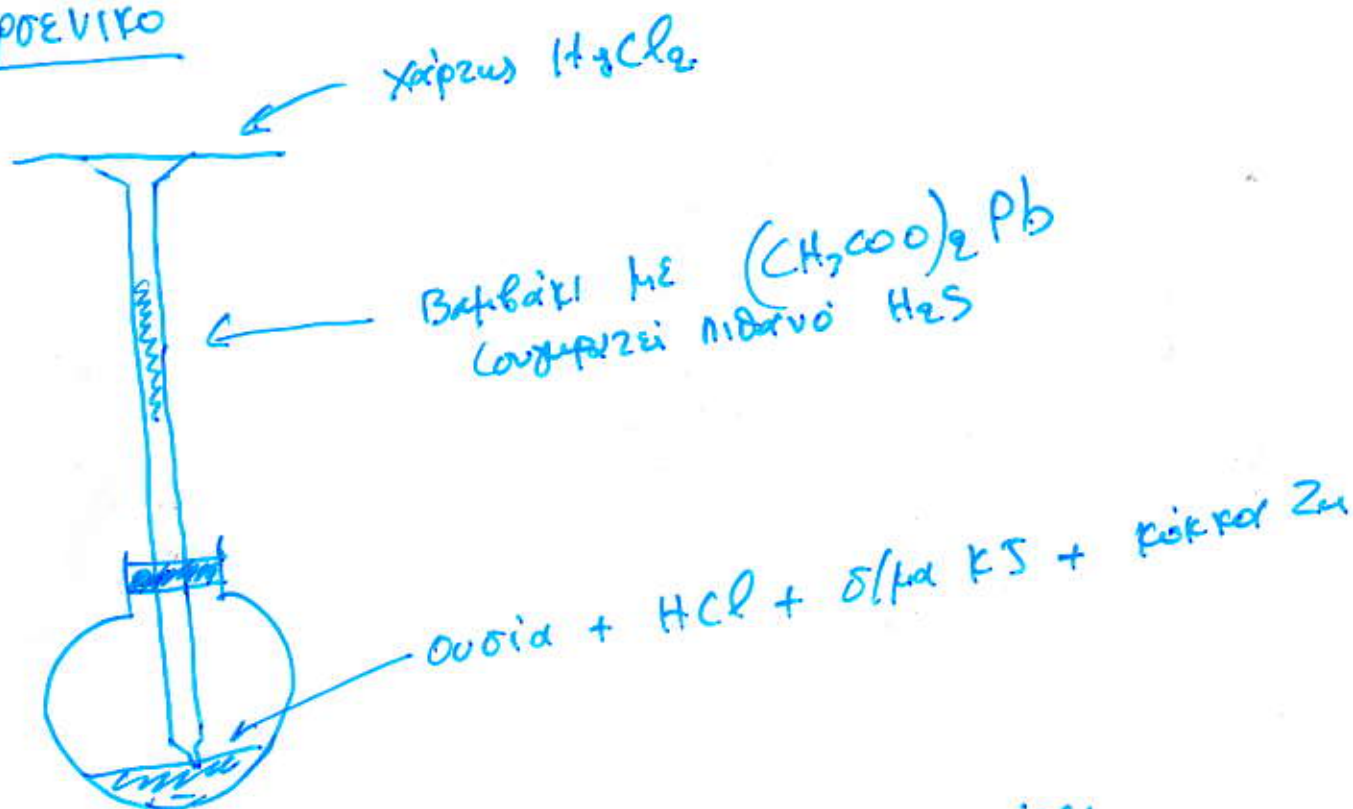
Το υπόλειμμα διατίθεται σε 10 ml  $\text{H}_2\text{O}$  + 20%  $\text{HNO}_3$

+ 0,5 ml  $\text{AgNO}_3$  → Θόρυβος ( $\text{AgCl}$ )

όχι εντονότερο από το θόρυβος μέγιστης προστίθω

35 ppm.

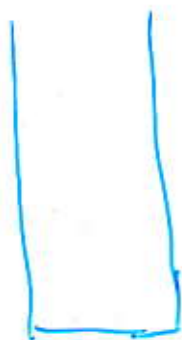
# Αρσενικό



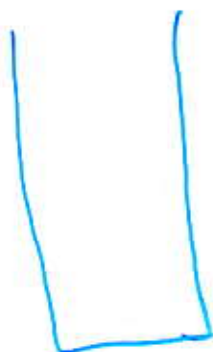
Πιθανώς οχηματίζονται άρσενιο σχηματίζοντας  
έναν σ. χαρς κίτρινου κηλδα από αρσενικόχο  
υδράρσιο.



Ελεγχος ανέκταυ ορίου για Σιδυροϊού2 α.

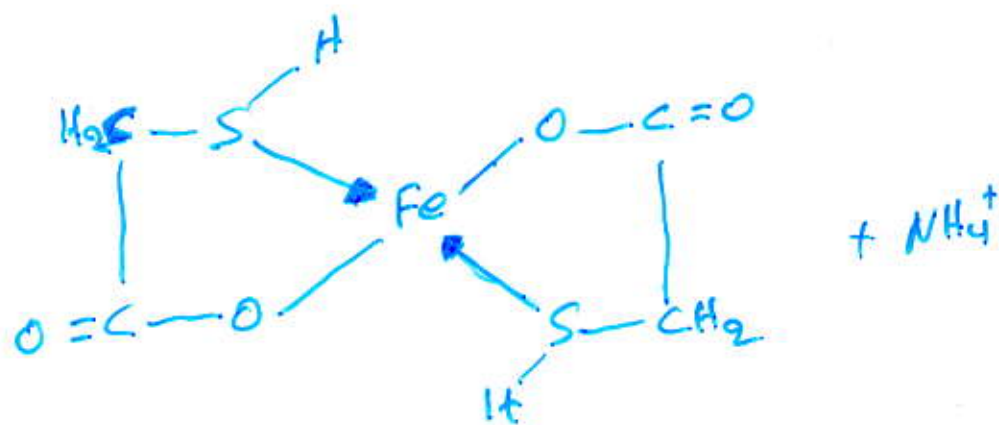


ουσία



πρώτο δλε Σιδύρου παρουμεαζο-  
μενο με δλου ευαφηνίου  
Θαίμων σιδύρου.

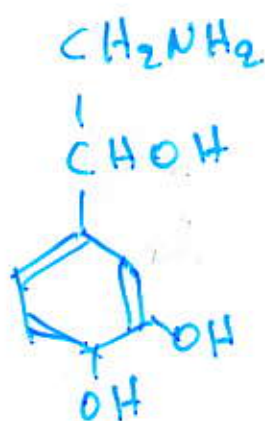
+  
ΕΙΖΗΚΟ ΟΥΟ + ΘΕΟΔΗΜΟΝΟ ΟΥΟ +  
αφηνία.



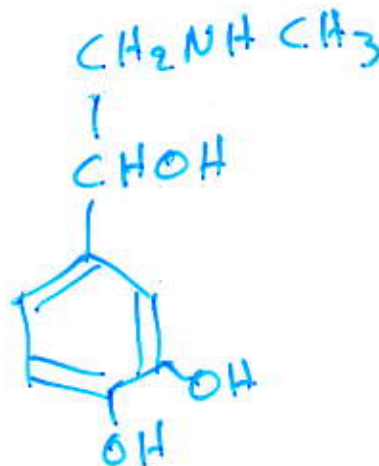
Ερυθρή χροιά

Εγχείρησος για Νοραδρεναλίνη στον Αδρεναλίνη

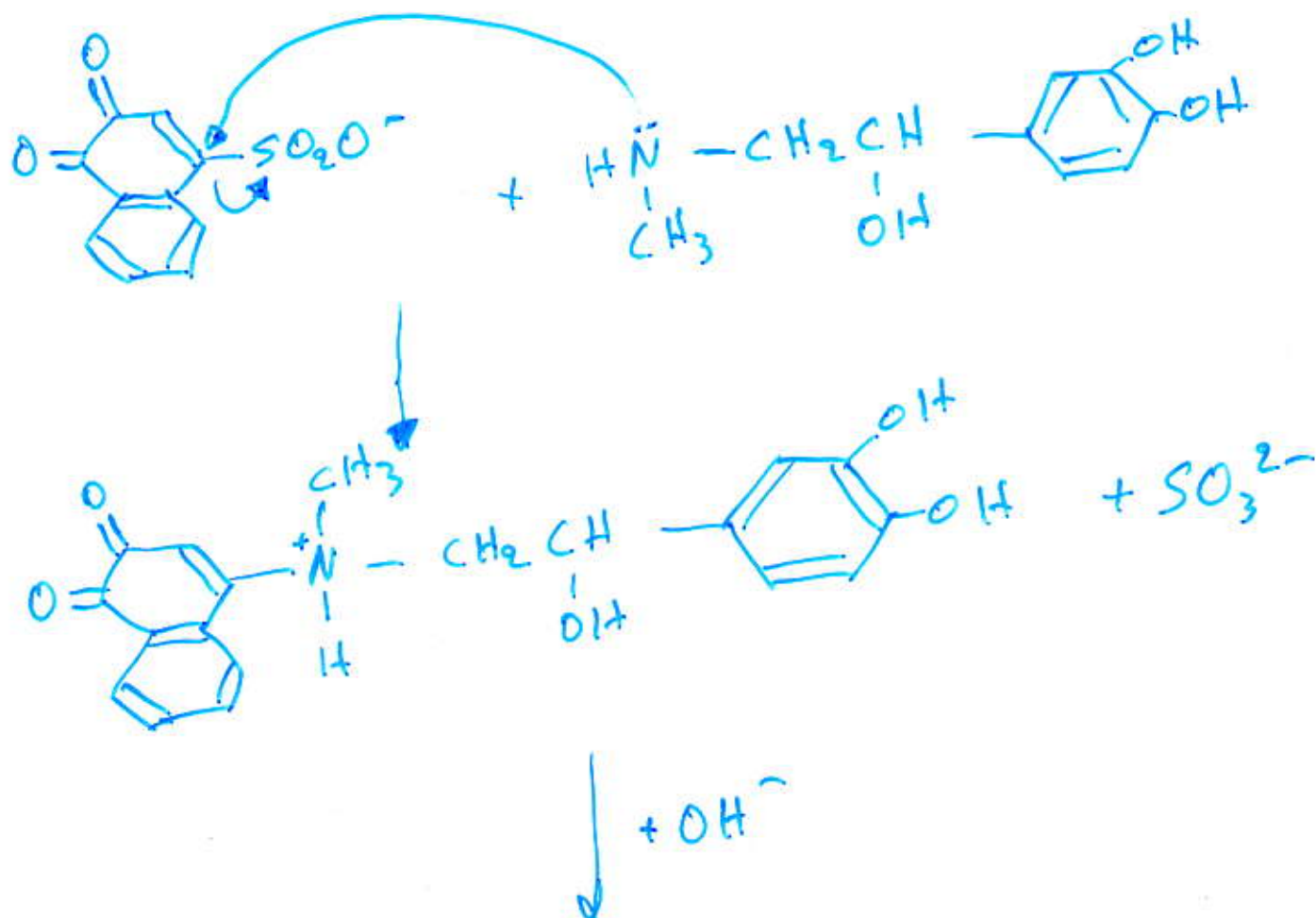
μεθυλίωση Νοραδρεναλίνης  $\rightarrow$  Αδρεναλίνη

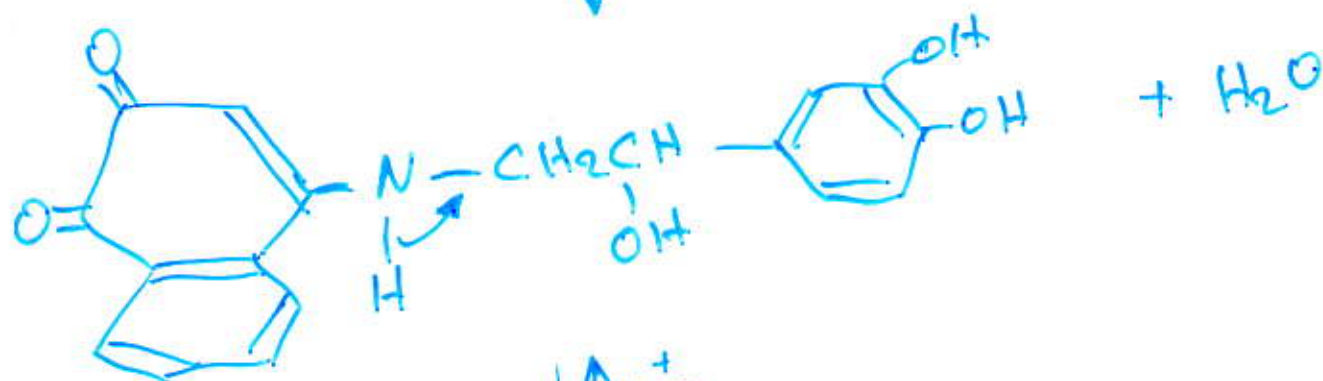
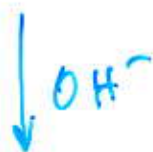
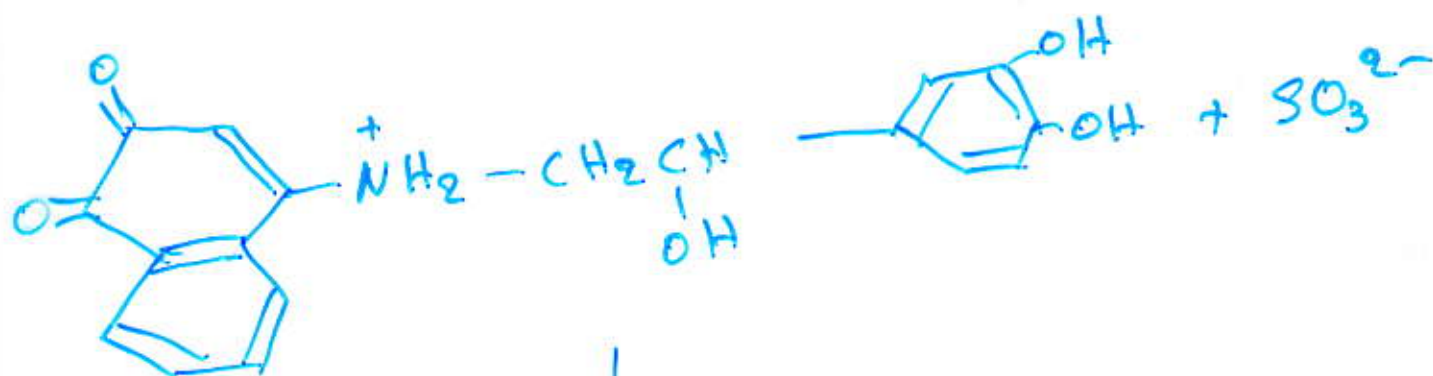
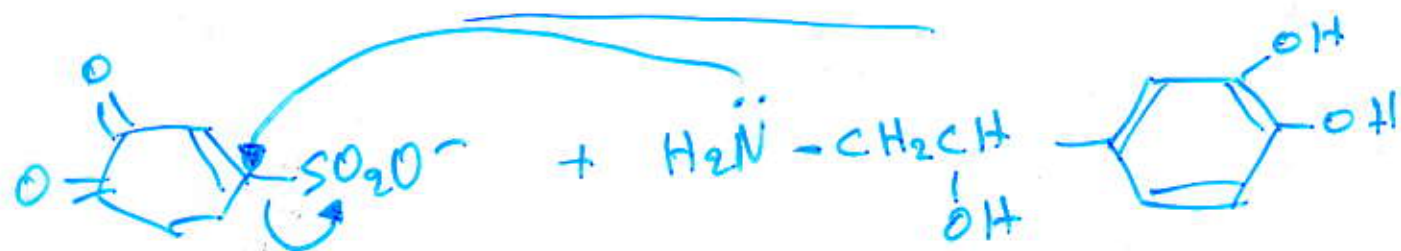
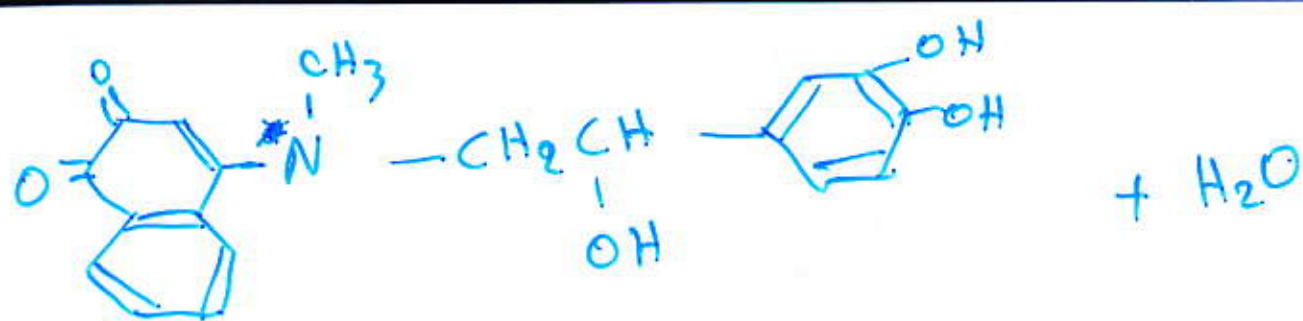


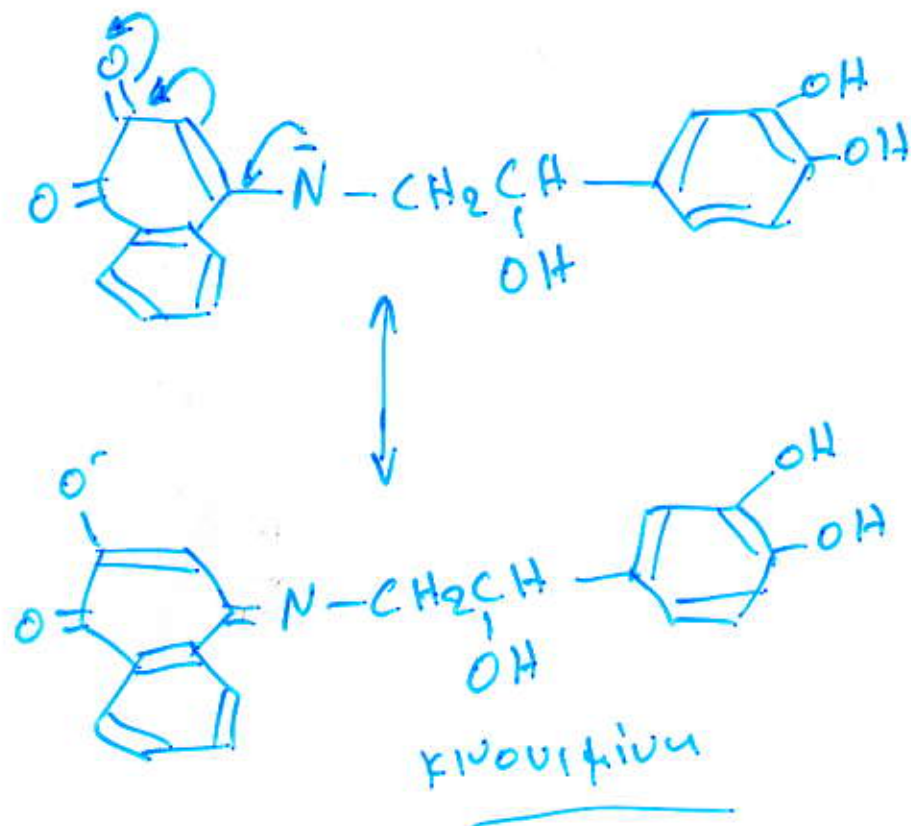
μεθυλίωση  $\rightarrow$



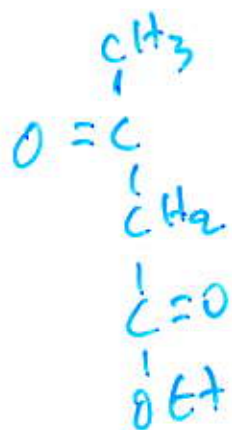
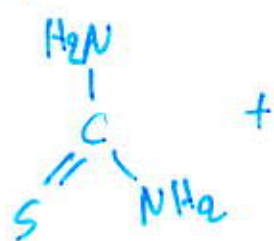
Επίδραση με 1,2 υαυδοκινόνο - 4-σουλφονικό οξύ.



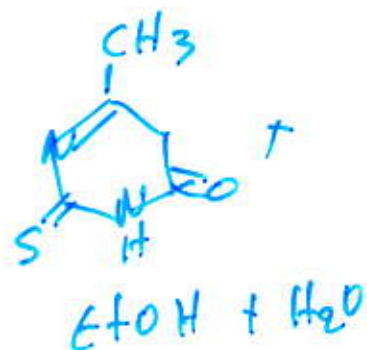




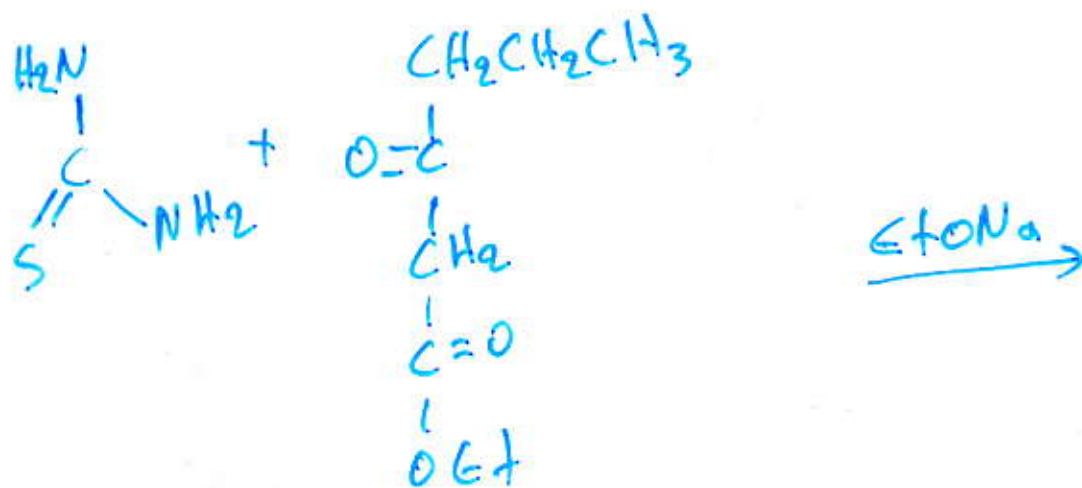
Εξέλεγχος για θεωρία του Μέθυο - Προσφοδίου



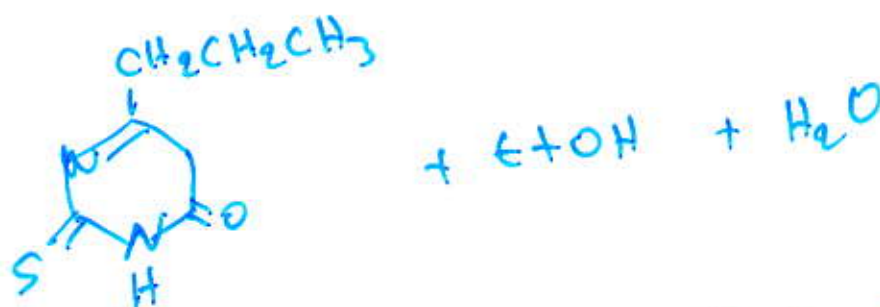
$\text{EtONa} \rightarrow$



ακετοξυζιμής  
 αιδυοξίμης.



β-κετοκαρβοϊνός  
αιθυλεστέρας



Η θεωρία προέβλεπε λόγω σύνδεσης

έλεγχος: Θεωρία με  $\text{AgNO}_3$  σε αμεσώς περιβύου  
→ καίρος θεωρίας άργυρος.

