Nişasta R: Saf patates ya da mısır nişastası

Sodyum bikarbonat R: %99-101.0 saflıkta NaHCO₃

Ferro sülfat R: %99-104.5 saflıkta FeSO₄

0.1M HCl: 3.646 g HCl R 1 lt'ye distile su ile tamamlanır.

0.05 M İyot: 6.435 g iyot ve 9 g KI distile su ile 1 lt'ye tamamlanır.

4.2.3 Sulfadimidin Tablet

$$H_2N$$
— SO_2 - NH — N — CH_3
 CH_3

 $C_{12}H_{14}N_4O_2S$

M.A: 278.3

E.N: 197°C

Tabletin içerdiği sülfadimidin, $C_{12}H_{14}N_4O_2S$ 'in ortalama ağırlığı, yazılan veya bildirilen Sülfadimidin miktarının %99'undan az ve % 101'inden çok olmamalıdır.

Özellikleri: Beyaz veya beyazımsı, toz veya kristal

<u>Cözünürlük</u>: Suda ve eterde oldukça çok çözünür, asetonda çözünür, alkolde kolayca çözünür. Alkali hidroksitler ve dilüe mineral asitlerde çözünür.

Tanıma Reaksiyonları:

İnce toz edilmiş tabletlerden yaklaşık 0.5 g sülfadimidin'e eşdeğer bir miktarı, 5 ml kloroform R ile ezilir ve ufak bir süzgece alınır; 5 ml kloroform R ile yıkanır, süzüntü atılır. Artık 10 ml dilüe amonyak TS ile 5 dakika ezilir, 10 ml su ilave edilir ve süzülür. Süzüntü amonyağın büyük bir kısmı gidinceye kadar ısıtılır, soğutulur ve 6 M asetik asit ile asitlendirilir. Çökelek toplanır, su ile yıkanır aşağıdaki tanıma testlerine uyar:

A) Yaklaşık 0.05 g'ı 2 ml ılık dilüe hidroklorik asit R'de çözülür, buzda soğutulur, 2 ml sodyum nitrit TS, 2 ml su ve 1 ml β- naftol TS ilave edilir; turuncu bir çökelek oluşur.

B) 0.01 g'i 10 ml su ve 1 ml 0.1 N sodyum hidroksit karışımında çözülür, 0.5 ml kupri sülfat TS ilave edilir; soluk yeşil renkte bir bulanıklık oluşur ki, bu da önce kahverengimsi bir süspansiyon halini alır ve nihayet kırmızımsı- kahverengi bir çökelek halinde ayrılır (diğer bazı sülfonamidlerden farkı).

Miktar Tayini: 20 tablet tartılır ve toz edilir. Bu tozun yaklaşık 0.5 g Sülfadimidin'e eşdeğer tam tartılmış bir miktarı, 50 ml su ve 10 ml hidroklorik asit R karışımında gerekirse ısıtarak çözülür ve çözelti 15°C ye soğutulur, yaklaşık 25 g kırılmış buz ilave edilir, solüsyona batırılan bir baget nişasta-iyodür kağıdı R'ye değdirildiğinde kağıtta derhal mavi bir renk meydana gelinceye kadar, arada sırada kuvvetle çalkalayarak 0.1 N sodyum nitritle titre edilir. Bu andan itibaren bir dakika bekletildikten sonra indikatör kağıdı ile kontrol aynı sonucu verirse titrasyon bitmiştir.

1 ml 0.1 N sodyum nitrit...... 0.02783 g $C_{12}H_{14}N_4O_2S$ 'e eşdeğerdir (her bir tablet 0.5 g sülfadimidin içermektedir).

<u>Saklama</u>: Sülfadimidin tabletleri iyice kapatılmış kaplarda, ışıktan korunarak saklanmalıdır.

Hazırlanacak Reaktifler:

Dilüe amonyak TS: Reaktif saflığındaki NH₃'ın sudaki yaklaşık % 10 a/h çözeltisi. (d: 0.9, % 25 a/a)

6 M Asetik asit: (d: 1.049, % 99.8 a/a)

Dilüe HCl R: 260 ml HCl R, su ile 1000 ml'ye tamamlanır.

HCl R: HCl' nin sudaki % 25 a/h çözeltisi (d: 1.19, % 37)

Sodyum Nitrit TS: Sodyum Nitrit R'nin sudaki % 10 a/h çözeltisi

 β -naftol TS: Yeni kristallendirilmiş 5 g β -naftol R, 40 ml sodyum hidroksit TS'de eritilir ve su ile 100 ml'ye tamamlanır. β -naftol TS kullanılacağı zaman hazırlanmalıdır.

Sodyum hidroksit TS: Sodyum hidroksit R'nin sudaki % 8 a/h çözeltisi

0.1 N NaOH: 0.4 g NaOH R 100 ml distile suda çözülür.

Kupri Sülfat TS: Kupri sülfat R'nin sudaki % 12.5 a/h çözeltisi

0.1M NaNO₂: 6.9 g NaNO₂ R distile su ile 1 lt'ye tamamlanır.

4.2.4 Sitrik Asit

 $\begin{array}{c} \mathsf{CH}_2\mathsf{COOH} \\ \mathsf{HO}\text{-}\dot{\mathsf{C}}\text{-}\mathsf{COOH} \\ \dot{\mathsf{CH}}_2\mathsf{COOH} \end{array}$

C₆H₈O₇ M.A: 192.1 E.N: 153°C

Sitrik Asit, %99.5'tan az ve %101 ekivalanından çok $C_6H_8O_7$ içermemelidir.

Özellikleri: Beyaz, kristal toz, renksiz kristaller veya granüller

Cözünürlük: Suda çok çözünür, alkolde iyi çözünür, eterde çözünür.

<u>Tanıma Reaksiyonu:</u> 1 g'ı 10 ml suda çözünür. Turnusol kağıdına karşı kuvvetli asit karakter gösterir.