

**Q.A.UBAYDULLAYEV, I.K.AZIZOV, A.K.SAIDVALIYEV,
V.N.ABDULLABEKOVA, A.A.TO‘LAGANOV**

FARMATSEVTIK KIMYO

**DORI VOSITALARI SIFATINI NAZORAT
QILISH VA STANDARTLASH**

(Prof. A.N.Yunusxo‘jayevning umumiy tahriri ostida)

O‘zbekiston Respublikasi Oliy va o‘rta maxsus
ta’limi vazirligi Muvofiqlashtiruvchi Kengashi
tomonidan nashrga tavsiya etilgan

O‘zbekiston faylasuflari milliy jamiyati nashriyoti

Toshkent–2006

www.ziyouz.com kutubxonasi

Taqrizchilar:

O.A.SHABILOLOV, Toshkent farmatsevtika institutining ilmiy ishlar va axborot texnologiyalari bo'yicha prorektori, professor;

A.F.DO'SMATOV, Dori vositalari va tibbiy texnika sifatini nazorat qilish Bosh boshqarmasi Dori vositalari sifatini nazorat qilish va standartlash laboratoriyasi mudiri, farmatsevtika fanlari nomzodi.

Amaliy qo'llanma farmatsevtika instituti talabalari, doriixonalar va nazorat-tahlil laboratoriyalarining farmatsev-tahlilchilari hamda dori vositalarini izlab topish va tibbiyot amaliyotiga qo'llash borasida izlanish olib borayotgan aspirant va ilmiy xodimlarga mo'ljallangan.

35.66

F 25

Q.A.Ubaydullayev va boshqalar.

Farmatsevtik kimyo. Dori vositalari sifatini nazorat qilish va standartlash. Amaliy qo'llanma/Q.A.Ubaydullayev, I.K.Azizov, A.K.Saidvaliyev va boshqalar; A.N.Yunusxo'jayevning umumiy tahriri ostida.
- T.: «O'zbekiston faylasuflari milliy jamiyati nashriyoti», 2006. - 288 b.

ББК 35.66 я722

I. Ubaydullayev Q.A.

© «O'zbekiston faylasuflari milliy jamiyati nashriyoti», 2006.

SO'ZBOSHI

Farmatsevtik kimyo dori vositalarini izlab topish, ularning kimyoviy tuzilishini o'rganish, kimyoviy tuzilishi bilan biologik faolligi orasidagi bog'liqlik qonunlarini aniqlash, standartizatsiyasi va sifatini nazorat qilish usullarini ishlab chiqish, saqlanish jarayonida moddaning turg'unligini, uzoq muddat saqlab turish muammolarini hal qilish kabi vazifalar bilan shug'ullanadi.

Dori vositasini standartlash deganda uning barcha sifat ko'rsatkichlari bo'yicha me'yoriy texnik hujjat talablariga javob bera olishini aniqlash tushunilib, standartlash dori vositasining sifatini nazorat qilish orqali amalga oshiriladi.

Amaldagi o'quv dasturiga ko'ra, farmatsevtik kimyo uchta mustaqil fan holida besh o'quv semestri davomida o'qitilmoqda.

1. Dori vositalari sifatini nazorat qilish va standartlash – 5-va 6-semestrlar.
2. Dori vositalari tahlilining fizikaviy usullari – 7-semestr.
3. Dori vositalari sifatini nazorat qilish yuzasidan ishlab chiqarish amaliyoti – 8-semestr.
4. Dori vositalari sifatini nazorat qilishning zamonaviy usullari – 9-semestr.

Amaliy qo'llanma «Dori vositalari sifatini nazorat qilish va standartlash» fani uchun yozilgan bo'lib, besh bo'lim hamda ilovalardan iborat. Birinchi bo'limda dori vositalari chidamligini aniqlashning umumiy usullari, ikkinchi bo'limda ularning ba'zi bir fizikaviy konstantalarini aniqlash usullari, uchinchi bo'limda dori moddalarning tozaligini aniqlash usullari, to'rtinchi bo'limda dori vositalari miqdorini aniqlashning kimyoviy usullari va beshinchi bo'limda dori vositalari tahlilining fizikaviy-kimyoviy va fizikaviy usullari bayon etilgan. Qo'llanmada tahlil jarayonida aniqlanuvchi ko'rsatkichlarning tahlil uslubini va kimyoviy jarayonlarning borishini batafsilroq yoritib berishga harakat qilindi. Farmatsevtik tahlilda ko'p qo'llaniladigan reaktivlar, ularning tayyorlanishi, refraktometrik jadvallar, ba'zi dori moddalarni spektrofotometrik usul bilan tahlil qilish shartlari, ularning yutilish maksimumlari va solishtirma yutilish ko'rsatkichlari hamda dorixonada tayyorlangan dori turlari umumiy massasidagi va ayrim ingredientlar massasidagi chetlanishlar me'yori ilova tarzida keltirilgan.

Amaliy qo'llanma talabalarga dori vositalari sifatini mustaqil ravishda nazorat qilish va buning asosida dori vositasi sifat ko'rsatkichlari me'yoriy texnik hujjat talablariga mos kelishi masalalari bo'yicha xulosa chiqara olishlari uchun yordam beradi, degan fikrdamiz.

Ushbu amaliy qo'llanma yozilish tartibi va mavzularning bayoni bo'yicha shu paytgacha rus tilida chop etilgan amaliy qo'llanmalar (Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии, под ред. П.А.Сенова, М. Медицина, 1978; «Лабораторные работы по фармацевтической химии», под ред. В.Г.Беликова, М.Высшая школа, 1989; «Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии», под ред. А.П.Арзамасеева, М., Медицина, 2001) dan tubdan farq qilib, o'zbek tilida yozilgan birinchi qo'llanma bo'lganligi uchun, tabiiyki, kamchiliklardan xoli bo'lmasligi mumkin. Shuning uchun bu boradagi barcha taklif, mulohaza va e'tirozlarni mamnuniyat bilan qabul qilamiz.

I bolim

DORI MODDALARI CHINLIGINI ANIQLASHNING UMUMIY USULLARI

1.1. ANORGANIK IONLARNING SIFAT REAKSIYALARI

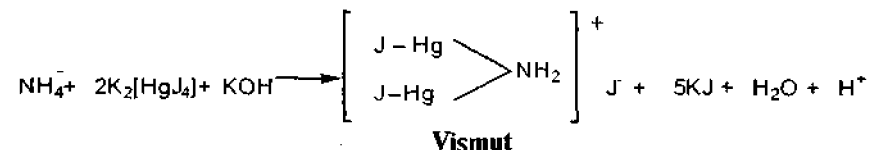
1.1.1. Kationlarga bajariladigan umumiy sifat reaksiyalari

Ammoniy ionlari

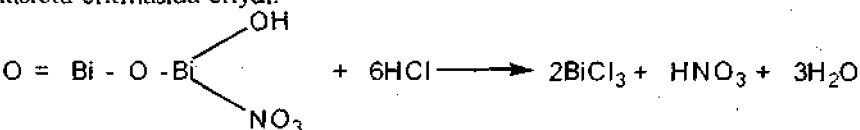
1 ml ammoniy tuzining eritmasiga (0,002—0,006 g ammoniy ionlari saqlagan) 0,5 ml natriy gidroksid eritmasidan qo'shib qizdirilganda ammiak ajraladi. U hididan va suv bilan ho'llangan qizil lakmus qog'ozining ko'k rangga o'tishi bilan aniqlanadi:



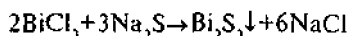
2. 0,01—0,02 g ammoniy tuzi 1 tomchi suvda eritilib, 1 tomchi Nessler reaktivi tomizilsa, qora—qo'ng'ir rang hosil bo'ladi:



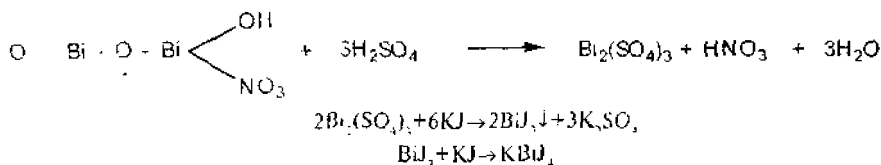
1. Vismut saqlagan dori modda (0,05 g vismut ionlari) 3 ml suyultirilgan xlorid kislotasi bilan chayqatiladi va filtrlanadi. Filtratga 1 ml natriy sulfid eritmasi yoki vodorod sulfid eritmasi qo'shilsa, qora—qo'ng'ir rangli cho'kma hosil bo'ladi. Hosil bo'lgan cho'kma teng hajmdagi suyultirilgan nitrat kislotasi eritmasida eriydi:



Vismutning asosli nitratlari

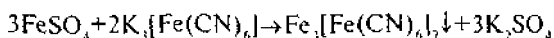
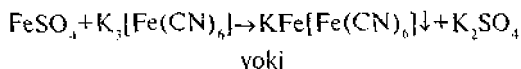


2. Vismut saqlagan dori modda (0,05 g vismut ionlari) 5 ml suyultirilgan sulfat kislotasi bilan chayqatilib filtrlanadi. Filtratga 2 ml kaliy yodid eritmasi qo'shilsa, qo'ng'ir rangli cho'kma hosil bo'ladi. Hosil bo'lgan cho'kmaga ortiqcha miqdordagi reaktiv qo'shilsa, eriydi sariq-qizg'ish rang hosil qiladi:

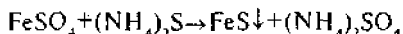


Temir (II)

1. 2 ml temir (II) tuzining eritmasiga (0,02 g temir ioni) 0,5 ml suyultirilgan xlorid kislota va 1 ml ferritsianid kaliy eritmasidan qo'shilsa, to'q-ko'k rangli cho'kma hosil bo'ladi:

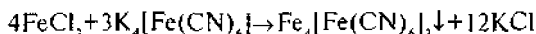
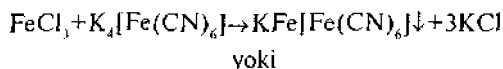


2. Temir (II) tuzining eritmasiga (0,02 g temir ioni) ammoniy sulfid eritmasidan qo'shilsa, qora rangli cho'kma hosil bo'ladi. Cho'kma suyultirilgan mineral kislotalarda eriydi:

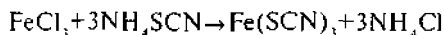


Temir (III)

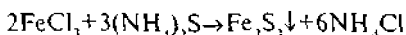
1. 2 ml temir (III) tuzining eritmasiga (0,001 g temir ioni) 0,5 ml suyultirilgan xlorid kislota va 1–2 tomchi ferrotsianid kaliy eritmasidan qo'shilsa, ko'k rangli cho'kma hosil bo'ladi:



2. 2 ml temir (III) tuzining eritmasiga (0,001 g temir ioni) 0,5 ml suyultirilgan xlorid kislota va 1–2 tomchi ammoniy rodanid eritmasidan qo'shilsa, qizil rang hosil bo'ladi:



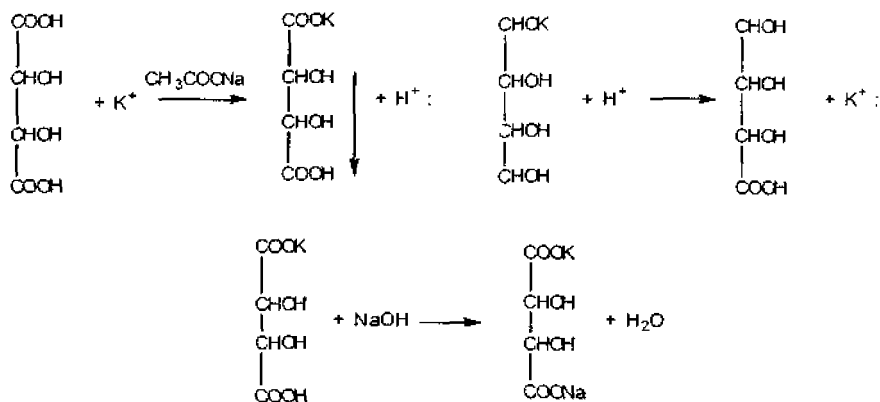
3. Temir (III) tuzining eritmasiga (0,001 g temir ioni) ammoniy sulfid eritmasidan qo'shilsa, qora rangli cho'kma hosil bo'ladi, cho'kma suyultirilgan mineral kislotalarda eriydi:



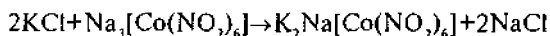
Kaliy

1. 2 ml kaliy tuzining eritmasiga (0,01–0,02 g kaliy ioni) 1 ml vino kislota, 1 ml natriy atsetat eritmasi, 0,5 ml 95% spirt qo'shib chay-

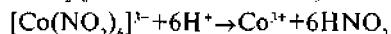
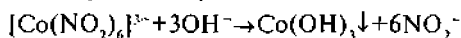
qatilsa, sekin-asta oq kristal cho'kma hosil bo'ladi. Cho'kma suyultirilgan mineral kislota va o'yuvchi ishqor eritmasida eriydi:



2. Oldindan qizdirilib ammoniy tuzlaridan tozalangan 2 ml kaliy tuzining eritmasiga (0,005–0,01 g kaliy ion) 0,5 ml suyultirilgan sirka kislota va 0,5 ml natriy kobaltonitrit eritmasi qo'shilsa, sariq-kristal cho'kma hosil bo'ladi:



Ishqoriy yoki kuchli kislotali sharoitda kobalt kompleks birikma hosil qilganligi sababli bu reaksiya ketmaydi:



3. Kaliy tuzini olib rangsiz alangaga tutilsa, alanga binafsha rangga bo'yaladi, agar havorang oyna orqali qaralsa, qizil-binafsha rangda ko'rinadi.

Kalsiy

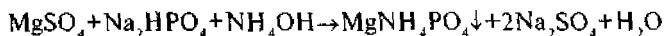
1. 1 ml kalsiy tuzining eritmasiga (0,002–0,02g kalsiy ion) 1 ml ammoniy oksalat eritmasidan qo'shilsa, oq cho'kma hosil bo'ladi. Cho'kma suyultirilgan sirka kislota va ishqor eritmalarida erimaydi, suyultirilgan mineral kislotalarda eriydi.



2. Xlorid kislota bilan ho'llangan kalsiy tuzini grafit tayoqchasiga olib rangsiz alangaga tutilsa, alanga qizil-g'ishtsimon rangga bo'yaladi.

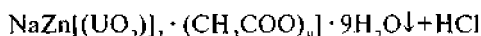
Magniy

1 ml magniy tuzining eritmasiga (0,02—0,05 g magniy ioni) 1 ml ammoniy xlorid eritmasi, 1 ml ammiak eritmasi va 0,5 ml natriy gidrofosfat eritmasi qo'shilsa, oq kristal cho'kma hosil bo'ladi. Cho'kma suyultirilgan mineral kislotalarda va sirka kislotada eriydi:



Natriy

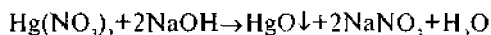
1. 1 ml natriy tuzining eritmasi (0,01—0,03 g natriy ioni) suyultirilgan sirka kislota bilan nordonlashtiriladi, lozim bo'lsa filtrlanadi va 0,5 ml rux—uranil atsetat eritmasidan qo'shilsa, sariq rangli kristal cho'kma hosil bo'ladi:



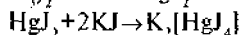
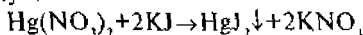
2. Xlorid kislota bilan ho'llangan natriy tuzlarini rangsiz alangaga tutilsa, alanga sariq rangga bo'yaladi.

Simob (II)

1. 2 ml simob (II) tuzining eritmasiga (0,05 g simob ioni) 0,5 ml natriy gidroksid eritmasi qo'shilsa, sariq rangli cho'kma hosil bo'ladi:

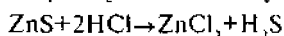
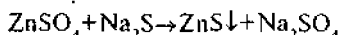


2. 1 ml simob (II) tuziga (0,01—0,03 g simob ioni) kaliy yodid eritmasidan qo'shilsa, qizil cho'kma hosil bo'ladi, cho'kma ortiqcha miqdordagi reaktivda eriydi:

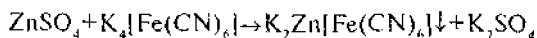


Rux

1. 2 ml neytrallangan rux tuzining eritmasiga (0,005—0,02 g rux ioni) 0,5 ml natriy sulfid eritmasi (vodorod sulfid) qo'shilsa, oq cho'kma hosil bo'ladi, cho'kma suyultirilgan sirka kislotada erimay, suyultirilgan xlorid kislota eritmasida eriydi:



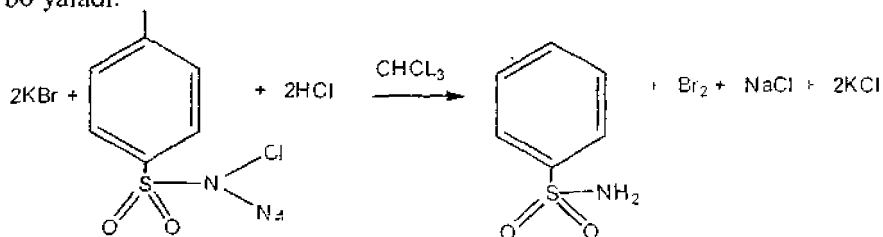
2. 2 ml rux tuzining eritmasiga (0,005—0,02 g rux ioni) 0,5 ml kaliy ferrotsianid eritmasi qo'shilsa, oq rangli cho'kma hosil bo'ladi. Cho'kma suyultirilgan xlorid kislotada erimaydi:



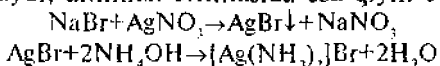
1.1.2. Anionlarga bajariladigan umumiy sifat reaksiyalari

Bromidlar

1. 1 ml bromid ionni saqlagan eritmaga (0,002—0,03 g bromid ionni) 1 ml suyultirilgan xlorid kislotaga, 0,5 ml xloramin eritmasi va 1 ml xloroform qo'shib chayqatilsa, xloroform qatlami sariq-qo'ng'ir rangga bo'yaladi:

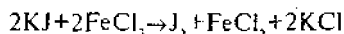
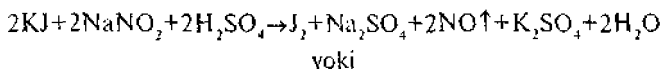


2. 2 ml bromid ionni saqlagan eritmaga (0,002—0,02 g bromid ionni) 0,5 ml suyultirilgan nitrat kislotaga va 0,5 ml kumush nitrat eritmasidan qo'shilsa, sarg'ish-qatiqsimon cho'kma hosil bo'ladi. Cho'kma suyultirilgan nitrat kislotada erimaydi, ammiak eritmasida esa qiyin eriydi:

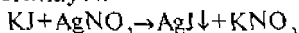


Yodidlar

1. 2 ml yodid ionni saqlagan eritmaga (0,003—0,02 g yodid ionni) 0,2 ml suyultirilgan sulfat kislotaga, 0,2 ml natriy nitrit eritmasi yoki temir (III) xlorid eritmasi, 2 ml xloroform qo'shib chayqatilsa, xloroform qatlami binafsha rangga bo'yaladi:



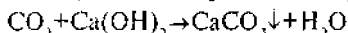
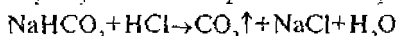
2. 2 ml yodid saqlagan eritmaga (0,02—0,01 g yodid ionni) 0,5 ml suyultirilgan nitrat kislotaga va 0,5 ml kumush nitrat eritmasi qo'shilsa, sariq-qatiqsimon cho'kma hosil bo'ladi, cho'kma suyultirilgan nitrat kislotaga va ammiak eritmasida erimaydi:



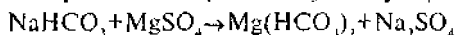
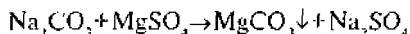
3. 0,1 g preparatga 1 ml konsentrlangan sulfat kislota qo'shib qizdirilsa, binafsha rangli yod bug'i ajralib chiqadi.

Karbonatlar

1. 0,2 g karbonatga yoki 2 ml karbonat tuzining (1:10) eritmasiga (gidrokarbonat) 0,5 ml suyultirilgan xlorid kislota qo'shilsa, karbonat angidridi ajralib chiqadi, hosil bo'lgan gaz ohakli suvdan o'tkazilsa, oq cho'kma hosil bo'ladi:



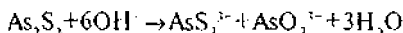
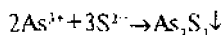
2. 2 ml karbonat tuzining (1:10) eritmasiga 5 tomchi magniy sulfatning to'yingan eritmasidan qo'shilsa, oq cho'kma hosil bo'ladi (gidrokarbonatlar qaynatilganda cho'kma hosil qiladi):



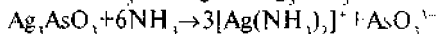
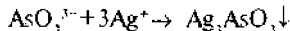
3. Karbonat tuzining 1:10 eritmasiga 1 tomchi fenolftalin eritmasi qo'shilsa, qizil rang hosil bo'ladi (gidrokarbonatlardan farqi).

Arsenitlar

1. 0,3 ml arsenit tuzining eritmasiga (0,03 g arsenit ion) 0,5 ml suyultirilgan xlorid kislota va 2 tomchi natriy sulfid eritmasi yoki vodorod sulfid qo'shilsa, sariq rangli cho'kma hosil bo'ladi. Cho'kma konsentrlangan xlorid kislota erimaydi, ammiak eritmasida eriydi:

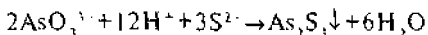
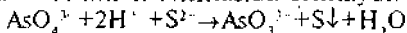


2. 0,3 ml uch valentli mishyak tuzining eritmasiga (0,003 g arsenit ion) 1—2 tomchi kumush nitrat eritmasi qo'shilsa, sariq rangli cho'kma hosil bo'ladi. Cho'kma suyultirilgan nitrat kislota va ammiak eritmasida eriydi:

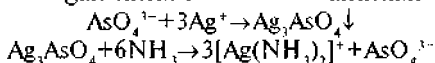


Arsenatlar

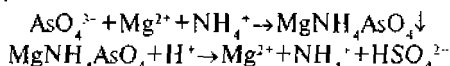
1. 0,3 ml arsenat tuzining eritmasiga (0,03 g arsenat ion) 0,5 ml suyultirilgan xlorid kislota, 2 tomchi natriy sulfid eritmasi (vodorod sulfid) qo'shilib isitilsa, sariq cho'kma hosil qiladi, cho'kma konsentrlangan xlorid kislota va ammiak eritmasida erimaydi:



2. 0,3 ml arsenat tuzining eritmasiga (0,001 g arsenat ioni) 1—2 tomchi kumush nitrat eritmasi qo'shilsa, qo'ng'ir rangli cho'kma hosil bo'ladi. Cho'kma suyultirilgan nitrat kislota va ammiak eritmasida eriydi:

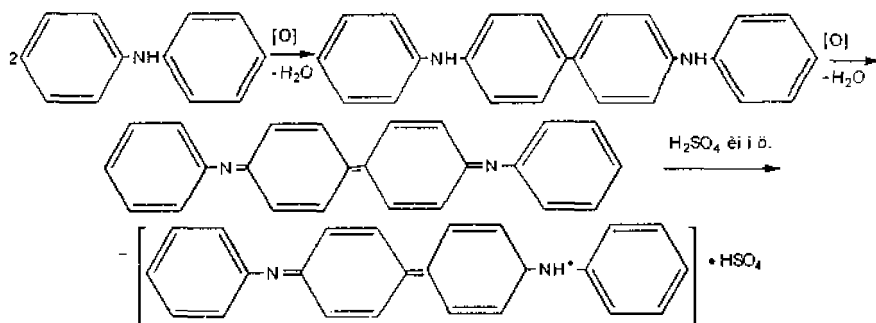


3. 0,3 ml arsenat tuzining eritmasiga (0,001 g arsenat ioni) 1 ml dan ammoniy xlorid, ammiak va magniy sulfat eritmalaridan qo'shilsa, oq kristal cho'kma hosil bo'ladi, cho'kma suyultirilgan xlorid kislota eriydi (arsenitlardan farqi):



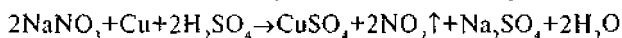
Nitratlar

1. Dori moddasiga (0,001 g nitrat ioni) 2 tomchi difenilamin eritmasidan qo'shilsa, ko'k rang hosil qiladi:



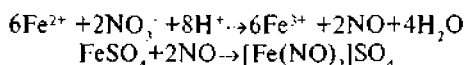
Difenil difenoxinon diimin sulfat

2. Nitrat tuziga (0,002—0,005 g nitrat ioni) 2—3 tomchi suv va konsentrlangan sulfat kislota, bir bo'lak mis qo'shib qizdirilishi natijasida qo'ng'ir rangli azot (II) oksidining bug'i ajralib chiqadi:



3. Nitrat tuzi eritmasiga (0,002 g nitrat ioni) kaliy permanganat eritmasi va suyultirilgan sulfat kislota eritmasi qo'shilsa, aralashmaning binafsha rangi yo'qolmaydi (nitritlardan farqi).

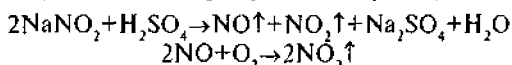
4. Temir (II) sulfatning to'yingan eritmasiga 2—3 tomchi nitrat tuzining eritmasi qo'shib chayqatilgach, ehtiyotlik bilan probirkani devorlari bo'ylab 5—6 tomchi konsentrlangan sulfat kislota tomizilsa, ikki qatlam oralig'ida qo'ng'ir halqa hosil bo'ladi:



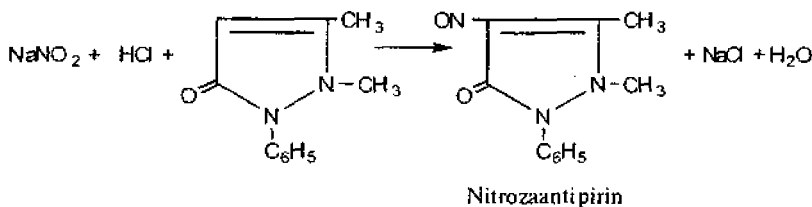
Nitritlar

1. Nitrit tuziga (0,001 g nitrit ion) 2 tomchi difenilamin eritmasi qo'shilsa, ko'k rang hosil bo'ladi.

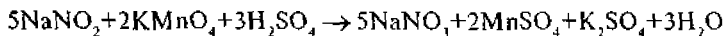
2. Nitrit tuziga (0,03 g nitrit ion) 1 ml suyultirilgan sulfat kislota qo'shilsa, sariq-qo'ng'ir rangli bug' ajralib chiqadi (nitratlardan farqi):



3. Bir nechta anti-pirin zarrachalarini chinni idishga solib, 2 tomchi suyultirilgan xlorid kislota, 2 tomchi nitrit tuzining eritmasidan qo'shilsa (0,001 g nitrit ion) ko'k rang hosil bo'ladi (nitratlardan farqi):

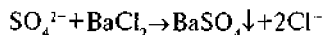


4. 4—5 tomchi nitrit tuzining eritmasiga 1 tomchi suyultirilgan sulfat kislota va 1 tomchi kaliy permanganat eritmasi qo'shilsa, aralashmaning binafsha rangi yo'qoladi.



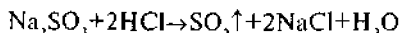
Sulfatlar

2 ml sulfat tuzining eritmasiga (0,005—0,05 g sulfat ion) 0,5 ml bariy xlorid eritmasi qo'shilsa, oq cho'kma hosil bo'ladi, cho'kma mineral kislotalarda erimaydi:

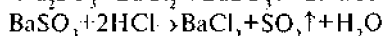
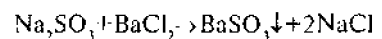


Sulfitlar

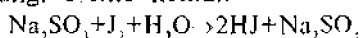
1. 2 ml sulfit tuzining eritmasiga (0,0—0,03 g sulfat ion) 2 ml suyultirilgan xlorid kislota qo'shib chayqatilsa, sulfid angidridi ajralib chiqadi. Uni o'tkir, o'ziga xos hidiga ko'ra aniqlanadi:



2. 2 ml sulfit tuzining eritmasiga (0,002—0,02g sulfit ion) 0,5 ml bariy xlorid eritmasi qo'shilsa, oq cho'kma hosil bo'ladi, cho'kma suyultirilgan xlorid kislotalarda eriydi (sulfatlardan farqi):

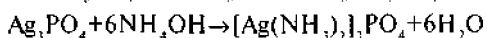
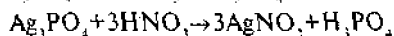
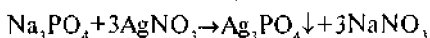


3. Sulfit tuzining eritmasiga, bir necha tomchi yod eritmasi tomizilsa (0,1 mol/l), yodning rangi o'chib ketadi:

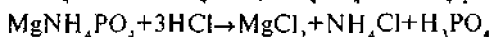
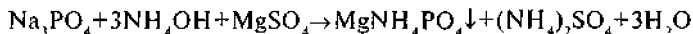


Fosfatlar

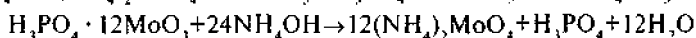
1. Neytrallanib rN muhiti 7,0 ga keltirilgan 1 ml fosfat tuzining eritmasiga (0,01—0,03 g fosfat ion) bir necha tomchi kumush nitrat eritmasidan qo'shilsa, sariq cho'kma hosil bo'ladi, cho'kma suyultirilgan nitrat kislotada va ammiak eritmasida eriydi:



2. 1 ml fosfat tuzining eritmasiga (0,01—0,03 g fosfat ion) 1 ml ammoniy xlorid, 1 ml ammiak va 0,5 ml magniy sulfat eritmalaridan qo'shilsa, oq kristal cho'kma hosil bo'ladi, cho'kma suyultirilgan mineral kislotalarda eriydi:

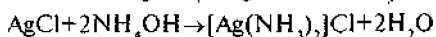
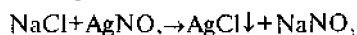


3. Suyultirilgan nitrat kislotadagi 1 ml fosfat tuzining eritmasiga (0,01—0,03 g fosfat ion) 2 ml ammoniy molibdat eritmasi qo'shib qizdirilsa, sariq rangli kristal cho'kma hosil bo'ladi, cho'kma ammiak eritmasida eriydi:



Xloridlar

2 ml xlorid tuzining eritmasiga (0,002—0,01 g xlorid ion) 0,5 ml suyultirilgan nitrat kislotada va 0,5 ml kumush nitrat eritmasi qo'shilsa, oq qatqisimon cho'kma hosil bo'ladi. Cho'kma suyultirilgan nitrat kislotada erimay, ammiak eritmasida eriydi. Organik asoslarning tuzlari uchun, kumush xlorid bilan hosil qilgan cho'kmani filtrlab, suv bilan yuvib, so'ngra cho'kmani eruvchanligi sinab ko'riladi:



1.2. ORGANIK TUZILISHGA EGA BO'LGAN DORI MODDALARNING CHINLIGINI ANIQLASH

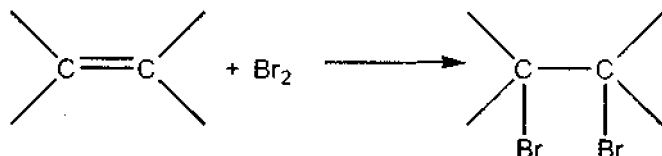
Organik tuzilishga ega bo'lgan dori moddalarning chinligini aniqlash reaksiyalari anorganik tuzilishga ega bo'lgan dori moddalarga bajariladigan sifat reaksiyalaridan farq qiladi.

Anorganik birikmalar ion bog' bilan bog'langanligi uchun, ular eritmalarda osonlik bilan kation va anionlarga ajraladi (dissotsiatsiyalanadi). Organik birikmalardagi kimyoviy bog'lar asosan qutbsiz kovalent yoki kuchsiz qutbli kovalent bog'lardan iborat bo'lganligi sababli, ularni aniqlash uchun tanlangan sifat reaksiyalari odatda moddaning asosiga (skeletiga) va bir qator funksional guruhlariga bajariladigan reaksiyalardan iborat bo'ladi.

1.2.1. To'yinmagan uglevodorodlar

To'yinmagan uglevodorodlar uchun elektrofil birikish reaksiyasi xos bo'lib, quyidagi sifat reaksiyalari taalluqlidir.

1. To'yinmagan uglevodorod guruhi saqlagan dori modda eritmasiga bromli suv ta'sir ettirilsa, eritma rangsizlanadi. Moddaning kimyoviy tuzilishiga qarab, bunda bromning to'yinmagan uglerod atomiga birikishi yoki moddaning oksidlanishi kuzatiladi:

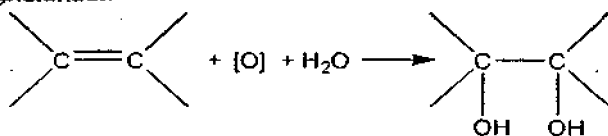


To'yinmagan uglerod atomiga bromning birikish reaksiya suvsiz sharoitda olib borilganda bir xil yo'nalishda boradi.

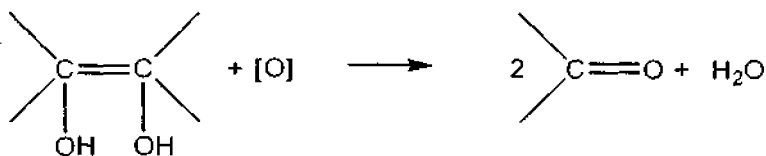
Aniqlash tartibi:

0,3 ml brom (1g) 100 ml tetraxlormetanda eritilib, 50 ml aniqlanuvchi moddaning 2 ml tetraxlormetandagi eritmasiga tomchilab qo'shilsa, bromga xos bo'lgan rang yo'qoladi.

2. Kaliy permanganat eritmasi neytral yoki kuchsiz ishqoriy sharoitda to'yinmagan uglevodorodlarni dioksibirikmagacha oksidlashi hisobiga eritma rangsizlanadi:



Bu reaksiya kislotali muhitda qizdirish orqali olib borilsa, uglerodlar orasidagi bog' uzilib, aldegidlar, ketonlar hamda kislotalar hosil bo'ladi.

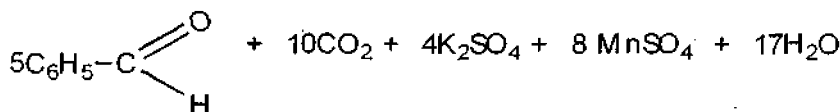
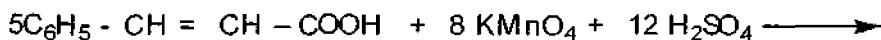


Ushbu reaksiya yordamida sinamoilkokainni kokain gidroksloriddan farqlash mumkin. Rux undetseonat va korich kislotalari uchun sifat reaksiyasi hisobida ushbu reaksiya tavsiya etilgan.

Aniqlash tartibi:

a) 0,1 g rux undetseonat 2 ml sulfat kislota 1 mol/l eritmasi va 5 ml muz holdagi sirka kislotasida eritilgach, tomchilab 0,25 ml kaliy permanganat eritmasidan tomizilganda kaliy permanganatning binafsha rangi yo'qoladi.

b) 0,1 g korich kislotasiga 0,1 g kaliy permanganat va 5 ml 1 mol/l li sulfat kislota eritmasi qo'shib qizdirilsa, benzaldegid hidi seziladi.



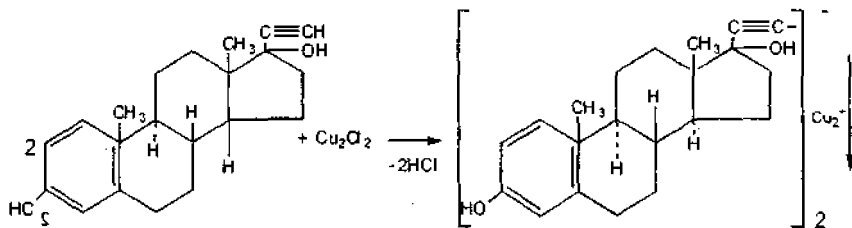
3. To'yinmagan uglevodorodlarning π -bog'i og'ir metallar tuzlari, masalan stibiy xlorid bilan kompleks birikma hosil bo'lishida ishtirok etishi mumkin.

Aniqlash tartibi:

1 mg tekshiriluvchi moddaning 1 ml xloroformdagi eritmasiga stibiy (III) xloridning 5 ml xloroformdagi eritmasi qo'shilsa, rangli eritma hosil bo'ladi.

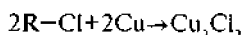
Retinol atsetat stibiy (III) xlorid eritmasi bilan ko'k rang, ergokal-siferol esa qizil-sariq rang hosil qiladi. Bu reaksiya atsetilxloridning 2% li eritmasi ishtirokida olib boriladi.

4. Atsetilen guruhi saqlagan dori moddalar kumush, simob va mis (I) tuzlari bilan cho'kma hosil qiladi. Bu reaksiyadan etinilestradiolning chinligini aniqlashda foydalanish mumkin.



1.2.2. Galoidorganik birikmalar

1. Galoidorganik birikmalar uchun eng oson va tezlik bilan bajarish mumkin bo'lgan usul Belshteyn reaksiyasidan foydalanib aniqlash usuli bo'lib, bunda galogen saqlovchi modda mis halqa yordamida rangsiz alangaga tutilsa, alangani yashil rangga bo'yaydi.



Modda tarkibidagi boshqa yot aralashmalar (bor, metal oksidlari) ham alangani yashil rangga kiritganligi sababli, bu usul yordamida doimo ishonarli natija olish qiyin.

2. Organik birikma molekulasida galogen kovalent holda bog'langani sababli, galogen atomini aniqlash uchun ko'pchilik hollarda minerallash jarayoni o'tkazilib, ion holiga keltirilgan galogenga sifat reaksiyasi qilinadi.

Minerallash usullari turlicha bo'lib, ulardan eng oddiysi, moddani (Eshka aralashmasi bilan) kuydirib minerallash usulidir. Kuydirib minerallash aralashmasi — natriy karbonat, kaliy karbonat va kaliy nitrat aralashmasidan iborat.

Xlorpropamid molekulasidagi xlorni ion holga o'tkazish uchun uning ko'rsatilgan miqdoriga chinni tigelda kuydirish aralashmasi solib qizdirish orqali minerallanadi. Aralashmaga issiq suv qo'shib chayqatiladi va filtrlanadi. So'ngra nitrat kislota ishtirokida kislotali sharoit hosil qilib, xlor ioniga sifat reaksiyasi amalga oshiriladi.

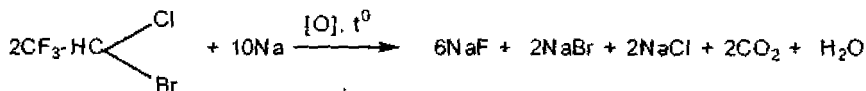
Aniqlash tartibi:

0,1 g bromkamfora 3 ml spirtida eritib, 1 ml natriy gidroksid eritmasi, 0,3 g rux kukuni qo'shib 1–2 minut qizdiriladi. Aralashmani sovutib, filtrlanadi va brom ioniga xos sifat reaksiya qilinadi.

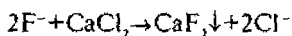
Ko'pchilik hollarda organik birikma tarkibidagi galogen natriy gidroksid eritmasi bilan qizdirib ion holiga keltiriladi (bromizoval, karbromal, siklofosfan, levomitsetin).

3. Organik birikmadan yodni minerallash uning qanday molekula tarkibida, qay tarzda birikkanligiga bog'liq. Yodoform to'g'ridan to'g'ri qizdirib, xiniyon suyultirilgan nitrat kislota bilan, bilignost, yodognost esa konsentrlangan sulfat kislota bilan qizdirish orqali minerallanadi.

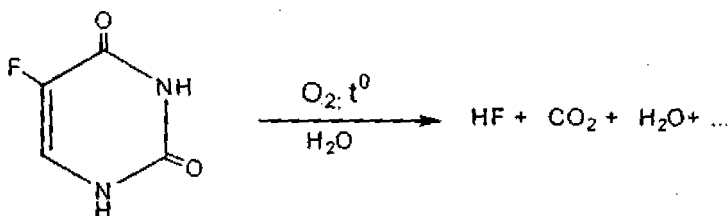
4. Ftororganik birikmalardagi ftorni minerallash uchun uni metal holdagi natriy yoki Eshka aralashmasi bilan kuydiriladi (ftorotan, ftorafur).



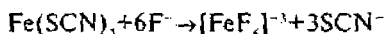
Ftor ioni kalsiy xlorid eritmasi bilan oq rangli cho'kma hosil qiladi.



Ftoruratsil tarkibidagi ftor kislorod oqimida kuydirib minerallanadi:



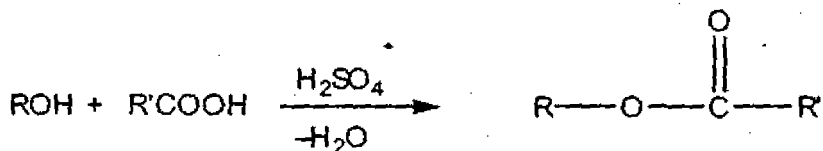
Minerallash mahsuloti filtrlanib, filtratda ftor ioniga temir rodanid eritmasi qo'shish orqali sifat reaksiyasi qilinadi (eritmaning qizil ranggi yo'qoladi):



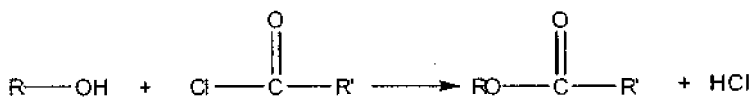
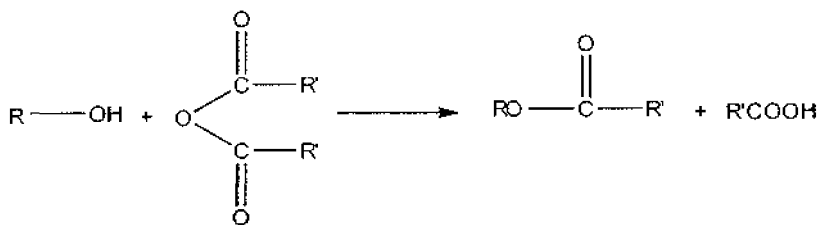
1.2.3. Spirt gidroksili

1. Efir hosil bo'lish reaksiyasi

Bu reaksiya spirt gidroksil guruhi saqlagan moddalar uchun xos bo'lib, ularning konsentrlangan sulfat kislota ishtirokida karbon kislotalar bilan murakkab efir hosil qilishiga asoslangan:



Efir hosil bo'lish reaksiyasi kislota anhidridlari va xloranidridlari ta'sirida yanada osonroq ketadi:



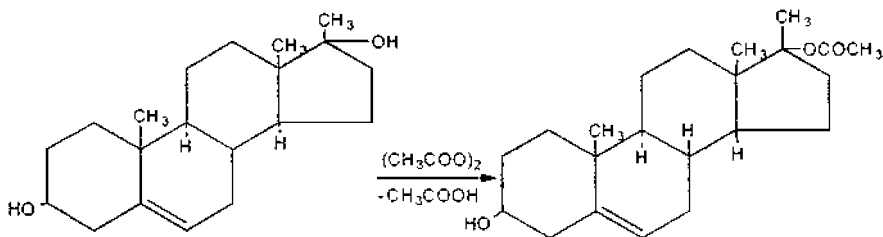
Reaksiya mahsulotlari hidga qarab yoki suyuqlanish haroratiga ko'ra aniqlanadi (identifikatsiyalanadi).

Aniqlash tartibi:

a) 2 ml etil spirtiga 0,5 ml muz holdagi sirka kislotasi, 1 ml konsentrlangan sulfat kislotasi qo'shib qizdirilganda etilatsetat hosil bo'lib, u o'ziga xos hidi orqali aniqlanadi.

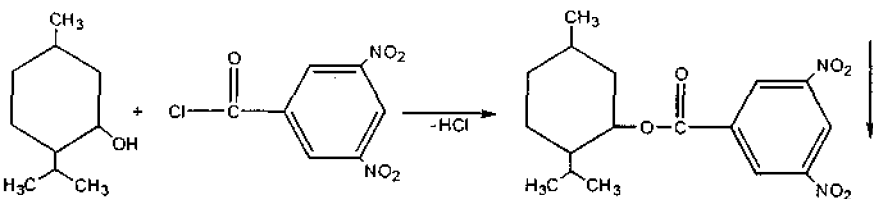
b) 0,1 g metilandrosteniolga 0,6 ml sirka anhidridi, 4,5 ml suvsiz piridin qo'shiladi va vertikal holdagi sovitgich bilan tutashtirilib, suv hammomida 50–60°C haroratda 3 soat qizdiriladi. Eritma sovitilib, 30 ml suv bilan suyuqtiriladi, 30 minutga qoldirilgach, hosil bo'lgan cho'kma filtrlanadi.

Cho'kma suv bilan atseton aralashmasida qayta filtrlanib quritilgach, suyuqlanish harorati aniqlanadi ($T_{\text{stuyuuq}} = 174-180^{\circ}\text{C}$).

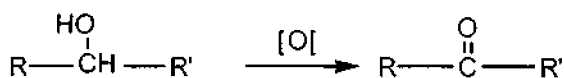
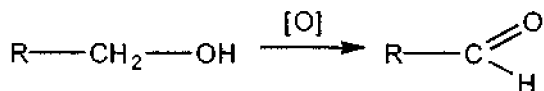


d) 0,2 g mentol 0,5 ml suvsiz piridinda eritilib 3 ml 15% li 3,5-dinitrobenzoy kislotasi xloranhidridining suvsiz piridindagi eritmasidan qo'shib suv hammomida 10 minut qaynatiladi va xona haroratigacha sovitilib, 7 ml suv solib, 30 minutga qoldiriladi.

Cho'kma filtrlanib suv bilan yuvilgach, atsetonda qayta kristallanib, quritiladi, so'ngra suyuqlanish harorati aniqlanadi.

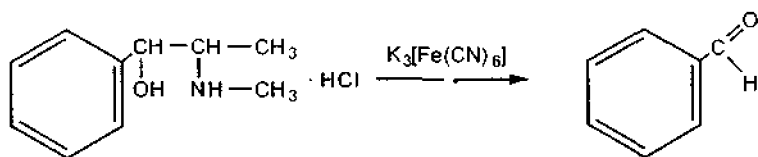


2. Spirtlarning chinligini aniqlashda ularni oksidlash reaksiyalaridan ham keng foydalaniladi. Bunda o'ziga xos hidga ega bo'lgan aldegid yoki ketonlar hosil bo'ladi.

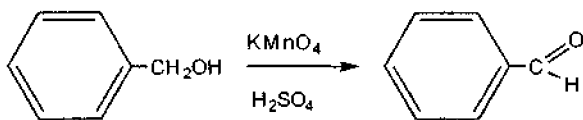


Aniqlash tartibi:

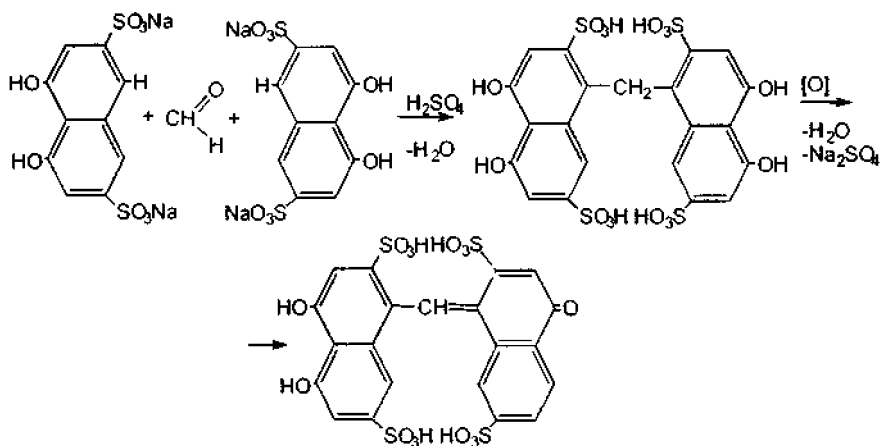
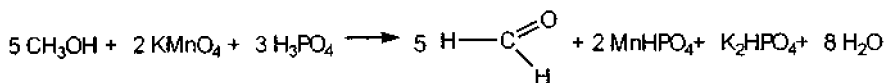
0,05 g efedrin gidrokslorid 1 ml suvda eritilib, kaliy ferritsianid kristallidan qo'shib qaynaguniga qadar qizdiriladi. Benzaldegid hosil bo'lishi hisobiga o'ziga xos hid seziladi.



0,1 ml benzil spirtiga 5 ml 3% li kaliy permanganat eritmasi va 1 ml 1 mol/l sulfat kislota qo'shilsa, benzaldegidga xos bo'lgan hid seziladi.



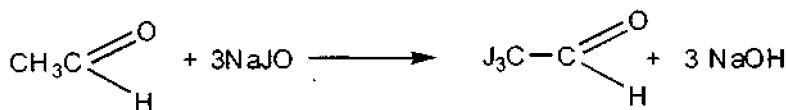
Etil spirtida yot aralashma hisoblangan metil spirti ham oksidlanish reaksiyasi yordamida aniqlanadi.



Aniqlash tartibi:

0,5 ml etil spirtiga 4,5 ml suv, 2 ml kaliy permanganatning fosfat kislotadagi eritmasi qo'shib chayqatilgach, 10 minutdan so'ng eritma rangsizlanguniga qadar tomchilab natriy bisulfitning to'yingan eritmasi qo'shiladi. Xromatrop kislotasi dinatriy tuzining 2% li yangi tayyorlangan 1 ml eritmasi va tomchilab 10 ml konsentrlangan sulfat kislotaga qo'shib aralashtirilganda binafsha rang hosil bo'lishi metil spirtning borligini ko'rsatadi.

Etil spirtidan yodoform hosil bo'lish reaksiyasi ham oksidlanish reaksiyasi natijasida ro'y beradi:





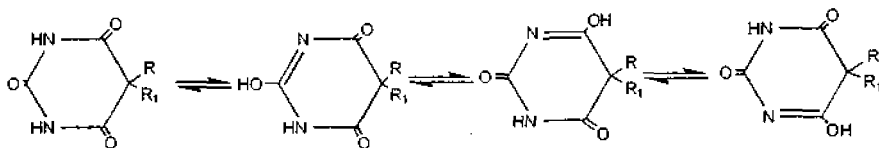
Aniqlash tartibi:

0,5 ml etil spirtiga 5 ml natriy gidroksid eritmasi va 2 ml 0,1 mol/l yod qo'shilsa, yodoform hidi sezilib, sekinlik bilan sariq rangli cho'kma hosil bo'ladi.

Yodoform hosil bo'lish reaksiyasi spirtlar uchun xos bo'lmay, etoksil — OC_2H_5 va atsetil — $\text{SO}-\text{SN}_3$ guruh saqlagan moddalar ham bu reaksiyani beradi (atseton, xloralhidrat, fenatsetin, drotaverin, etilmorfin, formaldegid va boshqalar).

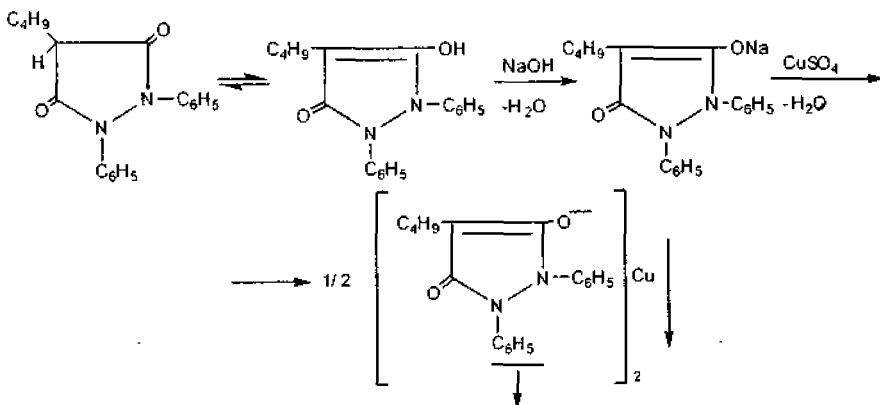
1.2.4. Yenol gidroksil guruhi

Yenol gidroksil guruhi keto-yenol tautomeriya natijasida hosil bo'lib, fenollar singari kuchsiz kislotali xossa namoyon qiladi. Barbituratlarda iminimidazol tautomeriya natijasida ularning kislotali xossasi namoyon bo'ladi:



Fenobarbitur kislota eritmasi 1 tomchi metil qizili ta'sirida qizil-pushti rangga kiradi. Bu uning barbital va fenobarbitalga nisbatan kuchli kislotali xossaga egaligini ko'rsatadi.

Yenol gidroksil guruhi og'ir metal tuzlari bilan rangli cho'kmalar hosil qiladi.

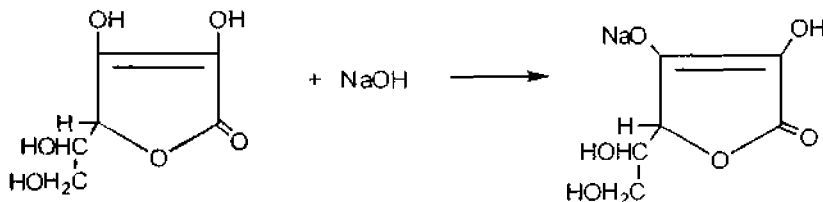


Aniqlash tartibi:

0,05 g butadion 1,5 ml 0,1 mol/l natriy gidroksid bilan 2 minut chayqatilib filtrlanadi. Filtratga 0,5 ml mis sulfat eritmasidan qo'shilsa, kul rang cho'kma hosil bo'ladi.

1.2.5. Yendiol guruhi

Yendiol guruh saqlagan dori moddalarning xarakterli vakili askorbin kislotasi bo'lib, u natriy gidroksid eritmasi ta'sirida tuz hosil qiladi:

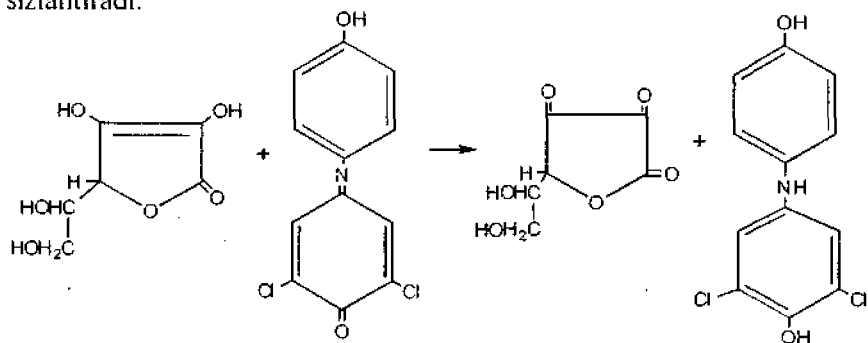


1. Yendiollar, shu jumladan, askorbin kislotasi og'ir metal tuzlari bilan rangli kompleks birikmalar hosil qiladi.

Aniqlash tartibi:

0,05 g askorbin kislotasining 2 ml suvdagi eritmasiga 0,1 g natriy gidrokarbonat va 0,02 g temir (II) sulfat qo'shilsa, ma'lum vaqt o'tgach, binafsha rang hosil bo'ladi.

2. Yendiol guruh saqlagan birikmalar qaytaruvchanlik xossasini namoyon etib, oson degidratlanishi natijasida α -dikarbonil birikmaga o'tadi. Askorbin kislotasi neytral yoki kuchsiz kislotali sharoitda kumush nitrat bilan qora rangli cho'kma hosil qilib, yod eritmasini rangsizlantiradi. Ayniqsa, 2,6-dixlorfenolindofenol bilan sifat reaksiyasi xarakterli bo'lib, 1:1000 nisbatdagi eritmaları ham 2,6-dixlorfenolindofenolni rangsizlantiradi:



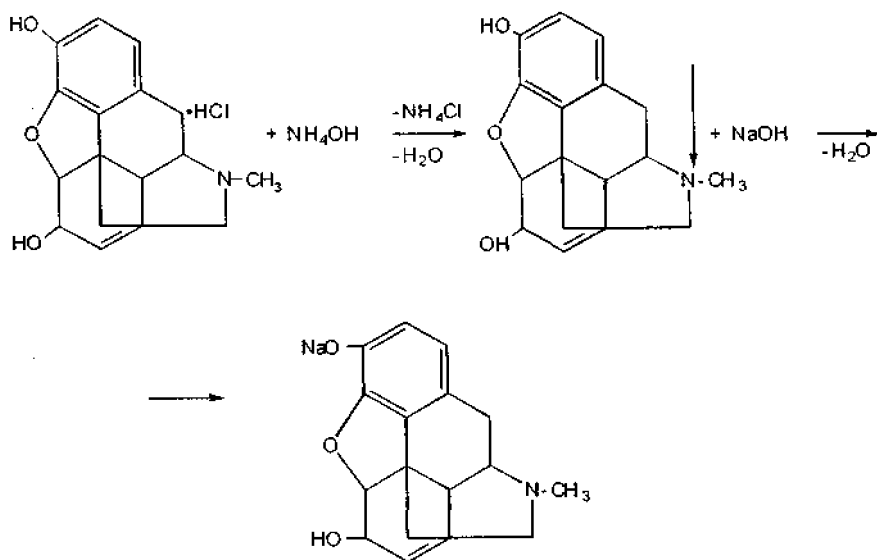
1.2.6. Fenollarga xos bo'lgan sifat reaksiyalari

Fenollarda gidroksil guruh aromatik halqada joylashib, kuchsiz kislotali xossani namoyon qiladi.

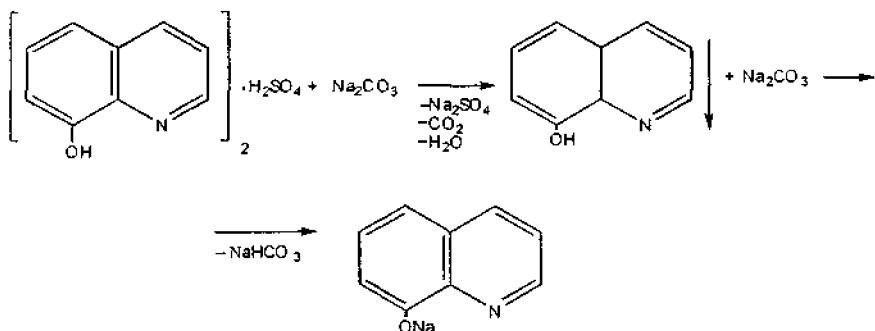
1. Kuchsiz kislotali xossa fenollar uchun xarakterli bo'lib, bu xossadan ularning chinligini aniqlash uchun foydalaniladi.

Aniqlash tartibi:

5 ml 2% li morfin gidrokslorid eritmasiga 1 tomchi ammiak eritmasi qo'shilsa, oq cho'kma hosil bo'ladi. Unda natriy gidroksid eritmasi qo'shib chayqatilsa, cho'kma eritmaga o'tadi:



Nitrofenollar, 8-oksixinolin hosilalari, tetratsiklinlar va boshqa fenollarga natriy karbonat eritmasi bilan bajariladigan sifat reaksiyalari ham ularning kuchsiz kislotali xossasiga asoslangan.



Aniqlash tartibi:

1 ml 1% li xinozol eritmasiga natriy karbonat eritmasi tomchilab qo'shilsa, cho'kma hosil bo'ladi. Bu cho'kma natriy karbonat eritmasining ortiqchasida eriydi.

Hosil bo'lgan fenolyatlar moddaning kimyoviy tuzilishiga qarab turli rangda bo'lishi mumkin. Masalan, rutin — sariq, nitroksolin — qizil, ftivazid — qizil-sariq rangli fenolyatlar hosil qiladi.

Aniqlash tartibi:

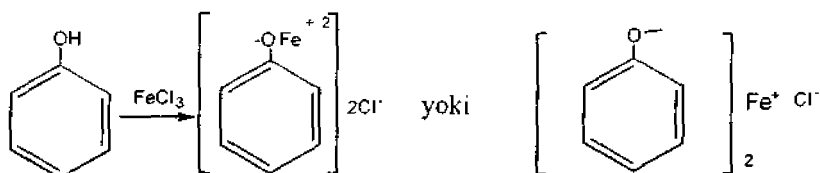
0,05 g ftivazidga 10 ml 95% li spirt qo'shib qizdiriladi. Eritma sovutilib, 1 tomchi natriy gidroksid eritmasidan qo'shilsa, och sariq rang hosil bo'lib, bu rang qizil-sariqqa o'tadi.

2. Fenol gidroksil guruhi uchun temir (III) xlorid eritmasi bilan sifat reaksiyasi xos bo'lib, bu reaksiya neytral yoki kuchsiz kislotali sharoitda olib boriladi.

Hosil bo'ladigan birikmaning tarkibi va rangi reaksiya jarayonining muhit sharoitiga va aniqlanuvchi moddaning kimyoviy tuzilishiga bog'liq. Bir atomli fenollar ko'k yoki binafsha rangga, ikki atomli fenollar esa ko'k rangga bo'yolib, reaksiya muhitining o'zgarishi hosil bo'lgan rangning ham o'zgarishiga sabab bo'ladi.

Timolning rangli birikma hosil qilmasligi molekuladagi izopropil guruhining ta'siri bilan tushuntiriladi.

Bu reaksiya natijasida salitsil kislota va salitsilamid — binafsha rang, rezorsin — ko'k binafsha, rutin, dietilstilbestrol, xiniofon va adrenalin — yashil, ftivazid — sariq-yashil, piridoksin gidroxlorid — qizil, xlortetrasiklin gidroxlorid — qizilga o'tuvchi qo'ng'ir rang hosil qiladi:



Aniqlash tartibi:

0,05 g tetratsiklinga 2 ml konsentrlangan sulfat kislotaga ta'sir ettirilsa, binafsha rang hosil bo'lib, unga 1 tomchi suv qo'shilsa to'q-sariq, 1 tomchi temir (III) eritmasi tomizilsa, qo'ng'ir yoki qizil-qo'ng'ir rang hosil bo'ladi.

3. Millon reaktivi (simobning nitrat kislotadagi eritmasi) bilan fenollar qizil rangli birikma hosil qilib, bu reaksiya o'ta sezgir va xarakterli hisoblanadi.

Aniqlash tartibi:

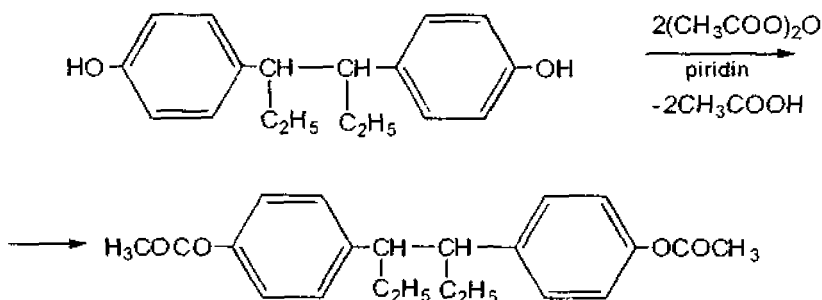
0,1 g 4-gidroksibenzoy kislotaning benzil efiri 2 ml 95% li etil spirtida eritilib, 0,5 ml millon reaktivi tomizilsa, qizil rang hosil bo'ladi.

4. Fenollar karbon kislotaga angidridlari va xlorangidridlari bilan murakkab efirlar hosil qilib, reaksiya mahsulotini suyuqlanish harorati bo'yicha aniqlash mumkin.

Aniqlash tartibi:

0,25 g sinestrolga 1 ml sirka angidridi va 2 ml suvsiz piridin qo'shib, vertikal sovitgichga ulab 15 minut qaynatilgach, xona haroratigacha sovitilib, 50 ml suv solinadi. Cho'kma filtrlanib, suv bilan yuvib, 100—105°C da quritilgach, suyuqlanish harorati aniqlanadi.

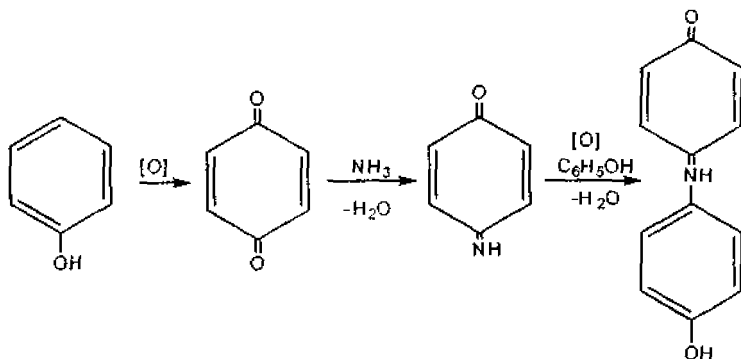
Diatsetat sinestrolning suyuqlanish harorati — 137—139°C.



5. Fenollar oson oksidlanib, rangli birikmalar hosil qiladi.

Bir nechta apomorfin gidroxlorid kristallariga 1 tomchi nitrat kislotasi tomizilsa, qizil rang hosil bo'ladi.

6. Fenollar oksidlovchilar ta'sirida xinonlar hosil qilib, ular aminlar bilan kondensatsiyalanib indofenolga o'tadi.

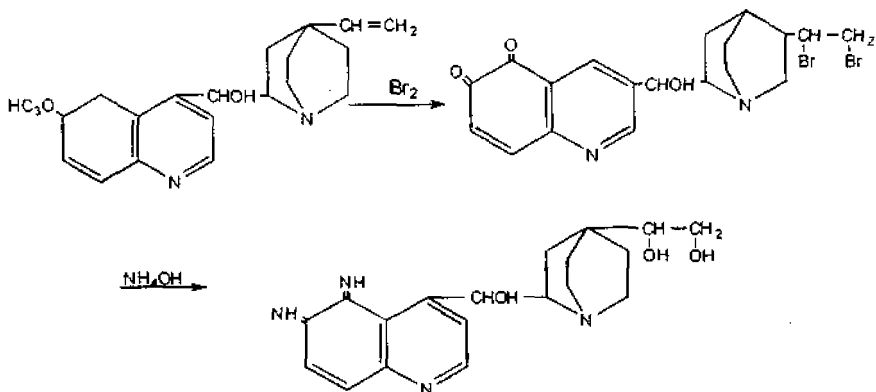


Aniqlash tartibi:

0,05 g aniqlanuvchi moddaga 0,5 ml ammiak, 3–4 tomchi xloramin eritmasi (xlorli ohak, natriy gipoxlorid, bromli suv) qo'shib, aralashma qizdirilsa, turli rangdagi bo'yoq modda – indofenol hosil bo'ladi.

Bu reaksiya natijasida fenol ko'k-yashil, rezorsin sariq-qo'ng'ir rang hosil qilib, xlorid kislotasi ta'sirida rang qizilga o'tadi.

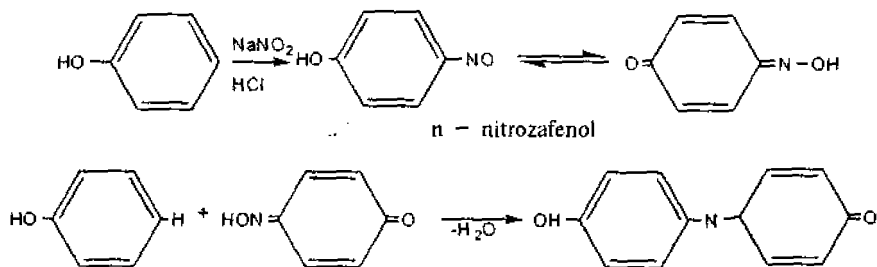
Xinindan taleyoxinin hosil bo'lishi dastlab xinolin halqasidagi metoksil guruhining gidrolizlanishi, fenol va vinil guruhlarining oksidlanishi hamda ammiak bilan almashinishi natijasida ro'y beradi.



Aniqlash tartibi:

5 ml 0,1% li xinin gidrokslorid eritmasiga 2–3 tomchi bromli suv va 1 ml ammiak tomizilsa, yashil rang hosil bo'ladi.

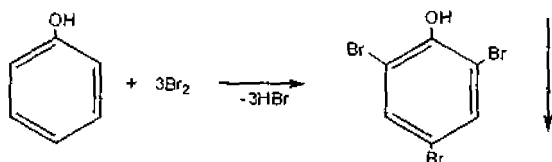
Liberman reaksiyasi fenollarni natriy nitrit va konsentrlangan sulfat kislota ta'sirida oksidlab, indofenol hosil qilishga asoslangan.



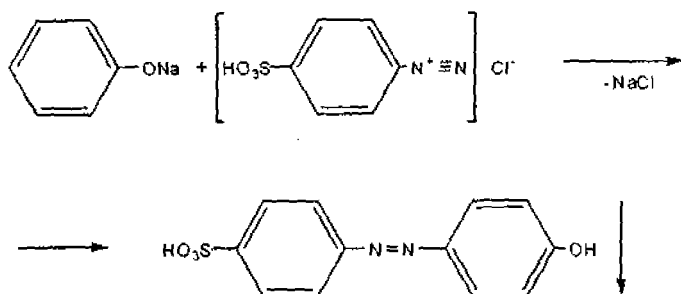
Aniqlash tartibi:

Aniqlanuvchi moddadan bir necha kristal olib, buyum oynasi yoki soat oynasida 2–3 tomchi 1% li natriy nitrit va konsentrlangan sulfat kislota tomizilganda rangli birikma hosil bo'ladi.

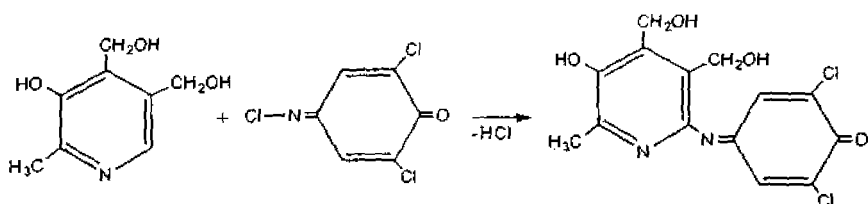
7. Aromatik halqadagi gidroksil guruhi birinchi tur o'rinbosari sifatida benzol halqasiga ta'sir ko'rsatib undagi orto- va para- holatdagi vodorod atomlarini faollashtiradi. Bunga fenolning bromli suv ta'sirida oq rangli cho'kma hosil qilishi misol bo'la oladi.



8. Para- yoki orta- holatlarda o'rinbosarlar bo'lmagan fenollar azabo'yoq hosil qilishida asosiy komponent sifatida ishtirok etadi. Bunda avval sulfanil kislota, natriy nitrit va xlorid kislota ta'sirida diazoniyl xloridga o'tkazilib, so'ngra uning 2–3 tomchisi birorta fenolning ishqoriy eritmasiga qo'shilsa, qizil rangli azabo'yoq hosil bo'ladi. Azabo'yoq hosil qilish reaksiyasida sulfanil kislota o'rniga boshqa aromatik amin hosilalaridan foydalanish ham mumkin.



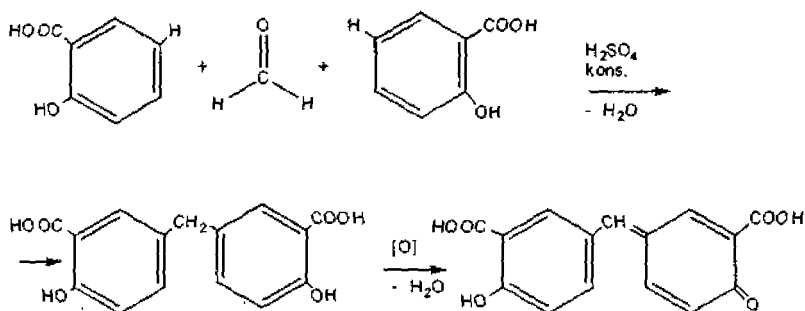
9. Para-holatida o'rinbosar bo'lmagan fenollar 2,6-dixlorxinonxlorimid bilan kondensatsiyalanish reaksiyasiga kirishadi:



Aniqlash tartibi:

0,01 g piridoksin gidroksid 10 ml suvda eritilib, eritmaning 1 ml iga 2 ml ammiakli bufer eritma, 1 ml 2,6-dixlorxinonxlorimid eritmasi va 2 ml butil spirti solib chayqatilsa, butil spirti qatlami ko'k rangga bo'yaladi.

10. Fenollar uchun aurin turidagi rangli birikma hosil qilish reaksiyasi ham xos bo'lib, bu reaksiya Marki reaktivi bilan olib boriladi:



aurin turidagi bo'yoq

Aniqlash tartibi:

0,03 g salitsil kislotağa 5 ml konsentrlangan sulfat kislota va 2 tomchi formaldegid eritmasi qo'shib, aralashma qizdirilsa, qizil rang hosil bo'ladi.

Bu reaksiyani buyum oynasida, aniqlanuvchi moddaning bir nechta kristalliga 2-3 tomchi Marki reaktivi qo'shish bilan bajarish ham mumkin.

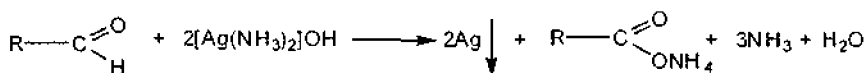
1.2.7. Aldegid va ketonlar

Aldegid va keton guruhi saqlagan moddalar uchun 4 turdagi reaksiyalar xos bo'lib, bular — oksidlanish (aldegidlar), birikish (aldegidlar va ketonlar), kondensatsiyalanish (aldegid va ketonlar) va almashinish (aldegid va ketonlar) reaksiyalaridir.

1. Oksidlanish reaksiyalari.

Aldegidlarni oksidlash uchun kumush, mis va simob tuzlaridan foydalaniladi.

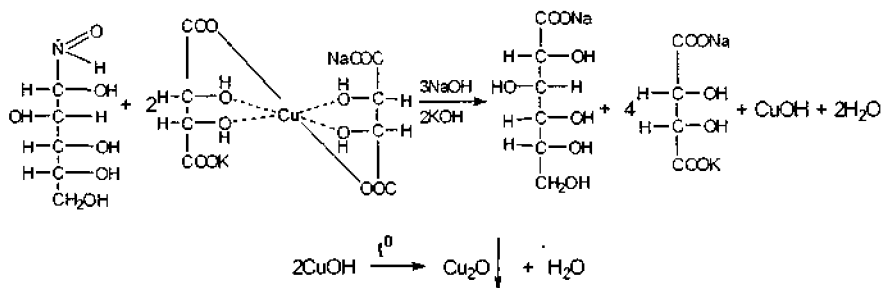
a) "Kumush ko'zgu" hosil bo'lish reaksiyasi. Bunda dori moddasi eritmasiga kumush nitratning ammiakli eritmasidan qo'shib qizdirilganda reaksiya natijasida qaytarilgan kumush idish devorlarida "ko'zgu" hosil qiladi.



Aniqlash tartibi:

2 ml kumush nitrat eritmasiga 10-12 tomchi ammiak eritmasi va 2-3 tomchi formaldegid eritmasi qo'shib, suv hammomida 50-60°C da qizdirilsa, probirka devorlarida kumush "ko'zgu" hosil bo'ladi.

b) Feling reaktivi bilan reaksiya. Aldegidlar reaktiv tarkibidagi mis (II) ni mis (I) gacha qaytaradi



Aniqlash tartibi:

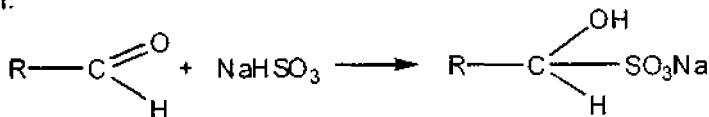
0,2 g glukoza 5 ml suvda eritilib, 10 ml Feling reaktivi qo'shib qizdirilganda qizil rangli cho'kma hosil bo'ladi.

d) Nessler reaktivi bilan reaksiya. Aldegidlar Nessler reaktivi tarkibidagi simob (II) ni erkin holdagi simobgacha qaytaradi.

Ushbu reaksiyalar faqat aldegidlar uchun xarakterli bo'lmay, yendiollar, gidrazin hosilalari va boshqa qaytaruvchilar ham bu reaktivlar yordamida oksidlanadi.

2. Birikish reaksiyalari.

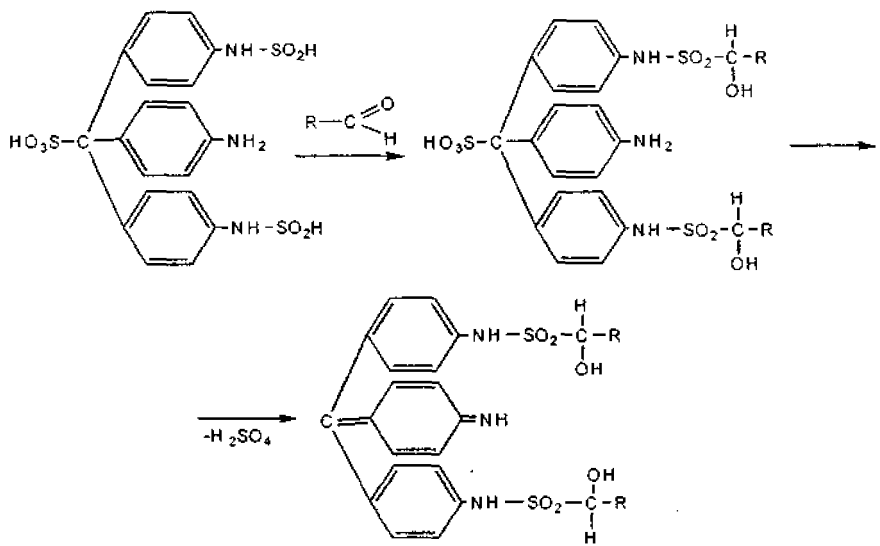
Birikish reaksiyalari orasida natriy bisulfit bilan boradigan reaksiya xarakterli bo'lib, aldegid va ketonlarning bisulfitli birikmalari kristal holda ajraladi:



Bisulfitli birikmalardan aldegid va ketonlarni kislotali yoki ishqoriy gidroliz orqali ajratib olish mumkin.

Shuning uchun bu reaksiyadan aldegid va ketonlarni tozalashda va murakkab tarkibli dori turlari tahlilida foydalanish mumkin.

Fuksinsulfat kislotasi bilan aldegid va ketonlarga bajariladigan reaksiya ham birikish reaksiyalari turiga kirib, bunda qizil-binafsha rang hosil bo'ladi.

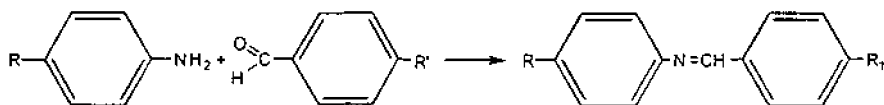


Glukozaning past konsratsiyali eritmalarida aldegid holidagi izomeri juda kam bo'lganligi uchun bu reaksiya bormaydi.

3. Kondensatsiyalash reaksiyalari

Aldegidlar, fenollar va fenolkislotalar bilan kondensatsiyalanish reaksiyasiga kirishib, farmatsevtik tahlilda bu reaksiyadan yot aralashma holidagi aldegidlarni (masalan, metanolning oksidlanishi natijasida hosil bo'lgan formaldegid) yoki gidroliz mahsulotlarini (geksamidin, metazid, nikodin) aniqlash uchun foydalaniladi.

Alifatik va aromatik aldegidlar birlamchi aromatik aminlar bilan kondensatsiyalanish reaksiyasiga kirishib, Schiff asosi turidagi rangi birikma hosil qiladi.

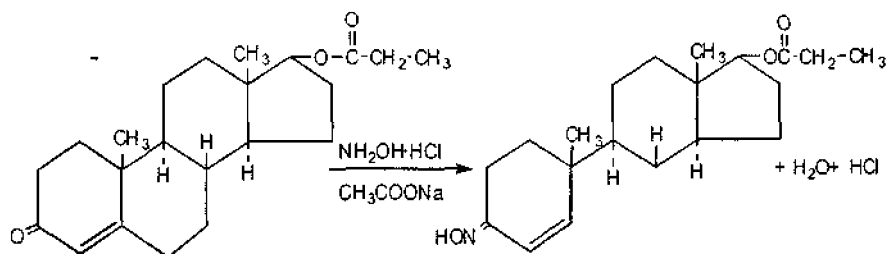


Birlamchi aromatik aminguruh saqlagan dori moddalarning ekspress-tahlilida bu reaksiya ligninning aldegid guruhi bilan olib boriladi.

4. Almashinish reaksiyalari

Aldegid yoki ketonlar gidroksilamin, fenilgidrazin, 2,4-dinitrofenilgidrazin, semikarbazid bilan almashinish reaksiyasiga kirishadi.

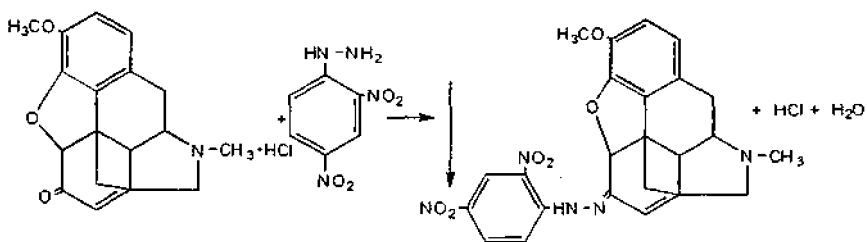
a) gidroksilamin bilan reaksiya



Aniqlash tartibi:

1 mg prednizolon 1 ml metil spirtida eritilib, 5 ml fenilgidrazin sulfat eritmasi qo'shib, suv hammomida qizdirilganda 5 minutdan so'ng eritma sariq rangga o'tadi.

b) 2,4-dinitrofenilgidrazin bilan reaksiya



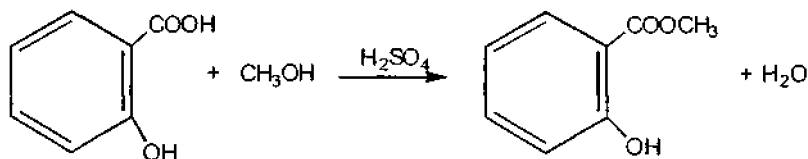
Aniqlash tartibi:

0,02 g tekodin 1 ml suvda eritilib, unga 2 ml 2,4-dinitrofenilgidrazinning xlorid kislotadagi eritmasi qo'shilsa, sariq rangli cho'kma hosil bo'ladi.

1.2.8. Karbon kislotalar

Karbon kislotalar karboksil – COOH guruh saqlagan organik modalar bo'lib, ularga quyidagi sifat reaksiyalari bajariladi:

1. Karbon kislotalar spirtlar bilan murakkab efirlar hosil qiladi. Hosil bo'lgan murakkab efirlar o'ziga xos hidiga ko'ra aniqlanadi. Masalan, salitsil kislotada konsentrlangan sulfat kislotada ishtirokida metil spirti bilan qizdirilsa, o'ziga xos hidli metilatsetat hosil bo'ladi:



2. Karbon kislotalarda kislotali xossa spirt va fenollarga qaraganda kuchli bo'lgani uchun metallarning tuzlari bilan reaksiyaga kirishib, kislotalarning tuzilishi va undagi funksional guruhlarining turiga qarab rangli eritmalar yoki cho'kmalar hosil bo'ladi.

Vino kislotada oq cho'kma holidagi kaliygidrotartrat, limon kislotada esa sovuq suvda erib, qaynatilganda cho'kmaga tushadigan kalsiy sitrat hosil qiladi.

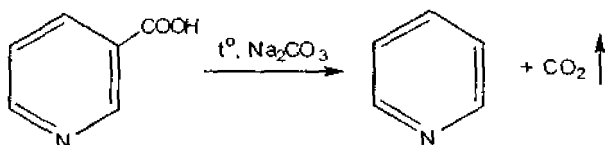
Karbon kislotalarga sifat reaksiyasi aksariyat hollarda Cu^{+2} , Fe^{+3} , Co^{+2} tuzlari bilan, ba'zi hollarda Ag^{+} va Pb^{+2} tuzlari bilan o'tkaziladi.

Odatda avval aniqlanuvchi karbon kislotada 0,1 mol natriy gidroksid bilan fenoltalein ishtirokida neytrallanib, eritma uch qismga bo'lingach, biriga temir (III) xlorid, ikkinchisiga kobalt (II) xlorid yoki kobalt (II)

nitrat, uchinchisiga esa mis (II) sulfat eritmaları solinsa, rangli eritma yoki rangli cho'kma hosil bo'ladi.

3. Aromatik yoki geterosiklik tuzilishga ega bo'lgan karbon kislotalar 150-160°C da qizdirilsa, dekarboksillanib, o'ziga xos hidga ega bo'lgan parchalanish malisulotlari hosil bo'ladi.

a) piridin karbon kislotalar:



Aniqlash tartibi:

0,1 g niktin kislotaga 0,1 g suvsiz natriy karbonat qo'shib qizdirilsa, piridinning o'ziga xos hidi seziladi.

b) aromatik oksikislotalar:

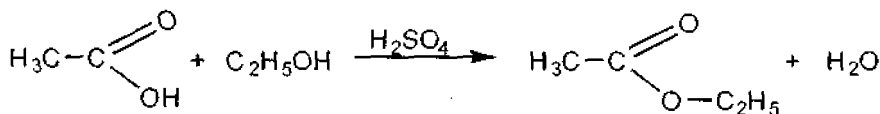
Aniqlash tartibi:

0,1 g salitsil kislotaga 0,3 g natriy sitrat qo'shib qizdirilsa, fenolning o'ziga xos hidi seziladi.

Bu reaksiyalarda suvsiz natriy karbonat bilan natriy sitrat aniqlanuvchi modda qizdirilganida sublimatsiyaga uchramasligi va dekarboksillanish uchun yetarli harorat hosil qilish maqsadida qo'shiladi.

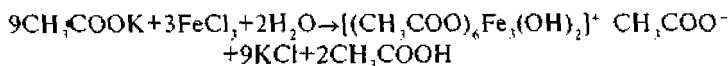
Atsetatlar

1. Atsetat ioni saqlagan 2 ml (0,002-0,006 g atsetat ioni) eritmaga teng hajmda konsentrlangan sulfat kislota va 0,5 ml 95% spirt qo'shib qizdirilganda o'ziga xos hidga ega bo'lgan etilatsetat hosil bo'ladi:



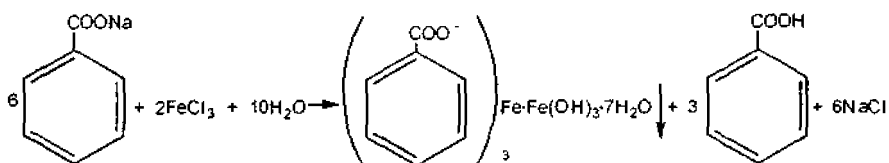
2. 2 ml neytrallangan atsetat eritmasiga (0,02-0,06 g atsetat ioni) 0,2 ml temir (III) xlorid eritmasidan qo'shilsa, qizil-qo'ng'ir rang

hosil bo'ladi. Suyultirilgan mineral kislotaga qo'shilsa, rang o'chadi:



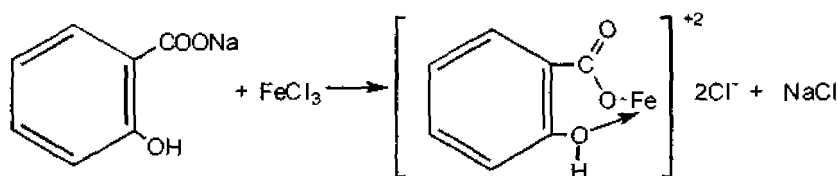
Benzoatlar

2 ml neytrallangan benzoat ioni saqlagan eritmaga (0,01–0,02 g benzoat ioni) 0,2 ml temir (III) xlorid eritmasidan qo'shilsa, pushti-sariq rangli cho'kma hosil bo'ladi. Hosil bo'lgan cho'kma efrida eriydi:



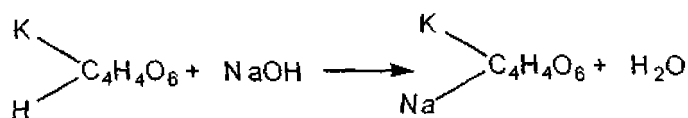
Salitsilatlar

2 ml neytrallangan salitsilat tuzining eritmasiga (0,002–0,01 g salitsilat ioni) 2 tomchi temir (III) xlorid eritmasi qo'shilsa, ko'k-binafsha yoki qizil-binafsha rang hosil bo'ladi. Suyultirilgan sirka kislotada rang o'zgarmay, suyultirilgan xlorid kislotada rangi o'chadi va oq kristal holdagi cho'kma hosil bo'ladi:

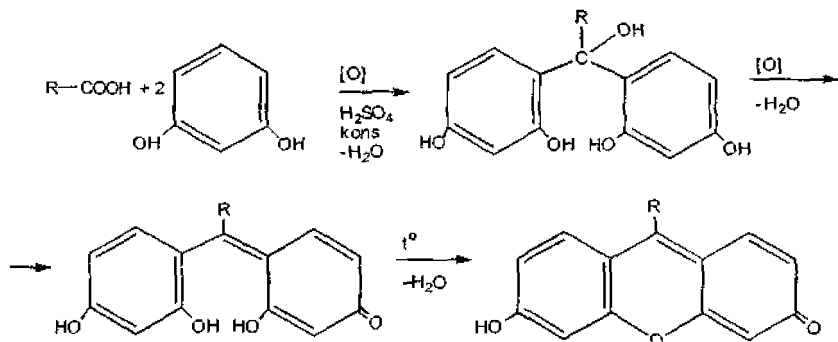


Tartratlar

1. 1 ml tartrat tuzining eritmasiga (0,02 g tartrat ioni) bir necha kaliy xlorid tuzining kristallaridan va 0,5 ml 95% spirt qo'shilsa, oq kristal cho'kma hosil bo'ladi. Cho'kma suyultirilgan mineral kislotalarda va ishqor eritmalarida eriydi:

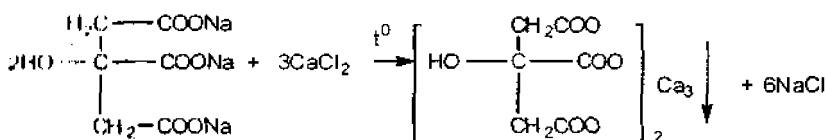


2. 0,25 ml tartrat tuzining eritmasiga (0,005 g tartrat ion) 1 ml konsentrlangan sulfat kislota qo'shib qizdirilib, bir necha dona rezorsin kristali qo'shiladi, 15–30 sekund davomida to'q qizil rang hosil qiladi:



Sitratlar

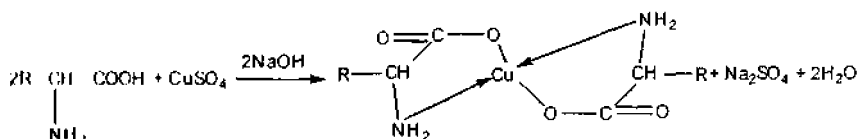
1. 1 ml neytrallangan sitrat tuzining eritmasiga (0,002–0,01 g sitrat ion) 1 ml kalsiy xlorid eritmasi qo'shilsa, eritma tiniqligini saqlaydi. Agar qaynatilsa, oq cho'kma hosil bo'ladi. Cho'kma suyultirilgan xlorid kislodata eriydi:



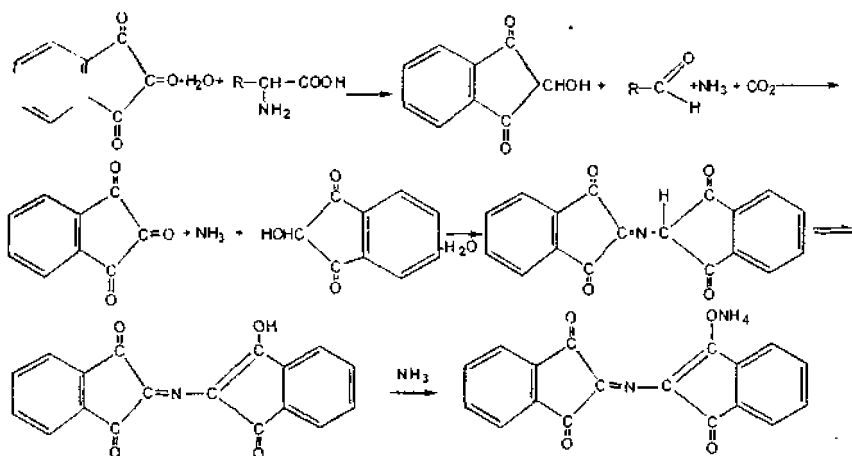
2 Preparatga (0,001–0,002 g sitrat ioni) 0,5 ml sirka anidridi qo‘shib istiladi. Natijada 20–40 sekund davomida qizil rang hosil bo‘ladi.

1.2.9. Alifatik aminokislotalar

Aminokislotalar uchun xos bo‘lgan reaksiyalardan biri Cu^{+2} tuzlari bilan kompleks birikma hosil bo‘lish reaksiyasi bo‘lib, bunda to‘q-ko‘k yoki ko‘k-yashil rangli eritmalar hosil bo‘ladi. Reaksiya aminokislotalarning neytral yoki kuchsiz ishqoriy eritmasida olib boriladi.



2. Ningidrin bilan reaksiya barcha aminokislotalar uchun umumiy bo‘lib, bu reaksiyani aminokislotalardan tashqari birlamchi aminlar, kislotalarning gidrazidlari va boshqa birikmalar ham beradi.



Ko‘k-binafsha rangli tuz

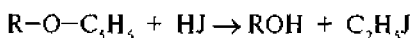
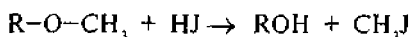
Aniqlash tartibi:

0,02 g glutamin kislota 1 ml yangi qaynatilgan suvda eritilib, 1 ml yangi tayyorlangan ningidrin eritmasi qo'shib qizdirilganda ko'k-binafsha rang hosil bo'ladi.

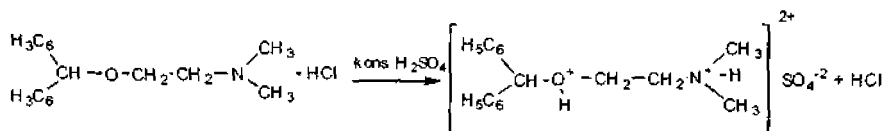
1.2.10. Oddiy efirlar

Oddiy efirlar $R-O-R'$ umumiy formulaga ega bo'lib, kimyoviy jihatdan nisbatan barqaror birikmalardir.

1. Oddiy efirlarga bajariladigan eng oddiy sifat reaksiyalaridan biri ularni konsentrlangan vodorod yodid eritmasi bilan qizdirilganda uchuvchan alkil yodidlar hosil bo'lish reaksiyalaridir.



Ajralib chiqqan alkilyodidlarni qaynash haroratiga ko'ra aniqlanadi. Bu reaksiya faqat oddiy efirlar uchun emas, balki spirtlar uchun ham xos.

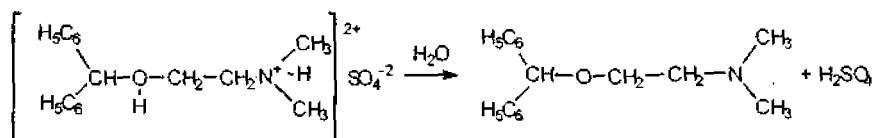


2. Oddiy efirlar konsentrlangan sulfat kislota ta'sirida kislorod atomidagi erkin elektronlar jufti hisobiga kuchsiz asosli xossani namoyon etib oksoniy tuzini hosil qiladi.

Aniqlash tartibi:

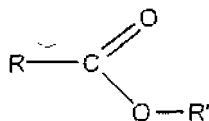
Soat oynasi yoki buyum oynasiga 3-4 tomchi konsentrlangan sulfat kislota tomizib, so'ng 0,02 g dimedrol qo'shilganda to'q-sariq rang hosil bo'ladi. Bu rang asta sekin qizilga o'tadi. Aralashmaga bir necha tomchi suv tomizilsa, eritma rangsizlanadi.

Almashingan oksoniy tuzlari turg'un bo'lmay, ular suv ta'sirida dastlabki moddalarga to'liq parchalanadi.



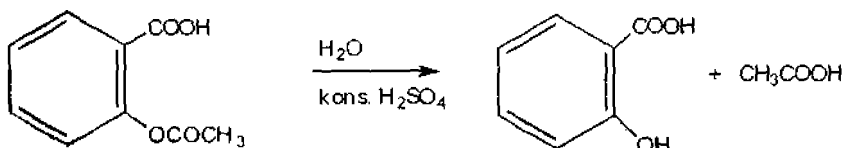
1.2.11. Murakkab efirlar

Murakkab efirlar karboksil guruhidagi vodorod atomi qaysidir radikalga almashingan kislotalarning hosilasi bo'lib,

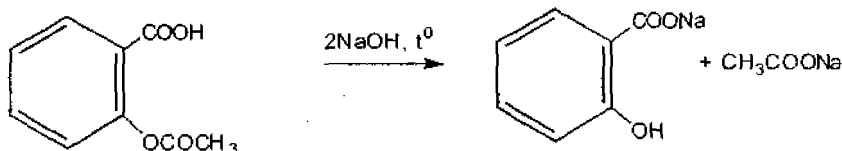


umumiy formula bilan ifodalandi.

1. Murakkab efirlar uchun kislota va ishqorlar ta'sirida gidrolizlanib, tegishli kislota va spirtlarni yoki ularning tuzlarini hosil qilish reaksiyasi xos.



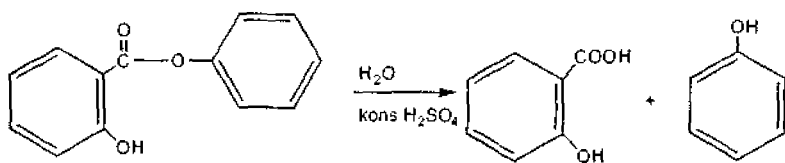
Atsetilsalitsil kislota



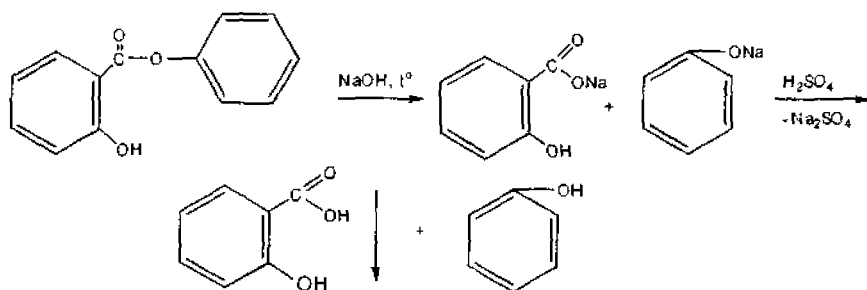
Aniqlash tartibi:

0,2 g atsetilsalitsil kislota chinni idishga solinib, 0,5 ml konsentrlangan sulfat kislota tomizilsa, gidrolizlanish reaksiyasi natijasida o'ziga xos hidli sirka kislota hosil bo'ladi.

0,5 g atsetilsalitsil kislota 3 minut davomida 5 ml natriy gidroksid eritmasi bilan qaynatiladi. Eritma sovutilib, kislotali muhit hosil bo'lguniga qadar suyultirilgan sulfat kislota eritmasi qo'shilsa, oq kristal cho'kma hosil bo'lib, sirka kislotalaning hidi seziladi.



Fenilsalitsilat

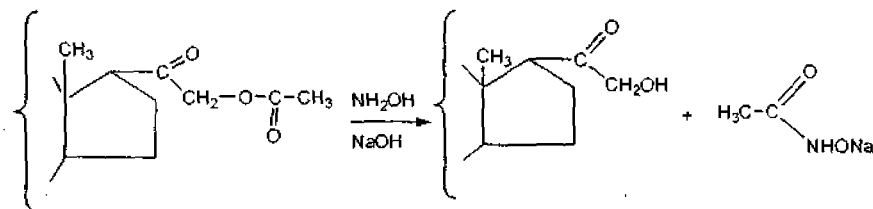


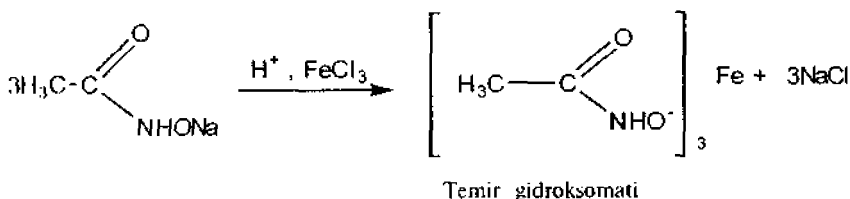
Aniqlash tartibi:

0,02 g fenilsalitsilatga 3–4 tomchi konsentrlangan sulfat kislotaga tomizilsa, fenolning hidi seziladi.

0,02 g fenilsalitsilat 2 ml spirtida eritiladi va 5 ml natriy gidroksid eritmasi qo'shib qaynatiladi. Arafashma sovitilib, kislotali sharoit hosil bo'lguniga qadar suyultirilgan sulfat kislotaga qo'shilganda fenolning o'ziga xos hidi seziladi va oq cho'kma hosil bo'ladi.

2. Murakkab efirlarga ishqoriy sharoitda gidroksilamin ta'sir ettirilsa, gidroksom kislotalar hosil bo'ladi. Gidroksom kislotalar og'ir metallar bilan rangli gidroksomatlar hosil qiladi. Aksariyat hollarda gidroksomatlar to'q-qo'ng'ir, to'q-qizil yoki to'q-binafsha rangga ega.





Aniqlash tartibi:

0,01 g kortizon atsetat 2 ml metil spirtida eritilib, 2 ml gidroksil-aminning ishqoriy eritmasi qo'shib, 3-5 minut davomida chayqatilgach, 2 ml suyultirilgan xlorid kislotasi va 0,5 ml 10% li temir (III) xloridning 0,1 mol/l xlorid kislotadagi eritmasi qo'shilsa, to'q-qizil rang hosil bo'ladi.

Bu reaksiya ketonlar va b-laktamidlar uchun ham xos.

3. Laktonlar murakkab efirlarning ichki molekular siklik efirlari bo'lib, kimyoviy tuzilishga ko'ra ularni ham murakkab efirlar qatoriga kiritish mumkin.

Legal reaksiyasi besh a'zoli to'yinmagan laktan halqasi uchun xos.

Aniqlash tartibi:

1-2 mg selanid 1 ml 25% li spirtida eritilib, 1 ml natriy nitroprussid ($\text{Na}_2\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) eritmasi va 1-2 tomchi natriy gidroksid eritmasi qo'shilsa, asta-sekin qizil rang hosil bo'ladi.

Bu reaksiya kardenolidlar guruhiga kirgan yurak glikozidlari va lakton halqasi saqlagan alkaloid-pilokarpin gidroxlorid uchun xos.

1.2.12. Aminlar

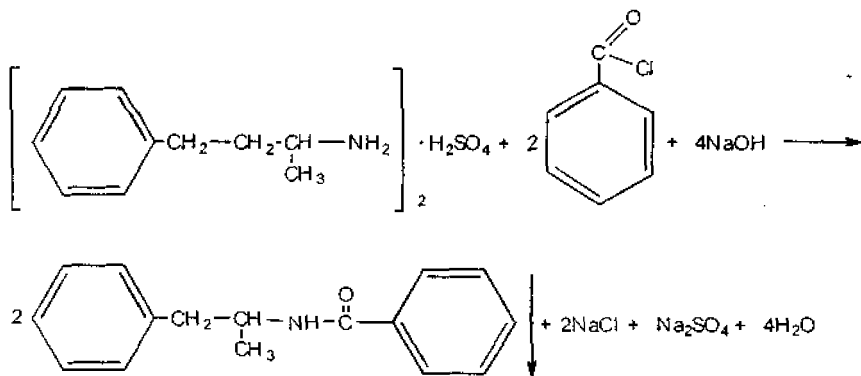
Aminlar bir yoki bir necha vodород atomi radikalga almashingan ammiak hosilalari bo'lib, tarkibidagi radikallarning soniga qarab birlamchi, ikkilamchi va uchlamchi aminlarga bo'linadi. Shuningdek, aminlardagi radikal turiga ko'ra ular alifatik yoki aromatik aminlar bo'lishi mumkin.

Ammiak singari aminlar ham asos xossasiga ega bo'lib, ular ammiakka nisbatan kuchliroq asos xossasini namoyon qiladi. Ikkilamchi aminlar birlamchi va uchlamchi aminlarga qaraganda kuchliroq asoslardir. Uchlamchi aminlarning ikkilamchi aminlarga qaraganda kuchsizroq aminligi radikallarning fazoviy ta'siri bilan tushuntiriladi.

Aromatik aminlar kuchsiz asoslardir. Bunga sabab azot atomidagi

erkin elektronlar juftining aromatik halqa elektronlari bilan ta'sirlashuvi natijasidir. Aminlar guruhiga kirgan dori moddalar odatda suvda kam erib, efir va xlorid kislotaning suyultirilgan eritmasida eriydi.

Birlamchi va ikkilamchi aminlar atsillanish reaksiyasiga kirishadi. Atsillovchi reagent sifatida sirka anhidridi, atsetilxlorid, benzoilxlorid va boshqa kislotalarning xloranidridlaridan foydalaniladi. Reaksiya mahsulotlari suyuqlanish haroratiga ko'ra aniqlanadi. Uchlamchi aminlar atsillanish reaksiyasiga kirishmaydi.

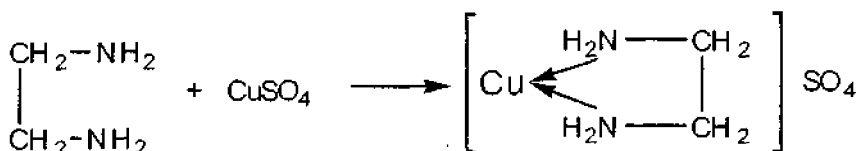


Aniqlash tartibi:

1 g fenamin 50 ml suvda eritilib, 10 ml natriy gidroksid eritmasi qo'shilib, 0,5 ml benzoilxlorid bilan chayqatiladi va oq cho'kma hosil bo'lguniga qadar 0,5 ml dan benzoil xlorid qo'shib boriladi. Cho'kma ajratilib, 50% li spirtida qayta kristallanib, quritilgach, suyuqlanish harorati aniqlanadi. $T_{\text{suyuqlanish}} = 132-135^\circ\text{C}$.

2. Erkin elektronlar jufti aminlarga asos xossasini berishi bilan birga kompleks birikmalar hosil bo'lishiga ham sabab bo'ladi.

Aminlar mis (II) sulfat eritmasi ta'sirida rangli kompleks tuzlar hosil qiladi.

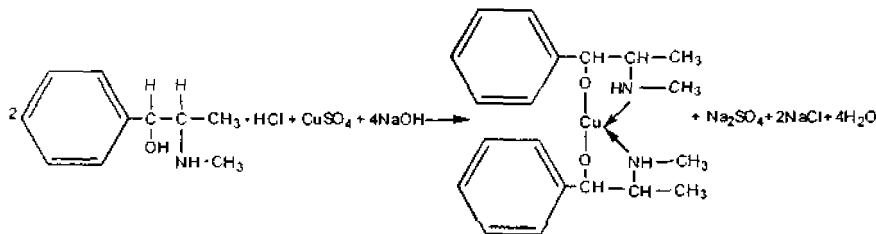


Bu reaksiya aminokislotalar uchun ham xos.

Aniqlash tartibi:

0,1 g eufillin 4 ml suvda eritilib, 5 tomchi mis (II) sulfat eritmasi tomizilsa, to'q-binafsha rang hosil bo'ladi.

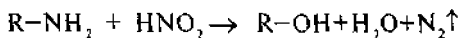
Ko'pchilik organik asoslar ham mis (II) sulfat eritmasi bilan kompleks birikmalar hosil qiladi.



Aniqlash tartibi:

0,01 g efedrin gidroksid 1 ml suvda eritilib, 0,1 ml mis (II) sulfat va 1 ml natriy gidroksid eritmasi qo'shib chayqatiladi. Ko'k rang hosil bo'lib, eritmaga efir qo'shib chayqatilganda efir qatlami qizil-binafsha rangga bo'yalib, suvli qatlam ko'k rangda qoladi.

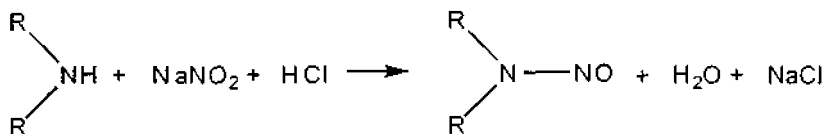
3. Aminlarni nitrit kislota bilan reaksiyasi orqali bir-biridan ajratish mumkin. Birlamchi aminlar nitrit kislota ta'sirida spirt hosil qilib, erkin azot gaz holida ajralib chiqadi. Mikroprobirkaga natriy nitritning bir nechta kristalli va birlamchi aminning xlorid kislodatagi eritmasi qo'shilsa, diazobirikmalar hosil bo'ladi. Aromatik aminlarning diazobirikmalari esa tezda parchalanib, azotning rangsiz gaz pufakchalari holida ajralib chiqishi kuzatiladi.



Aniqlash tartibi:

0,1 g meksilen gidroksid [(RS-1-metil-2(2,6-ksililoksi)-etil-amin gidroksid)] 3 ml 0,02 mol/l xlorid kislota eritmasida eritilib, natriy nitrit kristallari solib, aralashtirilsa, rangsiz gaz pufakchalari ajralib chiqadi.

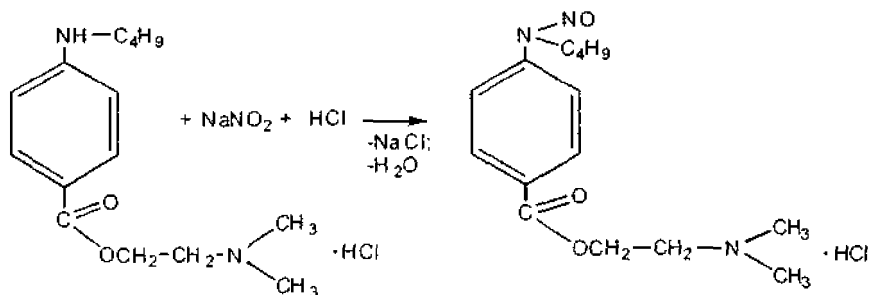
Ikkilamchi aminlar nitrit kislota bilan nitrozaminlar hosil qiladi.



Nitroza birikmalar rangli cho'kma yoki dietil efirida erib, efir qatlamini bo'yagan holatda kuzatiladi.

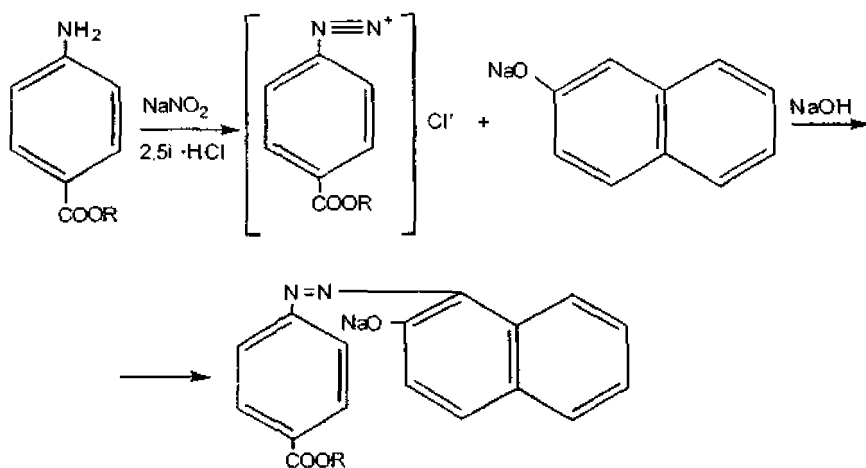
Aniqlash tartibi:

0,1 g dikain 2 ml 0,1 mol/l xlorid kislotada eritilib, natriy nitrit bo'lakchalari qo'shib chayqatilsa, efir qatlami qizg'ish rangga bo'yaladi.



Hosil bo'lgan nitrozaminlar konsentrlangan sulfat kislotada gidrolizlanishi natijasida nitrit kislotaga parchalanadi. Ajralib chiqqan nitrit kislotani Liberman reaksiyasi yordamida aniqlash mumkin.

Birlamchi aromatik aminlar kislotali sharoitda nitrit kislotasi bilan och-sariq rangli diazoniy tuzi hosil qiladi. Diazoniy tuzi turli fenollarning ishqoriy eritmasiga tomizilsa, rangli azobo'yoq hosil qiladi.

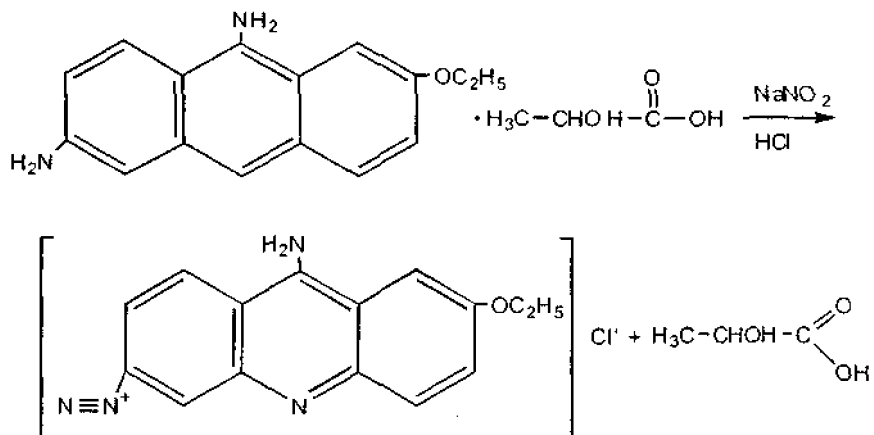


Qizil rangli azobo'yoq

Azobo'yoq hosil bo'lish reaksiyasini bajarish uchun 1 mol aromatik aminga 2,5 mol xlorid kislotaga qo'shish lozim. Xlorid kislotaning 1 moli natriy nitritni nitrit kislotaga o'tishiga, yana 1 moli diazoniyl tuzi hosil bo'lishiga va 0,5 moli diazoniyl tuzining turg'unligini ta'minlashga sarflanadi. Azobo'yoq hosil bo'lishi uchun diazoniyl tuzi eritmasi β -naftolning yoki boshqa bir fenolning ishqoriy eritmasiga qo'shilib, reaksiya aralashmasi ishqoriy muhitga ega bo'lishi lozim. Aks holda β -naftol yoki boshqa bir fenol yoki ularning oksidlanish mahsulotlari cho'kmaga tushib, azobo'yoq hosil bo'lmaydi.

Aniqlash tartibi:

0,02 g anestezin 2 ml suvda eritilib, 5 tomchi suyultirilgan xlorid kislotaga, 3 tomchi 0,1 mol/l natriy nitrit eritmasi solib aralastiriladi va eritmaning 1–2 tomchisi 3 ml β -naftolning ishqoriy eritmasiga qo'shilsa, qizil rangli cho'kma – azobo'yoq hosil bo'ladi. Ba'zi diazoniyl tuzlari rangli eritmalar hosil qilib, azobo'yoq hosil bo'lish reaksiyasini o'tkazishga hojat qolmaydi.

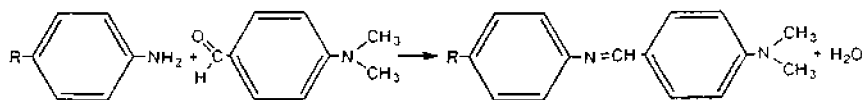


Aniqlash tartibi:

0,05 g etakridin laktat 5 ml suyultirilgan xlorid qo'shib, kislotali muhitga keltirilgach suvda eritilib, 1 ml 0,1 mol/l natriy nitrit eritmasi qo'shilsa, qizil rang hosil bo'ladi.

4. Birlamchi aromatik aminlar kislotali sharoitda alifatik yoki aromatik aldegidlar (π -dimetilaminobenzaldegid, ligninning aldegid guruhi

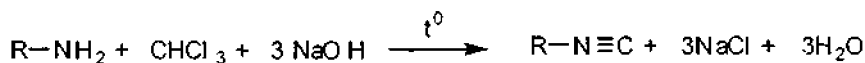
vanilin va boshqalar) ta'sirida sariq yoki pushti rangli Schiff asosini hosil qiladi.



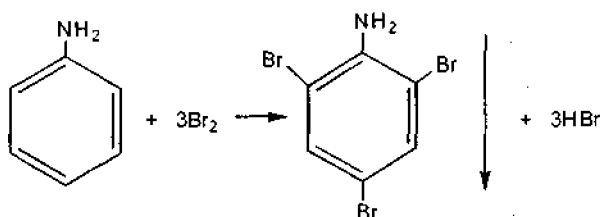
Aniqlash tartibi:

1 ml 0,1% noradrenalin gidrotartrat eritmasiga 1% li 2,5–dietoksitetrogidrofuraning muz holdagi sirka kislotadagi eritmasidan 1 ml qo'shib 80° C haroratda suv hammomida 2 minut qizdirib, muz bilan sovutiladi. So'ng 2% li 4–dimetilaminobenzaldegidning 1 hajm xlorid va 19 hajm muz holdagi sirka kislotadagi 2% li eritmasidan 3 ml qo'shib, 2 minut davomida chayqatilganda, to'q kul rangli eritma hosil bo'ladi. Ekspress tahlil usulida birlamchi aromatik amin guruhi saqlagan dori vositalariga sifat reaksiyasi gazeta qog'oziga 1 tomchi tekshiriluvchi eritma va 1 tomchi suyultirilgan xlorid kislotaga tomzib, qizil rang hosil qilish orqali bajariladi.

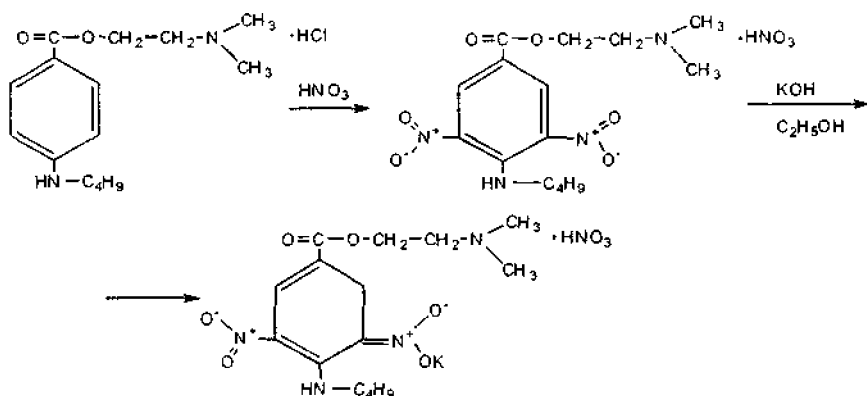
5. Birlamchi aromatik amin guruhi saqlagan moddalar natriy gidroksidning spirtli eritmasi va xloroform qo'shib qizdirilganda badbo'y hidli izonitril hosil qiladi.



6. Aromatik amin guruhi ham fenol gidroksil guruhi kabi birinchi tur o'rinbosari hisoblanib, elektrofil almashinish reaksiyasiga kirishadi. Anilinga bromli suv ta'sir ettirilsa oq cho'kma holda 2, 4, 6-uchbromanilin hosil bo'ladi.



7. Aromatik aminlar konsentrlangan nitrat kislotaga ta'sirida oson nitrolanish reaksiyasiga kirishib, kaliy gidroksidning spirtli eritmasi qo'shilganda Vitali–Moren reaksiyasi singari nitro–atsinitro–tautomerlanadi. Natijada rangli birikma hosil bo'ladi.



Aniqlash tartibi:

0,01 g dikain chinni idishga solinib, 2–3 tomchi konsentrlangan nitrat kislota qo‘shib, suv hammomida quritilgach, sovitiladi va bir necha tomchi 0,5 m kaliy gidroksidning spirtli eritmasi tomzilsa, qizil rang hosil bo‘ladi.

8. Uchlamchi aminlar uchun sitrin kislota bilan sifat reaksiyasi xos bo‘lib, sitrin (akonit va malon) kislotalarining sirka angidriddagi eritmasi uchlamchi amin bilan qizdirilsa, qizil yoki binafsha rang hosil bo‘ladi.

9. Turli alifatik, alitsiklik va geterotsiklik tuzilishga ega bo‘lgan birlamchi, ikkilamchi va uchlamchi aminlar asosli xossani namoyon etib, alkaloidlar uchun umumiy cho‘ktiruvchi reaktivlar bilan rangli cho‘kma yoki rangli eritma holdagi kompleks birikmalar hosil qiladi.

Alkaloidlar uchun umumiy cho‘ktiruvchi reaktivlar

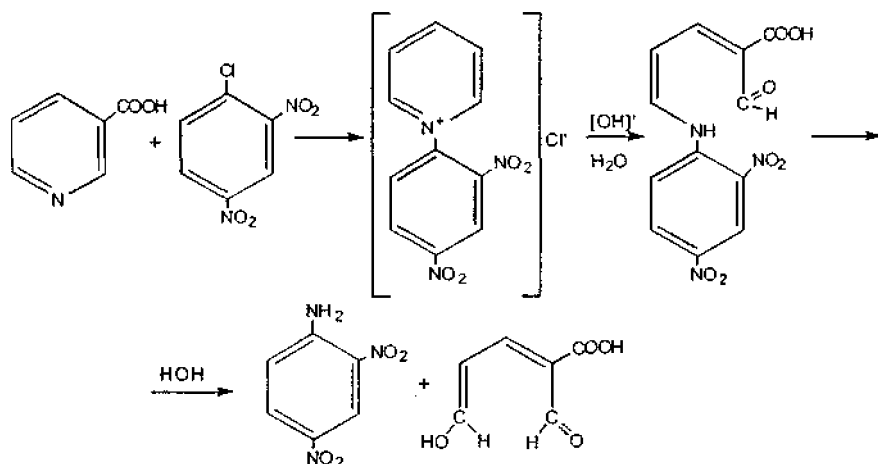
№	Nomi	Tarkibi
1.	Lyugol. Vagner. Bushard reaktivlari	Yodning kaliy yodiddagi eritmasi
2.	Dragendorff reaktiv	Vismut yodidning kaliy yodiddagi eritmasi
3.	Mayyer reaktiv	Simob yodidning kaliy yodiddagi eritmasi
4.	Marme reaktiv	Kadmий yodidning kaliy yodiddagi eritmasi
5.	Zonnenshteyn reaktiv	Fosformolibden kislotasi $H_3PO_4 \cdot 12MoO_3 \cdot 2H_2O$
6.	Sheybler reaktiv	Fosforvolfram kislotasi $H_3PO_4 \cdot 12WoO_3 \cdot 2H_2O$
7.	Bertran reaktiv	Kremniyvolfram kislotasi $SiO_2 \cdot 12WoO_3 \cdot 4H_2O$
8.	Tanin 5% li	Yangi tayyorlangan eritma
9.	Pikrin kislota	To‘yingan eritma

1.2.13. Piridin halqasi

Kimyoviy tuzilishga ko'ra piridin geterotsiklik skeleti saqlagan dori moddalarga sifat reaksiyasi o'tkazilganda piridin halqasiga xos bo'lgan reaksiyalar ham qilinadi.

1. Piridin halqasiga eng oddiy sifat reaksiyasi pirolitik reaksiya bo'lib, nikotin kislota, uning tuzlari va nikotinamid suvsiz natriy karbonat qo'shib qizdirilganda piridinda xos bo'lgan hid seziladi.

2. α,α -holatida o'rinbosarlar saqlamagan piridin hosilalari uchun 2, 4-dinitroxlorbenzol bilan polimetin asosi hosil bo'lishi reaksiyasi qilinadi.

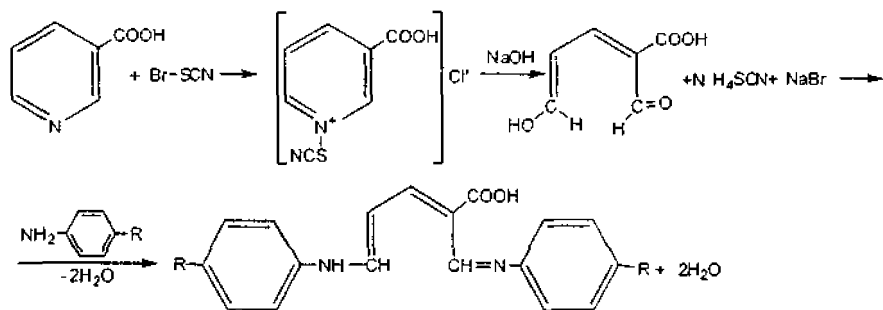
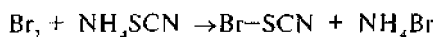


Aniqlash tartibi:

0,01–0,02 g nikotin kislota, 0,05 g 2, 4-dinitroxlorbenzol, 3 ml 95% li etil spirti qo'shib, 1 minut qaynatilsa piridiniy tuzi hosil bo'ladi. Reaksiya aralashmasiga 2 tomchi 10% li natriy gidroksid qo'shilsa, piridiniy halqasi ochilib, polimetin asosi – glutakon aldegid hosil bo'lishi hisobiga qizil-qo'ng'ir rang hosil bo'ladi. Keyinchalik glutakon aldegidni izomerlanishi oqibatida eritma asta-sekin rangsizlanadi.

Piridin hosilalariga brom tiotsianat (rodanbromid reaktivi), xlor tiotsianat, brom sianid, xloroform, xloralgidrat singari reagentlar ishqoriy sharoitda ta'sir ettirilganda ham piridiniy halqasi ochilib, glutakon aldegid hosil bo'ladi. Reaksiya aralashmasiga birlamchi aromatik aminlar (anilin,

novokain, sulfatsil natriy va boshqalar) qo'shilganda glutakon aldegidi bilan kondensatsiyalanib, sariq, pushti yoki qizil rangli Schiff asoslari hosil bo'ladi.



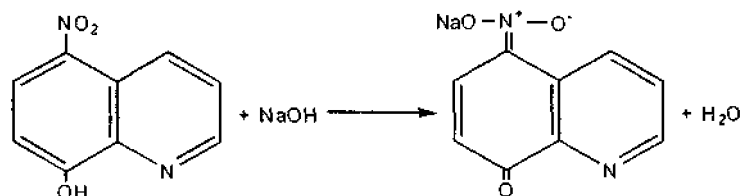
Aniqlash tartibi:

2 ml bromli suvga 2–3 tomchi ammoniy rodanid eritmasidan eritma rangsizlanguniga qadar qo'shiladi. So'ng eritmaga 0,02 g aniqlanuvchi modda 0,02 g novokain (yoki boshqa biror birlamchi amin) qo'shib, tomchilab 0,1 mol/l natriy gidroksid eritmasidan neytral muhitgacha solinsa, eritma sariq rangga bo'yaladi.

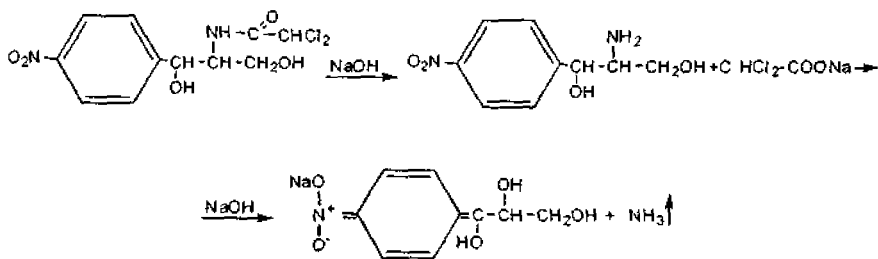
1.2.14. Nitroguruh

1. Aromatik nitrobirikmalar sariq yoki och sariq kristall birikmalar bo'lib, nitroguruhga nisbatan orto- yoki para holatlarda gidroksil guruhi saqlansa, ishqoriy muhitda atsinitroguruh hosil bo'lishi hisobiga sariq, qizil-sariq yoki pushti-qizil rangga o'tadi.

Masalan, nitroksolinga natriy gidroksid eritmasi ta'sirida hosil bo'lgan atsinitrobirikmaning rangi pushti-qizil bo'ladi.



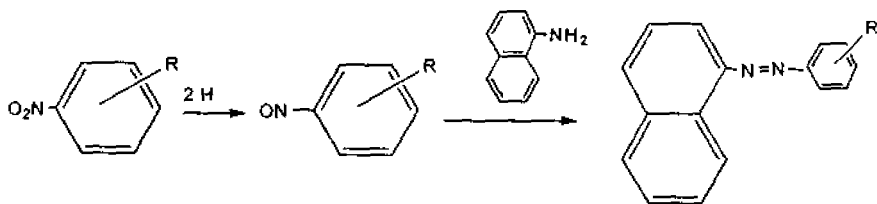
Levomitsetinga natriy gidroksid eritmasi ta'sir ettirilganda ham yuqorida ko'rsatilganiga o'xshash jarayon ketadi.



Aniqlash tartibi:

0,1 g levomitsetinga 4–5 ml 10% li natriy gidroksid eritmasi qo‘shib qizdirilsa, eritma dastlab sariq, so‘ngra qizdirish davom ettirilganda qizil-pushti rangga o‘tib, ammiakning hidi seziladi.

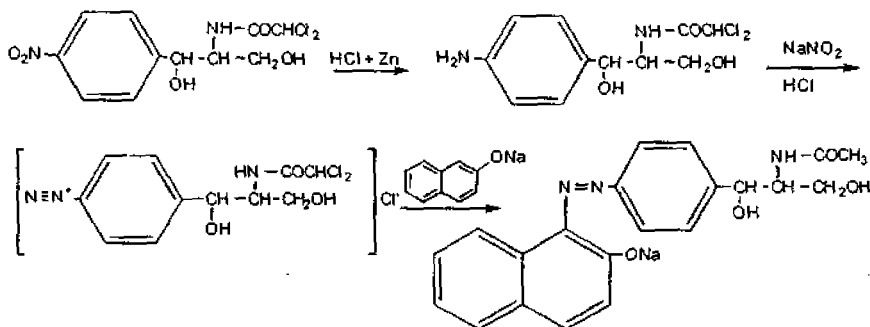
2. Aromatik nitroguruh saqlagan birikmalar uchun xos bo‘lgan reaksiyalardan biri – qaytarilish reaksiyasidir.



Aniqlash tartibi:

Bir necha milligram aromatik nitrobirikmaga 2 tomchi 10%li xlorid kislotasi eritmasi va rux kukuni qo‘shib suv hammomida 2 minut davomida qizdirilgach, α -naftilaminning sirka kislotadagi eritmasidan 2 tomchi solib 2 minut qizdirilsa, qizil rang hosil bo‘ladi.

4. Aromatik nitrobirikmani kislotali sharoitda rux bilan aromatik amingacha qaytarilib, azobo‘yoq hosil bo‘lish reaksiyasi bo‘yicha aniqlash mumkin.

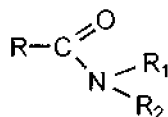
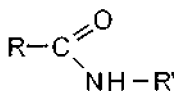
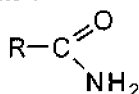


Aniqlash tartibi:

Levomitsetinning bir necha zarrachasiga 2 ml suyultirilgan xlorid kislotaga, 0,1 g rux kukuni qo'shib suv hammomida 2–3 minut qizdiriladi. Eritma sovutilib, filtrlangach, filtratga 3 tomchi 0,1 mol/l natriy nitrit solib chayqatiladi. Hosil bo'lgan eritmadan 3–4 tomchisi 3 ml β -naftolning ishqoriy eritmasiga qo'shilsa, qizil rang hosil bo'ladi.

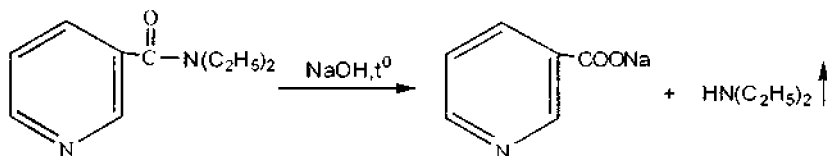
1.2.15. Amidlar

Amidlar karbon kislotalardagi gidroksil guruhini ammiak yoki bir-lamchi, ikkilamchi aminlar bilan almashinishi natijasida hosil bo'lgan birikmalardir.



Urean va ureidlar ham amidlar guruhiga kiradi.

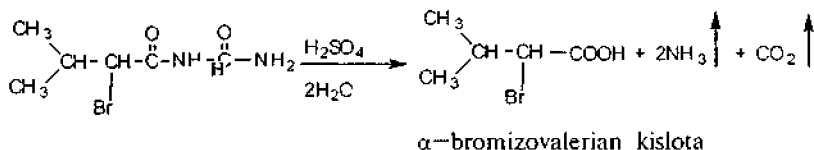
Amidlar uchun xos bo'lgan sifat reaksiyalari kislotalar yoki ishqorlar ishtirokida boradigan gidrolizlanish reaksiyasidir. Agar amid ammiak yoki boshqa uchuvchan amin qoldig'idan tarkib topgan bo'lsa, reaksiya natijasida ajralib chiqqan ammiak yoki amin hidiga ko'ra yoki qizil lakmus qog'ozining ko'k rangga o'tishi orqali aniqlanadi.



Aniqlash tartibi:

2–3 tomchi nikotin kislotaga dietilamidiga 3 ml natriy gidroksid eritmasi qo'shilsa, o'ziga xos hidga ega bo'lgan dietilamin ajralib chiqadi.

Alifatik organik kislotalar (dastlabki vakillarining) amidi kislotali gidroliz natijasida dastlabki kislotani hosil qiladi:

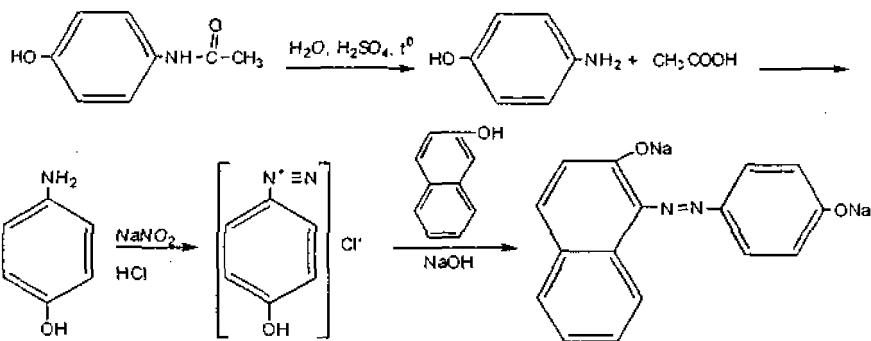


Aniqlash tartibi:

0,2 g bromizovalga 3 ml suv va 2 ml konsentrlangan sulfat kislotaga

qo'shib qizdirilsa, o'ziga xos hidga ega bo'lgan a-brom izovalerian kislota ajralib chiqadi.

Kislotali gidroliz yordamida amidlarning amin qismini ham aniqlash mumkin.

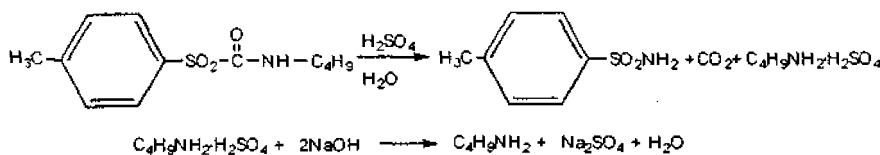


Aniqlash tartibi:

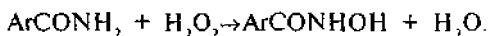
0,1 g paratsetamolga 2 ml suyultirilgan sulfat kislota qo'shib, 2 minut qizdirilsa, sirka kislotalaning hidi seziladi. Aralashmani sovitib, aromatik birlamchi aminlarga xos bo'lgan reaksiya qilinadi.

Aniqlash tartibi:

0,1 g butamid 5 ml suyultirilgan sulfat kislotalada 3 minut davomida qaynatilgach, 6 ml 30%li natriy gidroksid eritmasi tomchilab qo'shilsa, eritma yuzasida o'ziga xos hidga ega bo'lgan tomchi holidagi butilamin ajralib chiqadi.



2. Aromatik amidlarni alifatik amidlardan farqlash uchun ular vorodod peroksid eritmasi bilan gidroksom kislotasigacha oksidlanadi. Alifatik amidlarni gidroksom kislotasiga o'tkazish uchun ularga gidroksilamin gidroksloridning suvli yoki spirtli eritmasi ta'sir ettiriladi.

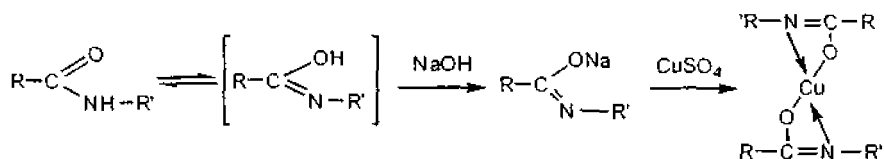


Aniqlash tartibi:

a) 50 mg aromatik amidning 2–3 ml suv bilan hosil qilgan suspenziyasiga 4–5 tomchi 6% li vodorod peroksid eritmasi qo‘shib qaynaguniga qadar qizdiriladi. Agar modda erimasa, yana bir necha tomchi vodorod peroksid eritmasidan qo‘shiladi. Aralashma sovitilib, 1 tomchi 4% li temir (III) xlorid eritmasi tomizilsa binafsha rang, qizdirilsa – ko‘k qizil rang, ko‘proq qizdirilsa qo‘ng‘ir rang hosil bo‘lib, so‘ng to‘q qo‘ng‘ir rangli cho‘kma tushadi.

b) 50 mg alifatik amidga gidroksilamin gidroxloridning spirtli to‘yingan eritmasidan 1 tomchi qo‘shib 3 minut davomida qaynatiladi. Eritmani sovitib, 1–2 tomchi temir (III) xloridning 5% li eritmasi tomizilsa, qizil yoki qizil-binafsha rang hosil bo‘ladi.

3. Ammiak yoki aminlardan hosil bo‘lgan amidlar amid-imidol tautometriyaga uchrab, kuchsiz kislotali xossani namoyon etgani sababli og‘ir metal tuzlari bilan kompleks birikma hosil qiladi.



Aniqlash tartibi:

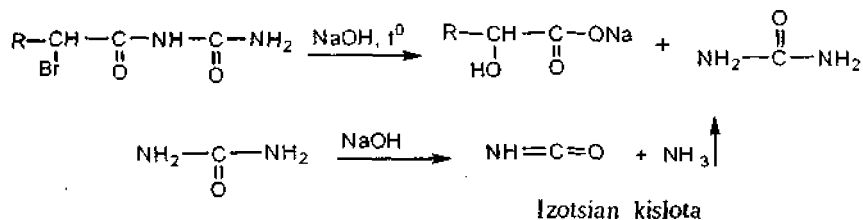
0,05 g kalsiy pangomatga 5 ml natriy gidroksid eritmasi qo‘shib chayqatilgach filtrlanadi. Filtratga 3 tomchi mis (II) sulfat eritmasi tomizilsa, ko‘k rang hosil bo‘ladi.

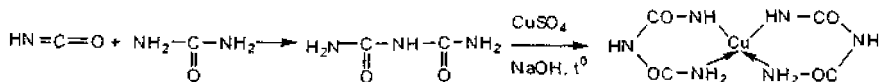
Amidlarga kobalt tuzlari eritmasi bilan ham sifat reaksiyasini bajarish mumkin.

Aniqlash tartibi:

0,1 g lidokain asosi 1 ml 95% li spirt da eritilib, 0,5 ml 10% li kobalt (II) nitrat eritmasi qo‘shilsa, ko‘k–yashil rangli cho‘kma hosil bo‘ladi.

4. Atsil va ureid holidagi amidlar biuret hosil bo‘lish reaksiyasini beradi.





Aniqlash tartibi:

0,5 g aniqlanuvchi modda probirkada suyuqlanguniga qadar qizdirilib, qotishma sovitilgach 10 ml suv qo'shib eritiladi. Eritmaga 1 ml 2 mol natriy gidroksid va 0,05 ml mis (II) sulfat eritmasi tomizilsa, to'q-binafsha rang hosil bo'ladi.

5. Biuret hosil bo'lish reaksiyasini guanidin guruhi saqlagan birikmalar bilan ham o'tkazish mumkin.

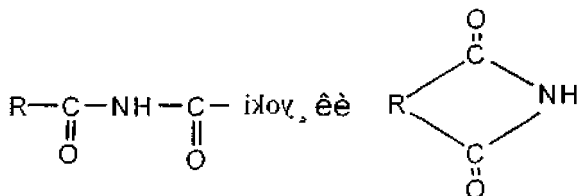
Guanidin birikmalari uchun xos bo'lgan sifat reaksiyasi – Sakaguchi reaksiyasidir.

Aniqlash tartibi:

5 ml 0,5% li streptomitsin sulfat eritmasiga 2-naftolning 40% li spirtidagi 0,5% li eritmasidan 1 ml qo'shib, eritma 15°C gacha sovitiladi va 3 tomchi natriy gipobromidning 5% li eritmasidan tomizilsa, qizil-binafsha rang hosil bo'ladi.

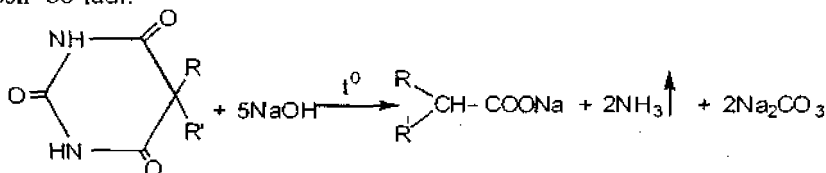
1.2.16. Imidlar

Dori moddalar tarkibida

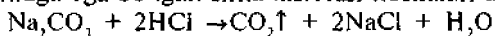


tuzilishga ega bo'lgan imidlar ko'proq uchraydi.

1. Imidlarning gidrolizlanishi amidlarga nisbatan qiyinroq. Ularni gidrolizlash uchun natriy gidroksidning 30% li eritmasi bilan qaynatish yoki quruq natriy gidroksid bilan qotishma hosil bo'lgunga qadar qizdirish kerak. Barbituratlar o'yuvchi ishqorlar bilan qizdirilganda sirka kislotasining dialkil yoki arilalkil hosilalari tuzi, natriy karbonat va ammiak hosil bo'ladi.



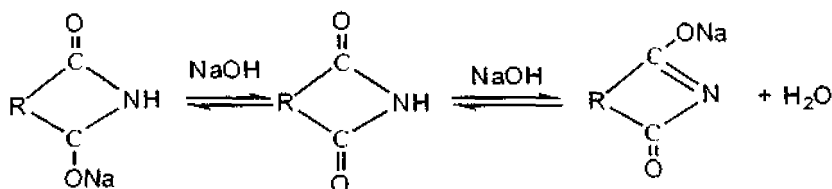
Reaksiya mahsulotiga kislotaga ta'sir ettirilsa, rangsiz pufakchalar holda CO_2 , va o'ziga xos hidga ega bo'lgan sirka kislotasi hosilalari ajralib chiqadi.



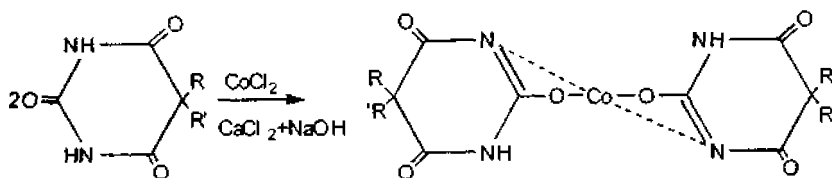
Aniqlash tartibi:

0,5 g barbamilga 2 ml 30% li natriy gidroksid eritmasidan qo'shib, qotishma hosil bo'lguniga qadar qizdiriladi. Ajralib chiqqan ammiakni o'ziga xos hidiga ko'ra yoki ho'llangan qizil lakmus qog'ozining ko'k rangga kirishi bilan aniqlanadi. Qotishma sovutilib, 5 ml suvda eritilgach, kislotali muhit hosil bo'lguniga qadar suyultirilgan xlorid kislotaga qo'shilsa, rangsiz pufakchalar ajralib chiqib, etil izoamil sirka kislotasining o'ziga xos hidi seziladi.

2. Imid guruhi saqlagan moddalar imid-imidol tuatomeriyaga uchrab, kuchsiz kislotali xossani namoyon etadi.



Ularni og'ir metallarning tuzlari bilan hosil qilgan kompleks birikmalari bo'yicha aniqlash mumkin.



Aniqlash tartibi:

0,05 g barbituratning kislotaga shakli 2 ml 95% li spirtida eritilib, 1 tomchi kalsiy xlorid, 2 tomchi kobalt nitrat va 2 tomchi natriy gidroksid eritmalaridan qo'shilsa, ko'k-binafsha rang hosil bo'ladi.

Barbituratlar kaliy gidrokarbonat va kaliy karbonat eritmaları ta'sirida mis (II) sulfat eritmasi bilan ham rangli cho'kma holdagi kompleks birikmalar hosil qiladi.

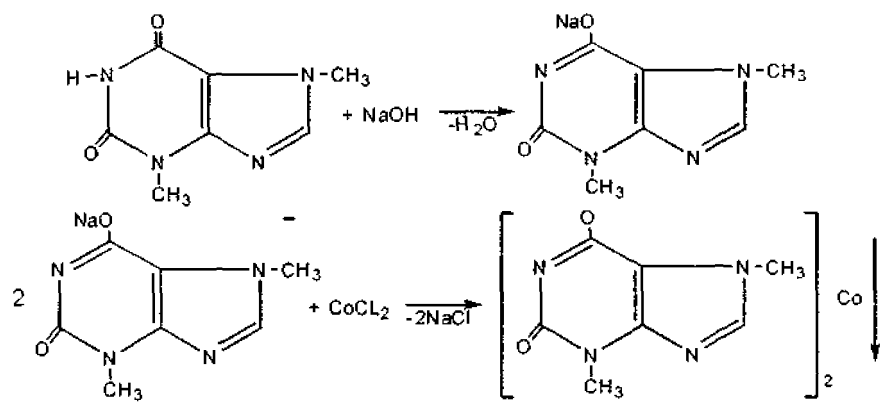
Aniqlash tartibi:

0,1 g barbituratga 1 ml suv, 0,2 ml dan kaliy gidrokarbonat va kaliy karbonat eritmaları qo'shib chayqatilgach, 2 tomchi mis (II) sulfat eritmasi solinsa, rangli cho'kma hosil bo'ladi.

Ko'pincha imidlarning chintigini Svikker reaksiyasi yordamida aniqlanadi. Buning uchun modda 1:9 nisbatdagi piperidin va xloroform eritmalarida eritilib, 0,5 ml mis (II) sulfat eritmasi qo'shib chayqatilganda xloroform qatlamida rang hosil bo'lishi kuzatiladi. Bu reaksiya natijasida barbitur kislota hosilalari – binafsha rangga, tiobarbitur kislota hosilalari va tiouratsillar – yashil rangga, gidonton birikmalari – ko'k rangga bo'yaladi.

Svikker reaksiyasini purin hosilalari, sulfanilamidlar, saxarin va noksiron ham beradi.

Purin hosilalari guruhiga kirgan dori moddalardan teobromin va teofillin ham ishqoriy sharoitda kobalt xlorid eritmasi bilan rangli kompleks birikma hosil qiladi.



Aniqlash tartibi:

0,1 g teobrominga 2 ml 0,1 mol/l natriy gidroksid eritmasi qo'shib, 2–3 minut davomida chayqatib filtrlanadi. Filtratga 3 tomchi kobalt xlorid-

ning 2% li eritmasi tomizilsa, binafsha rang hosil bo'lib, rang tezlik bilan o'chadi va och ko'k-rangli cho'kma tushadi.

Imidlar, shuningdek simob va kumush tuzlari bilan ham rangli kompleks birikmalar hosil qiladi.

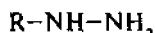
Aniqlash tartibi:

a) 0,05 g teobromin 3 ml suv, 6 ml natriy gidroksid aralashmasi va 1 ml ammiak eritmasida eritilib, 2 ml 5% li kumush nitrat eritmasi qo'shib chayqatilsa, quyuq, jelatinga o'hshash massa hosil bo'lib, u 80°C gacha qizdirilganda suyuqlashib, sovitilsa, yana quyuqlashadi.

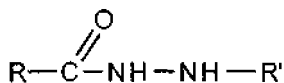
b) Riboflavinning bir necha zarrachalariga 3–4 tomchi kumush nitrat eritmasi tomizilsa, qizil-pushti rangli kompleks birikma hosil bo'ladi.

1.2.17. Gidrazin, gidrazid va gidrozonlar

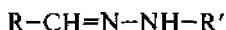
Gidrazinlar – molekulasidagi bir atom vodorod alkil yoki aril radikalı bilan almashingan gidrazin hosilalaridir.



Gidrazidlar – molekulasidagi bir atom vodorod karbon kislota qoldig'i bilan almashingan gidrazin hosilasidir.



Gidrozonlar – gidrazin yoki gidrazidlarning aldegid hamda ketonlarning karbonil guruhi bilan kondensatsiyalanishi natijasida hosil bo'lgan birikmadir.

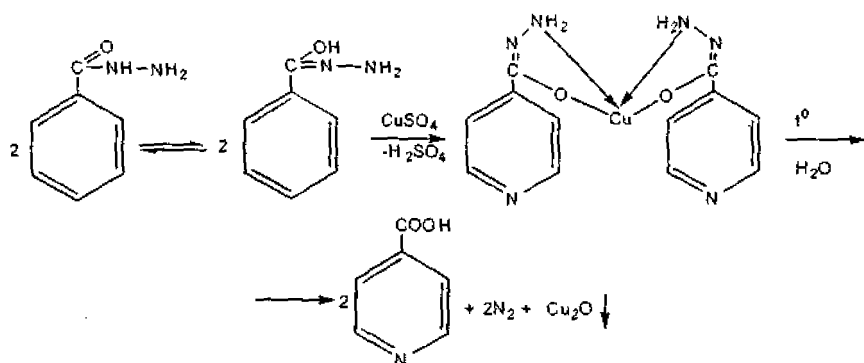


Gidrazin, gidrazon va gidrozidlar qaytaruvchilar sifatida oksidlanish-qaytarilish reaksiyasiga kirishadi.

Aniqlash tartibi:

0,1 g fenelzin (fenetilgidrazin gidrosulfat) 5 ml suvda eritilib, 5 mol/l li natriy gidroksid eritmasidan bir necha tomchi va 1 ml Felling reaktivi qo'shib, qizdirilsa qizil rangli cho'kma hosil bo'ladi.

2. Gidrazid guruhi saqlagan birikmalar amidlar singari imid-imidol tautometriyasiga uchrab, kuchsiz kislotli xossani namoyon etadi. Shuning uchun gidrozidlar og'ir metallarning tuzlari bilan kompleks tuzlar hosil qiladi. Qizdirilganda kompleks tuz parchalanib, qaytarilgan metal yoki metal oksidi cho'kmaga tushadi.



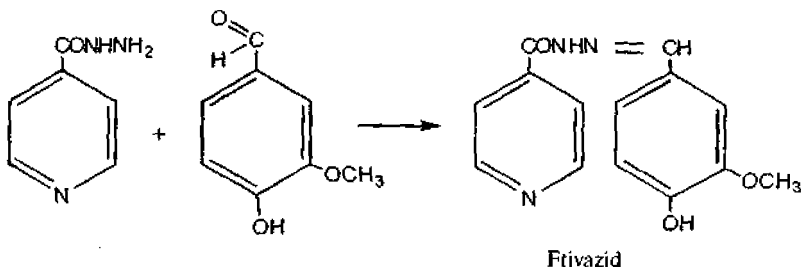
Aniqlash tartibi:

0,1 g izoniazid 5 ml suvda eritilib, 4–5 tomchi mis (II) sulfat eritmasi qo‘shilsa, ko‘k rangli cho‘kma hosil bo‘ladi.

Aralashma qizdirilsa, avval eritma ham ko‘k rangga o‘tib, so‘ng eritma va cho‘kma och-yashil rangga bo‘yaladi. Qizdirish davom ettirilsa, eritma va cho‘kma sariq-yashil rangga o‘tib, gaz pufakchalari ajralishi kuzatiladi.

3. Gidrazinlar va gidrazidlar ham aldegidlar bilan gidrazon hosil bo‘lish reaksiyasiga kirishishi mumkin.

a) to‘g‘ridan to‘g‘ri kondensatsiyalanish

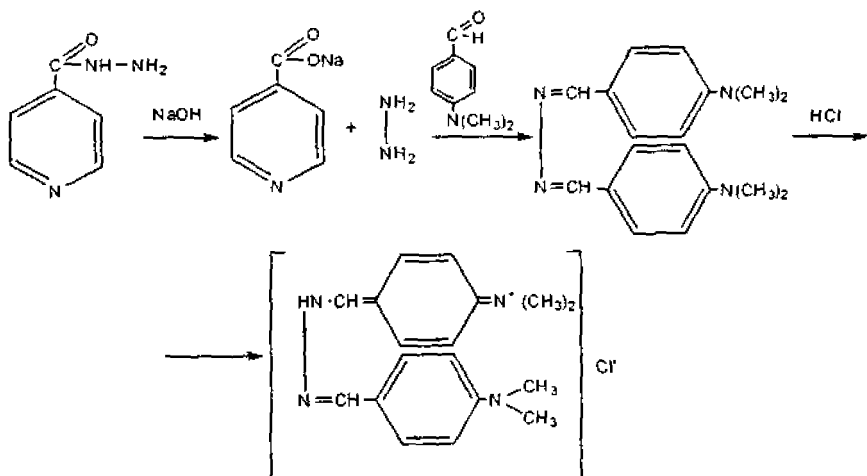


Aniqlash tartibi:

0,1 g izoniazidning 2 ml suvdagi eritmasiga 0,1 g vanilinning 10 ml suvdagi issiq eritmasini qo‘shib, aralashma sovitiladi, probirka devorlari shisha tayoqcha bilan ishqalansa, sariq rangli cho‘kma hosil bo‘ladi. Cho‘kma filtrlanib, 35 ml 75% li spirtida qayta kristallab, 100–105°C da quritilgach, suyuqlanish harorati aniqlanadi.

Ftivazid uchun $T_{\text{suyuqlanish}} = 226\text{--}231^{\circ}\text{C}$.

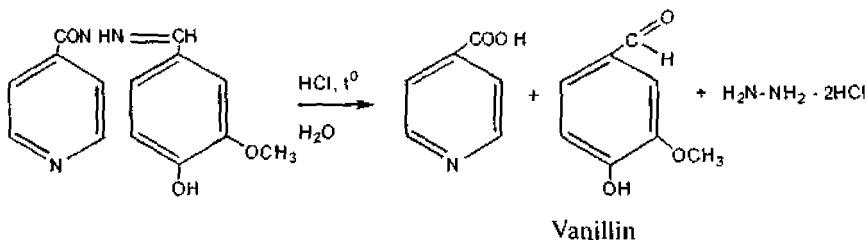
b) gidrolizlangandan so‘ng kondensatsiyalanish



Aniqlash tartibi:

0,1 g izoniazid 2 ml suvda eritilib, 1 ml natriy gidroksid eritmasi bilan 1 minut davomida qaynatiladi. Aralashmani sovitib 1 ml p-dimetilaminobenzaldegid va 3 ml suyultirilgan xlorid kislota eritmasidan qo'shilsa, sariq-pushti rang hosil bo'ladi.

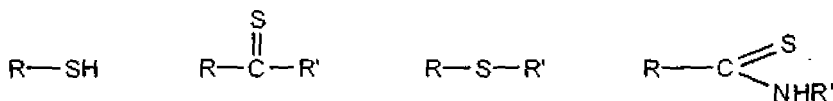
4. Hidrozonlar gidrolizlanganda tegishli aldegidlar ajralib chiqib, ularni o'ziga xos hidiga ko'ra aniqlash mumkin.



Aniqlash tartibi:

0,05 g fitvazidga 10 ml suyultirilgan xlorid kislota qo'shib qizdirilsa, vanilinga xos bo'lgan hid seziladi.

1.2.18. Tiollar, tionlar, tioefirlar va tioamidlar



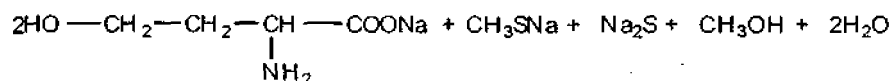
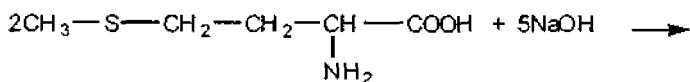
Bu guruh birikmalarni aniqlashning eng oddiy usuli ularni oksidlash orqali minerallab sulfat ioniga o'tkazgach, bariy xlorid eritmasi bilan tegishli sifat reaksiyasini bajarishdir.

Aniqlash tartibi:

a) 0,2 g etoksidge 5 ml suyultirilgan nitrat kislota qo'shib, qaynaguniga qadar qizdiriladi. Eritma sovutilib, kulsiz filtr qog'ozi orqali filtrlanadi. Filtrat sulfatlarga xos bo'lgan sifat reaksiyasini beradi.

b) 20 mg propiltiouratsilga 8 ml bromli suv qo'shib, eritma rangsizlanguniga qadar qaynatilgach, sovutilib, filtrlanadi. Filtratga 2 ml bariy xlorid eritmasi qo'shilsa, oq rangli cho'kma hosil bo'ladi.

2. Oksidlanish darajasi — 2 ga teng bo'lgan oltingugurt atomi saqlagan birikmalar kislotali yoki ishqoriy gidroliz natijasida parchalanib, sulfid birikmalar yoki ularning tuzlarini hosil qiladi. Eritmada kislotali muhit hosil qilinsa, o'ziga xos hidiga ko'ra aniqlash mumkin bo'lgan vodorod sulfid yoki sulfid birikmalar ajralib chiqadi:

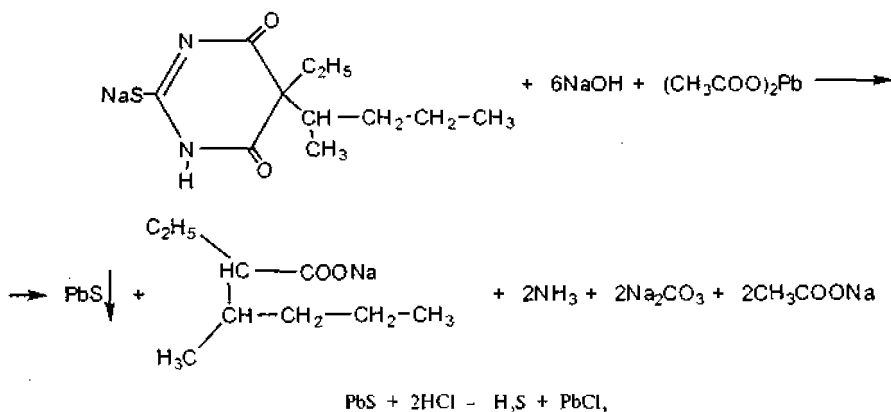


Aniqlash tartibi:

a) 0,05 g metionin probirkada 5–6 tomchi 30% li natriy gidroksid eritmasi bilan qotishma hosil bo'lguniga qadar qizdiriladi. Probirka 2–3 tomchi yangi tayyorlangan 5% li natriy nitroprussid eritmasi bilan ho'llangan filtr qog'ozi bilan berkitilsa, qog'ozda qizil-binafsha rang hosil bo'ladi. Qotishma sovutilib 5 ml suvda eritiladi va kislotali muhit hosil bo'lguniga qadar suyultirilgan sulfat kislota qo'shilsa, vodorod sulfid va merkaptanga xos bo'lgan hid seziladi.

b) 0,1 g tiofosamid probirkaga solinib, 3 ml suyultirilgan xlorid kislota bilan qaynatilsa, vodorod sulfid ajralib chiqadi.

Ba'zi hollarda gidroliz jarayoni qo'rg'oshin atsetat ishtirokida olib boriladi.



Aniqlash tartibi:

0,2 g tiopental-natriy 5 ml natriy gidroksid eritmasida eritilib, 2 ml qo'rg'oshin atsetat eritmasi qo'shilgach qaynatiladi. Bunda qora rangli cho'kma hosil bo'ladi. Eritmani sovutib, kislotali muhit hosil bo'lguniga qadar konsentrlangan xlorid kislotasi qo'shilsa vodorod sulfid ajralib chiqadi. Vodorod sulfidni hidiga ko'ra yoki qo'rg'oshin atsetat eritmasi bilan ho'llagan filtr qog'ozini qoraytirishi bo'yicha aniqlash mumkin.

3. Tiollarni aniqlash uchun natriy nitroprussid ($\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$) bilan boradigan sifat reaksiyasidan ham foydalanish mumkin.

Aniqlash tartibi:

a) 0,05 g merkaptopurin probirkaga solinib, 0,5 ml natriy gidroksid eritmasida eritiladi. Eritma 2 ml suv bilan suyultirilib 0,5 ml natriy nitroprussidning yangi tayyorlangan eritmasi qo'shib chayqatilsa, sariq-yashil rang hosil bo'ladi. Unga xlorid kislotaning suyultirilgan eritmasi qo'shilsa to'q-yashil rangga o'tadi.

b) 0,02 g merkazolil 1 ml suvda eritilib, 1 ml natriy gidroksid eritmasi qo'shib, chayqatiladi. Aralashmaga 3 tomchi natriy nitroprussid eritmasi qo'shilsa, bir necha minutdan so'ng yashilga o'tuvchi sariq rang hosil bo'ladi. Unga 1 ml sirka kislotasi solinsa, och-ko'k rangga o'tadi.

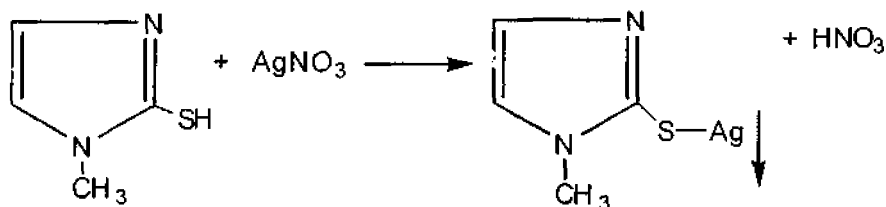
Ba'zi tiollar natriy formiat bilan qizdirilganda vodorod sulfid ajralib chiqadi.

Aniqlash tartibi:

Probirkaga 10 mg tioguanidin va 10 mg natriy formiat solinib,

ehtiyotlik bilan suyuqlanguniga qadar qizdiriladi. Qo'rg'oshin atsetat bilan ho'llangan qog'ozni qora rangga kirituvchi gaz ajralib chiqadi.

4. Tiollar spirtlar kabi kuchsiz kislotali xossani namoyon etib, og'ir metal tuzlari bilan kompleks birikmalar hosil qiladi. Tioamidlar ham bu reaksiyani berib, kompleks hosil bo'lishida oltingugurt atomining erkin juft elektronlari ishtirok etadi.



Aniqlash tartibi:

a) 0,01 g merkazolil 1 ml suvda eritilib, 2 tomchi kumush nitrat eritmasi tomizilsa, oq rangli cho'kma hosil bo'ladi. 10 mg etionamid (2-etilpiridin-4-karbotiamid)ning 5 ml metanoldagi eritmasiga 5 ml kumush nitratning 0,1 mol/l eritmasidan qo'shilsa, qora-qo'ng'ir rangli cho'kma hosil bo'ladi.

Tiobirikmalarni mis (II) sulfat bilan bergan birikmasiga ko'ra ham aniqlash mumkin.

Aniqlash tartibi:

a) 0,1 ml dimerkaptolning [(R, S)-2, 3-dimerkaptopropanol-1] 5 ml suvdagi eritmasiga 2 ml mis (II) sulfat eritmasidan qo'shilsa, to'q-qo'ng'ir rangga o'tuvchi to'q-ko'k rangli cho'kma hosil bo'ladi.

b) 0,1 g monosulfiramga 0,15 ml mis (II) sulfat va 5 ml 95% li etil spirti qo'shib eritiladi va suv hammomida quriguniga qadar qizdiriladi. Qoldiq xloroformda eritilganda sariq-qo'ng'ir rang hosil bo'ladi.

5. Oltingugurt atomining erkin juft elektronlari hisobiga Dragendorf reaktivi (kaliy tetrayod vismut) bilan kompleks birikmalar hosil qiladi.

Aniqlash tartibi:

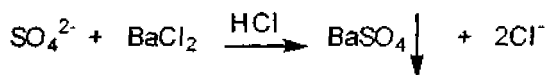
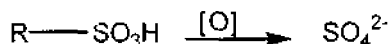
5 mg karbimizol (etil-3-metil-2-tioken-4-imidazolin-1-karboksilat)ga 0,05 ml kaliy yodvismutat eritmasi tomizilsa, to'q-qizil rang hosil bo'ladi.

1.2.19. Sulfokislotalar va sulfamidlar

Sulfokislotalar umumiy formulasi $R-SO_3H$ bo'lgan birikmalar bo'lib, kimyoviy xossalariga ko'ra kuchli organik kislotalar guruhiga kiradi.

Sulfamidlar – sulfokislotalardagi gidroksil guruhi ammiak yoki aminga almashinishidan hosil bo'lgan organik birikmalar bo'lib, ularga $R-SO_2NH_2$ yoki $R-SO_2NH-R'$ umumiy formula mos keladi.

1. Sulfokislotalar yoki sulfamidlarni minerallab, ulardagi oltingugurt atomini sulfat ioniga o'tkazilgach, tegishli sifat reaksiyasini bajarish mumkin.



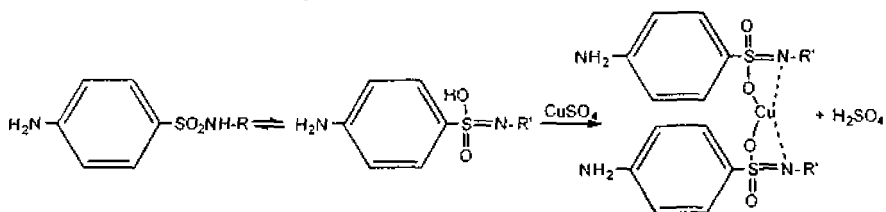
2. Sulfokislotalar yoki ularning amidlari kislotali xossani namoyon etganligi sababli og'ir metallarning tuzlari ta'sirida rangli kompleks birikmalar hosil qiladi.

Aniqlash tartibi:

1–ml xiniofon eritmasiga (1:1000) 5 ml bariy xlorid eritmasi qo'shilsa, sariq rangli cho'kma hosil bo'ladi. Cho'kma 2 ml suyultirilgan xlorid kislotaga qo'shilganda eriydi.

Aksariyat dori moddalar tarkibida sulfamidlar, para aminobenzol-sulfamid (sulfanilamid) holida bo'lib, ular amid-imidazol tautomeriyasiga uchraydi va og'ir metallar bilan kompleks birikmalar hosil qiladi.

Sulfanilamidlardagi aromatik amin guruhi uchun azobo'yoq hosil qilish reaksiyasi va aldegidlar bilan kislotali sharoitda Schiff asosi hosil bo'lishi kabi sifat reaksiyalari xos.



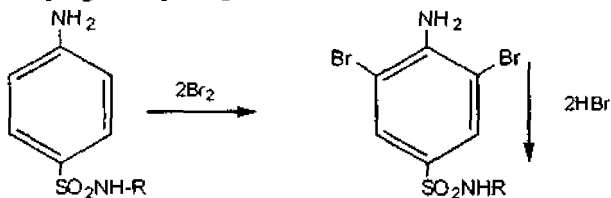
Aniqlash tartibi:

0,1 g sulfanilamid guruhiga kirgan dori moddasiga 3 ml 0,1 mol/l natriy gidroksid eritmasi solib chayqatilgach filtrlanadi. Filtrat 3 qismga bo'linib, birinchisiga – temir (III) xlorid, ikkinchisiga – kobalt (II) xlorid va uchinchisiga – mis (II) sulfat eritmalaridan 2–3 tomchi tomi-zilganda, rangli eritmalar hosil bo'ladi.

**Sulfanilamid preparatlarining og'ir metal
tuzlari bilan hosil qiladigan rangli birikmalari**

Preparatning nomi	Reaktivlar va reaksiyaning natijasi		
	Mis (II) sulfat eritmasi	Kobalt xlorid eritmasi	Vodorod peroksid va temir (III) xlorid eritmasi
Streptotsid	Och-yashil va bir oz havo rangli cho'kma	Ko'kintir havo rangli cho'kma	Qo'ng'ir cho'kmaga o'tuvchi to'q-qizil rangli modda
Eruvchan streptotsid	-	-	-
Urosulfan	Och-yashil rangli cho'kma	-	Tezda qo'ng'ir cho'kmaga o'tib ketuvchi qizil-jigar rangli birikma
Sulgin	-	-	Sekin-asta qo'ng'ir cho'kmaga o'tib ketuvchi qizil-jigar rangli birikma
Sulfatsil-natriy	Yashil-havo rangli cho'kma	-	Qo'ng'ir rangga o'tib ketuvchi qizil rangli birikma
Norsulfazol	Hira binafsha rangli cho'kma	Och-binafsha rangli cho'kma	Qo'ng'ir rangli birikma
Etazol	Qora rangga o'tib ketuvchi yashil rangli cho'kma	Oq cho'kma	Qo'ng'ir rangli birikma
Sulfazin	Biroz turishi natijasida hira binafsha rangga o'tib ketuvchi yashil cho'kma	Och-binafsha rangli cho'kma	Och-jigar rangli birikma
Sulfadimezin	Tezda qovoq rangga o'tib ketuvchi sarg'ish-yashil cho'kma	Qizg'ish och-binafsha rangli cho'kma	Qo'ng'ir rangli cho'kma
Sulfapiridazin	O't-yashil rangli cho'kma	Pushti rangli cho'kma	Cho'kma va eritma yashil-qo'ng'ir rangga bo'yaladi
Sulfamonometoksin	Yashil rangli cho'kma	Pushti rangli cho'kma	Sarg'intir-pushti rangli birikma
Sulfadimetoksin	Yashil cho'kma	Och-binafsha rangli cho'kma	Och jigar rangli birikma
Sulfalen	Yashil-havo rangga o'tib ketuvchi hira yashilroq cho'kma	Oq-cho'kma	Qo'ng'ir rangli birikma
Salazodimetoksin	Yashil sarg'intir cho'kma	-	-

3. Sulfanilamidlardagi amin guruhi birinchi tur o'rinbosari bo'lganligi uchun orto-holatdagi vodorod atomlarining qo'zg'aluvchanligini oshirib, ularning osonlik bilan galogenlarga almashinishiga sabab bo'ladi. Natijada suvda kam eriydigan oq rangli cho'kmalar hosil bo'ladi.



Aniqlash tartibi:

0,1 g sulfadimezinga 3 ml 0,1 mol/l natriy gidroksid eritmasi qo'shib chayqatilgach filtrlanadi. Filtratga tomchilab 1 ml bromli suv tomizilsa, oq rangli cho'kma hosil bo'ladi.

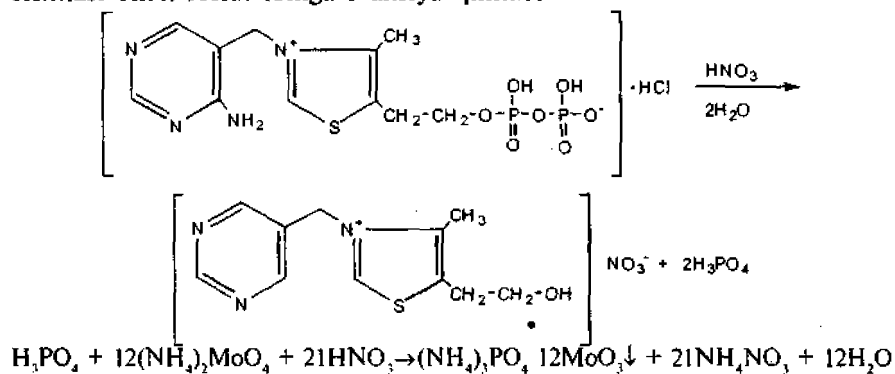
4. Sulfanilamid guruh dori moddalarning chinligini termik parchalanish reaksiyasi orqali ham aniqlash mumkin. Dori modda quruq probirkaga solib qizdirilsa, rangli qotishma hosil bo'lib, o'ziga xos hidga ega bo'lgan ammiak, vodorod sulfid, anilin kabi moddalar ham ajralib chiqadi.

Aniqlash tartibi:

0,1 g streptotsid quruq probirkaga solinib, gaz alangasida qizdirilsa, ko'k-binafsha rangli qotishma hosil bo'lib, ammiak va anilinning hidi seziladi.

1.2.20. Fosfororganik birikmalar

Fosfororganik birikmalar tarkibidagi fosfor gidroliz yoki mineralash orqali fosfat ioniga o'tkazilgandan so'ng aniqlanadi. Fosfotiamin suyultirilgan nitrat kislotalada eritilgach, kokarbaksilaza esa konsentrlangan nitrat kislota bilan 5 minut davomida qaynatilgach, ammoniy molibdat eritmasi bilan fosfat ioniga reaksiya qilinadi.



II bo'lim

DORI VOSITALARI TAHLILIDA QO'LLANILADIGAN UMUMIY FIZIKAVIY USULLAR

2.1. DORI MODDALARNING ERUVCHANLIGINI ANIQLASH

Dori moddalarning eruvchanligi deganda ularning Davlat farmakopeyasi talabiga ko'ra turli erituvchilarda erish xossasi tushuniladi.

Qaysi erituvchida moddaning qay tarzda erishi me'yoriy texnik hujjatda keltiriladi. Odatda moddaning eruvchanligi ma'lum darajada uning tozaligini ham belgilaydi. Lekin eruvchanlik moddaning tozaligi ko'rsatkichi hisoblansa, farmakopeya maqolasida bu haqda maxsus ko'rsatiladi.

Farmakopeyada moddaning eruvchanligini belgilash uchun shartli atamalar qabul qilingan bo'lib, ular jadvalda keltirilgan.

Eruvchanlikning shartli atamasi	1 g moddaning erishi uchun lozim bo'lgan erituvchining ml dagi miqdori
Juda oson eriydi	1 ml gacha
Oson eriydi	1 ml dan 10 ml gacha
Eriydi	10 ml dan 30 ml gacha
Qiyin eriydi	30 ml dan 100 ml gacha
Kam eriydi	100 ml dan 1000 ml gacha
Juda kam eriydi	1000 ml dan 10000 ml gacha
Amaliy jihatdan erimaydi	10000 ml dan ko'p

Aniqlash tartibi:

Erituvchining o'lchab olingan miqdoriga dori moddaning tortib olingan miqdori solinib, 20°C haroratda 10 minut davomida chayqatiladi. Bunda modda dastlab maydalab olingan bo'lishi ham mumkin.

Erishi uchun 10 minutdan ko'p vaqt kerak bo'ladigan, sekin eriydigan moddalar uchun 30°C gacha suv hammomida isitishga yo'l qo'yiladi. Bunda eritmani 20±2°C gacha sovitib, 1–2 minut chayqatilib, so'ng kuzatiladi.

Sekin eriydigan dori moddalar uchun eruvchanlikni aniqlash sharoiti maxsus maqolada ko'rsatiladi. Agar eritmaga nurning to'g'ri tushish holatida oddiy ko'z bilan qaralganda moddaning erimay qolgan zarrachalari ko'rinmasa, dori moddasi erigan hisoblanadi.

Eritilganda tiniq bo'lmagan eritma hosil qiluvchi dori moddalar uchun me'yoriy texnik hujjatda tegishli ko'rsatma beriladi.

Ba'zi bir dori moddalarning eruvchanligi

(1,0 g dori moddasiga ml larda)

Dori moddaning nomi	Erituvchilar va eruvchanlik qiymatlari						
	suv	qaynoq suv	etanol	efir	xlоро-form	natriy gidrok-sid eritmasi	suyulti-rilgan xlorid kislota
Atsetilsalitsil kislotalasi	100-1000		1-10	1-30	1-30	1-30	
Benzoy kislotalasi	100-1000	10-30	1-10	1-10	1-10		
Salitsil kislotalasi	100-1000	10-30	1-10	1-10	30-100		
Xloralgidrat	<1	<1	<1	<1	1-10		
Natriy benzoat	1-10		30-100				
Natriy salitsilat	<1		10-30	>10000			
Natriy p-amino-salitsilat	1-10		30-100				
Magniy oksid	>10000		>10000				10-30
Morfin gidroxlorid	10-30		30-100	1000-10000	1000-10000		
Natriy yodid	0,6		3				
Natriy xlorid	3		100-1000				
Xinin gidroxlorid	10-30	1-10	1-10		10-30		
Benzilpenitsillin natriy	<1		10-30				
Yod	1000-10000		10	10	10		
Pantotsid	1000-10000					1-10	1000-10000
Norsulfazol	100-1000		100-1000			10-30	1-30

2.2. ERITMALARNING TINIQLIGI VA LOYQALIK DARAJASINI ANIQLASH

Dori moddalar eritmalarining tiniqligi tekshiriluvchi eritmani erituvchi bilan solishtirish orqali aniqlanadi.

Loyqalik darajasini aniqlash uchun tekshiriluvchi eritma tegishli loyqalik etaloni bilan solishtiriladi. Solishtirish 40 Vt li elektr chirog'i yorug'ligida, qora fonda, nurning to'g'ri tushish holatida amalga oshiriladi.

Eritmalarning loyqalik darajasini aniqlash uchun loyqalik etalonlaridan foydalaniladi.

Loyqalik etalonlarini tayyorlash

1. Gidrazin sulfat eritmasini tayyorlash: 0,50 g gidrazin sulfat 50 ml hajmli o'lchov kolbasiga solinib, 40 ml suvda eritiladi va chayqatilib, belgisigacha suv bilan to'latiladi. Eritma 6 soatga qoldiriladi.

2. Geksametilentetramin eritmasini tayyorlash: 3,00 g geksametilentetramin pipetka yoki byuretka bilan o'lchab olingan 30 ml suvda eritiladi.

3. Loyqalik etalonining ishchi eritmasini tayyorlash: 25 ml gidrazin sulfat eritmasiga 25 ml urotropin eritmasi qo'shilib chayqatiladi va 24 soatga qoldiriladi. Ishchi etalon og'zi mahkam berkitiladigan idishlarda saqlanadi. Yaroqlilik muddati – 2 oy.

4. Asosiy etalonnı tayyorlash: 15 ml ishchi eritma o'lchov kolbasida 1 l gacha suv bilan suyultiriladi. Asosiy etalonnıng yaroqlilik muddati – 24 soat.

5. Etalon eritmalarnı tayyorlash: I, II, III, IV—sonli etalon eritmalarnı tayyorlash uchun pipetkayoki byuretkeyordamida 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga jadvalda ko'rsatilgan miqdordagi asosiy etalon o'lchab olinib, belgisigacha suv bilan suyultiriladi. Bu etalonlar yangi tayyorlangan holda ishlatiladi.

Solishtirish uchun tekshiriluvchi va etalon eritmalar (5 yoki 10 ml) teng hajmda olinib, rangsiz shishadan tayyorlangan, o'lchamlari bir xil bo'lgan zich berkiladigan tiqinli probirkalardan foydalaniladi.

	Etalon eritmalar			
	I	II	III	IV
Asosiy etalon, ml	5	10	30	50
Suv, ml	95	90	70	50

2.3. ERITMALARNING RANGSIZLIGI VA RANGLILIK DARAJASINI ANIQLASH

Eritmalarning rangsizligi, ularni erituvchi bilan solishtirib aniqlanadi. Solishtirish oq fonda, nurning qaytish holatida (probirkaning o'qi bo'ylab) kuzatiladi.

Dori moddalar eritmalarning ranglilik darajasini aniqlash tekshiruvchi eritmaning rangini tegishli etalon eritmasining rangi bilan solishtirish orqali amalga oshiriladi.

Tekshiriluvchi va etalon eritmalar teng hajmda olinib, kuzatish hira oq fonda, nurning qaytish holatida, bir xil o'lchamli probirkalarda bajariladi.

Ranglilik etalonlarini tayyorlash

Ranglilik etalonlari uch bosqichda tayyorlanadi.

1. Ishchi eritmalarni tayyorlash:

A—ishchi eritmani tayyorlash uchun 6,00 g (aniq tortma) maydalangan kobalt xlorid ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 100 ml hajmli o'lchov kolbasida 0,1 mol/l li sulfat kislota bilan suyultiriladi.

B—ishchi eritma 0,4900 g (aniq tortma) maydalangan kaliy bixromatni ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) 100 ml hajmli o'lchov kolbasida 0,1 mol/l li sulfat kislotada eritib tayyorlanadi.

D—ishchi eritma 6,00 g (aniq tortma) maydalangan mis (II) sulfatni ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 100 ml hajmli o'lchov kolbasida 0,1 mol/l li sulfat kislotada eritib tayyorlanadi.

E—ishchi eritmani tayyorlash uchun 4,50 g (aniq tortma) temir (III) xlorid ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 100 ml hajmli o'lchov kolbasida 0,1 mol/l li sulfat kislotada eritilib, belgisigacha suyultiriladi.

Ishchi eritmalarning yaroqlilik muddati 1 yil.

2. Asosiy eritmalarni tayyorlash

Asosiy eritmalar ishchi eritmalarni quyidagi ko'rsatilgan nisbatda aralastirish orqali tayyorlanadi:

Asosiy eritmaning soni	A eritma, ml	B eritma, ml	D eritma, ml	E eritma, ml	0,1 mol/l li sulfat kislota eritmasi
I	35,00	8,00	17,00	40,00	-
II	9,50	10,70	1,90	4,00	73,50
III	40,50	6,30	6,10	12,00	35,10
IV	3,50	10,40	20,10	4,00	62,00
			s	s	Y

Asosiy eritmalarning saqlanish muddati – 1 yil.

Ranglilik etalonlarini tayyorlash

Ranglilik etalonlari asosiy eritmalarni 0,1 mol/l li sulfat kislota eritmasi bilan suyultirish orqali tayyorlanadi. Etalonlar 5 ml hajmli probirkalarda og‘zi mahkam berkitilgan holda yoki ampulalarda yorug‘lik nuridan ehtiyotlagan holda saqlanadi.

I, 2, 3, 4-sonli ranglilik etalonlarining saqlanish muddati – 4 kun, 5, 6, 7-sonli etalonlarni esa ishlatish oldidan tayyorlanadi.

Tekshiriluvchi eritma bilan ranglilik etaloni solishtirilganda etalon eritmaning soni va shkalasi ko‘rsatiladi.

Masalan, eritmaning rangi №56 etalonidan to‘q bo‘lmasligi lozim.

Etalon soni	Jigar rangli etalonlar		Sariq rangli etalonlar		Qizil rangli etalonlar		Yashil rangli etalonlar	
	a-shkala		b-shkala		d-shkala		e-shkala	
	Asosiy eritma I, ml	0,1 mol li sulfat kislota eritmasi, ml	Asosiy eritma II, ml	0,1 mol li sulfat kislota eritmasi, ml	Asosiy eritma III, ml	0,1 mol li sulfat kislota eritmasi, ml	Asosiy eritma IV, ml	0,1 mol li sulfat kislota eritmasi, ml
1	100,0	-	100,0	-	100,0	-	100,0	-
2	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00	50,00
3	25,00	75,00	25,00	75,00	25,00	75,00	25,00	75,00
4	12,50	87,50	12,50	87,50	12,50	87,50	12,50	87,50
5	6,30	93,70	6,30	93,70	6,30	93,70	6,30	93,70
6	3,10	96,90	3,10	96,90	3,10	96,90	3,10	96,90
7	1,60	98,40	1,60	98,40	1,60	98,40	1,60	98,40

2.4. UMUMIY FIZIKAVIY TAHLIL USULLARI

2.4.1. Suyuqlanish haroratini aniqlash

Moddaning suyuqlanish harorati deganda suyuqlanishning boshlanishi (erigan moddaning dastlabki tomchisi hosil bo'lishi) bilan suyuqlanishning tugashi (moddaning to'la suyuqlanishi) orasidagi harorat tushuniladi.

Dori moddasining kuzatilgan suyuqlanish harorati uning me'yoriy texnik hujjatda ko'rsatilgan suyuqlanish haroratiga mos kelishi lozim. Aksariyat hollarda suyuqlanish harorati oralig'i 2°C dan ortiq bo'lmasligi talab etiladi.

Suyuqlanishning boshlanish harorati yoki tugashi harorati noaniq bo'lgan taqdirda, suyuqlanishning boshlanishi yoki tugashi harorati aniqlanadi.

Qizdirish jarayonida parchalanib ketadigan moddalar uchun parchalanish harorati aniqlanib, bunda modda suyuqlanganida rangining o'zgarishi yoki ko'pirib ketishi kuzatiladi.

Davlat farmakopeyasining XI nashrida suyuqlanish haroratini aniqlashning 4 xil usuli keltirilgan.

1-usul: qizdirishga chidamli, oson maydalanadigan qattiq moddalar uchun.

1a-usul: qizdirishga chidamsiz, oson maydalanadigan qattiq moddalar uchun.

2-, 3-usul: oson maydalanib kukun hosil qilmaydigan, yog', mum, parafin, vazelin va smolalar uchun.

1-, 1a- va 2-usullar bilan suyuqlanish harorati ikki turdagi uskunalar yordamida aniqlanadi.

Birinchi turdagi uskuna 20°C dan 360°C oralig'idagi suyuqlanish haroratini aniqlash uskunasi elektr toki bilan qizdirishga mo'ljallangan PTP pribori deb ataladi, u quyidagi qismlardan iborat (1-rasm):

- 1) boshqaruv shiti va nomogrammali asos;
- 2) shishadan yasalgan qizdirish bloki;
- 3) optik qurilma;
- 4) termometrlar o'rnatiladigan moslama;
- 5) kapillarlar o'rnatiladigan moslama;
- 6) $0,5^{\circ}\text{C}$ dan graduirlangan qisqartirilgan termometr;
- 7) elektr qizdirgichdan iborat qizdirish manbayi;
- 8) uzunligi 20 sm li kapillarlar.

Ikkinchi turdagi uskuna quyidagi qismlardan iborat:

1) haroratga chidamli shishadan yasalgan, hajmi 100 ml dan 150 ml gacha, bo'ynining uzunligi 20 sm, diametri esa 3–4,0 sm bo'lgan yumaloq, tubli kolba;

2) kolbaning ichiga solinadigan, tubi kolba tubiga 1 sm yetmaydigan, diametri 2,0–2,5 sm, haroratga chidamli shishadan tayyorlangan probirka;

3) 0,5°C dan graduirlangan shisha termometr;

4) qizdirish manbai (elektr qizdirgich yoki gaz gorelkasi);

5) kapillarlar.

Kolba yumaloq qismining 3/4 hajmiga suyuqlik bilan to'ldirilib, bu suyuqliklar quyidagilar bo'lishi mumkin:

1. Vazelin moyi yoki suyuq silikonlar.

2. Suyuqlanish harorati 80°C dan 260°C gacha bo'lgan moddalar uchun – konsentrlangan sulfat kislota.

3. Suyuqlanish harorati 260°C dan yuqori moddalar uchun – 3 qism kaliy sulfat va 7 qism konsentrlangan sulfat kislotadan iborat aralashma (massa birligida).

4. Tozalangan suv – suyuqlanish harorati 80°C dan past bo'lgan moddalar uchun.

Aniqlash tartibi:

1- va 1a-usul:

Dori modda maydalanib, 100–105°C da 2 soat quritiladi yoki sulfat kislota solingan eksikatorda 24 soat saqlanib quritilgach, bir uchi berkitilgan, diametri 0,9–1,0 mm, shishasining qalinligi 0,1 mm dan 0,15 mm gacha bo'lgan kapillarga solinadi.

Bu kapillarlarining uzunligi PTP uskunasiida aniqlash uchun 20 sm, ikkinchi uskunada aniqlash uchun esa 6–8 sm bo'lishi lozim. Kapillarga solingan moddaning shibbalanishi uchun bir necha marta vertikal holdagi balandligi 50 sm li shisha naychadan sirti qattiq joyga tushiriladi. Kapillarga joylangan modda qatlamining balandligi 3 mm bo'lib, modda solingan kapillar aniqlashdan avval eksikatorda saqlanadi.

Ikkinchi usulda ichki probirkasining tubidan 1 sm masofada termometr joylashtiriladi.

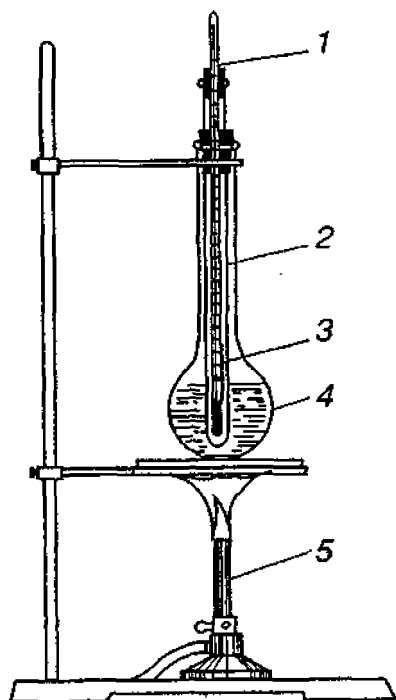
Ikkala uskunada ham dastlab yuqori tezlikda, suyuqlanishga 10°C

qolganidan boshlab esa sekinlik bilan qizdiriladi.

Moddani mo'ljallanayotgan suyuqlanish haroratiga 10°C qoiganda uskunaga aniqlanuvchi modda solingan kapillarlar o'rnatiladi. Kapillyarlar tubi termometrdagi simob sharchaning o'rtasida turadigan qilib joylashtiriladi.

1-usul bilan suyuqlanish harorati aniqlanganda, 100°C dan past haroratda suyuqlanadigan moddalar uchun minutiga $0,5-1^{\circ}\text{C}$; 100°C dan 150°C gacha suyuqlanadigan moddalar uchun minutiga $1-1,5^{\circ}\text{C}$ va 150°C dan yuqori suyuqlanish haroratiga ega bo'lgan moddalar uchun esa minutiga $1,5-2^{\circ}\text{C}$ tezlik bilan qizdirish tavsiya etiladi.

1a-usulda qizdirish tezligi minutiga $2,5-3^{\circ}\text{C}$ etib belgilangan. Bir necha marta aniqlash natijasida olingan (bir-biridan 1°C dan ko'pga farqlanmaydigan) qiymatlarning o'rtacha arifmetigi moddani suyuqlanish harorati deb belgilanadi.



1-rasm. Suyuqlanish haroratini o'lchashga mo'ljallangan qurilma.

1—simobli termometr; 2—haroratga chidamli shishadan yasalgan probirka; 3—aniqlanuvchi modda solingan kapillyar; 4—yumaloq tubli kolba; 5—sizdirish manbayi.

2 usul:

a) yumshoq moddalar uchun: birinchi uskunada uzunligi 20 sm, ikkinchi uskunada esa 6–8 sm, ichki diametri 1–2 mm bo'lgan, ikkala uchi ham berkitilmagan kapillar 10 mm qatlam hosil bo'lguniga qadar aniqlanuvchi moddaga tushiriladi.

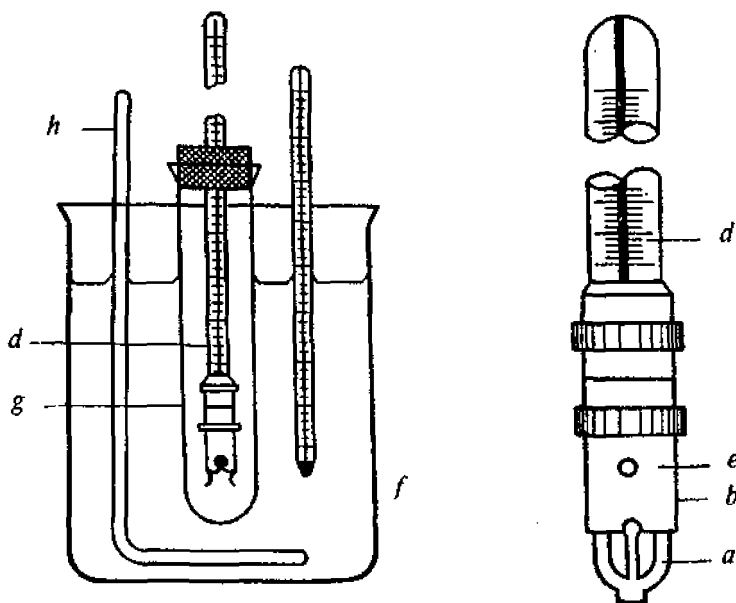
b) qattiq moddalar uchun: aniqlanuvchi modda iloji boricha past haroratda suv hammomida suyultirilgach, kapillarga olinib, 0°C haroratda 1–2 soatga qoldiriladi.

U yoki bu (a yoki b) tartibda to'ldirilgan kapillarlardagi moddaning suyuqlanish harorati 1-usulda ko'rsatilgan tarzda aniqlanadi.

Modda qatlami suyuqlanib, kapillar bo'ylab ko'tarilganidagi harorat suyuqlanish harorati deb belgilanadi.

3-usul:

Bu usulda Ubelloda turidagi termometrdan foydalaniladi (2-rasm).



2-rasm. 3-usul bilan suyuqlanish haroratini aniqlash uskunasi.

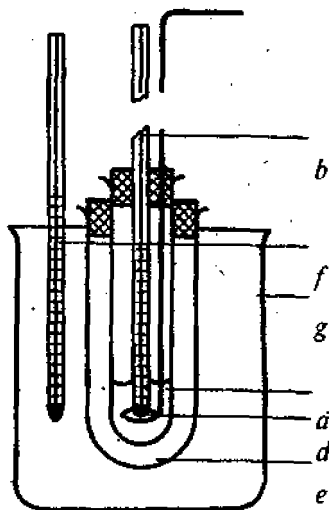
a—idishcha; *b*—gilza; *d*—termometr; *e*—gilzaning yon tirqishi;
g—probirka; *f*—stakan; *h*—aralashtirgich.

Uskuna aniqlanuvchi modda solinadigan idishcha — *a*, gilza — *b*, termometr — *d*, gilza tirqishi — *e*, probirka — *g*, stakan — *f*, aralashtirgich — *h* dan iborat. Suyuqlanish harorati aniqlanuvchi modda idishchaga shibbalanib, gilzaning pastki qismiga oʻrnatilgach, termometrning simob sharchasi moddaga oʻrnashishi natijasida aniqlanuvchi moddaning ortiqchasi gilza tirqishdan chiqib ketadi. Gilza yaxshilab artilgach, uzunligi 19–21 sm, diametri 4–4,5 sm boʻlgan probirkaning tubidan 2,5 sm yuqoriga oʻrnatiladi. Probirka 2/3 qism suv bilan toʻlatilgan stakanga uning tubidan 2,5 sm yuqoriga vertikal holda mahkamlanib, stakandagi suv aralashtirgich bilan aralashtirib turilgan holda qizdiriladi. Moddaning suyuqlanishiga 15–20°C qolganida, qizdirish tezligi minutiga 1°C ga keltiriladi. Idishcha tirqishi — *e* dan suyuqlangan moddaning birinchi tomchisi oqib tushgandagi harorat moddaning suyuqlanish harorati deb olinadi.

2.4.2. Dori moddalarning qotish haroratini aniqlash

Moddaning suyuq holatdan qattiq holatga oʻtishidagi qisqa vaqt oraligʻidagi doimiy, eng yuqori harorat qotish harorati deyiladi.

Qotish harorati aniqlanuvchi uskuna devorlari qalin, ichki diametri 20 ± 1 mm, tiqinli probirka — *a*, termometr — *b*, aralashtirgich — *d*, diametri 35 mm boʻlgan devorlari qalin tashqi probirka — *e* va 1000 ml hajmli stakan — *f* dan iborat (3-rasm).



3-rasm. Qotish haroratini aniqlash uskunasi.

a—devorlari qalin shishadan yasalgan ichki probirka; *b*—termometr; *d*—aralashtirgich; *e*—tashqi probirka; *g*—stakan; *f*—stakandagi suyuqlikning haroratini oʻlchaydigan termometr.

Aniqlash tartibi:

Suyuq agregat holatidagi 10 g aniqlanuvchi modda (modda qattiq bo'lsa, pastroq haroratda suyultirib olinadi) uskunaning ichki probirkasiga solinib, simob sharchasi aniqlanuvchi modda qatlamining o'rtasida tura-digan qilib termometr o'rnatiladi. So'ngra probirka modda bilan birgalikda tashqi probirkaga mahkamlanib, harorati kutilayotgan qotish haroratidan 5°C ga past suyuqlik solingan stakanga joylashtiriladi. Aniqlanuvchi moddani aralashtirib turilib, har 30 sekundda harorat kuzatib boriladi. Dastlab haroratning sekintlik bilan pasayishi qattiq faza hosil bo'lgach, ma'lum muddatga doimiy qolishi, so'ng yana pasayishi kuzatiladi. Moddaning qotishi boshlangan dastlabki doimiy harorat belgilanib, qotish harorati deb belgilanadi.

Kutilgan qotish haroratida modda suyuqligicha qolgan taqdirda, u yana $1-2^{\circ}\text{C}$ ga sovitilib, aniqlanuvchi moddaning kristall zarrachasini qo'shish orqali qotishiga erishiladi.

2.4.3. Moddaning qaynash haroratini aniqlash

Qaynash harorati – moddaning normal bosim ostida $101,3\text{ kPa}$ (760 mm simob ustuni) qaynash boshlanishidagi harorat bilan qaynashning tugashidagi harorat oralig'idir.

Yig'uvchi kolbaga dastlabki 5 tomchi haydalganidagi harorat qaynashning boshlanish harorati, olingan moddaning 95%i haydalgandagi harorat esa qaynash tugashining harorati hisoblanadi.

Qaynash harorati aniqlanuvchi uskuna quyidagi qismlardan iborat (4-rasm):

1. Bo'ynining o'rtasidan naycha chiqarilgan, haroratga chidamli shishadan tayyorlangan, 100 ml hajmli haydash kolbasi.

2. Haroratga chidamli shishadan tayyorlangan sovitgich. Sovitgich-dan chiqqan naycha yig'uvchi kolbaga tushirish uchun qayrilgan bo'lishi yoki sovitgich alonj bilan tutashtirilishi mumkin. Qaynash harorati 150°C dan past bo'lgan suyuqliklar suv bilan, 150°C dan yuqori bo'lganlari esa havo yordamida sovitiladi.

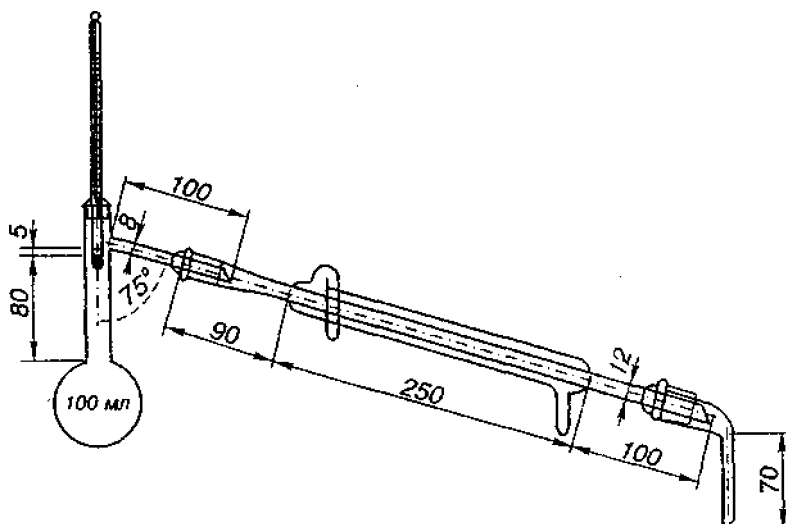
3. Yig'uvchi idish sifatida silindr yoki graduirlangan kolba olinadi

4. $0,5^{\circ}\text{C}$ dan graduirlangan termometr.

5. O'rtasida diametri $2-3\text{ sm}$ tirqishi bo'lgan $12\times 12\text{ sm}$ o'lchamli, qalinligi 3 mm asbest karton.

6. Kerakli harorat, havfsizlik va haydalish nazoratini ta'minlovchi qizdirish manbai (gaz gorelkasi, suv hammomi, elektr qizdirgich va h.k.).

7. Haydash kolbasi va sovitgichni mahkamlash uchun ikkita shtativ.



4-rasm. Qaynash harorati aniqlanuvchi uskuna.

Aniqlash tartibi:

Haydash kolbasiga tiqin yordamida simob sharchasining ustki qismi kolbadan chiqarilgan naychadan 1 sm pastda turadigan tarzda termometr o'rnatilib, shtativga o'rnatilgan asbest karton tirqishini zich berkitiladigan holatda haydash kolbasi qisqich yordamida shtativga mahkamlanadi. Kolbadan chiqqan naycha shlif yoki tiqin yordamida sovitgichga, sovitgich esa alonj yordamida yig'uvchi idish bilan tutashtiriladi.

50 ml tekshiriluvchi suyuqlik silindrda o'lchab olinib, voronka yordamida haydash kolbasiga solinadi va kolbaga bir nechta bir tomoni kavsharlangan kapillar yoki mayda chinni bo'lagi solinib, alonj yoki sovitgichdan chiqqan naycha 2,5 sm yig'uvchi idishga tushib turadigan holatda o'rnatiladi.

Qizdirish boshlangach, qaynashning boshlanish harorati belgilab olinadi va qizdirish minutiga 3–4 ml suyuqlik haydaladigan qilib moslanadi. Olingan suyuqlikning 95% i haydalagach, qaynashning tugash harorati aniqlanadi.

Kuzatilgan qaynash harorati formula yordamida normal atmosfera bosimiga qayta hisoblanadi:

$$T_{\text{kuzatilgan}} = T + K (P - P_1),$$

T – kuzatilgan qaynash harorati;

P – normal barometrik bosim (101,3 kPa);

P_1 – tajriba o'tkazilgan muhit barometrik bosimi;

K – bosimning har bir mm simob ustuniga bo'lgan inkrement.

Kuzatilgan qaynash harorati, °C	K ning qiymati
0°C dan past	0,04
100°C dan 140°C gacha	0,045
141°C dn 190°C gacha	0,05
191°C dan 240°C gacha	0,055
240°C dan ko'p	0,06

Ikki ketma-ket aniqlash natijasida kuzatilgan qaynash harorati orasidagi farq 1°C dan ortiq bo'lmasligi kerak.

2.4.4. Dori moddalarning zichligini aniqlash

Zichlik hajm birligidagi moddaning massasi bo'lib,

$$\rho = m/V$$

formula bilan ifodalanadi. Agar modda massasi grammalarda, hajmi kub santimetrlarda o'lchansa, ρ g/sm³ da ifodalanadi.

Davlat farmakopeyasida zichlikni piknometr yoki areometr yordamida aniqlash tavsiya etilgan.

Aniqlash tartibi:

1-usul. Bu usul yordamida suyuqliklarning zichligini 0,001 aniqlikda o'lchash mumkin.

Toza, quruq piknometr 0,0002 g aniqlikda tortib olinib, voronka yordamida belgisining yuqoriroq qismiga tozalangan suv bilan to'latilib, tiqin bilan berkitilgach, harorati 20°C bo'lgan termostatda 20 minutga qoldiriladi. Piknometrda 20°C ortiqchasi suv pipetka yoki filtr qog'oz yordamida belgisigacha keltirilib tiqin bilan berkitilgach, yana 10 minutga termostatga qo'yilib, filtr qog'oz bilan yaxshilab artilgach tortiladi.

Piknometrda suv to'kilib, bo'sh piknometr avval spirt, so'ng

efir bilan chayilib quritiladi. Piknometrni qizdirish orqali quritish tavsiya etilmaydi.

So'ng piknometrni tekshiriluvchi suyuqlik solinib, yuqorida ko'rsatilgan ishlar bajarilgach tortiladi.

Moddaning g/sm^3 lardagi zichligi formula yordamida hisoblanadi:

$$\rho = \frac{(m_2 - m) \cdot 0,9973}{m_1 - m} + 0,0012$$

m —bo'sh piknometrning grammlardagi massasi;

m_1 —tozalangan suv bilan to'ldirilgan piknometrning grammlardagi massasi;

m_2 — tekshiriluvchi suyuqlik solingan piknometrning massasi;

0,9973 — 20°C dagi suvning zichligi;

0,0012 — 20°C haroratda 101,3 kPa (760 mm sim. ust) barometrik bosimdagi havoning zichligi.

2-usul. Bu usulda suyuqliklarning zichligini 0,01 aniqlikda o'lchash mumkin.

20°C haroratdagi suyuqlik silindrga solinib, unga aniqlanuvchi zichlik kattaligiga mos shkalasi bo'lgan areometr tushiriladi. Areometrning suyuqlikda cho'kib ketmasligiga ishonch hosil qilmaguncha qo'yib yuborilmaydi va u silindr devorlariga hamda tubiga tegib turmasligi kerak. O'lchash 3–4 minutdan so'ng bajarilib, qiymat suyuqlikning pastki meniskidan hisoblanadi.

Uchuvchan eritmalarning zichligi bu usul bilan aniqlanmaydi. Aniqlanuvchi eritma rangli bo'lsa, zichlik qiymati meniskning yuqorisidan hisoblanadi.

3-usul. Bu usul qattiq holdagi yog' va mumlarning zichligini aniqlash uchun qo'llaniladi.

Dastlab bo'sh piknometr aniq tortib olinadi va unga 20°C haroratdagi suv solib, aniq tortiladi.

Suv to'kib yuborilib, piknometr quritilgach, pipetka yordamida qizdirib, eritilgan yog' yoki mum piknometrning 1/3 dan 1/2 qismigacha hajmini egallaydigan miqdorda solinadi. Bir soatga tiqinsiz issiq suv hammomiga qo'yiladi va 20°C gacha sovutilib tortiladi. So'ng yog' yoki mumning ustiga belgisigacha suv solib quruq holgacha artilgach, yana tortiladi. Ikkala fazada va ularning ajralish yuzasida havo pufakchalari bo'lmasligiga e'tibor qaratiladi.

Zichlik quyidagi formula orqali hisoblanadi.

$$\rho_{20} = \frac{(m_2 - m) \cdot 0,9973}{(m_1 + m) - (m + m_3)} + 0,0012$$

m —bo‘sh piknometrning grammlardagi massasi;

m_1 —tozalangan suv bilan to‘ldirilgan piknometrning grammlardagi massasi;

m_2 — piknometrning undagi yog‘ yoki mum bilan birgalikda grammlardagi massasi;

m_3 — piknometrning yog‘ (mum) va suv bilan grammlardagi massasi.

2.4.5. Uchuvchan moddalar va suvni aniqlash

Quritish usuli

Moddaning aniq miqdorini avvaldan quritilgan va tortib olingan byuksga solinib, doimiy og‘irlikkacha quritiladi. Quritish sharoiti, harorati, olinishi lozim bo‘lgan modda miqdori tegishli xususiy farmakopeya maqolasida ko‘rsatiladi. Agar quritish qizdirish orqali amalga oshirilsa, qopqog‘i ochiq holda byuks eksikatorga solinib, 50 minut davomida sovitilgach, qopqog‘i berkitilib tortiladi. Birinchi tortishda (agar xususiy farmakopeya maqolasida maxsus ko‘rsatma bo‘lmasa) 2 soat quritiladi. Keyingi tortishlar esa 1 soat davomida quritilgach bajariladi. Modda tarkibidagi uchuvchan moddalar yoki suvning miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$x = \frac{a - b}{a} \cdot 100;$$

bunda a —moddaning quritishdan avvalgi massasi;

b —moddaning quritilgandan keyingi massasi.

Dori moddasi tarkibidagi suvni distillatsiya usuli bilan aniqlash

Aniqlash maxsus uskunada amalga oshirilib, bu uskuna 250–500 ml hajmli yumaloq tubli kolba, 10 ml li graduirlangan probirka holdagi yig‘uvchi idish va sovitgichdan iborat (5-rasm). Kolbaga 10–20 g modda, 100 ml toluol yoki ksilol, bir necha bo‘lak g‘ovak plastinka solinib, elektr plitka yoki qum hammomida qaynaguniga qadar qizdiriladi. Qaynatish kondensirlangan erituvchi sovitgichda yig‘ilib qolmaydigan dara-

jada, ya'ni bir soniyada yig'uvchi probirkaga 2–4 tomchi suyuqlik tushadigan holatda olib borilib, yig'uvchi idishdagi suv qatlami o'zgarmagunicha davom ettiriladi.

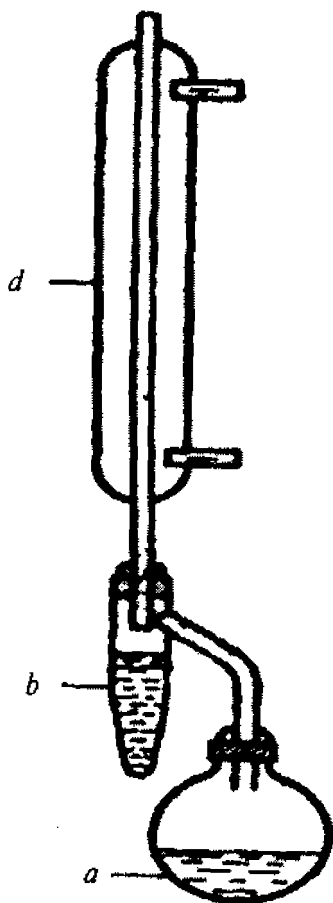
Yig'uvchi kolbadagi suyuqlik xona haroratigacha sovitilgach, undagi suvning hajmi belgilab olinib, tegishli hisob qilinadi:

$$x = \frac{V \cdot 100}{a}$$

x —aniqlanuvchi moddadagi suvning % miqdori;

V —yig'uvchi idishdagi suvning hajmi;

a —aniqlanuvchi moddaning tortib olingan miqdori;

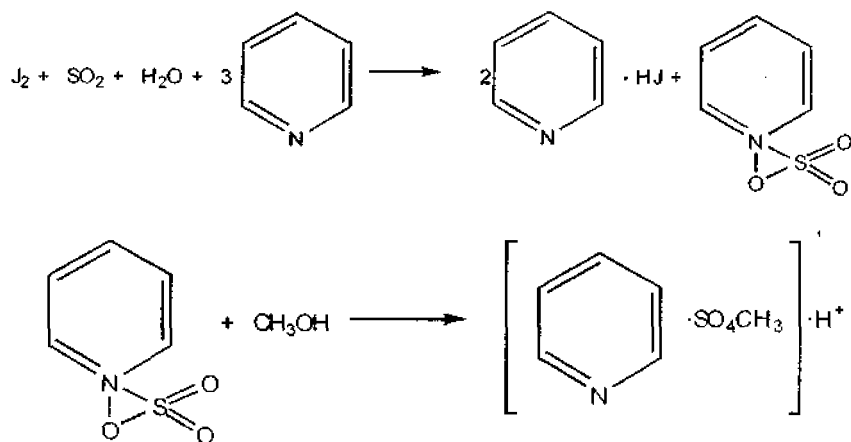


5-rasm. Distilyatsiya usuli bilan dori moddalar tarkibidagi suvni aniqlash uskunasi.

a —yumaloq tubli kolba; b —haydalgan suvni yig'uvchi idish; d —sovitgich.

Karl Fisher reaktivi bilan titrlash usuli

K.Fisher reaktivi oltinugurt (IV) oksidi, yod va metil spirtidagi piridindan iborat bo'lib, reaktivning suv bilan ta'sirlashuvi ikki bosqichda, stexiometrik nisbatda quyidagi tenglama bo'yicha boradi:



K.Fisher reaktivi yordamida turli erituvchilar, uchuvchan birikmalar, organik va anorganik moddalar tarkibidagi suv miqdorini tez va aniq tekshirish mumkin. Shuningdek, modda tarkibidagi gigroskopik va kristallizatsion suv miqdori ham aniqlanadi.

Bu usulda foydalaniladigan erituvchi va reaktivlar o'ta gigroskopik bo'lganligi sababli ularga havo tarkibidagi namlik ta'sir qilmaydigan choralarni ko'rish lozim.

Titrlash uskunasi kalsiy xlorid yoki silikagel solingan quritish naychasi bilan himoyalangan byuretka, reaktiv quyilgan idish, byuretk bilan tutashtirilgan va quritish naychasi bilan himoyalangan titrlash kolbasidan iborat bo'lib, titrlash kolbasi magnit chayqatgich yordamida yoki mexanik ravishda chayqatib turiladi.

Aniqlash tartibi:

Taxminan 0,03–0,05 g suv saqlagan dori moddaning aniq miqdori 100 ml hajmli quruq kolbaga solinib, 5 ml metil spirtida eritiladi va 1 minut davomida chayqatilib, K.Fisher reaktivi bilan titrlanadi. Titrlash oxiri eritmaning sariqdan qizil–qo'ng'irga o'tishi yoki elektrometrik titrlash bilan aniqlanadi. Elektrometrik usul bilan titrlanganda ekvivalent

nuqtada elektrodlar orasidagi elektr toki butunlay tugab, aniqlash grafigini chizishga ham ehtiyoj qolmaydi.

Nazorat tajribasi 5 ml metil spirtini K.Fisher eritmasi bilan titrlash yordamida bajarilib, suvning foiz miqdori quyidagi formula bilan hisoblanadi:

$$x = \frac{(a-b) \cdot T \cdot 100}{d}$$

a—K.Fisher reaktivining asosiy tajriba uchun sarf bo'lgan hajmi;

b—nazorat tajribasiga sarflangan K.Fisher reaktivining hajmi;

d—dori moddasining grammlardagi miqdori;

T—K.Fisher reaktivining titri.

K.Fisher reaktivining tayyorlanishi

125 g yod 200 ml piridinda eritilib, 300 ml metil spirti qo'shib, muz solingan suv hammomida sovitilgach, tortiladi va sovitib turgan holda eritma massasi 65 g ga ortguniga qadar sulfat gazi o'tkazib, 1 litrgacha metil spirti bilan suyultirib chayqatilgach, bir kechaga qoldiriladi. 1 ml yangi tayyorlangan reaktiv 0,005 g suvga ekvivalent. Har gal reaktiv ishlatilishidan avval uning titri aniqlanadi.

K.Fisher reaktivini tayyor holda ham chiqarilib, ikki ayrim eritmalar iborat (№1 va №2). Bu eritmalar ishlatilishidan oldin 1:2,17 nisbatda aralashtirilsa, titri 0,004 g/ml bo'lgan eritma hosil bo'ladi. Eritmani 1:1 nisbatda metil spirti bilan suyultirib elektrometrik titrlash maqsadida ishlatish ham mumkin.

Reaktivning titrini aniqlash

0,03—0,05 g suv (aniq tortma) 100 ml hajmli quruq kolbaga solinib, 5 ml metil spirtida eritib, K.Fisher reaktivini bilan titrlanadi. Titrlash oxirida titrant minutiga 0,05—0,1 ml dan qo'shiladi. Bir vaqtning o'zida 5 ml metil spirti ham titrlanib, reaktivning titri quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$T = \frac{a}{b-d}$$

a—suvning grammlardagi miqdori;

b—metil spirtidagi suvni titrlash uchun sarf bo'lgan K.Fisher reaktivining hajmi;

d—nazorat tajribasini titrlash uchun sarf bo'lgan K.Fisher reaktivining ml miqdori.

Suyultirilgan reaktiv titrini aniqlash uchun 0,01 g atrofida suv olinadi. Fisher reaktivi quruq, yorug'lik nuridan himoya qilingan joyda, og'zi mahkam berkitilgan idishlarda saqlanadi.

Davlat farmakopeyasining XI nashrida K.Fisher reaktivini tayyorlashning quyidagi usuli tavsiya etilgan.

Eritma №1 ni tayyorlash uchun idishga 110 g piridin solib, undan muz bilan sovutib turilgan holda 27 g sulfat gazi o'tkaziladi. Eritmani saqlash muddati 16 oy.

Eritma №2 ni tayyorlash uchun rangli shishadan tayyorlangan og'zi tiqin bilan mahkam berkiladigan idishga 600 ml (475 g) metil spirti va 75 g yod solib chayqatiladi va tiqin bilan mahkam berkitib yodning to'la erib ketguniga qadar qoldiriladi. Saqlash muddati cheklanmagan.

Ushbu usulda foydalaniladigan piridin va metil spirti tarkibidagi suv miqdori 0,1% dan ko'p bo'lmasligi kerak.

Agar aniqlanuvchi modda metil spirtida erimasa, chayqatib turilgan holda K.Fisher reaktivi bilan titrlanadi. Ba'zi moddalarni sirka kislotasi, piridin yoki xloroformda eritish ham mumkin.

K.Fisher reaktivi tarkibidagi komponentlar bilan kimyoviy reaksiyaga kirishishi mumkin bo'lgan birikmalar tarkibidagi suvni bu usul bilan aniqlab bo'lmaydi. Masalan, askorbin kislotasi, merkaptanlar, sulfidlar, ishqoriy metallarning gidrokarbonatlari va karbonatlari, metallarning oksidlari va gidroksidlari, aldegidlar, ketonlar va boshqalar.

Tuzilishida karbonil guruhi bo'lgan yoki kuchli kislotali xossaga ega bo'lgan moddalar bu usul bilan tahlil qilinib, ekvivalent nuqta elektrometrik usul bilan aniqlanganda reaktiv tarkibidagi metil spirti o'rniga N,N-dimetilformamid ishlatiladi.

2.4.6.Dori vositalari tarkibidagi spirtni aniqlash

Dori vositalari tarkibidagi spirtning miqdorini haydash orqali qaynash haroratiga ko'ra va refraktometrik usul bilan aniqlanadi.

Haydash orqali aniqlash

200–250 ml hajmli tubi yumaloq kolbaga suyuqlikning aniq miqdori o'lchab olinadi. Spirtning miqdori 20% gacha bo'lsa – 75 ml, 20%–50% bo'lsa – 50 ml, 50% dan ortiq bo'lsa – 25 ml suyuqlik olinib, 75 ml gacha suv bilan suyultiriladi.

Kolbaga suyuqlikning bir tekisda qaynashi uchun kapillarlar, pemza yoki chinni bo'lagi solinadi. Qaynash davomida kuchli ravishda ko'pirish kuantitani, 2-3 ml fosfat kislotasi, sulfat kislotasi yoki 2-3 g kalsiy xlorid solish mumkin.

Kolba haydash uskunasi bilan tutashtirilib, hajmi 50 ml bo'lgan o'lchov kolbasidan yig'uvchi kolba sifatida foydalaniladi. Yig'uvchi kolba tiniq suv saqlagan idishga solinadi. Haydash jarayonida 48 ml suyuqlik yig'uvchi kolbaga o'tgach 20°C haroratga keltirilib, o'lchov kolbasining belgisigacha suv solinadi. Yig'uvchi kolbaga haydalgan suyuqlik tiniq yoki loyqaroq bo'lishi mumkin.

Haydalgan suyuqlikning zichligi piknometr yordamida o'lchangach, alkogolometrik jadvaldan spirt hajmining foizlardagi miqdori topiladi.

Preparatdagi spirtning hajmiy foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$x = \frac{50 \cdot a}{d}$$

formulada 50—o'lchov kolbasidagi suyuqlikning millilitrlardagi hajmi, a —spirtning alkogolometrik jadvaldan aniqlangan hajmiy foiz miqdori, d —haydash uchun olingan preparatning millilitrlardagi hajmi.

Tekshiriluvchi suyuqlik oson uchuvchan moddalar (efir, efir moylari, xloroform, kamfora, uchuvchan kislotasi yoki asoslar, yod va h.k.) saqlasa, haydashdan oldin dastlabki ishlov beriladi.

Efir, efir moylari, xloroform va kamfora saqlovchi suyuqliklarni haydashdan oldin, suyuqlikning ko'rsatilgan miqdori ajratish voronkasiga solinib, teng hajmda natriy xloridning to'yingan eritmasi va shu miqdorda petroley efiri qo'shib, 3 minut davomida chayqatiladi. Qatlamlar ajragach, spirtli-suvli qatlam (pastki) ikkinchi o'lchov kolbasiga solinib, suyuqlik hajmining yarmi miqdorida petroley efiri bilan ishlanib, spirtli-suvli qatlam haydash kolbasiga solinadi. Petroley efir qatlamlari birlashtirilib, suyuqlik hajmining yarmi miqdoridagi natriy xloridning to'yingan eritmasi bilan chayqatiladi va suvli pastki qatlam haydash kolbasidagi suyuqlik bilan birlashtirilib haydaladi.

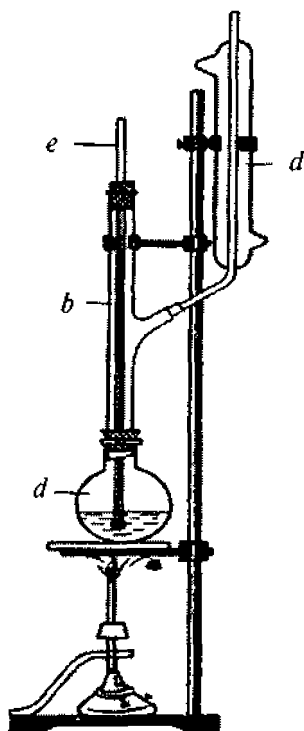
Uchuvchan birikmalar saqlagan suyuqlik tarkibidagi spirt 30% dan kam bo'lsa natriy xloridning to'yingan eritmasi o'rniga 10 g quruq natriy xlorid qo'shish mumkin. Uchuvchan kislotalar ishqor eritmasi bilan, uchuvchi asoslar esa fosfat yoki sulfat kislotasi bilan neytrallanadi.

Yod saqlagan spirtli eritmalar haydashdan avval rux kukuni yoki

stexiometrik miqdordagi quruq natriy tiosulfat bilan rangsizlantiriladi. Uchuvchan sulfit birikmalari bir necha tomchi natriy gidroksid eritmasi bilan bog'lab olinadi.

Spirтли ajratmalar tarkibidagi spirt miqdorini qaynash harorati bo'yicha aniqlash

Spirтли ajratmalardagi spirt miqdorini aniqlash uskunasi qaynatish kolbasi – *a*, sovitgich bilan tutashtiriladigan shisha naycha – *b* va 0,1°C darajadagi sovitgich – *d*, 50–100°C oraliq'ida shkalalangan simobli termometrdan – *e* iborat (6-rasm).



6-расм. Spirтли eritmalar tarkibidagi spirt miqdorini aniqlash uskunasi. *a*—qaynatish kolbasi; *b*—sovitgich bilan tutashtiriluvchi naycha; *d*—sovitgich; *e*—termometr.

Qaynatish kolbasiga 40 ml spirтли ajratma, kapillarlar, pemza yoki chinni bo'lagi solib, uskunaga simob sharchasi kolbadagi suyuqlik yuzasidan 2–3 sm yuqori holatda termometr o'rnatiladi. So'gra quvvati 200 W elektr qizdirgich yoki gaz gorel-kasi yordamida qizdiriladi. Kolbadagi suyuqlik qaynagach, reostat yordamida qizdirish plitkasi-ga kelayotgan kuchlanish teng yarmiga kamaytiriladi. Qaynash boshlanganidan 5 minut o'tgach, harorat doimiy holga kelishi bilan termometrdagi ko'rsatkich belgilanib, olingan qiymat normal bosimga hisoblanadi.

Barometrning ko'rsatkichi 101,3 kPa (760 mm sim. ust.)dan farq qilsa, har bir 1,3 gPa (1 mm sim. ust)ga bo'lgan tuzatish 0,04°C. Normal bosimdan past bosim uchun tuzatish qiymati aniqlangan haroratga qo'shilib, yuqori bosim uchun ayriladi.

Spiritli qaratmaning qaynash harorati 80,9°C, atmosfera bosimi 100 kPa (760 mm sim. ust)ga teng bo'lsin. Bosimdagi farq 101,3–100=1,3 kPa (760–757=3 mm sim. ust). Tuzatish $0,04 \times 1,3 = 0,32^\circ\text{C}$. Tuzatilgan qaynash harorati $80,9 + 0,32 = 81,22^\circ\text{C}$ va jadvaldan topilgan bu qiymatga mos keladigan spirt miqdori 66% bo'ladi.

Muvli-spirtli aralashmalarda spirt konsentratsiyasini qaynash harorati bo'yicha 1013 kPa (760 mm sim. ust) aniqlash

Qaynash harorati, °C	Hajm bo'yicha spirt foizi	Qaynash harorati, °C	Hajm bo'yicha spirt foizi	Qaynash harorati, °C	Hajm bo'yicha spirt foizi
99,3	1	86,4	28	82,3	55
98,3	2	86,1	29	82,2	56
97,4	3	85,9	30	82,1	57
96,6	4	85,6	31	82,0	58
96,0	5	85,4	32	81,9	59
95,1	6	85,2	33	81,8	60
94,3	7	85,0	34	81,7	61
93,7	8	84,9	35	81,6	62
93,0	9	84,6	36	81,5	63
92,5	10	84,4	37	81,4	64
92,0	11	84,3	38	81,3	65
91,5	12	84,2	39	81,2	66
91,1	13	84,1	40	81,1	67
90,7	14	83,9	41	81,0	68
90,5	15	83,8	42	80,9	69
90,0	16	83,7	43	80,8	70
89,5	17	83,5	44	80,7	71
89,1	18	83,3	45	80,6	72
88,8	19	83,2	46	85	73
88,5	20	83,1	47	80,4	74
88,1	21	83,0	48	83	75
87,8	22	82,9	49	82	76
87,5	23	82,8	50	80,1	77
87,2	24	82,7	51	80,0	78
87,1	25	82,6	52	79,9	79
86,8	26	82,5	53	79,8	80
86,6	27	82,4	54	79,7	81
79,6	82	79,3	86	78,85	90
79,5	83	79,2	87	78,8	91
79,45	84	79,1	88	78,7	92
79,4	85	79,0	89		

2.4.7. Eritmalarning muhit sharoiti (pH)ni aniqlash

Eritmadagi vodorod ionlari konsentratsiyasining teskari ishorali logarifmi – vodorod ko'rsatkich (pH) deyiladi.

$$pH = -\lg[H^+] \text{ yoki } pH = -\lg a_{H^+}$$

pH ni aniqlash tekshiriluvchi eritma bilan rangli indikator hosil qilgan rang intensivligini, muhit sharoiti aniq bo'lgan standart eritma bilan rangli indikator hosil qilgan rang intensivligi bilan solishtirish yoki eritmaga tushirilgan indikator elektrod bilan standart elektrod orasida hosil bo'lgan elektr yuritish kuchi (EYK)ni o'lchash orqali bajariladi.

pH qiymatini standart bufer eritmalar yoki ularning shkalasi yordamida aniqlanadi.

Standart bufer eritmalar nisbatan yuqori bufer hajmga ega bo'lishi, ma'lum vaqt oralig'ida o'zgarishga uchramasligi va iloji boricha kichik pH harorat koeffitsientiga ega bo'lishi talab etiladi.

1 litr bufer eritmaning pH ini 1,0 qiymatga o'zgartirish uchun qo'shish lozim bo'lgan kuchli asosning gramm ekvivalent miqdori eritmaning bufer hajmi deyilib, b-belgisi bilan belgilanadi.

$$b = dB/dpH = DB/DpH,$$

formuladagi b-kuchli asosning gramm-ekvivalent miqdori.

Quyidagi jadvalda ba'zi bir bufer eritmalarning tayyorlanishi ko'rsatilgan. pH 1,2 dan 10 gacha oraliqda bo'lgan va bir-biridan 0,2 pH ga farqlanuvchi bufer eritmalarni, 0,2 mol/l ishchi eritmalarni jadvalda ko'rsatilgan nisbatlarda aralashtirish orqali tayyorlanadi. Eritmalar suv bilan 200 ml gacha suyultirilib, og'zi zich berkiladigan, neytral shishadan tayyorlangan idishlarda 3 oy davomida saqlanadi.

pH 1,2 dan 2,2 gacha bo'lgan bufer eritmalarni tayyorlash

50 ml 0,2 mol/l kaliy xloridga 0,2 mol/l xlorid kislotaning jadvalda ko'rsatilgan hajmi solinib, suv bilan 200 ml gacha suyultiriladi.

pH	1,2	1,4	1,6	1,8	2,0	2,2
0,2 mol/l HCl, ml	64,5	41,5	26,3	16,6	10,6	6,7

pH	2,2	2,4	2,6	2,8	3,0	3,2	3,4	3,6	3,8
0,2 mol/l HCl, ml	46,70	39,60	32,95	26,42	20,32	14,70	9,90	5,97	2,62

pH 2,2 dan 3,8 gacha bo'lgan bufer eritmalarni tayyorlash

50 ml 0,2 mol/l gidroftalat kaliyga 0,2 mol/l xlorid kislotaning jadvalda ko'rsatilgan hajmi solinib, suv bilan 200 ml gacha suyultiriladi.

pH	4,0	4,2	4,4	4,6	4,8	5,0	5,2
0,2 mol/l NaOH, ml	0,40	3,70	7,50	12,15	17,70	23,85	29,95

pH 4,0 dan 6,2 gacha bo'lgan bufer eritmalarni tayyorlash

50 ml 0,2 mol/l gidroftalat kaliyga 0,2 mol/l ishqor eritmasining jadvalda ko'rsatilgan hajmi solinib, suv bilan 200 ml gacha suyultiriladi.

pH	5,4	5,6	5,8	6,0	6,2
0,2 mol/l NaOH, ml	35,45	39,85	43,00	45,45	47,00

pH 5,8 dan 8,0 gacha bo'lgan bufer eritmalarni tayyorlash

50 ml 0,2 mol/l kaliydidigrofosfatga 0,2 mol/l ishqor eritmasining jadvalda ko'rsatilgan hajmi solinib, suv bilan 200 ml gacha suyultiriladi.

pH	5,8	6,0	6,2	6,4	6,6	6,8	7,0
0,2 mol/l NaOH, ml	3,72	5,70	8,60	12,60	17,80	23,85	29,95

pH	7,2	7,4	7,6	7,8	8,0
0,2 mol/l NaOH, ml	35,0	39,50	42,80	45,20	46,80

pH 7,8 dan 10,0 gacha bo'lgan bufer eritmalarni tayyorlash

50 ml 0,2 mol/l bor kislotasi bilan kaliy xlorid eritmalarining aralashmasiga 0,2 mol/l ishqor eritmasidan jadvalda ko'rsatilgan hajmi solinib, suv bilan 200 ml gacha suyultiriladi.

pH	7,8	8,0	8,2	8,4	8,6	8,8	9,0
0,2 mol/l NaOH, ml	2,61	3,97	5,90	8,50	12,0	16,30	21,30

pH	9,2	9,4	9,6	9,8	10,0
0,2 mol/l NaOH, ml	26,70	32,00	36,85	40,80	43,90

Nomi	Turli haroratdagi eritma pHi								
	0 ^o	10 ^o	20 ^o	25 ^o	30 ^o	40 ^o	50 ^o	60 ^o	95 ^o
Kaliy tetraoksalat 0,05 mol eritmasi	1,67	1,67	1,68	1,68	1,69	1,70	1,71	1,73	1,81
Kaliy gidroftalat 0,05 mol eritmasi	4,01	4,00	4,00	4,01	4,01	4,03	4,06	4,10	4,22

Nomi	Turli haroratdagi eritma pHi								
	0 ^o	10 ^o	20 ^o	25 ^o	30 ^o	40 ^o	50 ^o	60 ^o	95 ^o
Kaliy digidrofosfat, 0,025 mol eritmasi	6,98	6,92	6,88	6,86	6,84	6,84	6,83	6,84	6,89
natriy gidrofosfat 0,025 mol eritmasi									
Bura, 0,01 mol eritmasi	9,46	9,33	9,22	9,18	9,14	9,07	9,01	8,96	8,83
Kaliy gidroksid, 250 da to'yingan eritmasi	-	-	-	12,4 5	12,3 0	11,9 9	11,7 0	11,4 5	-

Davlat farmakopeyasida eritmalarining pH ini aniqlash uchun kolorimetrik va potentsiometrik usullar tavsiya etilgan. Potensiometrik usul aniqligi, rangli va loyqa eritmalarining ham pH ini aniqlash mumkinligi kabi afzalliklarga ega.

Kolorimetrik usul

Eritmalar pH ini kolorimetrik usul yordamida aniqlash indikatorlarning ma'lum bir pH oralig'ida, vodorod ionlarining faolligiga qarab rangini o'zgartirish xossasiga asoslangan. Bu usul bilan indikatorlar va standart bufer eritmalar yordamida muhit sharoiti aniqlanadi.

Dastlab universal indikator yordamida tekshiriluvchi eritmaning taxminiy pH aniqlanadi. Buning uchun 2 ml tekshiriluvchi eritma chinni idishda 5 tomchi universal indikator bilan aralashtirilib, hosil bo'lgan rang shkala bilan solishtirilib, pH ning taxminiy qiymati topiladi. pH aniqlanuvchi eritmaning pH iga yaqin bo'lgan va bir-biridan 0,2 pH qiymatga farqlanuvchi 10 ml dan 5–6 ta bufer eritma tayyorlanib, probirkalarga solinadi. Boshqa bir probirkaga esa 10 ml tekshiriluvchi eritma solinib, barcha probirkalarga 2–3 tomchidan indikator eritmasi tomizib chayqatiladi va probirkalardagi eritmalar rangining intensivligi solishtiriladi.

Indikatorni tanlashda, uning rang o'zgartirish oralig'i markazi, aniqlanuvchi pH ga yaqin bo'lishiga ahamiyat berish lozim. Indikator eritmaları standart va tekshiriluvchi eritmalariga teng miqdorda qo'shiladi.

Aniqlash tartibi:

Glukozaning 5%, 10%, 25% va 40% li in'yeksiya eritmalarida pH 3,0–4,0 oralig'ida bo'lishi kerak. Indikatorlarning rang o'zgartirish oralig'i jadvalidan, ko'rsatilgan pH ga mos indikator tanlab olinadi. Aniqlanuvchi eritma pH markazi 3,5.

Metil oranj rang o'zgartirish oralig'i pH 3,0–4,4, pH markazi 3,7.

6 ta bir xil o'lchamli probirka olib, ularga 2,5 ml dan kaliy gidroftalatning 0,2 mol/l eritmasi solinib, 0,2 mol/l xlorid kislotasi eritmasidan 1,2,3,4–probirkalarga 0,73; 0,48; 0,30; 0,13 ml dan, 5–6 probirkalarga esa 0,2 mol/l natriy gidroksid eritmasidan 0,02; 0,18 ml dan solib, probirkalardagi suyuqlik hajmi suv bilan 10 ml ga yetkaziladi. Tayyorlangan bufer eritmalarining pH 3,2; 3,4; 3,6; 3,8; 4,0; 4,2 kattaligida bo'ladi. 7-probirkaga 10 ml glukozani in'yeksion eritmasi solinib, barcha probirkalarga 2 tomchidan metil oranj indikatorini tomizib, chayqatiladi. Eritmalarining rangi solishtiriladi va tekshiriluvchi eritmaning vodorod ko'rsatkichi aniqlanadi.

Potensiometrik usul

pH ni aniqlashning potensiometrik usuli ikki elektroddan iborat elementning elektr yuritish kuchini o'lchashga asoslangan.

Elektrodlardan biri potensiali aniqlanuvchi muhit vodorod ionlari faolligiga bog'liq bo'lgan indikator elektrod, ikkinchisi esa potensiali aniq kattalikdan iborat bo'lgan standart elektrod bo'lib, u solishtiriluvchi elektrod deyiladi.

Solishtiriluvchi elektrod sifatida kalomel va kumush xlorid elektrodlaridan foydalaniladi.

Indikator elektrod sifatida esa vodorod, xingidron va shisha elektrodlardan foydalaniladi. pH ni aniqlash uchun tuzilishi turlicha bo'lgan pH -

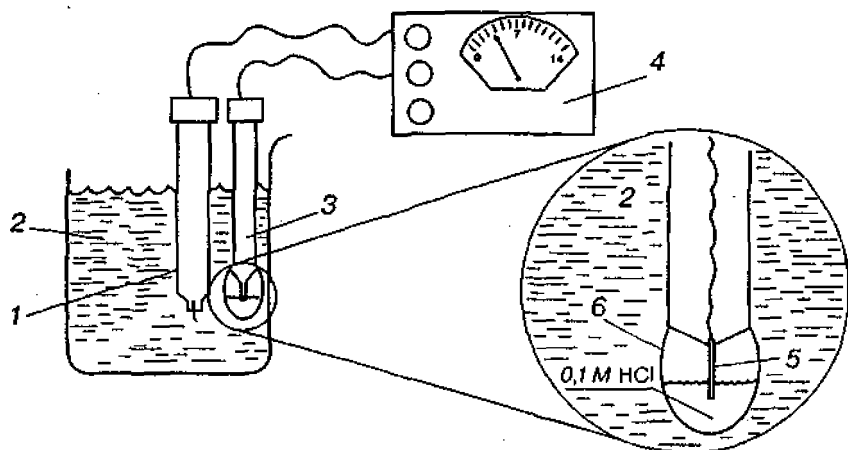
metrlar qo'llanilib, ularda to'g'ridan-to'g'ri aniqlanayotgan pH qiymatini o'lchash mumkin. pH-metrni va elektrodlar tizimini ishlash uchun tayyorlash uskunadan foydalanish ko'rsatmasiga asosan amalga oshiriladi.

Uskunani sozlash uchun standart bufer eritmalaridan foydalanilib, bunda muhit sharoiti aniqlanuvchi pH ga yaqin bo'lgan bufer eritmani olish tavsiya etiladi.

Qaysi bufer eritma olinganligidan qat'iy nazar potensiometr usul bilan aniqlangan pH xatoligi 0,04 dan oshmasligi lozim. Tekshiriluvchi eritmalarining pH ni aniqlanganda, uskunaning ko'rsatkichi turg'un holatga kelguniga qadar ko'tarilib, bu vaqt eritmaning bufer xossalariga va haroratga bog'liq bo'lgan holda 2 minutdan ko'p bo'lmaydi.

Kuchli kislotada yoki kuchli ishqor eritmalarining pH ni 0°Cga yaqin bo'lgan haroratda aniqlanganda yoki bufer hajmi kam bo'lgan eritmalarining pH ni aniqlanganda (masalan, tozalangan suv) aniqlash vaqti 2 minutdan ko'p bo'lishi ham mumkin.

Odatda eritmaning pH ni 3-5 marta o'lchanib, aniqlangan ko'rsatkichlarning o'rtacha qiymati olinadi.



7-rasm. Shisha elektrodli potensiometrning tuzilish chizmasi.

1-standart elektrod; 2-pH ni aniqlanuvchi eritma; 3-shisha elektrod; 4-pH-qiymatini o'lchashga moslangan yuqori omli potensiometr; 5-kumush xlorid surkalgan kumush plastinka; 6-shisha membrana.

III bo'lim

DORI MODDALARINING TOZALIGINI VA ARALASHMALARNING RUHSAT ETILGAN MIQDORINI ANIQLASH

3.1. DORI MODDALAR TARKIBIDAGI UMUMIY YOT ARALASHMALARNI ANIQLASH

Dori moddalarning tozaligini aniqlash farmatsevtik tahlilning eng muhim bosqichlaridan biri bo'lib, barcha dori moddalari qanday usul bilan olinishidan qat'iy nazar tozaligi tekshirib ko'riladi. Yot aralashmalar ikki turga bo'linib, ularning birinchi turi dori moddaning fiziologik faolligiga ta'sir etsa, ikkinchi turi deyarli ta'sir etmay, dori moddaning qay darajada tozaligini ko'rsatadi. Lekin dori moddasi tarkibida ularning ko'p miqdorda bo'lishi uning faolligini kamaytirgani uchun farmakopeya maqolasi talabiga ko'ra bu aralashmalarning miqdoriy chegaralari aniqlanishi lozim. Yot aralashmalar bilan dori moddaning ifloslanib qolish sabablari turli-tuman bo'lib, ulardan eng muhimlari quyidagilardir:

– dori moddalarni olishda ishlatiladigan boshlang'ich mahsulotlar yetarli darajada tozalanmaganligi;

– sintez jarayonida reaksiya maxsulotlarining yetarli darajada tozalanmaganligi;

– dori moddasining olinishi jarayonida ishlatiladigan uskunalar tarkibidan metal kationlarining dori modda tarkibiga qo'shilib qolishi;

– sintez jarayonida ko'zda tutilmagan qo'shimcha aralashmalarning hosil bo'lishi;

– dorivor o'simlik homashyosi yoki hayvonlar organlaridan dori modda olinishi jarayonining reglamentga ko'ra olib borilmaganligi;

– dastlabki maxsulot tarkibidagi begona moddalar tarkibidagi birikmalarning ekstraksiyalanishi;

-- saqlash jarayonida dori moddasining o'zgarishi.

Dori moddalarning tozaligini aniqlash uchun qo'llaniladigan usullar sezgir, o'ziga xos, qaytariluvchan va ruxsat etilgan yot aralashmalarning miqdoriy chegaralarini aniqlash uchun yaroqli bo'lishiga ahamiyat beriladi.

Tahlil qilinayotgan dori moddasidagi aralashmaning maksimal miqdorini aniqlashning ikki usuli mavjud.

Ulardan biri etalon eritma bilan solishtirishga asoslangan bo'lib, bunda u yoki bu reaktiv ta'sirida bir xil sharoitda hosil bo'lgan rang yoki loyqalanish kuzatiladi.

Ikkinchi usulda yot aralashmaning yo'qligi tekshirilib, bunda sezgirligi nisbatan kamroq bo'lgan sifat reaksiyalaridan foydalaniladi. Ikkala usulda ham tahlil xatoligi 10% atrofida bo'lishi mumkin.

Dori moddalarning tozaligini aniqlash jarayonini tezlashtirish va yuqori aniqlikka erishish maqsadida Davlat Farmakopeyasida etalon eritmalaridan foydalanish tavsiya etiladi.

Etalon — aniqlanuvchi yot aralashmaning ma'lum miqdorini saqlagan eritma bo'lib, ularning bor yoki yo'qligi etalon eritmasiga va tekshiriluvchi dori moddasi eritmasiga tegishli reaktivning ma'lum miqdori qo'shilsa, yuzaga kelgan o'zgarishni kolorimetrik, nefelometrik yoki boshqa usullar bilan solishtirish orqali aniqlanadi.

Dori moddalarning tozaligi tekshirilganda farmakopeyada keltirilgan umumiy ko'rsatmalarga qat'iy rioya qilinib, bunda suv va boshqa foydalanilgan reaktivlarda aniqlanishi lozim bo'lgan ionlarning bo'lmashligi, probirkalar rangi va o'lchamlarining bir xilligi, aniqlanuvchi modda 0,001 g aniqlikda tortib olinishi, tekshiriluvchi va etalon eritmalarga reaktivlarning bir vaqtda va barobar miqdorda qo'shilishi kerak. Hosil bo'lgan loyqalanish qora fonda, nurning tushish holatida, rang esa oq fonda, nurning qaytish holatida kuzatiladi.

Ruxsat etilmagan yot aralashmani aniqlash tekshiriluvchi eritmaga asosiy reaktivdan boshqa barcha reaktivlar solinib, eritmani teng ikkiga bo'linadi va bir qismiga asosiy reaktiv qo'shish orqali amalga oshiriladi. Bunda eritmaning ikkala qismida ham o'zgarish kuzatilmashligi lozim. Ba'zi hollarda reaktivni qo'shish tezligi, tartibi va reaktiv qo'shilgandan song ma'lum vaqt o'tishiga ham ahamiyat beriladi.

Tayyor dori turlari ishlab chiqarishda to'ldiruvchilar, yordamchi moddalar va erituvchilarning toza bo'lmashligi ham yot aralashmalar bilan ifloslanish sababi bo'lishi mumkin va ishlab chiqarishda ularning tozaligi ham muhim hisoblanadi.

Dori moddaning farmakopeya maqolasida ko'rsatilgan yot aralashma miqdor chegarasining foizi quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{C \cdot 100 \cdot V}{a \cdot V_1 \cdot 10}$$

C—aniqlanuvchi ionning etalon eritmadagi foiz miqdori;

- a —dori moddaning tortib olingan miqdori;
 V —dori modda eritmasining hajmi;
 V_1 —dori modda eritmasining tahlil uchun olingan hajmi.

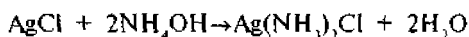
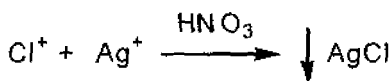
Ruhsat etilgan yot aralashmalarni aniqlash maqsadida ishlatiladigan etalon eritmalar

Etalon turi (ion)	Etalon tayyorlangan modda	C mg/ml	C ‰	Reaktiv	Reaksiya sezgirligi mg/ml
Cl ⁻	NaCl	0,002	0,0002	AgNO ₃	0,0005
SO ₄ ⁻²	K ₂ SO ₄	0,01	0,001	BaCl ₂	0,003
NH ₄ ⁺	NH ₄ Cl	0,002	0,0002	Nessler reaktivi	0,0003
Ca ⁺²	CaCO ₃	0,03	0,003	(NH ₄) ₂ C ₂ O ₄	0,0035
Fe ⁺³	FeNH ₄ (SO ₄) ₂ ·12H ₂ O	0,003	0,0003	Sulfosalitsil kislotalari	0,00005
Zn ⁺²	ZnO	0,005	0,0005	K ₄ [Fe(CN) ₆]	0,001
Pb ⁺²	Pb(CH ₃ COO) ₂ ·3H ₂ O	0,0005	0,00005	Na ₂ S	0,0005

Etalon eritmalarini tayyorlash uchun 0,001 g aniqlikda tortib olingan dastlabki modda ma'lum hajmli (Davlat Farmakopeyasida ko'rsatilgan) o'lov kolbasida eritiladi (A eritma). Ulardan suv bilan suyultirib B va V eritmalar tayyorlanadi (ishchi eritma). Aniqlanuvchi ionning ishchi eritmadagi konsentratsiyasi reaksiya sezgirligiga bog'liq.

3.1.1. Xloridlarni aniqlash

Xloridlarni aniqlash tekshiriluvchi modda eritmasining nitrat kislotalari ishtirokida kumush nitratning 2% li eritmasi bilan ammiak eritmasida eriydigan oq rangli loyqa hosil qilishiga asoslangan.

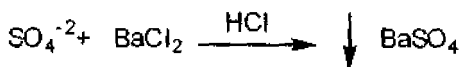


Aniqlash tartibi:

Dori moddasining farmakopeya maqolasida ko'rsatilgan tarzda eritmasi tayyorlanib, bir probirkaga undan 10 ml, ikkinchi probirkaga esa 10 ml xlor ioniga ishchi etalon eritma olinib, ularga 0,5 ml nitrat kislotalari eritmasi va 0,5 ml kumush nitrat eritmasidan solinadi, 5 minutdan so'ng eritmalaridagi o'zgarish solishtiriladi.

3.1.2. Sulfatlarni aniqlash

Sulfatlarni aniqlash tekshiriluvchi eritmaning BaCl_2 yoki $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ eritmasi ta'sirida, xlorid kislotasi ishtirokida oq rangli cho'kma hosil qilishiga asoslangan:

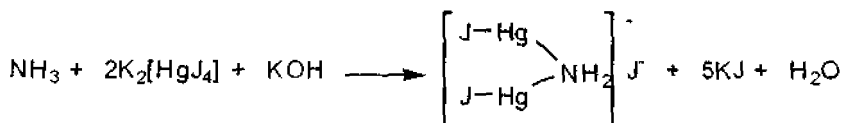
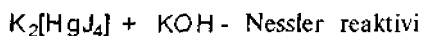


Aniqlash tartibi:

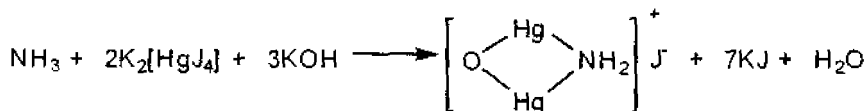
Farmakopeya maqolasida ko'rsatilgan yo'l bilan tayyorlangan eritmaning 10 ml iga 0,5 ml suyultirilgan xlorid kislotasi, 1 ml bariy xlorid eritmasi qo'shib, yuqorida ko'rsatilgan reaktivlar qo'shilgan 10 ml etalon eritma bilan solishtiriladi.

3.1.3. Ammoniy ionini aniqlash

I-usul: Bu usul yordamida ammoniy ionini aniqlash Nessler reaktivi (kaliy tetrayodmerkuratning ishqoriy eritmasi) bilan sariq rangli birikma hosil bo'lishiga asoslangan:



è



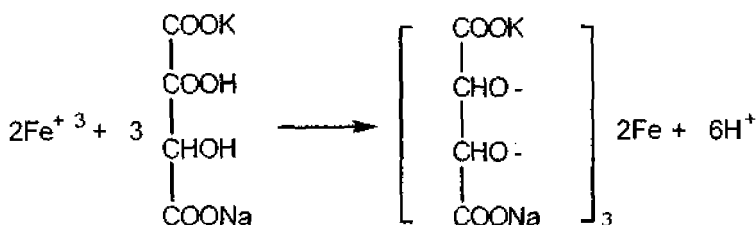
Aniqlash tartibi:

Farmakopeya maqolasi talabi bo'yicha tayyorlangan eritmaning 10 ml iga 0,15 ml Nessler reaktivi qo'shiladi va 5 minutdan so'ng ko'rsatilgan miqdorda reaktiv qo'shilgan 10 ml etalon eritma bilan solishtiriladi.

Tarkibida ishqoriy yer metallar va og'ir metallar saqlovchi dori moddalarida ammoniy ionini quyidagicha aniqlanadi: tekshiriluvchi dori

moddasi oz miqdordagi suvda eritilib, sovitib turilgan holda 2 ml natriy gidroksid va 2 ml natriy karbonat eritmalaridan qo'shib, talab etilgan konsentratsiyagacha suyultirilib filtrlanadi. So'ng 10 ml filtrat tarkibidagi ammoniy ioni ko'rsatilganiga ko'ra aniqlanadi.

2-usul: Tarkibida 0,03% dan ko'p aralashma holdagi temir saqlagan dori moddalar tarkibidagi ammoniy ioni quyidagicha aniqlanadi:

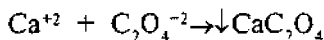


Aniqlash tartibi:

10 ml tekshiriluvchi modda eritmasiga 2 tomchi natriy gidroksid va 3 ml 20% li natriy-kaliy tartrat eritmasi qo'shib aralastirilgach, 0,15 ml Nessler reaktivi qo'shib, yuqorida ko'rsatilgani bo'yicha aniqlanadi.

3.1.4. Kalsiy ionini aniqlash

Kalsiy ioni saqlagan eritmaga ammoniy oksalat eritmasidan qo'shildanda organik kislotalarda erimay, nitrat va xlorid kislotalarda eriydigan oq cho'kma hosil bo'ladi. Reaksiya ammiakli bufer ishtirokida olib boriladi.

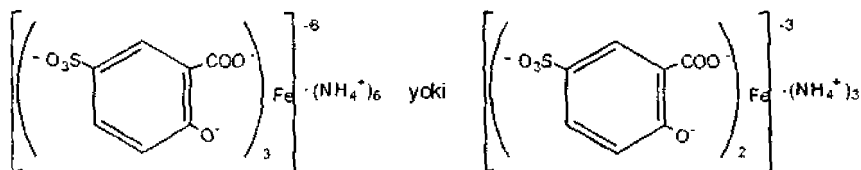


Aniqlash tartibi:

Me'yoriy texnik hujjatda ko'rsatilgani bo'yicha tayyorlangan dori moddaning 10 ml eritmasiga 1 ml ammoniy xlorid, 1 ml ammiak va 1 ml ammoniy oksalat eritmalaridan solinib, 10 minutdan so'ng 10 ml kalsiy ioniga B etalon va yuqorida ko'rsatilgan reaktivlar qo'shilgan eritma bilan solishtiriladi.

3.1.5. Temir ionlarini aniqlash

Ikki va uch valentli temir ionlarini aniqlash sulfasalitsil kislota eritmasi bilan ammiakli sharoitda qizil-qo'ng'ir yoki sariq rangdagi ferrisulfosalitsilat kompleks ionlarining hosil bo'lishiga asoslangan.



Aniqlash tartibi:

Me'yoriy texnik hujjatda ko'rsatilgani bo'yicha tayyorlangan dori moddaning 10 ml eritmasiga 2 ml sulfasalitsil kislota va 1 ml ammiak eritmalaridan solib, 5 minut o'tgach ko'rsatilgan miqdorda reaktivlar qo'shilgan 10 ml temir ioniga B etalon bilan solishtiriladi. Tekshiriluvchi eritmada hosil bo'lgan rang etalon eritmada hosil bo'lgan rangdan ortiq bo'lmasligi lozim.

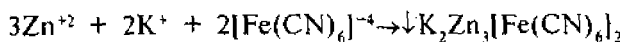
Magniy saqlagan dori moddalar tarkibida yot aralashma holiday temir ionlarini aniqlash olingan eritmaga ammiak eritmasi qo'shishdan avval 0,5 ml ammoniy xlorid eritmasidan qo'shish orqali olib boritadi.

Ammoniy ioni saqlagan dori moddalardagi temir yot aralashmasini aniqlash uchun 10 ml eritmaga 5 ml sulfosalitsil kislota va 2 ml natriy gidroksid eritmasi solib, chayqatiladi va shu miqdordagi reaktivlar qo'shilgan 10 ml B etalon eritma bilan solishtiriladi. Organik birikmalar tarkibidagi temirni aniqlash uchun dori moddaning tortib olingan miqdori kuydirilib, kul qoldig'iga 2 ml konsentrlangan xlorid kislota qo'shib suv hammomida qizdirilgach, 2 ml suv qo'shib, filtrlanadi. Tigel va filtr qog'oz 3 ml suv bilan yuvilib, filtratga qo'shib, konsentrlangan ammiak eritmasi bilan neytrallanib, so'ng aniqlanadi.

3.1.6. Rux ionlarini aniqlash

Rux ionlari saqlagan eritma uning konsentratsiyasiga qarab kaliy ferrotsianid eritmasi bilan mineral kislotalarda erimaydigan oq cho'kma yoki loyqa hosil qiladi. Bu reaksiya yot aralashma holiday rux ionlarini aniqlash uchun ham asos qilib olingan.

Agar reaksiya natijasida ko'k rang hosil bo'lsa, eritmadagi temir ioni ajratilgandan so'ng rux ionlari aniqlanadi. Buning uchun qizdirib qaynatilgan tekshiriluvchi eritmaga, hidi seziladigan miqdorda ammiak eritmasi qo'shib, filtrlangach, aniqlash bajariladi. Bunda Fe^{+3} ionlari $\text{Fe}(\text{OH})_3$ holdida cho'kmaga tushib, Zn^{+2} esa $[\text{Zn}(\text{OH})_4]_2^-$ ioni holda eritmada qoladi.

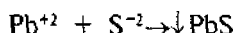


Aniqlash tartibi:

10 ml dori modda eritmasiga 2 ml suyultirilgan xlorid kislotasi va 5 tomchi kaliy ferrotsianid eritmasidan solib, 10 minutdan so'ng 10 ml etalon eritmaga yuqorida ko'rsatilgan miqdorda reaktivlar qo'shilgan eritma bilan solishtiriladi.

3.1.7. Og'ir metallarni aniqlash

Og'ir metal ionlari natriy sulfid eritmasi yoki vodorod sulfid bilan qora cho'kma yoki qo'ng'ir rangli eritma hosil qiladi. Etalon eritma sifatida 1 ml da 0,5 mg qo'rg'oshin ionini saqlagan eritma olinadi.



Eritmaning qatlam qalinligi 6–8 sm bo'lganda yuqori sezgirlikka erishilib, kuzatish oq fonda, nurning qaytish holatida (probirkaning o'qi bo'ylab) bajariladi.

Dori modda tarkibidagi temir ionlari miqdori 0,05% dan ortiq bo'lsa, og'ir metallarni aniqlash uchun dastlab temir ionlari tegishli xususiy maqolada ko'rsatilgan tarzda ajratib olinadi.

Aniqlash tartibi:

Ikkita bir xil hajmli va bir xil shishadan tayyorlangan probirka olinib, biriga 10 ml tekshiruvchi eritma, ikkinchisiga esa 1 ml og'ir metallarga B etalon olinib, 9 ml suv qo'shib suyultiriladi. Ikkala probirkaga 1 ml suyultirilgan sirka kislotasi, 2 tomchi natriy sulfid eritmasi solib, 1 minutdan keyin bu probirkalarda hosil bo'lgan ranglar solishtiriladi.

3.1.8. Organik dori moddalarning kul qoldig'idagi og'ir metallarni aniqlash

Sulfat kislotasi qo'shib kuydirilgan 1 g organik moddaning kul qoldig'iga 2 ml ammoniy atsetatning to'yingan va neytrallangan eritmasi va 3 ml suv qo'shib chayqatiladi. So'ngra 1% li sirka kislotasi bilan yuvilgan kulsiz filtrdan o'tkazilib filtrlanadi. Tigel va filtr 5 ml suv bilan yuvilib, filtratga qo'shilgach, eritmadagi og'ir metallar tekshiriladi.

Solishtiriluvchi eritmani tayyorlash uchun tigelga dori moddasini kuydirish uchun olingan miqdorda sulfat kislotasi solib 2 ml ammoniy atsetatning to'yingan va neytrallangan eritmasi qo'shib, qizdiriladi. Eritma sovutilib filtrlanadi. Tigel va filtr 3 ml suv bilan yuvilib, 2 ml og'ir metallarga B etalon qo'shiladi.

Ammoniy atsetatning to'yingan va neytrallangan eritmasini tayyorlash uchun ammoniy atsetatning to'yingan eritmasiga fenolftalein bo'yicha qizil rang hosil bo'lguniga qadar 30% li natriy gidroksid eritmasi qo'shilib, natriy gidroksidning ortiqchasi och qizil rang hosil bo'lguniga qadar ammoniy atsetatning to'yingan eritmasidan qo'shish orqali neytrallanadi.

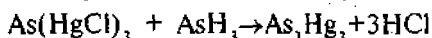
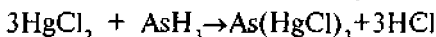
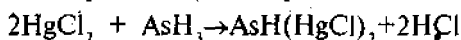
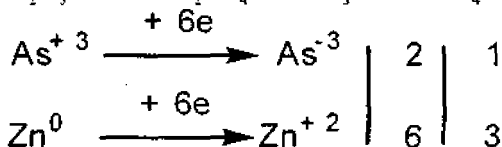
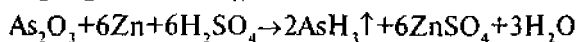
Kul qoldig'i tarkibidagi og'ir metallarni aniqlash uchun temir ioni halaqit bermaydi.

3.1.9. Arsenni aniqlash

Davlat Farmakopeyasida arsenni aniqlash uchun ikkita usul tavsiya etilgan bo'lib, agar farmakopeya maqolasida qaysi usuldan foydalanish ko'rsatilmagan bo'lsa, birinchi usuldan foydalaniladi:

I-usul. Arsen ionlari xlorid kislota yoki sulfat kislotaga qo'shilgan rux bilan qaytarilib AsH_3 – arsin hosil qiladi. Arsin uchuvchan birikma bo'lib, probirka og'ziga tutilgach, simob (II) xlorid bilan ho'llangan qog'ozni sariq yoki pushti rangga bo'yab, qog'oz kaliy yodid eritmasi bilan ho'llansa, bu rang qo'ng'ir rangga o'tadi.

Reaksiya sezgirligi 0,0005 mg/ml.



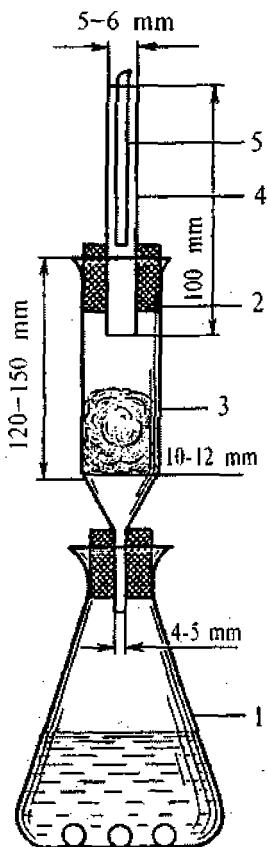
Dori modda tarkibidagi arsenni aniqlash uchun dastlab quyidagi ishlar bajariladi.

Dori modda anorganik tuzilishga ega bo'lsa:

a) nitrat kislota, nitrit va nitratlar saqlamaydigan va aniqlash jara-yonida galogenlar, vodorod sulfid, sulfit anhidridi va fosfinlar ajralib chiqmaydigan moddalar uchun, aniqlanuvchi moddaning tortib olingan miqdori arsenni aniqlash uskunasiidagi kolbaga solinib 20 ml suyul-tirilgan xlorid kislota qo'shiladi.

b) Nitrat kislota, nitratlar, nitritlar saqlagan va tekshirish jarayonida halogenlar, vodorod sulfid, sulfit anhidridi hamda fosfinlar ajraladigan moddalar uchun ularning tortib olingan miqdorini uskunadagi kolbaga solingach, 10 ml konsentrlangan sulfat kislota qo'shib 40 minut qaynatiladi, qaynoq eritmaga kolbaning devorlari bo'ylab 4 ml pergidrol qo'shiladi. So'ng 10–15 minut qaynatilib sovitilgach, 20 ml suv solib, aniqlash davom ettiriladi.

Dori modda organik tuzilishga ega bo'lsa, uning tortib olingan miqdori uskunaning kolbasiga solinib, 10 ml konsentrlangan sulfat kislota qo'shib modda ko'mirlanguniga qadar qaynatilib (40 minutgacha), issiq eritmaga kolbaning devorlari bo'ylab eritma rangsizlangunicha 4 ml pergidrol solinib, 10–15 minut qizdirilgach, sovitilib 20 ml suv qo'shiladi va aniqlash davom ettiriladi.



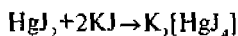
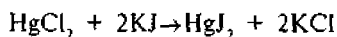
8-rasm. Arsenni aniqlash uskunasi.

1—kolba; 2—shisha trubka; 3—qo'rg'oshin atsetati bilan ho'llangan pahta tomoni; 4—shisha trubka; 5—simob (II) xloridi bilan ho'llangan qog'oz tasmasi.

Aniqlash tartibi:

1-usul. Tegishli tarzda tayyorlab olingan aniqlanuvchi modda eritmasi solingan uskuna kolbasiga 10–12 tomchi qalay dixlorid eritmasi, 2 g rux donasi solinib, tezlik bilan kolba tiqin bilan (uskunaning ustki qismi tutashtirilgan) berkitilib, chayqatiladi va 1 soatga qoldiriladi. Reaksiya aralashmasining harorati 40°C dan ortmasligi lozim.

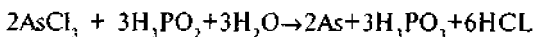
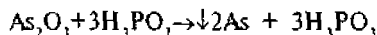
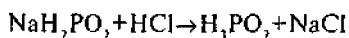
Bir vaqtning o'zida boshqa bir uskunada nazorat tajribasi o'tkaziladi. Buning uchun uskuna kolbasiga 0,5 ml arsenga etalon eritmadan solib, yuqorida ko'rsatilgan reaktivlar qo'shiladi. Bir soatdan so'ng simob dixlorid bilan ho'llangan qog'oz bo'lagi kaliy yodid eritmasiga tushirilib, 10 minutdan keyin qog'oz eritmadan dekontatsiya yo'li bilan ajratilib quritiladi. Uskunadagi qog'oz bo'lagi rangining intensivligi nazorat tajribasi o'tkazilgan qog'oz bo'lagi rangining intensivligidan ko'p bo'lmasligi kerak.



2-usul. Bu usul arsen bilan bir qatorda selen va tellurni hamda surma, vismut, simob, kumush birikmalarida, sulfid va sulfitlar saqlagan moddalarda arsenini aniqlash uchun qo'llaniladi.

Arsen birikmalariga gipofosfit kislota bilan xlorid kislota qo'shib qizdirilganda arsengacha qaytarilib, uning eritmadagi konsentratsiyasiga qarab qo'ng'ir rangli cho'kma hosil bo'ladi yoki eritma qo'ng'ir rangga bo'yaladi.

Reaksiyaning sezgirligi 0,001 mg/ml.



Aniqlash tartibi:

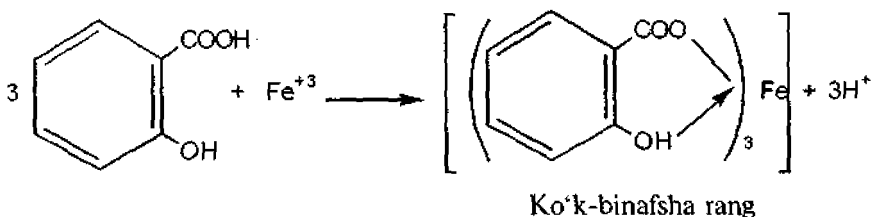
Dori moddaning tortib olingan miqdori me'yoriy texnik hujjatda ko'rsatilganidek dastlabki ishlov berilib, probirkaga solinadi va unga 5 ml gipofosfit natriy qo'shilib 15 minut qizdiriladi. Bunday tekshiriluvchi eritmada sezilarli qo'ng'ir rang yoki qo'ng'ir rangli cho'kma hosil bo'lmasligi lozim.

Agar eritma qo'ng'ir rangga bo'yalsa yoki qo'ng'ir rangli cho'kma hosil bo'lsa, sovutilib 3 ml suv va 5 ml efir qo'shib yaxshilab chayqatiladi. Arsen bo'lgan holda suyuqliklarning chegarasida qo'ng'ir halqa hosil bo'ladi.

3.2. BA'ZI BIR DORI MODDALAR TARKIBIDAGI XUSUSIY YOT ARALASHMALARNI ANIQLASH

3.2.1. Atsetilsalitsil kislotalari tarkibidagi erkin salitsil kislotalarini aniqlash

0,3 g dori modda 5 ml spirta eritilib, 25 ml suv qo'shiladi (tekshiriluvchi eritma). Ikkita 50 ml hajmli silindr olib, biriga 15 ml tekshiriluvchi eritma, ikkinchisiga 5 ml tekshiriluvchi eritma, salitsil kislotalarning 0,01% li suvli eritmasidan 0,5 ml, 2 ml spirt solinib, 15 ml gacha suv bilan suyultiriladi (etalon eritma). Ikkala silindr ham 0,2% li temir ammiakli achchiqtosh eritmasidan 1 ml dan solib chayqatilganda, tekshiriluvchi eritmaning rangi etalon eritma rangidan to'q bo'lmashligi kerak (dori modda tarkibida 0,05% dan kam)



Tekshiriluvchi eritmadagi atsetilsalitsil kislota miqdori quyidagicha hisoblanadi:

$$0,3 \text{ g} - 30$$

$$0,15 \text{ g} - 15$$

Etalon eritmadagi salitsil kislotalari quyidagicha hisoblanadi:

$$0,3 - 30 \text{ ml} \quad 100 - 0,05$$

$$0,05 - 5 \text{ ml} \quad 0,05 - x$$

$$x = \frac{0,05 \cdot 0,05}{100} = 0,000025 \text{ g}$$

$$100 \text{ ml} - 0,01 \text{ g}$$

$$0,5 \text{ ml} - 0,00005 \text{ g}$$

Etalon eritmadagi salitsil kislotalari miqdori $0,00005 + 0,000025 = 0,000075 \text{ g}$ bo'ladi. Atsetilsalitsil kislotalari tarkibidagi salitsil kislotalari quyidagicha hisoblanadi:

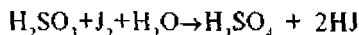
$$0,15 \text{ g} - 0,000075$$

$$100 \text{ g} - x$$

$$x = \frac{0,000075 \cdot 100}{0,15} = 0,05\%$$

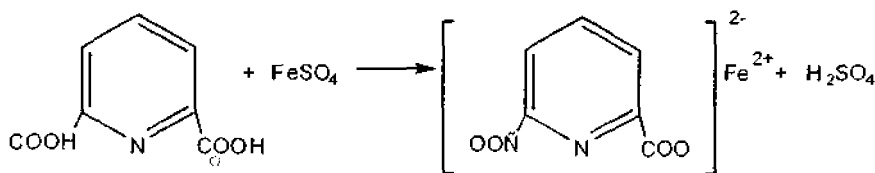
3.2.2. Xlorid kislotasi eritmasi tarkibidagi sulfid kislotasini aniqlash

50 ml suvga 0,1 ml 0,01 mol/l yod va 1 ml kraxmal solib, hosil bo'lgan rangli eritmaga 4 ml suv bilan suyultirilgan 5 ml xlorid kislota eritmasi qo'shilsa, 0,5 minut davomida eritma rangsizlanmasligi kerak.



3.2.3. Nikotin kislota tarkibidagi 2,6-piridin-dikarbon kislotani aniqlash

0,1 g nikotin kislota 10 ml suvda eritilib, 0,5 ml yangi tayyorlangan 5% li temir (II) sulfat eritmasi qo'shilsa, hosil bo'lgan eritmaning rangi №5a ranglilik etalonidan to'q bo'lmasligi kerak:



3.2.4. Etaminal-natriy tarkibidagi erkin holdagi ishqorni aniqlash

40 ml 95% li spirtga 10 tomchi timolftalein qo'shib, 0,05 mol/l natriy gidroksid eritmasi bilan neytrallanadi (turg'un ko'k rang hosil bo'lguniga qadar). Eritma teng ikki qismga bo'linib, og'zi mahkam berkitiladigan probirkalarga solib, ulardan birinchisiga 0,5 g etaminal natriy qo'shilgach, yaxshilab chayqatilib, 0,05 mol/l xlorid kislota eritmasi bilan titrlanadi. Titrlash birinchi probirkadagi suyuqlik rangi ikkinchi probirkadagi suyuqlikning rangiga (nazorat tajribasi) mos kelguniga qadar davom ettiriladi.

1 ml 0,05 mol/l xlorid kislota eritmasi 0,002 g natriy gidroksidga mos kelib, uning dori moddada miqdori 0,5% dan ko'p bo'lmasligi kerak:

$$x = \frac{V \cdot T \cdot 100}{a}$$

$$V_{\text{nazariy}} = 1,25 \text{ ml}$$

3.2.5. Dietil efiri tarkibidagi peroksid birikmalar va aldegidlarni aniqlash

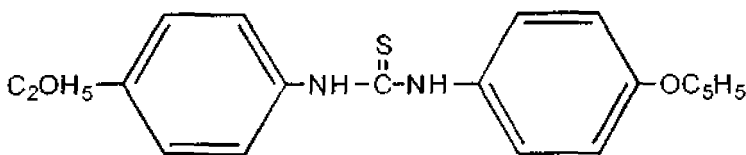
1. *Peroksidlar.* Sig'imi 25 ml bo'lgan, og'zi mahkam berkiladigan silindrga 20 ml dietil efiri va 2 ml kaliy yodidning rangsiz eritmasi solib chayqatiladi va 1 soatga qorong'i joyda qoldiriladi. Bunda efir qatlami ham, suv qatlami ham sariq rangga bo'yalmasligi kerak. Suv qatlamining rangi kaliy yodid eritmasining rangi bilan solishtiriladi.



2. *Aldegidlar.* Sig'imi 25 ml, og'zi mahkam berkitiladigan va dastlab Nessler reaktivi bilan yuvilgan probirkaga 20 ml 20°C haroratga ega bo'lgan dietil efiri va 2 ml Nessler reaktivi solib, 10 sekund davomida chayqatilib, 1 minutga qoldiriladi. Eritmaning loyqalanishi yoki rangining o'zgarishi kuzatilmaligi kerak (bilinar—bilinmas loyqalanish bo'lishiga ruxsat etiladi).

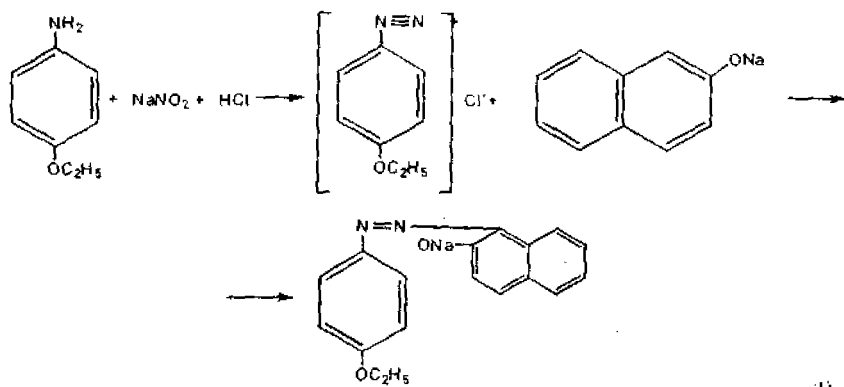
Eritmaning rangi o'zgaragan yoki loyqalanish kuzatilgan taqdirda, 50 ml dietil efiri 35°C haroratda haydalib, haydalgan suyuqlikda aniqlash qaytariladi.

3.2.6. Etoksid tarkibidagi p-fenitidin xloridratni aniqlash

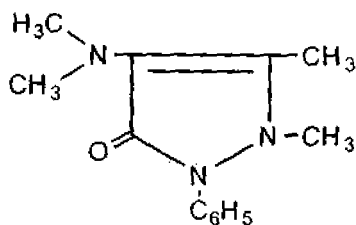


Etoksid, N,N'-[di(n-etoksifenil)]-(tiomochevina)

1 g etoksid 25 ml suv bilan chayqatilib, filtrlangach, 10 ml filtrat 2 ml suyultirilgan xlorid kislotasi bilan nordonlashtirilib, 3 tomchi 0,1 mol/l natriy nitrit eritmasi solib chayqatiladi. So'ng 1,5 ml natriy gidroksid va 2 ml b-naftolning yangi tayyorlangan eritmalari qo'shilganda qizil-pushti rang hosil bo'lmasligi kerak.

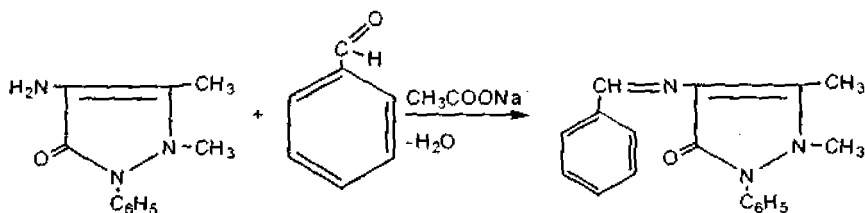


3.2.7. Amidopirin tarkibidagi 4-aminoantipirinni aniqlash



Amidopirin (1-fenil-2,3-dimetilaminopirazolon-5)

1 g amidopirin 1 minut davomida 5 ml iliq suv bilan chayqatil-gach, sovutilib filtrlanadi. Filtr 2 ml suv bilan yuvilib, filtratga qo'shiladi. Filtratga bir kecha-kunduz davomida to'yintirilgan benzaldegid eritma-sidan 10 ml solib, chayqatiladi va 5 minutga qoldiriladi. Eritmaga 1,5 g natriy atsetat qo'shib chayqatib, 5 minutdan so'ng loyqalik etaloni №4 bilan solishtiriladi. Tekshiriluvchi eritma loyqaligi etalon eritmasidan ko'p bo'lmasligi kerak.



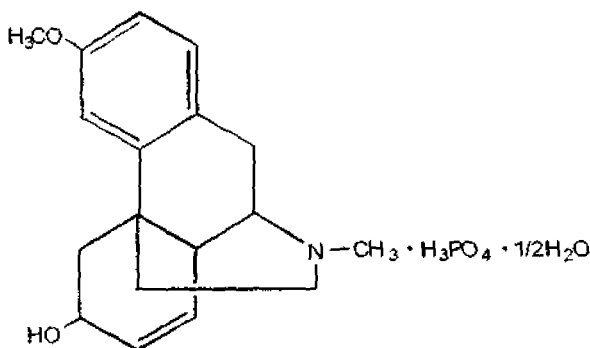
3.2.8. Kalsiy glukonat tarkibidagi dekstrin, saxarozani aniqlash



0,5 g kalsiy glukonat 2 ml suyultirilgan xlorid kislota va 10 ml suv aralashmasida eritilib, 2 minut davomida qaynatiladi. Sovitilgan eritmaga asta-sekin 8 ml natriy karbonat eritmasi solib, 5 minutdan so'ng filtrlandi.

5 ml filtratga 2 ml Feling reaktivi solib 1 minut davomida qaynatilsa, qizil rangli cho'kma hosil bo'lishi kuzatilmashligi kerak.

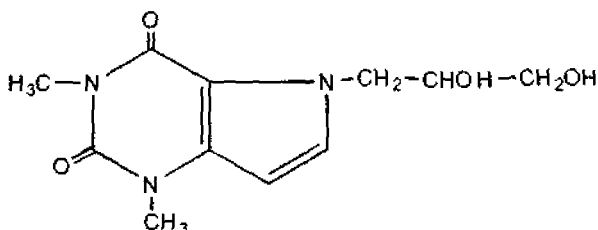
3.2.9. Kodein fosfat tarkibidagi morfinni aniqlash



0,1 g kodein fosfat 5 ml 1% li xlorid kislota eritmasida eritilib, 2 ml 1% natriy nitrit eritmasi va 15 minutdan so'ng 2 ml ammiak eritmasi qo'shiladi.

Hosil bo'lgan rang yuqorida ko'rsatilgan reaktivlar solingan 0,0023% li morfinning 1% li xlorid kislotasidagi 5 ml eritmasi rangidan to'q bo'lmashligi kerak.

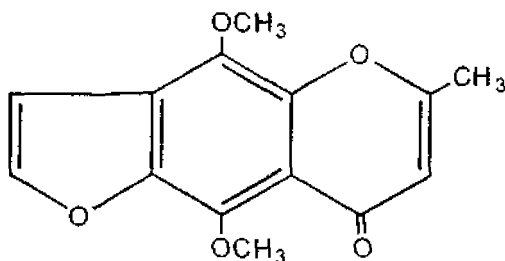
3.2.10. Diprofillin tarkibidagi teofillinni aniqlash



Diprofillin, 7-(2-3-dioksi propil)-teofillin

0,1 g diprofillin chinni idishga solinib, 2 tomchi kobalt nitratning 3% li spirtli eritmasi tomizilgach, hosil bo'lgan dog'ga 2 tomchi 2,5% li ammiakning suvli-spirtli eritmasi qo'shilganda yashil dog' atrofida binafsha rang halqa hosil bo'lmastligi kerak.

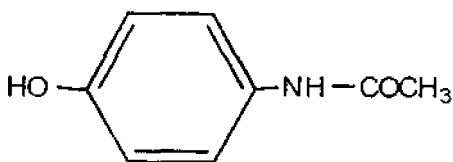
3.2.11. Kellin tarkibidagi boshqa furanoxromonlarni aniqlash



Kellin, 2-metil-5,8-dimetoksifuro[4',5',6']xromon

0,1 ml 0,1% li kellinning xloroformdagi eritmasi petroleiy efir-formamid erituvchilar aralashmasida pastga yo'nalgan xromatografiya usuli bilan xromatografiyalanadi. $R_f=0,17$ bo'lgan, ultrabinafsha nurda sariq-yashil rangda tovlanuvchi bitta dog' kuzatilishi kerak.

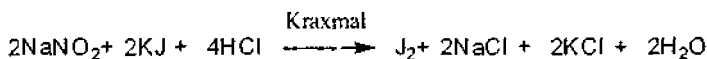
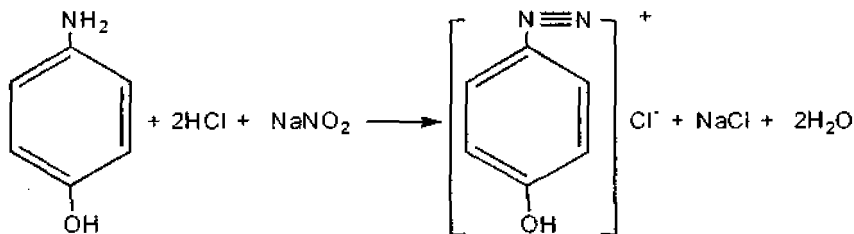
3.2.12. Paratsetamol tarkibidagi p-aminofenolni aniqlash



Paratsetamol, p-atsetaminofenol

2 g paratsetamol 2 minut davomida 20 ml 0,5 mol/l xlorid kislota eritmasi bilan sovitib turilgan holda chayqatilib, tezlik bilan filtrlanadi. Filtratga 0.1 g kaliy bromid qo'shib, muz bilan sovitib turilgan holda 0,05 mol/l natriy nitrit eritmasi bilan yodkraxmal qog'ozida ko'k dog' hosil bo'lguniga qadar titrlanadi. Bir vaqtning o'zida nazorat tajribasi ham

o'tkaziladi. Titrlash uchun 0,5 mol/l natriy nitrit eritmasidan 0,05 ml dan ko'p sarflanmasligi kerak.



3.2.13. Formaldegid eritmasi tarkibidagi chumoli kislotasini aniqlash

10 ml formaldegid 0,1 mol/l natriy gidroksid eritmasi bilan qizil rang hosil bo'lguniga qadar titrlanadi (indikator – fenoltalein).

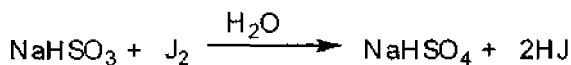
1 ml 0,1 mol/l natriy gidroksid eritmasi 0,0046g chumoli kislotasiga mos kelib, uning dori moddadagi miqdori 0,2% dan ortmasligi kerak.

3.2.14. Vikasol tarkibidagi 2-metil-1,4-naftogidroxinon-3-sulfonat va bisulfit natriyni aniqlash

1. 0,1 g vikasol 5 ml suvda eritilib, 2 tomchi 0-fenantrolin tomi-zilganda eritma loyqalanmasligi kerak.

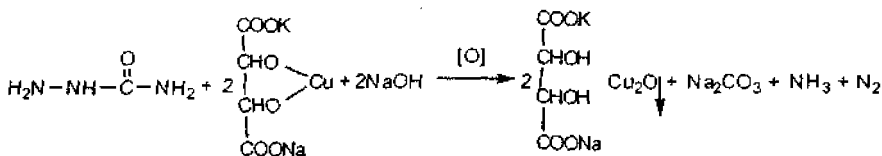
2. 1 g vikasol 30 ml suvda eritilib, unga 20 ml 0,1 mol/l sulfat kislota va 30 ml 0,1 mol/l yod eritmasi qo'shib, chayqatilgach, yodning ortiqchasi 0,1 mol/l natriy tiosulfat eritmasi bilan titrlanadi (indikator – kraxmal).

1 ml 0,1 mol/l yod eritmasi 0,005203 g natriy bisulfidga mos kelib, uning dori moddadagi miqdori 2% dan ortiq bo'lmasligi kerak.



3.2.15. Furatsilin tarkibidagi semikarbazidni aniqlash

2 g furatsilin 40 ml suv bilan chayqatilib filtrlanadi va 10 ml filtratga 2 ml Feling reaktivi qo'shib qizdirilsa, eritmaning rangi sariqdan to'q yashilga o'tib, 1 soat davomida qizil rangli cho'kma hosil bo'lmastligi kerak.



IV bo'lim

DORI VOSITALARI MIQDORINI ANIQLASHNING KIMYOVIIY USULLARI

TITRIMETRIK USULLAR

Dori moddalarning miqdorini aniqlashda ko'p qo'llaniladigan usullardan biri titrimetrik usullardir. Bu usullar boshqa usullardan oddiyligi va ko'p vaqt talab etmasligi bilan tubdan farq qiladi.

Titrimetrik usullar quyidagi turlarga bo'linadi:

1. Moddalarni cho'ktirish yoki kam dissotsiyalanadigan birikmaga o'tkazishga asoslangan usullar
2. Kislotali-asosli titrlash usuli (neytrallash usuli)
3. Moddalarning oksidlanishi yoki qaytarilishiga asoslangan usullar (redoksimetrik usullar)
4. Nitrometrik – diazoniy tuzi hosil bo'lishiga asoslangan usul

4.1. GRAVIMETRIK (TORTMA) USUL

Bu usulning mohiyati shundan iboratki, tekshiriluvchi modda uning eritmasidan tegishli reaktiv yordamida cho'kmaga tushiriladi, cho'kmani ajratib olib, yuviladi va doimiy og'irlikka kelgunicha quritib, so'ngra tortib, aniqlangan massa asosida moddaning miqdori topiladi.

Moddaning foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{\text{quritilgan moddaning massasi}}{\text{moddaning tortib olingan miqdori}} \cdot 100$$

Quritilgan massa arifmetik omilga ko'paytirilib, dori moddaning foiz miqdori aniqlanadi:

$$F = \frac{a}{b}$$

a—aniqlanuvchi moddaning molekula massasi;

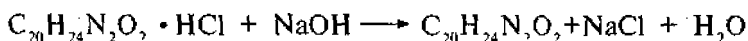
b—cho'ktirib quritilgan moddaning molekula massasi.

Tortma usul bo'yicha xinning tuzlari, bigumal, tiopental natriy, benzilpenitsillin, progesteron, tiamin bromid kabi dori moddalarning miqdori aniqlanadi.

Aniqlash tartibi:

Xinin gidroksidning miqdorini aniqlash uchun 0,5 g (aniq tortma) modda 100 ml hajmli ajratish voronkasiga solib, unga 20 ml suv va 5 ml natriy gidroksid eritmasidan qo'shiladi. So'ngra 20 ml xloroform qo'shib, asos holdagi xininni ekstraksiya qilinadi, ikkinchi, uchinchi marta ekstraksiya qilishda 10 ml dan xloroform olinadi. Xloroformli qismlar birlashtirilib, ikkinchi ajratish voronkasiga o'tkazilib, 2 marta 10 ml suv bilan yuviladi. Xloroformli qismga 1,5–2,0 g suvsiz natriy sulfat solinib, xloroform bilan yuvilgan filtr qog'oz orqali filtrlanadi.

Xloroform haydalib, qoldiq absolut spirtda eritilib, erituvchi suv hammomida uchiriladi. Quruq qoldiq 100–105°C da doimiy og'irlikka kelguniga qadar quritilib tortiladi. Tortma massasi gravimetrik omil – 1,112 ga ko'paytiriladi va moddaning foiz miqdori hisoblanadi. Xinin gidroksidning foiz miqdori 99,0% dan kam bo'lmasligi lozim.



$$F \text{ xinin} \cdot \text{HCl} = \frac{\text{M.M. } (\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_2 \cdot \text{HCl})}{\text{M.M. } \text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_2} = \frac{396,92}{350,94} = 1,112$$

Titrlangan eritmalar

Titrlangan eritma deb, hajmiy tahlilda titrlash uchun qo'llaniladigan, aniq konsentratsiyaga ega bo'lgan eritmalariga aytiladi. Titrlangan eritmalarining (titrantni) konsentratsiyasi mol/l da ifodalanib, aniq moddalarga nisbatan titr bilan belgilanadi. Molyarli eritma konsentratsiyasi bir litr eritmadagi erigan moddaning mol miqdori bilan ifodalanadi (mol/l).

1 ml eritmada erigan moddaning grammlardagi massasi g/ml bilan ifodalanib, eritmaning titri deyiladi.

1 ml titrantga ekvivalent bo'lgan aniqlanuvchi moddaning grammlar bilan ifodalangan massasi aniqlanuvchi moddaning titrant bo'yicha titri deyiladi.

Aniqlanuvchi moddaning titri, titrantning molyarligi, titrlash jarayonida boradigan kimyoviy jarayonning stexiometrik koeffitsiyentlari va aniqlanayotgan modda asosida hisoblanadi.

$$T = \frac{E \cdot N}{1000}$$

Davlat Farmakopeyasining XI nashri talabiga ko'ra, titrlovchi eritmalar shartli ravishda molyar eritmalar deb atalgani uchun yuqoridagi formulani quyidagi ko'rinishda yozish mumkin:

$$T = \frac{E \cdot M}{1000}$$

Titrlangan eritmani tayyorlash usullari Davlat Farmakopeyasida keltirilgan bo'lib, ularning titrini aniqlashning 2 xil usuli mavjud.

1. Bu usulda titrlangan eritmaning molyarligi, titrni aniqlovchi moddaning aniq miqdori bo'yicha aniqlanadi:

$$M = \frac{a \cdot 1000}{E \cdot V}$$

a —eritmaning titrini aniqlash uchun olingan moddaning gramm miqdori;

E —modda ekvivalent massasining g/mol miqdori;

V —moddani titrlash uchun sarf bo'lgan titrant hajmi, ml.

2. Titri aniqlanayotgan titrant bilan titri aniq bo'lgan eritmani titrlash orqali aniqlanadi:

$$M_o \cdot V_o = M \cdot V \quad M = \frac{M_o \cdot V_o}{V}$$

M_o —titri aniq bo'lgan eritmaning molyarligi;

V —titri noma'lum bo'lgan eritmaning hajmi;

V_o —titri aniq bo'lgan eritmaning hajmi.

Titrlangan eritmalar uchun ularni shartli molyarligiga bo'lgan tuza-tish koeffitsienti — K hisoblanadi.

$$K = \frac{M}{M_o}$$

formulada M_o —titrlangan eritmaning talab etilgan shartli molyarligi; M —titrlangan eritmaning shartli molyarligi.

Aytaylik, $M_o=0,1$ mol/l, $M=0,102$ mol/l bo'lsin. U holda $K=0,102/0,1=1,02$ bo'ladi.

Davlat Farmakopeyasi talabiga ko'ra, titrlangan eritmalarining tuza-tish koeffitsienti 0,98–1,02 oralig'ida bo'lishi lozim. Agar K talab etilgan qiymatdan farq qilsa, titrlangan eritma quyultiriladi yoki suyultiriladi. Titrlangan eritmani suyultirish lozim bo'lsa, u holda uning 1 litriga

qo'shiladigan suvning hajmi quyidagi formula bilan hisoblanadi:

$$V = (K-1) \cdot 1000$$

formulada K —titrlangan eritmaning aniqlangan tuzatish koeffitsiyenti.

Titrlangan eritmaning 1 litrini quyultirish uchun kerak bo'lgan moddaning gramm miqdori quyidagicha hisoblanadi:

$$v = (1-K) \cdot a$$

a —1 litr titrlangan eritmani tayyorlash uchun tortib olingan moddaning grammlardagi miqdori;

v —1 litr eritmani quyultirib, tuzatish koeffitsiyentini 1 ga yetkazish uchun qo'shilishi lozim bo'lgan moddaning miqdori.

Titrimetrik usulda aniqlanuvchi moddaning foiz yoki gramm miqdori quyidagi formulalar yordamida hisoblanadi:

a) to'g'ridan to'g'ri titrlanganda

$$X_{\circ} = \frac{V \cdot K \cdot T \cdot 100}{a} \quad \text{yoki} \quad X_{gr} = \frac{V \cdot K \cdot T \cdot P}{a}$$

b) qayta titrlanganda

$$X_{\circ} = \frac{(V_1 \cdot K_1 - V_2 \cdot K_2) \cdot T \cdot 100}{a} \quad \text{yoki}$$

$$X_{gr} = \frac{(V_1 \cdot K_1 - V_2 \cdot K_2) \cdot T \cdot P}{a}$$

d) nazorat tajribasi o'tkazilganda

$$X_{\circ} = \frac{(V - V_n) \cdot T \cdot K \cdot 100}{a} \quad \text{yoki}$$

$$X_{gr} = \frac{(V_n - V) \cdot T \cdot K \cdot P}{a}$$

Bunda: V —titrlash uchun sarf bo'lgan titrant hajmi;

K —titrantning tuzatish koeffitsiyenti;

T —aniqlanuvchi moddaning g/ml lardagi titri;

V_1 —birinchi titrant hajmi;

V_2 —ikkinchi titrant hajmi;

K_1, K_2 —tuzatish koeffitsientlari;

V_n —nazorat tajribasi uchun sarf bo'lgan titrant hajmi;

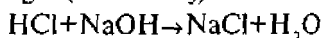
P —dori turining massasi.

4.2. SUVLI SHAROITDA KISLOTALI-ASOSLI TITRLASH USULI

4.2.1. Kislotalarni titrlash (Alkalimetrik usul)

Xlorid kislotaning miqdorini aniqlash

Xlorid kislota kuchli kislotalar guruhiga kirganligi uchun uning miqdorini aniqlash oddiy bo'lib, kislotani ishqor bilan titrlashga asoslangan, indikator sifatida metil zarg'aldog'i (metiloranj) olinadi.



Aniqlash taribi:

100 ml hajmli kolbaga 10 ml suv solib tortiladi, so'ngra 3 ml xlorid kislota qo'shib kolbaning og'zi berkitilgach, qayta tortiladi. Metil zarg'aldog'i indikatoridan qo'shib, eritma pushti rangdan qizil-sarg'ish rangga o'tguniga qadar 1 mol/l natriy gidroksid eritmasi bilan titrlanadi ($E=M.m.$). 1 ml 1 mol/l natriy gidroksid eritmasi 0,03646 g xlorid kislotaga to'g'ri keladi. Kislotaning foiz miqdori 24,8% dan kam, 25,2% dan ko'p bo'lmasligi kerak. Xlorid kislotaning foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblab topiladi:

$$X = \frac{V \cdot K \cdot T \cdot 100}{a}$$

V —titrlash uchun sarf bo'lgan 1 mol/l natriy gidroksid eritmasining hajmi, ml;

K —tuzatish koeffitsiyenti;

T —xlorid kislotasining titri, 0,03646 g;

a —tahlil uchun olingan xlorid kislotasining og'irligi, g.

Indikatorning rang o'zgartirish pH oralig'i

Indikatorning nomi	Rang o'zgarishi pH oralig'i	Rangning o'zgarishi
Metil binafsharang	0,1–1,5	Sariq-yashil
Krezol qizili (пурпуровый)	1,2–2,8	Qizil-sariq
Timol ko'ki	1,2–2,8	Qizil-sariq
Tropeolin OO	1,4–3,2	Qizil-sariq

Metil binafsharang	1,5–3,2	Yashil-binafsha
Dimetil sarig'i	3,0–4,0	Qizil-sariq
Metil zarg'aldog'i	3,0–4,4	Qizil-sariq
Bromfenol ko'ki	3,0–4,5	Sariq-binafsha-havorang
Kongo qizili	3,0–5,2	Ko'k binafsha-qizil
Bromkrezol ko'ki	3,8–5,4	Sariq-ko'k
Metil qizili	4,2–6,2	Qizil-sariq
Lakmoid	4,0–6,4	Qizil-ko'k
Alizarin qizili S	3,7–5,2	Sariq-binafsha
Bromkrezol qizili (пурпуровый)	5,2–6,8	Och sarg'ish-qizil binafsha
Bromtimol ko'ki (yoki yashili)	6,0–7,6	Sariq-ko'k
Neytral qizili	6,8–8,0	Qizil-sariq
Fenol qizili	6,8–8,4	Sariq-qizil
Krezol qizili	7,2–8,8	Sariq-qizil
α -naftolftalein	7,3–8,7	Sarg'ish-ko'k
Krezol qizili (пурпуровый)	7,6–9,2	Sariq-binafsha
Timol ko'ki	8,0–9,6	Sariq-ko'k
Fenolftalein	8,2–10,0	Rangsiz-qizil
Timolftalein	9,3–10,5	Rangsiz-ko'k
Alizarin sarig'i R	10,1–12,1	Sariq-qizil zarg'aldoq
Malaxit yashili	11,4–13,0	Yashil-rangsiz
Indigokarmin	11,6–14,0	Ko'k-sariq

4.2.2. Kuchsiz kislotalarni titrlash

Nikotin kislotasining miqdorini aniqlash

Kuchsiz kislotalarni kuchli asoslar bilan titrlaganda hosil bo'lgan tuz gidrolizlanib, eritmada ishqoriy muhit hosil qilganligi uchun ishqoriy sharoitda rang o'zgartiruvchi indikatorlardan (fenolftalein) foydalaniladi.



Aniqlash tartibi:

0,3 g atrofidagi (aniq tortma) nikotin kislotani 100 ml hajmli kolbaga solib, 25 ml yangi haydalib, sovutilgan suvda eritiladi. So'ngra fenolftalein ishtirokida 0,1 mol/l natriy gidroksid bilan titrlanadi. E=M.m. 1 ml 0,1 mol/l natriy gidroksid 0,01231 g nikotin kislotasiga to'g'ri keladi. Nikotin kislotasining foiz miqdori 99,5% dan kam bo'lmashligi kerak. Nikotin kislotasining foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblab topiladi:

$$X = \frac{V \cdot K \cdot T \cdot 100}{a}$$

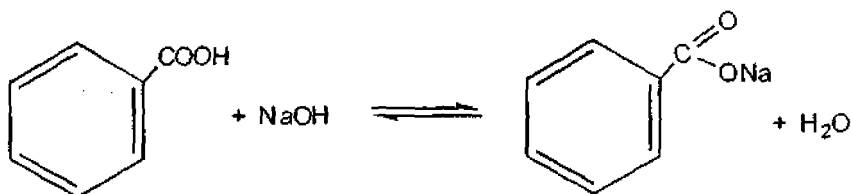
V —titrlash uchun sarf bo'lgan 1 mol/l natriy gidroksid eritmasining hajmi, ml;

K —tuzatish koeffitsienti;

T —nikotin kislotaning titri, 0,01231.

Benzoy kislotaning miqdorini aniqlash

Benzoy kislota suvda erimaydi, spirtida oson eriydi. Spirtli sharoitda benzoy kislota tuzlari kam gidrolizlanadi.

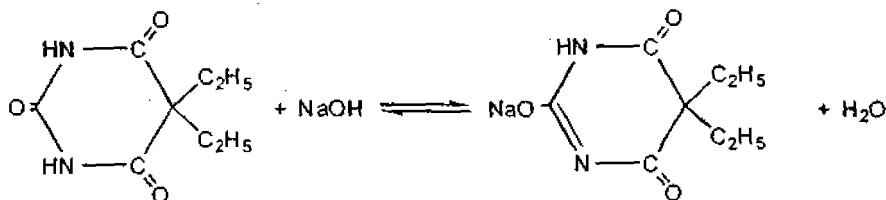


Aniqlash tartibi:

0,2 g atrofidagi (aniq tortma) benzooy kislota 100 ml hajmli kolbaga solib, 20 ml fenolftalein ishtirokida neytrallangan spirt qo'shib eritiladi, so'ngra fenolftalein indikator ishtirokida 0,1 mol/l natriy gidroksid eritmasi bilan qizil rang hosil bo'lguniga qadar titrlanadi. E=M.m. 1 ml 0,1 mol/l natriy gidroksid eritmasi 0,01221 g benzooy kislota to'g'ri keladi. Benzooy kislotaning dori moddadagi foiz miqdori 99,5% dan kam bo'lmasligi kerak.

Barbitalning miqdorini aniqlash

Barbital suvda erimaydi, spirtda eriydi, tuzlari spirtda erimaydi. Barbital kuchsiz kislota xossasiga ega bo'lib, dissotsiatsiyalanish konstantasi $K=1,3 \cdot 10^{-8}$ ga teng. Uni ishqor bilan titrlaganda hosil bo'lgan tuz, suvli eritmada gidrolizlanishi natijasida ekvivalent nuqtani aniqlab bo'lmaydi.



Barbitalning spirtli eritmasini ishqor bilan titrlaganda indikator sifatida timolftalein olinadi. Ekvivalent nuqtada, ortiqcha ishqor bo'lganida muhit rN=9,3–10,5 atrofida bo'lib, shu sharoitda indikator timolftalein o'z rangini o'zgartiradi.

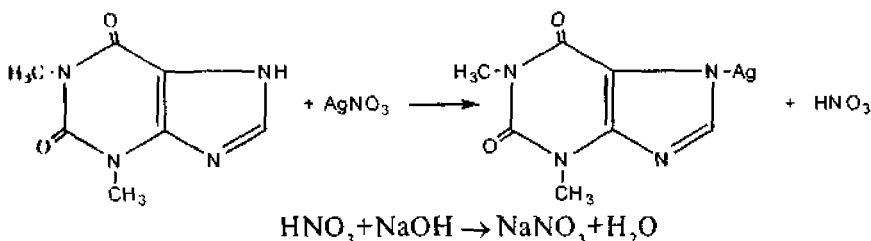
Aniqlash tartibi:

Ikkita bir xil 100 ml hajmli kolbaga 10 ml dan 0,1 mol/l natriy gidroksid eritmasi bilan timolftalein bo'yicha neytrallangan spirt solinadi. Birinchi kolbaga 0,5 g atrofida (aniq tortma) barbital, ikkinchi kolbaga esa 20 ml yangi haydalib, sovutilgan tozalangan suv solinadi. Nazorat kolbasidagi suyuqlik ko'k rangga o'tguniga qadar 0,1 mol/l natriy gidroksid eritmasi bilan titrlanadi. Nazorat kolbasidagi suyuqlik rangiga solishtirilgan holda bir xil rang hosil bo'lguniga qadar tekshiruv kolbasidagi eritma 0,1 mol/l natriy gidroksid bilan titrlanadi. E=M.m. 1 ml 0,1 mol/l natriy gidroksid 0,01842 g barbitalga to'g'ri keladi. Barbitalning dori moddadagi foiz miqdori 99,5% dan kam bo'lmasligi kerak.

Teofillin miqdorini aniqlash

Teofillin purin hosilasi bo'lgan dori moddalar qatoriga kirib, kuchsiz katalit xossasiga ega, uning dissotsiatsiyalanish konstantasi $K_0 = 1,7 \cdot 10^{-9}$ ga teng.

Teofillin miqdorini aniqlashdan avval 0,1 mol/l kumush nitratning eritmasidan qo'shiladi, so'ngra ajralib chiqqan nitrat kislotani 0,1 mol/l natriy gidroksid bilan titrlanadi.

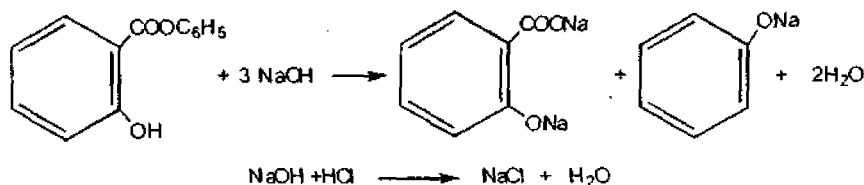


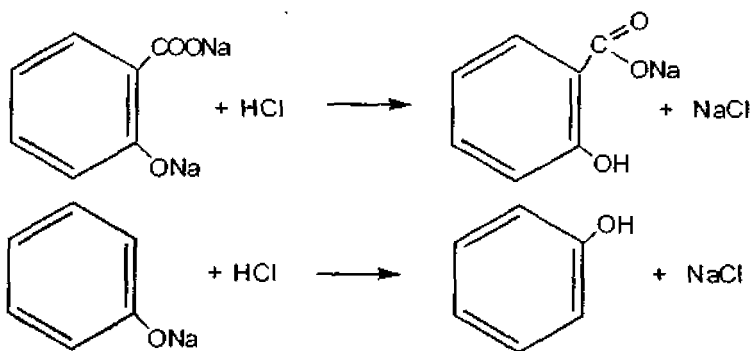
Aniqlash tartibi:

0,4 g atrofida (aniq tortma) avvaldan quritilgan teofillin 100 ml qaynagan suvda eritib sovitiladi. So'ngra 25 ml 0,1 mol/l kumush nitrat va 1–1,5 ml fenol qizili eritmasidan qo'shib, qizil-binafsha rang hosil bo'lguniga qadar 0,1 mol/l natriy gidroksid bilan titrlanadi. 1 ml 0,1 mol/l natriy gidroksid 0,01802 teofillinga to'g'ri keladi. Teofillinning dori moddadagi foiz miqdori 99,0% dan kam bo'lmasligi kerak.

Fenilsalitsilatning miqdorini aniqlash

Fenilsalitsilatda karboksil guruhi fenol qoldig'i bilan birikkan bo'lgani sababli, uni avval aniq konsentratsiyasidagi 0,5 mol/l natriy gidroksid eritmasi bilan gidrolizlab, reaksiyaga kirishmay qolgan ortiqcha miqdordagi ishqorni esa 0,5 mol/l xlorid kislotasi bilan titrlanadi. Indikator sifatida bromkrezol qizili ($rN = 5,5-6,8$) olinadi.





Aniqlash tartibi:

1 g atrofida (aniq tortma) fenilsaltsilat, 100 ml hajmli kolbaga solinib, 25 ml 0,5 mol/l natriy gidroksid eritmasi qo'shilgach vertikal sovitgichga ulab, yog'simon tomchi qolmaguniga qadar qaynab turgan suv hammomida qizdiriladi (1–1,5 soat). So'ngra sovitilib, ortiqcha miqdordagi ishqorni 0,5 mol/l xlorid kislotasi bilan titrlanadi. Indikator sifatida bromkrezol qizili (пурпуровый) olinadi. Bir vaqtning o'zida nazorat tahlili olib boriladi. E=M.m. 1 ml 0,5 mol/l natriy gidroksid 0,01071 g fenilsaltsilatga to'g'ri keladi. Fenilsaltsilatning dori moddasidagi foiz miqdori 99,0% dan kam bo'lmasligi kerak.

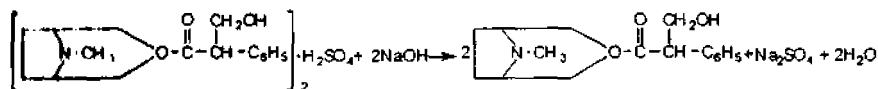
4.2.3. Kuchli kislotada va kuchsiz asosdan iborat tuzlarni titrlash

Kuchsiz asos va kuchli kislotadan iborat bo'lgan dori moddalar miqdorini alkalimetrik usul yordamida titrlash orqali aniqlash mumkin (papaverin gidroxlorid, morfin gidroxlorid, atropin sulfat, dibazol gidroxlorid va h.z.) Bu dori moddalar ishqor eritmasi bilan titrlanganda hosil bo'ladigan organik asoslar indikator rangining ekvivalent nuqtadan avvalroq o'zgarishiga olib kelishi mumkin. Shuning uchun bunday holatlarda titrlash spirt ishtirokida yoki suv bilan aralashmaydigan organik erituvchi (xloroform, efir) ishtirokida olib boriladi.

Atropin sulfatning miqdorini aniqlash

Atropin sulfat kuchsiz asos $K_v=4,35$ va kuchli kislotadan tashkil topgan tuz bo'lgani sababli uning miqdorini aniqlash spirt-xloroform

aralashmani ishtirokida, ishqor eritmasi bilan titrlash orqali amalga oshiriladi.



Aniqlash tartibi:

0,5 g atrofida (aniq tortma) atropin sulfat 100 ml hajmli kolbaga solinib, 10 ml fenoltalein ishtirokida neytrallangan spirt va 20 ml xloroform aralashmasidan qo'shib, 0,1 mol/l natriy gidroksid bilan qizil rang hosil bo'lguniga qadar titrlanadi. E=1/2 M.m. 1 ml 0,1 mol/l natriy gidroksid eritmasi 0,03384 g suvsiz atropinga to'g'ri keladi. Atropin sulfatning dori moddada foiz miqdori 99,3% dan kam bo'lmisligi kerak. Uning foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblab topiladi:

$$X = \frac{V \cdot K \cdot T \cdot 100 \cdot 200}{a \cdot (100 - d)}$$

V—titrlash uchun sarf bo'lgan 1 mol/l natriy gidroksid eritmasining hajmi, ml;

K—0,1 mol natriy gidroksid eritmasining tuzatish koeffitsiyenti;

T—atropin sulfatning titri g/ml, 0,03384;

a—tahlil uchun olingan atropin sulfatning og'irligi, g;

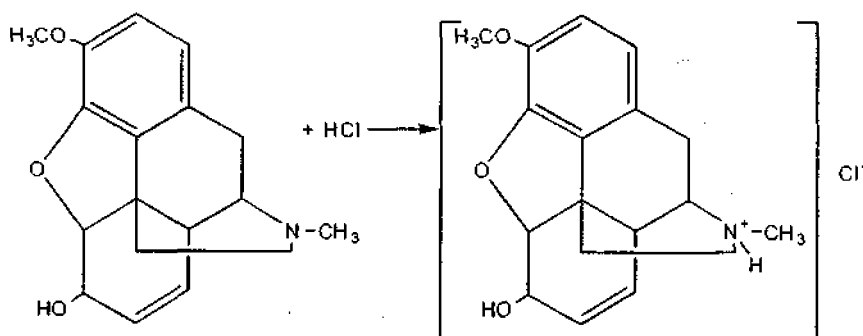
d—atropin sulfat tarkibidagi namlik, %.

4.2.4. Asoslarni titrlash (Atsidimetrik usul)

Atsidimetrik usul farmatsevtik tahlilda keng qo'llanilib, bu usul bilan asosan asos xossasiga ega bo'lgan organik moddalarning va kuchli asos kuchsiz kislotalardan tashkil topgan tuzlarning miqdori aniqlanadi. Titrant sifatida xlorid yoki sulfat kislotalarning titrlangan eritmalari olinadi. Kislotali sharoitda o'z rangini o'zgartiradigan indikatorlar, metil zarg'aldog'i yoki metil qizilidan foydalaniladi.

Kodein miqdorini aniqlash

Kodein asosini titrlashda quyidagi jarayon ketadi:

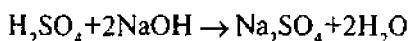
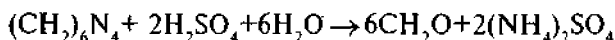


Aniqlash tartibi:

0,3 g atrofida (aniq tortma) kodein asosi 2 ml metil qizili bilan neytrallangan spirtida qizdirib eritiladi, 20 ml yangi haydalgan tozalangan suv qo'shiladi va 0,1 mol/l xlorid kislotasi bilan titrlanadi. Indikator metil qizili E=M.m.; 1ml 0,1 mol/l xlorid kislotasi 0,02994 g kodeinga to'g'ri keladi. Kodeinning foiz miqdori quruq moddaga nisbatan hisoblaganda 99,0% dan kam bo'lmashligi kerak.

Geksametilentetraminning miqdorini aniqlash

Geksametilentetraminning miqdorini aniqlashda uni avval sulfat kislotasi bilan gidrolizga uchratib, so'ngra ortiqcha miqdordagi kislotani ishqor bilan qayta titrlanadi.



Aniqlash tartibi:

0,12 g atrofida (aniq tortma) geksametilentetramin 10 ml suvda eritilib, 50 ml 0,1 mol/l sulfat kislotasi qo'shib, 30 minut davomida qaynatiladi. Eritma sovutilib, 2 tomchi metil oranj eritmasidan qo'shib, 0,1 mol/l natriy gidroksid bilan titrlanadi. Bir vaqtning o'zida nazorat tajribasi olib boriladi. E=M.m./4. 1 ml 0,1 mol/l sulfat kislotasi 0,003505 g C₆H₁₂N₄ to'g'ri kelib, uning dori moddada foiz miqdori 99,0% dan kam bo'lmashligi kerak. Geksametilentetraminning foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblab topiladi:

$$X = \frac{(V_a - M) \cdot K \cdot T \cdot 100}{a}$$

V_a —nazorat tajribasini titrlash uchun sarf bo'lgan 0,1 mol/l natriy gidroksid eritmasi hajmi, ml;

V —tahlil uchun olingan moddani titrlash uchun sarf bo'lgan natriy gidroksid eritmasining hajmi, ml;

K —tuzatish koeffitsienti;

T —geksametilentetraminning titri, 0,003505 g/ml;

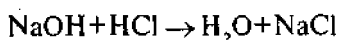
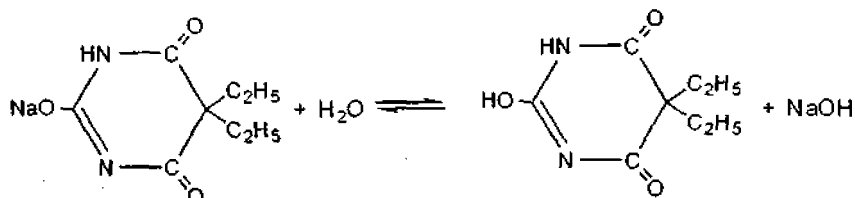
a —tahlil uchun olingan aniq tortma, g.

4.2.5. Kuchli asos, kuchsiz kislotadan iborat bo'lgan tuzlarni titrlash

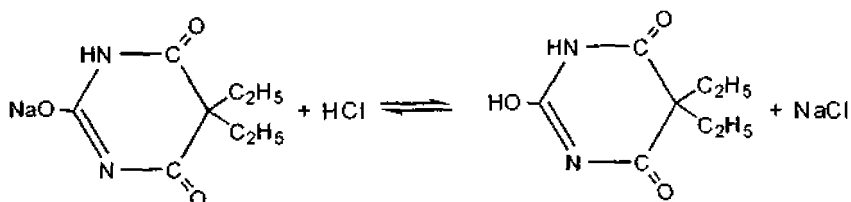
Kuchli asos, kuchsiz kislotadan iborat bo'lgan tuzlar suvda gidrolizlanib asos hosil qiladi, hosil bo'lgan asosni kislotalar bilan titrlash mumkin.

Barbital natriyning miqdorini aniqlash

Barbital natriyning miqdorini aniqlashda kimyoviy reaksiya quyidagicha boradi:



yoki umumiy yozilganda:

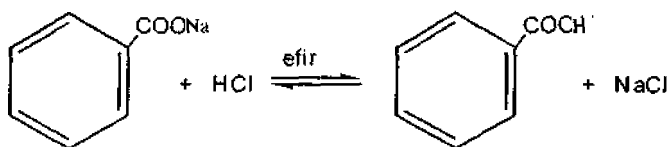


Aniqlash tartibi:

0,5 g atrofida (aniq tortma) barbital natriy hajmi 100 ml konussimon kolbaga solinib, 30 ml yangi haydalib sovutilgan suvda eritilib, 0,1 mol/l xlorid kislotasi eritmasi bilan qizil rang hosil bo'lguniga qadar titrlanadi. Indikator sifatida metil zarg'aldog'i olinadi. E=M.m. 1 ml 0,1 mol/l xlorid kislotasi 0,02062 g barbital natriyga to'g'ri keladi. Agar preparat tarkibida erkin holdagi ishqor bo'lsa, u holda erkin holdagi ishqorning foiz miqdorini 5,15 koeffitsientiga ko'paytirib, barbital natriyning foiz miqdori-dan ayiriladi. Dori moddasidagi barbital natriyning foiz miqdori 98,5% dan kam bo'lmasligi kerak.

Natriy benzoatning miqdorini aniqlash

Natriy benzoatning miqdorini neytrallash usulida aniqlanganda, benzoy kislotasi ajralib chiqadi. Benzoy kislotasi indikatorga ta'sir etmasligi uchun efir qo'shiladi. Natijada ajralib chiqqan benzoy kislotasi efir qatlamiga o'tadi va ekvivalent nuqtani aniqlashga halaqit bermaydi.



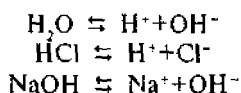
Aniqlash tartibi:

1,5 g atrofida (aniq tortma) natriy benzoat og'zi mahkam berkitiladigan 250 ml hajmli kolbaga solinib, 20 ml suv qo'shib eritiladi. So'ngra 45 ml dietil efiri, 3-4 tomchi indikatorlar aralashmasidan (1 ml metil zarg'aldog'i va 1 ml metilen ko'ki) qo'shib, suvli qatlam ko'k-binafsha rangga o'tguniga qadar 0,5 mol/l xlorid kislotasi bilan titrlanadi. E=M.m. 1 ml 0,5 mol/l xlorid kislotasi 0,07205 g natriy benzoatga to'g'ri keladi. Natriy benzoatning miqdori quruq moddaga hisoblanganda 99,0% dan kam bo'lmasligi kerak.

4.3. SUVSIZ SHAROITDA KISLOTALI-ASOSLI TITRLASH USULI.

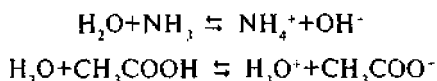
Suvsiz muhitda kislotali-asosli titrlash usuli bilan suvda deyarli erimaydigan yoki kam eriydigan, kuchsiz kislota yoki asos xossasiga ega bo'lib, suvli sharoitda aniqlash mumkin bo'lmagan organik dori moddalar va ularning tuzlari aniqlanadi.

D.S.Arrenius nazariyasiga ko'ra, kislotalarga dissotsiatsiyalanganida oksoniy (gidroksoniy) ion, asoslarga esa gidroksid ionini hosil qiluvchi birikmalar kiradi.

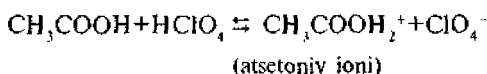


D.Brensted va T.Louri nazariyasi bo'yicha neytrallash jarayoni, kislotalardan asosga proton (H^+ ioni) o'tish jarayoni deb tushuntiriladi. Kimyoviy reaksiya jarayonida o'zidan proton beruvchi moddalar kislotalarga, proton qabul qiluvchi moddalar esa asoslarga kiradi. Bunda erituvchi sifatida olingan modda erigan modda xossasiga qarab, kislota yoki asos vazifasini bajaradi.

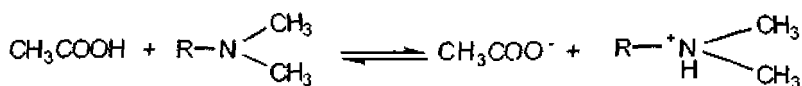
Masalan, suv ammiak eritmasi ishtirokida kislota kabi o'zidan ammiakka proton berib, asos (OH^-) holiga o'tadi, aksincha, suv sirka kislotalari ishtirokida esa asos bo'lib, o'ziga proton qabul qilib, gidroksoniy ionini hosil qiladi.



Sirka kislota bilan perxlorat kislotalari va organik asos bilan sirka kislotalari orasidagi kimyoviy jarayon quyidagicha ketadi:



yoki



Suvsiz muhitda kislotali-asosli titrlash uchun olingan erituvchilarni N.A.Izmaylov aproton (aprot) va protolit guruhlariga bo'ladi.

Aproton erituvchilar neytral xossalari moddalar bo'lib ionlashmaydi. Proton olish yoki berish xossasiga ega emas, erigan moddalar bilan

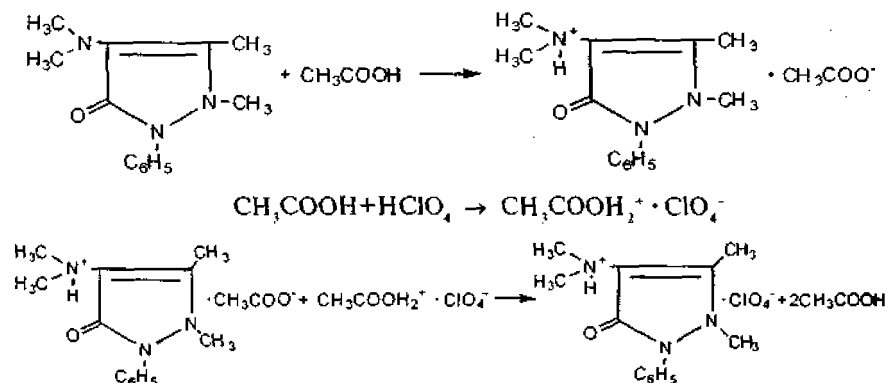
o'zaro reaksiyaga kirishmaydi. Aprotion erituvchilarga toluol, geksan, benzol, xloroform kabilar kiradi. Protolit erituvchilarga esa, kislotali-asosli titrlash usulida aniqlanayotgan moddaga proton berish yoki olish xossasiga ega bo'lgan erituvchilar kiradi. Bular o'z navbatida amfiprot (proton berish yoki qabul qilish xossasiga ega) protogen (kislotasi xossasiga ega) va protofil (asos xossasiga ega) erituvchilarga bo'linadi.

Protogen erituvchilarga chumoli, sirka, propion, moy kislotalari kiradi. Bu guruh moddalarida proton olish xossasidan ko'ra berish xossasi kuchli.

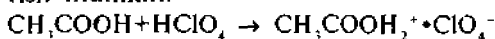
Kislotalarning va asoslarning dissotsiyanish konstantasi quyidagicha ifodalanadi:

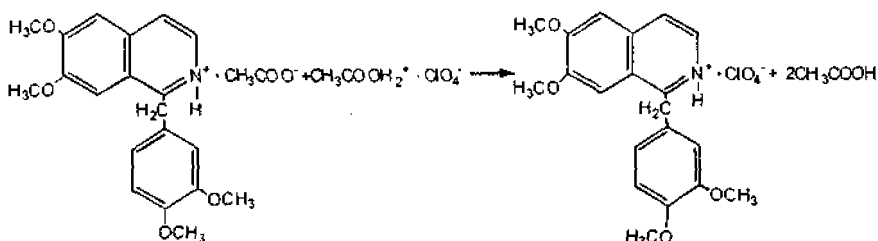
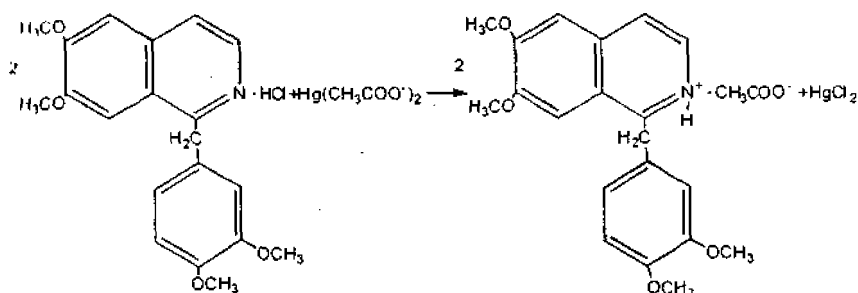
$$K_{\text{ksilota}} = \frac{[H_2O^+][A^-]}{[HA]} \quad K_{\text{asos}} = \frac{[BH^+][OH^-]}{[B]}$$

Dissotsiatsiya konstantasi qancha katta bo'lsa, kislotali yoki asosli xossa shuncha yuqori bo'ladi. Kuchsiz organik asoslarni sirka kislotada eritilganda, sirka kislotasi kuchli proton beruvchi sifatida, o'zining kislotali xossasining namoyon qiladi va eritmadagi asos xossasiga ega moddaning asos xossasini oshishiga olib keladi. Me'yoriy texnik hujjat talabiga binoan amidopirinning miqdorini suvsiz muhitda kislotali-asosli titrlash usuli bo'yicha aniqlanadi.

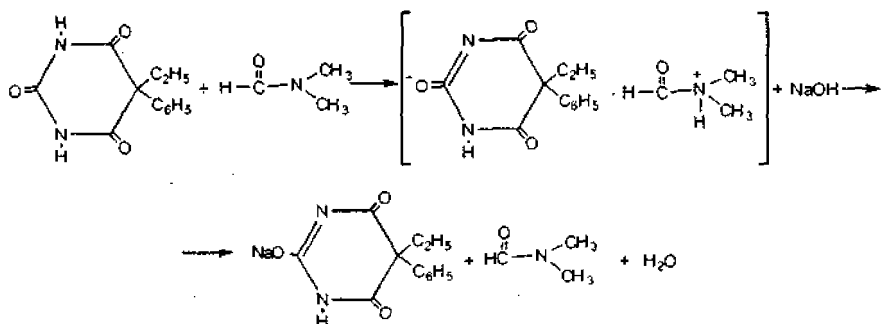


Organik moddalar galogen vodorodli tuz holdida bo'lsa, u holda galogenlarni kam dissotsiatsiyanadigan tuzlarga o'tkazib olinadi. Buning uchun simob atsetatning 5% eritmasi qo'shiladi. Buni papaverin gidroxloridi misolida ko'rish mumkin.



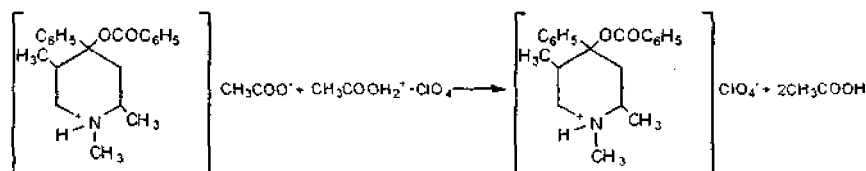
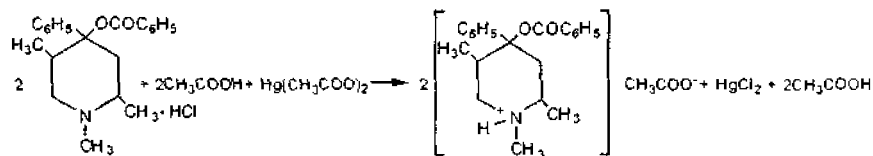
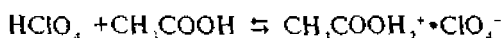


Suvsiz muhitda kislotali-asosli titrlash usulida ekvivalent nuqtani aniqlash uchun, indikator sifatida kristal binafshasi olinadi. Ekvivalent nuqtada eritmaning rangi binafsha rangdan sariq-yashil rangga o'tadi. Asos xossasiga ega bo'lgan erituvchilar ishtirokida ayrim alkaloidlarni, barbitur kislotalari hosilalaridan – benzonol, fenobarbital, sulfanilamid preparatlaridan – ftalazolning miqdori suvsiz sharoitda kislotali-asosli titrlash usuli bilan aniqlanadi. Bu usulni suvsiz sharoitda alkalimetrik titrlash usuli deb qarash mumkin.



Promedolning miqdorini aniqlash

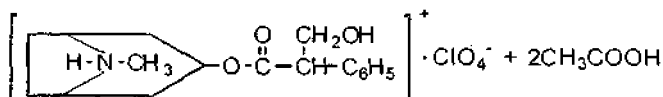
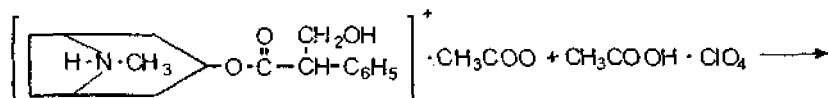
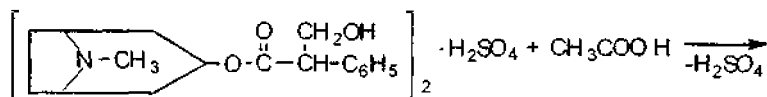
Promedol nisbatan kuchli organik asoslar qatoriga kirib, suvsiz kislotali-asosli titrlash usuli bilan uning miqdorini aniqlash quyidagi kimyoviy jarayon bo'yicha ketadi:



Aniqlash tartibi:

0,3 g (aniq tortma) promedol 20 ml muz holidagi sirka kislotasida eritilib, 5 ml simob (II) atsetatning muz holidagi sirka kislotasidagi eritmasi qo'shiladi va 0,1 mol/l perxlorat kislotasining muz holidagi sirka kislotasidagi eritmasi bilan eritma yashil rangga o'tguniga qadar titrlanadi (indikator – kristal binafsharang). Bir vaqtning o'zida nazorat tajribasi ham o'tkaziladi. E=M.m. 1 ml 0,1 mol/l xlorid kislota 0,03118 g promedolga mos kelib, uning dori moddadagi miqdori 98% dan kam bo'lmasligi kerak.

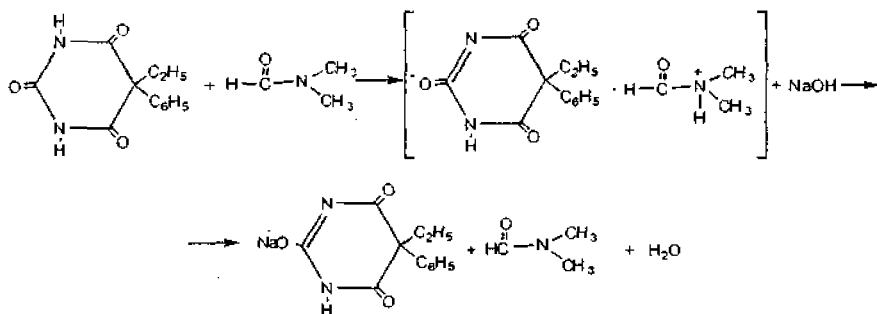
Atropin sulfatning miqdorini aniqlash



Aniqlash tartibi:

0,5 g (aniq tortma) 100–105°C da doimiy og'irlikkacha quritilgan atropin sulfat 10 ml muz holdagi sirka kislotasida suv hammomida qizdirish orqali eritib sovitilgach, 3 tomchi kristal binafsharang eritmasi qo'shiladi va 0,1 mol/l perxlorat kislotasi bilan eritma yashil rangga o'tguniga qadar titrlanadi. Bir vaqtning o'zida nazorat tajribasi ham o'tkaziladi. E=M.m. 1 ml 0,1 mol/l perxlorat kislotasi 0,06768 g atropin sulfatga mos kelib, uning dori moddada miqdori 99% dan kam bo'lmasligi kerak.

Barbitalning miqdorini aniqlash



Aniqlash tartibi:

Dimetilformamid va benzol aralashmasi (1:3) timol ko'kning dimetilformamidagi eritmasi bilan neytrallab olingandan so'ng, uning 10 ml da 0,15 g (aniq tortma) barbital eritilib, 2–3 tomchi dimetilformamidagi timol ko'ki eritmasidan qo'shilib, 0,1 mol/l natriy gidroksidning metil spirti va benzoldagi eritmasi bilan eritma ko'k rangga o'tguniga qadar titrlanadi. E=M.m. 1 ml natriy gidroksid eritmasi 0,01842 g barbitalga mos kelib, uning dori moddada miqdori 99% dan kam bo'lmasligi kerak.

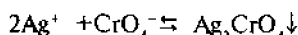
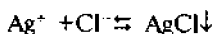
4.4. CHO'KTIRISHGA ASOSLANGAN USULLAR

Bu usul aniqlanuvchi modda bilan titrant orasidagi reaksiya natijasida cho'kma hosil bo'lishiga yoki kam dissotsiatsiyalanadigan birikma hosil bo'lishiga asoslangan bo'lib, farmatsevtik tahlilda ulardan argentometrik va merkurimetrik usullar keng qo'llaniladi.

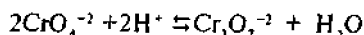
4.4.1. Argentometrik usul

Bu usulda titrant sifatida kumush nitratning turli konsentratsiyadagi titrlangan eritmaları ishlatiladi. Tahlilning qay tarzda olib borilishi va qo'llanilgan indikatorning turiga qarab u Mor, Fayans, Folgard va Koltgof usullariga bo'linadi

Mor usuli. Bu usul yordamida xloridlar va bromidlarning miqdori aniqlanadi. Titrlash neytral sharoitda olib boriladi. Indikator sifatida kaliy xromat olinadi. Ekvivalent nuqtada qizil rangli kumush xromat cho'kmasi hosil bo'ladi:



Agar reaksiya sharoiti kislotali yoki ishqoriy bo'lsa, u holda xromat dixromatga o'tadi. O'z navbatida dixromat indikator bo'la olmaydi.



Agar $rN > 10$ bo'lsa, u holda kumush (I) oksid cho'kmaga tushib qoladi.



Natriy xlorid va kaliy xloridning miqdorini aniqlash

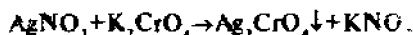
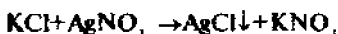
1 g atrofida (aniq tortma) dori moddadan tortib olib, 50 ml hajmli o'lchov kolbasiga solib, suvda eritilib, hajmi suv bilan belgisiga yetkaziladi. Eritmadan 5 ml o'lchab olib, 40 ml suv va kaliy xromat eritmasidan qo'shiladi va qizil rangli cho'kma hosil bo'lguniga qadar 0,1 mol/l kumush nitrat eritmasi bilan titrlanadi.

1 ml 0,1 mol/l kumush nitrat 0,00745 g kaliy xloridga yoki 0,005844 g natriy xloridga to'g'ri keladi.

Moddaning foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblab topiladi:

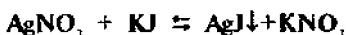
$$\% = \frac{V \cdot K \cdot T \cdot 50 \cdot 100}{a \cdot 5}$$

V —titrlash uchun sarf bo'lgan 0,1 mol/l kumush nitrat hajmi;
 K —0,1 mol/l kumush nitratning koeffitsiyenti;
 T —natriy xlorid yoki kaliy xloridning titri;
 a —tekshirish uchun olingan tortma, g.



Foyans usuli. Bu usul bo'yicha yodidlar va xloridlarning miqdori aniqlanadi. Tahlil neytral yoki kuchsiz sirka kislotali sharoitda olib boriladi. Indikator sifatida flyuoresseinning 0,1–0,2% li spirtli eritmasi yoki eozinat natriy eritmasi olinadi. Titrlanish jarayonida flyuoressiyen eritmasi sariq-yashil rangda bo'lib, ekvivalent nuqtaga yetganida pushti rangga o'tadi.

Agar bromid yoki yodid tuzlari aniqlansa, indikator sifatida eozinat natriyning 0,1% suvli eritmasi olinadi. Titrlash ekvivalent nuqtaga yetganida eozinat ioni kumush bromid yoki kumush yodid cho'kmasiga shimilib, cho'kma pushti ranga o'tadi.

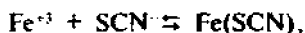


Natriy (kaliy) yodidning miqdorini aniqlash

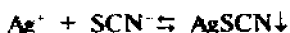
0,3 g atrofida (aniq tortma) 110°C da quritilgan tuzdan olib, 30 ml suvda eritib, 1,5 ml sirka kislotasi, 5 tomchi 0,1% natriy eozinat eritmasi qo'shib 0,1 mol/l kumush nitrat eritmasi bilan cho'kma qizil rangga o'tguniga qadar titrlanadi.

1 ml 0,1 mol/l kumush nitrat, 0,01660 g kaliy yodidga to'g'ri keladi.

Folgard usuli (tiotsianometrik usul). Folgard usuli bo'yicha asosan xloridlar, bromidlar va yodidlar aniqlanadi, indikator sifatida temir ammiakli achchiqtosh olinadi. Reaksiya natijasida ortiqcha miqdordagi rodanid ioni, indikator tarkibidagi temir (III) bilan birikib, qizil rang hosil qiladi.



Kumush ioni esa rodanid ioni bilan birikma hosil qilib, cho'kmaga tushadi.



Agar sharoit kuchli kislotali bo'lsa, u holda indikator kam disso-

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot T \cdot 100}{a}$$

V - nazorat tajribasida sarf bo'lgan, 0,1 mol/l ammoniy rodonidning hajmi;

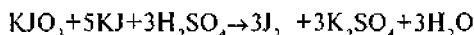
V_1 - aniqlanuvchi moddani titrlashda sarf bo'lgan 0,1 mol/l ammoniy rodonidning hajmi;

K - 0,1 mol/l ammoniy rodonidning tuzatish koeffitsienti

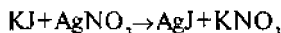
T - 0,1 mol kumush nitratga to'g'ri keladigan bromizovalning titri;

a - aniq og'irlikda olingan tortma.

Koltgof usuli. Bu usul yordamida asosan yodidlarni xloridlar va bromidlarning aralashmasida tahlil qilish mumkin. Usulda ekvivalent nuqta yodidlarni yodatlar ishtirokida kislotali sharoitda yodgacha oksidlanib, kraxmal bilan ko'k rangli kompleks birikma hosil qilishi bo'yicha aniqlanadi.



Bu kompleks yodidlar ishtirokida ko'k rangda bo'lib, yodidlar kumush nitrat bilan bog'langanda rang yo'qoladi:



Aniqlash tartibi:

Natriy yodid yoki kaliy yodidni aniqlash uchun tortmani suvda eritib, hajmi suv bilan 20–30 ml ga yetkaziladi. Eritmaga bir tomchi 0,1 mol/l kaliy yodat, 2 ml kraxmal eritmasi qo'shib, ko'k rang hosil bo'lgunicha sulfat kislotaning eritmasi qo'shiladi. So'ng eritma rangsizlanguniga qadar 0,1 mol/l kumush nitrat bilan titrlanadi.

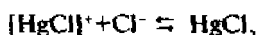
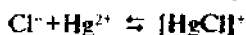
Eslatma: Koltgof usulida yodidlar tahlil qilinganida xloridlar halaqit bermaydi. Bromidlar aniqlanganida sulfat kislota qo'shishdan oldin 10% ammoniy karbonatining eritmasi qo'shiladi.

Argentometrik usulda ekvivalent nuqtani aniqlashda uskunaviy–potensiommetrik usuldan ham foydalaniladi.

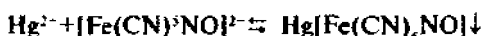
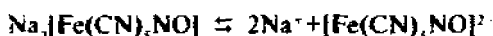
4.4.2. Merkurimetrik usul

Merkurimetrik usul yordamida asosan xloridlar va yodidlarning miqdori aniqlanadi. Titrant sifatida 0,1 mol/l simob (II) nitrat ($Hg(NO_3)_2$)

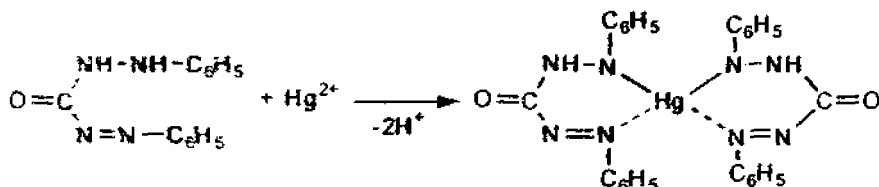
yoki 0.1 mol/l simob perxlorati ($\text{Hg}(\text{ClO}_4)_2$) olinadi. Indikator sifatida temir (III) tiotsianat, natriy nitroprussid yoki difenilkarbazon eritmalardan foydalaniladi. Kimyoviy jarayon quyidagicha ifodalanadi:



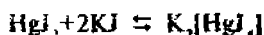
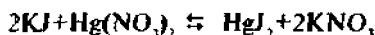
Indikator sifatida natriy nitroprussid olinganda ekvivalent nuqtada oq cho'kma hosil bo'ladi:



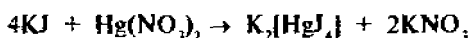
Indikator sifatida difenilkarbazon olinganida eritmaning rangi qizil-sariq rangdan binafsha rangga o'tadi:



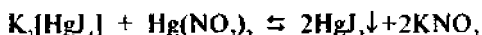
Yodidlarning miqdorini aniqlash jarayonida tetrayodmerkurat (K_2HgJ_4) hosil bo'ladi:



yoki



Bunda ortiqcha miqdordagi titrant kaliy tetrayodmerkurat bilan birikib, qizil cho'kma holidagi simob (II) yodidi hosil qiladi:



Merkurimetrik usul quyidagi afzalliklarga ega:

1. Galogenidlar kislotali sharoitda titrlanadi.
2. Mor va Folgard usullarida halaqit beradigan ionlar bu usulda halaqit bermaydi.
3. Simob (II) nitrat kumush nitratga nisbatan arzon.
4. Hosil bo'lgan simob (II) birikmalari oson qaytariladi.

Aniqlash tartibi:

0,1 g (aniq tortma) natriy bromid 20 ml suvda eritilib, 1 tomchi

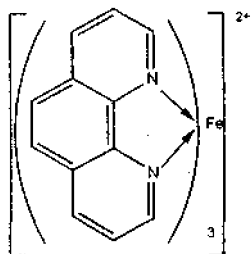
siyultirilgan nitrat kislotasi va 2–3 tomchi difenilkarbazon eritmasidan qo'shib, eritma ko'k rangga o'tguniga qadar 0,1 mol/l simob (II) nitrat bilan titrlanadi.

1 ml 0,1 mol/l simob (II) nitrat 0,01029 g natriy bromidga mos kelib, uning dori moddada miqdori 99% dan kam bo'lmisligi kerak.

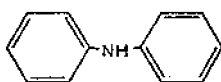
4.5. OKSIDLANISH-QAYTARILISHGA ASOSLANGAN USULLAR

Oksidlanish-qaytarilish usulida tahlil qiluvchi modda bilan titrant orasidagi kimyoviy jarayon ma'lum bir yo'nalishda ketib, oxirigacha borishi va ekvivalent nuqtani aniq belgilay olish muhim ahamiyatga ega.

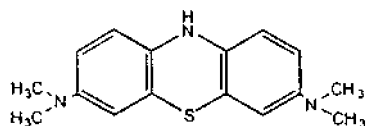
Bu usulda ko'pincha oksidlanuvchi va qaytariluvchi xossaga ega bo'lgan indikatorlar – ferroin, difenilamin, metilen ko'ki, metil zarg'aldog'i va boshqalardan foydalaniladi.



Ferroin



Difenilamin



Metilen ko'ki

Tahlilni olib borish sharoiti, qo'llaniladigan titrantning turi, jarayonning borish tarziga ko'ra oksidlanish-qaytarilish usullari hilma-hil bo'lib, farmatsevtik tahlilda ulardan quyidagilari ko'proq qo'llaniladi:

1. Permanganometrik usul
2. Yodometrik usul
3. Bromatometrik usul
4. Yodatometrik usul
5. Nitritometrik usul
6. Bixromatometrik usul
7. Serimetrik usul

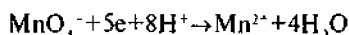
4.5.1. Permanganometrik usul

Titrant sifatida 0,1 mol/l kaliy permanganatdan foydalanilib, tahlil sulfat kislotali sharoitda olib boriladi.

Permanganatometrik bevosita titrlash usulida titrantning o'zi indikator vazifasini bajarsa, qayta titrlash usulida ajralib chiqqan yod titrlanganligi uchun tahlil kraxmal ishtirokida yoki indikatorsiz amalga oshiriladi.

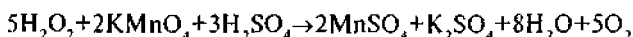
Kislotali sharoit hosil qilish uchun xlorid kislotasi ishlatilmaydi, chunki Cl^- kaliy permanganat ta'sirida oksidlanadi. Nitrat kislotasi ham olinmaydi, chunki kuchli oksidlovchi bo'lganligi sababli oksidlanish-qaytarilish jarayonida ishtirok etishi mumkin.

Aniqlash quyidagi jarayon bo'yicha ketadi:



Normal oksidlanish-qaytarilish potentsiali $E^0 \text{MnO}_4^-/\text{Mn}^{2+} = 1,5 \text{ v}$ bo'lib, bu usul yordamida qaytaruvchi va kuchsiz oksidlovchi xossasiga ega bo'lgan dori moddalarning miqdorini aniqlash mumkin.

Vodorod peroksid eritmasining miqdorini aniqlash



Aniqlash tartibi:

100 ml hajmli o'lchov kolbasiga 10 ml 3% li vodorod peroksid eritmasidan solib, suv bilan belgisigacha suyultiriladi. Eritmadan 10 ml gacha 5 ml suyultirilgan sulfat kislota qo'shib, 0,1 mol/l kaliy permanganat bilan och-qizil rang hosil bo'lguniga qadar titrlanadi.

$E = M \cdot m/2$, 1 ml 0,1 mol kaliy permanganat 0,001701 g vodorod peroksidga mos kelib, uning eritmadagi miqdori 2,7–3,3% bo'lishi kerak. Hisoblash formulasi:

$$X = \frac{V \cdot K \cdot T \cdot 100 \cdot 100}{V_1 \cdot 10}$$

V —0,1 mol/l kaliy permanganatning hajmi;

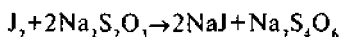
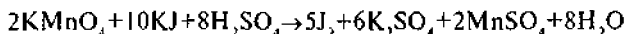
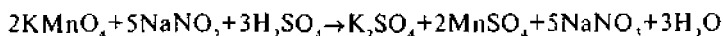
V_1 —tahlil uchun olingan vodorod peroksidning ml miqdori;

K —titrantning tuzatish koeffitsiyenti;

T —vodorod peroksidning 0,1 mol/l kaliy permanganat bo'yicha titri, g/ml larda.

Natriy nitritning miqdorini aniqlash

Natriy nitrit kislotali sharoitda azot oksidlariga parchalanganligi uchun, uning miqdorini to'g'ridan to'g'ri titrlash usuli bilan aniqlab bo'lmaydi. Shuning uchun permanganatometrik usulning qayta titrlash turidan foydalanilib, bunda kimyoviy jarayon quyidagicha boradi:



Aniqlash tartibi:

1 g atrofidagi (aniq tortma) natriy nitrit 100 ml hajmli o'lov kolbasiga solinib, suvda eritilgach, belgisigacha suv bilan suyultirib, chayqatiladi. 10 ml eritmaga 40 ml 0,1 mol/l kaliy permanganat, 300 ml suv va 25 ml suyultirilgan sulfat kislotasi qo'shib, 20 minutdan so'ng 2 g kaliy yodid solinadi. Ajralib chiqqan yod 0,1 mol/l natriy tiosulfat bilan titrlanadi (indikator – kraxmal). Bir vaqtning o'zida nazorat tajribasi ham o'tkaziladi.

$E = M \cdot m / 2$, 1 ml 0,1 mol/l natriy tiosulfat 0,003450 g natriy nitritga mos kelib, uning dori moddadagi miqdori 98% dan kam bo'lmasligi kerak.

Natriy nitritning foiz miqdori quyidagi hisoblash formulasi orqali hisoblanadi:

$$X = \frac{(V_n - V) \cdot K \cdot T \cdot 100 \cdot 100}{a \cdot 10}$$

V_n – nazorat tajribasini titrlash uchun sarflangan 0,1 mol/l natriy tiosulfat eritmasining hajmi;

V – tekshiriluvchi eritmani titrlash uchun sarf bo'lgan 0,1 mol/l natriy tiosulfat eritmasining hajmi;

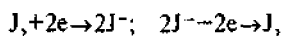
K – 0,1 mol/l natriy tiosulfatning tuzatish koeffitsiyenti;

T – natriy nitritning 0,1 mol/l natriy tiosulfat bo'yicha titri, g/ml larda;

a – aniq tortma, g.

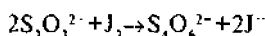
4.5.2. Yodometrik usul

Yodometrik usul yodid ionining qaytaruvchi va yodning oksidlovchi xossasiga asoslangan:



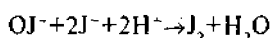
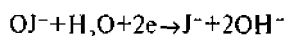
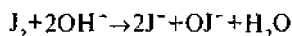
Bunda oksidlanish–qaytarilish potentsiali, $E^{\circ} \text{J}_2 / 2\text{J} = 0,54\text{B}$

Yodometrik usul bilan oksidlovchi yoki qaytaruvchi xossaga ega bo'lgan anorganik va organik dori moddalarning miqdori aniqlanadi. Titrant sifatida 0,1 mol/l yoki 0,02 mol/l yod yoki natriy tiosulfat eritmaları ishlatiladi.



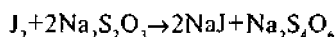
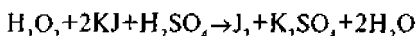
$S_4O_6^{2-}/2S_2O_3^{2-}$ juftining normal oksidlanish-qaytarilish potentsiali $E^0 = \pm 0,17$.

Askorbin kislotasi, natriy tiosulfat singari yengil oksidlanuvchi moddalar tahlili bevosita titrlash orqali, oksidlanish jarayoni ishqoriy muhitda olib boriladigan (formalin, furatsilin, benzilpenitsillin) moddalar qayta titrlash orqali aniqlanadi:



Asos xossaga ega bo'lgan ba'zi dori moddalar (promedol, dibazol, morfin, kofein va h.k.) neytral yoki kislotali muhitda qizil-qo'ng'ir rangli cho'kma holdagi poliyodidlar hosil qiladi. Cho'kma ajratib olinib, filtratdagi ortiqcha yodni natriy tiosulfat eritmasi bilan titrlab, dori moddaning miqdorini aniqlash mumkin.

Oksidlovchi xossasiga ega bo'lgan moddalarga kislotali sharoitda kafi yodid ta'sir ettirilsa, aniqlanuvchi moddaga ekvivalent miqdorda yod ajralib chiqib, uni natriy tiosulfatning 0,1 mol/l eritmasi bilan titrlash mumkin:



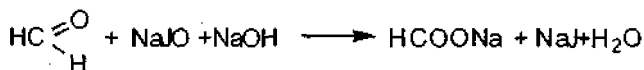
Indikator sifatida kraxmalning 1% li eritmasidan foydalanilib, u titrlash oxirida qo'shiladi.

Formaldegid eritmasining miqdorini aniqlash

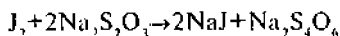
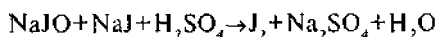
Neytral sharoitda formaldegidning chumoli kislotasigacha oksidlanishi qaytar jarayon bo'lganligi uchun, aniqlash ishqoriy muhitda olib boriladi:



xosil bo'lgan natriy gipoyodid formaldegidni oksidlaydi:



Oksidlanish jarayoni tugagach, kislota eritmasi qo'shib, kislotali sharoit hosil qilinadi. Bunda yodning ortiqchasi erkin holda ajralib chiqadi.



Aniqlash tartibi:

1 g formaldegid eritmasini (aniq tortma) 100 ml hajmli o'lov kolbasiga solib, belgisigacha suv bilan suyultiriladi. 5 ml eritma og'zi mahkam berkiladigan kolbaga solinib, 20 ml 0,1 mol/l yod va 10 ml 1 mol/l natriy gidroksid qo'shib qorong'i joyda 10 minutga qoldiriladi. So'ngra 11 ml 1 mol/l sulfat kislotasi solib, ajralib chiqqan yod 0,1 mol/l natriy tiosulfat bilan titrlanadi.

$E = M \cdot m / 2$, 1 ml 0,1 mol/l yod 0,005102 g formaldegidga mos kelib, uning eritmadagi miqdori 36,5–37,5% bo'lishi kerak.

Formaldegidning foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{(V_1 \cdot K_1 - V_2 \cdot K_2) \cdot T \cdot 100 \cdot 100}{a \cdot 5}$$

V_1 —0,1 mol/l yod eritmasining hajmi;

V_2 —0,1 mol/l natriy tiosulfat eritmasining hajmi;

K_1 —0,1 mol/l yod eritmasining tuzatish koeffitsiyenti;

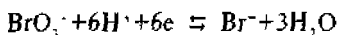
K_2 —0,1 mol/l natriy tiosulfat eritmasining tuzatish koeffitsiyenti;

T —formaldegidning 0,1 mol/l yod bo'yicha titri;

a —formaldegidning aniq miqdori (aniq tortma), g.

4.5.3. Bromatometrik usul

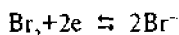
Usul kislotali sharoitda bromat ionining bromid ionigacha qaytarilishiga asoslangan:



$$E^0_{\text{BrO}_3^-/\text{Br}^-} = 1,48$$

KBrO_3 ning titrlangan eritmasiga kislotali sharoitda KBr ta'sir etirilsa, erkin holdagi brom ajralib chiqadi.

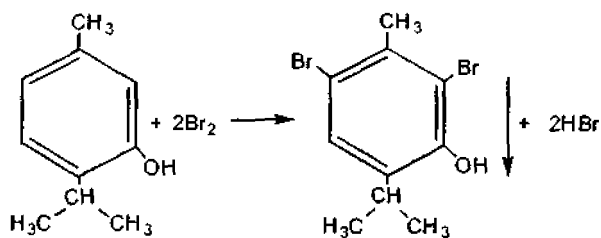
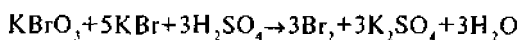
Brom elektrofil almashinish yoki oksidlanish-qaytarilish reaksiyasiga kirishadi:



$$E^0_{\text{Br}_2/2\text{Br}^-} = 1,065$$

Bromatometrik usulning bevosita va qayta titrlash turlari mavjud.

Timolning miqdorini bromatometrik usul yordamida aniqlash bevosita titrlash turiga kiradi.



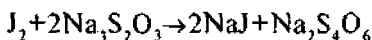
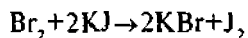
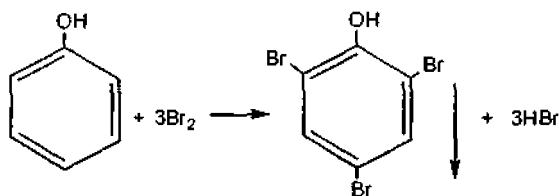
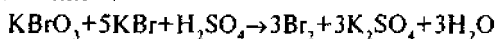
Aniqlash tartibi:

0,5 g timolni (aniq tortma) 100 ml hajmli o'lov kolbasiga solib, 5 ml natriy gidroksid eritmasida eritib, belgisigacha suv bilan suyultiriladi. Eritmaning 10 ml i og'zi mahkam berkitiladigan kolbaga solinib, 0,5 g kaliy bromid, 40 ml suyultirilgan xlorid kislotasi, 3 tomchi metiloranj eritmasi qo'shiladi va chayqatib turilgan holda 0,1 mol/l kaliy bromat bilan titrlanadi. Eritmaning rangsizlanishi titrlash tugaganligini bildiradi.

$E = M \cdot m / 4$, 1 ml 0,1 mol/l kaliy bromat 0,003755 g timolga mos kelib, uning dori moddadagi miqdori 99% dan kam bo'lmisligi kerak.

Fenolning miqdorini aniqlash

Fenolning miqdorini aniqlashda bromatometrik usulning teskari titrlash turidan foydalaniladi.



Aniqlash tartibi:

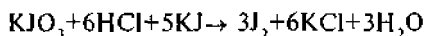
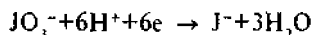
0,5 g fenol (aniq tortma) 250 ml hajmli o'lov kolbasida suvda eritilib, belgisigacha suv bilan suyultiriladi. 25 ml eritma og'zi mahkam berkitiladigan hajmi 250 ml bo'lgan kolba (bromlash uchun idish)ga

solinib, 50 ml 0,1 mol/l kaliy bromat, 1 g kaliy bromid va 10 ml 50% li sulfat kislotasi qo'shib, 15 minutga qoldiriladi. So'ng 20 ml kaliy yodid eritmasi qo'shib chayqatib, 20 minut qorong'i joyda qoldiriladi va ajralib chiqqan yod 0,1 mol/l natriy tiosulfat bilan titrlanadi (indikator – kraxmal). Bir vaqtning o'zida nazorat tajribasi ham o'tkaziladi.

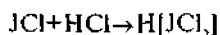
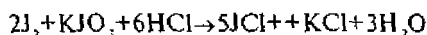
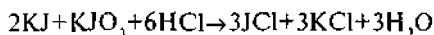
$E=M.m/6$. 1 ml 0,1 mol/l kaliy bromat 0,001568 g fenolga mos kelib, uning dori moddadagi miqdori 98% dan kam bo'lmasligi kerak.

4.5.4. Yodatometrik usul

Usul aniqlanuvchi moddaning kaliy yodat ta'sirida, kislotali sharoitda oksidlanishiga asoslangan. Jarayon kaliy yodid ishtirokida borib, ekvivalent nuqtada erkin yod ajralib chiqadi va u kraxmal eritmasining ko'k rangga o'tishi yoki organik erituvchi qo'shish bilan aniqlanadi.



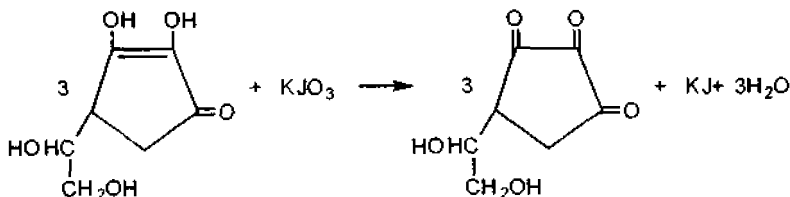
Eritmaning sharoiti o'ta kuchli kislotali bo'lsa, kimyoviy jarayon boshqa yo'nalishda ketib, kraxmal eritmasining rangini o'zgartirmaydigan JCl , JCl_2^- kabi mahsulotlar hosil bo'lishi mumkin. Bu usulning kamchiligi bo'lib, reaksiya ko'zlangan yo'nalishda ketishi uchun ma'lum tadbirlar ko'rishni taqazo etadi.

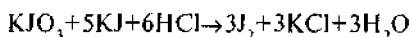


Kuchli kislotali sharoitda hosil bo'ladigan JCl_2^- kraxmal indikatorini bilan rangli birikma hosil qilmaydi. Bu holda eritmaga suv bilan aralashmaydigan organik erituvchi (xloroform, benzol) qo'shib, titrlash organik erituvchi qatlamida qizil-binafsha rang hosil bo'lguniga qadar davom ettiriladi.

Farmatsevtik tahlilda askorbin kislotasi, fitvazid, apressin kabilarning miqdori yodatometrik usul yordamida aniqlanadi.

Askorbin kislota miqdorini aniqlash





Aniqlash tartibi:

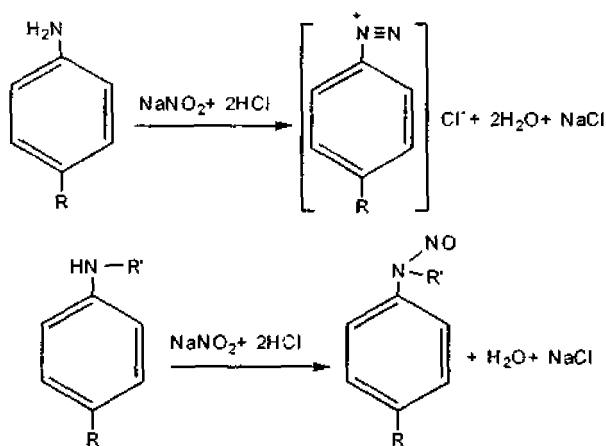
0,5 g (aniq tortma) askorbin kislotasi 50 ml hajmli o'lchov kolbasida eritilib, sùv bilan belgisigacha suyultiriladi. 10 ml eritmaga 0,5 ml 1% li kaliy yodid, 1 ml 2% li xlorid kislotasi va 2 ml kraxmal eritmalardan qo'shib, 0,1 mol/l kaliy yodat bilan turg'un ko'k rang hosil bo'lguniga qadar titrlanadi.

$E = M \cdot m / 2$, 1 ml 0,1 mol/l kaliy yodit 0,008806 g askorbin kislotasiga mos kelib, uning dori moddasidagi miqdori 99% dan kam bo'lmisligi kerak.

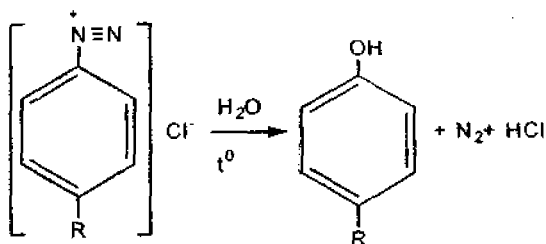
1.5.5. Nitritometrik usul

Bu usul tuzilishida birlamchi yoki ikkilamchi aromatik aminoguruh saqlagan dori moddalarning miqdorini aniqlashda keng qo'llaniladi. Shuningdek, nitroguruh saqlagan aromatik birikmalarni ham, dastlab nitroguruhni aminoguruhgacha qaytarib olib, so'ng tahlil qilish mumkin.

Nitritometrik usul birlamchi aromatik aminlarning kislotali sharoitda diazoniyl tuzi hosil qilishi, ikkilamchi aminlarning esa nitrozo-birikmalar hosil qilishiga asoslangan.



Reaksiya natijasida hosil bo'lgan diazoniyl tuzi beqaror modda bo'lib, xona haroratidan yuqori haroratda tezda parchalanib ketadi.



Shuningdek, tahlil aniqligi titrlanuvchi aralashmaning muhit sharoiti, jarayonning bir xil yo'nalishda borishi, titrlash tezligi, ekvivalent nuqtani aniqlash usuli kabi bir qancha omillarga bog'liq.

1. Ko'pchilik hollarda moddani aniq miqdori tortib olinib, 10 ml suvda eritilgach, 10 ml suyultirilgan xlorid kislotasi qo'shib, eritma hajmini suv bilan 80 ml gacha yetkazish tavsiya etiladi. Eritmada hosil bo'lgan pH diazotirlanish reaksiyasining borishi uchun qulay hisoblanadi.

Eritma pH muhitini hisoblash:

100 ml suyultirilgan xlorid kislotasida – 8,3 g HCl, bo'lsa 10 ml da – 0,83 g HCl bo'ladi.

80 ml eritmada – 0,83 g HCl bo'lsa 100 ml eritmada – 10,37 HCl, ya'ni eritmadagi xlorid kislotasining konsentratsiyasi 0,28 mol/l bo'ladi.

$$pH = -\lg[H^+] = -\lg 0,28 = 0,553$$

2. Titrlash 18°C dan past haroratda, ba'zi hollarda esa +5°C haroratda olib borilib, bu harorat reaksiya mahsulotining turg'unligini ta'minlaydi.

3. Diazotirlanish reaksiyasini tezlashtirish va bir xil yo'nalishda olib borish maqsadida eritmaga kaliy bromid qo'shiladi.

4. Tahlil aniqligiga titrlash tezligi ham ta'sir etadi, chunki diazotirlanish reaksiyasi sekinlik bilan ketadi. Titrlash ekvivalent nuqtaga 0,5 ml qolguncha qadar minutiga 2 ml dan, titrlash oxirida esa minutiga 1 tomchidan titrant qo'shish tezligida bajariladi.

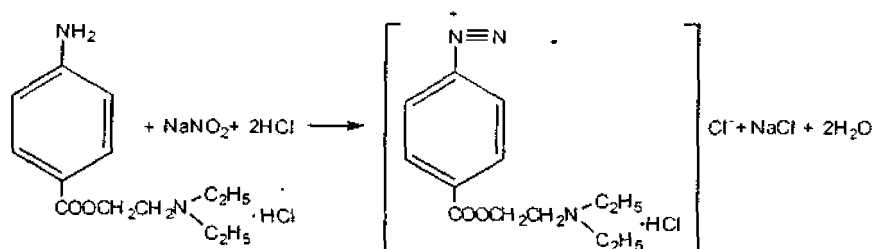
Titrlash tezligini tartibga solish uchun avvaldan titrant hajmini nazariy hisoblab olinadi.

5. Nitritometrik usulda tashqi va ichki indikatorlardan foydalanib, tashqi indikator sifatida yodkraxmal qog'ozi, flavokridin qog'ozi va boshqalar, ichki indikator sifatida esa tropeolin 00, neytral qizili va tropeolin 00 bilan metilen ko'ki eritmaları aralashmasi ishlatiladi.

6. Tekshiriluvchi eritmani titrlashdan avval nazorat tajribasi titrlanadi. Titrlash uchun sarf bo'lishi mumkin bo'lgan 0,1 mol/l natriy nitrit hajmi $V_{\text{amaliy}} = V_{\text{nazariy}} + V_{\text{nazorat}}$ bo'ladi.

Novokainning miqdorini aniqlash

Tahlil quyidagi kimyoviy jarayon bo'yicha boradi:



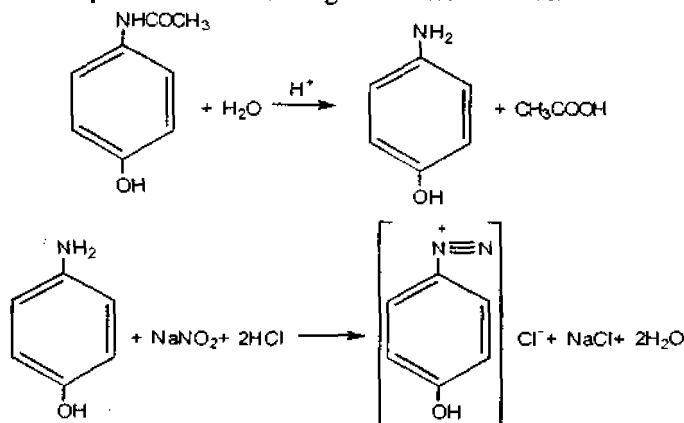
Aniqlash tartibi:

0,3 g novokain gidroklorid (aniq tortma) 10 ml suvda eritilib, 10 ml suyultirilgan xlorid kislota qo'shib, suv bilan eritmaning hajmi 80 ml ga yetkaziladi. Eritmaga 1 g kaliy bromid, 2 tomchi tropeolin 00 va 1 tomchi metilen ko'ki eritmalaridan qo'shiladi va sovitib turilgan holda (18–20°C dan past bo'lgan haroratda) 0,1 mol/l natriy nitrit bilan eritma qizil-binafsha rangdan ko'k rangga o'tguniga qadar titrlanadi. Titr-lash ekvivalent nuqtaga 0,5 ml qolgunicha minutiga 2 ml, so'ng minutiga 1 tomchi titrant qo'shish tezligida bajariladi.

E=M.m. 1 ml 0,1 mol/l natriy nitrit 0,2728 g novokainga mos kelib, uning dori moddasidagi miqdori 99,5% dan kam bo'lmasligi kerak.

Paratsetamolning miqdorini aniqlash

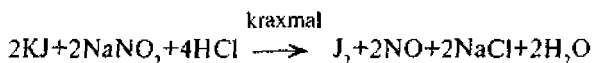
Dastlab ikkilamchi amin bo'lgan paratsetamol kislotali sharoitda gidrolizlash orqali birlamchi aminga o'tkazib olinadi.



Aniqlash tartibi:

0,25 g parasetamol (aniq tortma) 100 ml hajmli kolbada 10 ml suyultirilgan xlorid kislotasi qo'shib vertikal sovitgichga tutashirilgach, 1 soat davomida qaynatiladi.

Sovitgich 30 ml suv bilan yuvilib, kolbadagi suyuqlik diazotirlash kolbasiga o'tkaziladi (kolba og'zi mahkam berkitiladigan bo'lsa, diazotirlash kolbasiga o'tkazish shart emas). So'ng 1 g kaliy bromid qo'shib 0,1 mol/l natriy nitrit bilan titrlanadi. Ekvivalent nuqta yod kraxmal qog'ozini bilan aniqlanadi. Reaksiyon aralashmadan shisha tayog'cha yordamida yod kraxmal qog'oziga 1 tomchi tomizilganda ko'k rang hosil bo'lishi titrlash tugaganligini bildiradi.

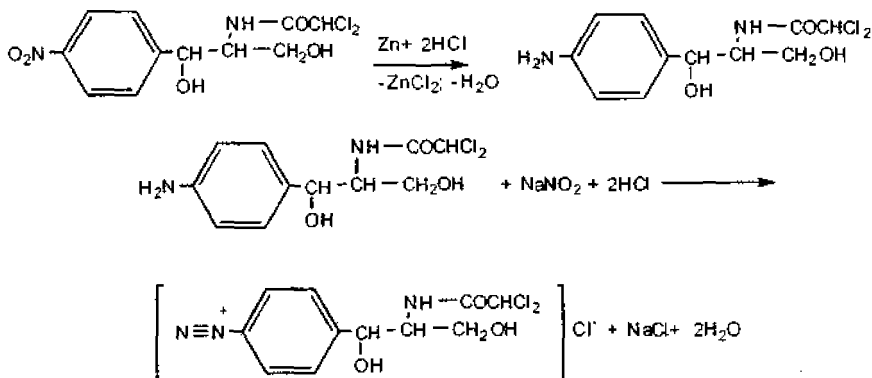


Bir vaqtning o'zida nazorat tajribasi ham o'tkaziladi.

E=M.m. 1 ml 0,1 mol/l natriy nitrit 0,01512 g parasetamolga mos kelib, uning dori moddada miqdori 98,5% dan kam bo'lmasligi kerak.

Levomitsetinning miqdorini aniqlash

Dastlab levomitsetindagi aromatik nitroguruh rux kukuni va xlorid kislotasi eritmasida qaytarish orqali aromatik aminoguruhga o'tkazib olinadi.



Aniqlash tartibi:

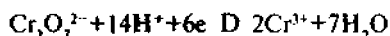
0,5 g levomitsetin (aniq tortma) 250 ml hajmli kolbaga solinib, 20 ml konsentrlangan xlorid kislotasi qo'shilgach, bir necha marta bo'lib-bo'lib 5 g rux kukuni va yana 10 ml konsentrlangan xlorid kislotasi qo'shiladi.

Qo‘shilgan ruxning hammasi eritilgandan so‘ng, eritma to‘laligicha diazotirlash kolbasiga o‘tkazilib, muz bilan sovitib turilgan holda 3 g kaliy bromid qo‘shilgach, sekinlik bilan 0,1 mol/l natriy nitrit bilan titrlanadi (indikator – yodkraxmal qog‘ozi).

E=M.m. 1 ml 0,1 mol natriy nitrit 0,03231 g levomitsetinga mos kelib, uning dori moddadagi miqdori 98,5% dan kam bo‘lmisligi kerak.

4.5.6. Bixromatometrik usul

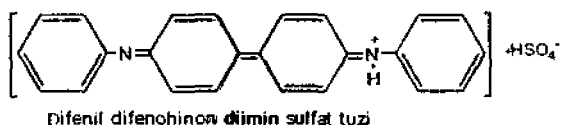
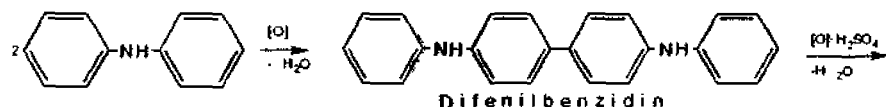
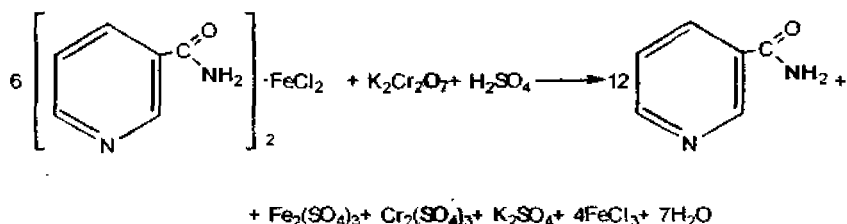
Farmatsevtik tahlilda bu usuldan metilen ko‘ki, akrixin, feramid, xloroform tarkibidagi etil spirti va h.k. aniqlanadi. Dori moddaning kimyoviy tuzilishiga qarab, ba’zi hollarda bixromat kaliy cho‘kma holiday kompleks birikma hosil qilsa, boshqa hollarda oksidlovchi bo‘lishi mumkin:



$$E^0 = 1,33 \text{ V}$$

Feramid tarkibidagi ikki valentli temir bo‘yicha bixromatometrik usulning bevosita titrlash turi bilan aniqlanadi.

Feramidning aniq miqdori suvda eritilib, sulfat kislotali sharoitda, difenilamin indikator ishtirokida suyuqlik yashil–binafsha rangga o‘tguniga qadar titrlanadi.



$$X = \frac{(V_n - V) \cdot K \cdot T \cdot 100 \cdot 100 \cdot 100}{a(100 - d) \cdot 50}$$

V —tekshiriluvchi eritmani titrlash uchun sarf bo'lgan 0,1 mol/l natriy tiosulfatning hajmi;

V_n —nazorat tajribasini titrlash uchun sarf bo'lgan 0,1 mol/l natriy tiosulfatning hajmi;

K —0,1 mol/l natriy tiosulfatning tuzatish koeffitsiyenti;

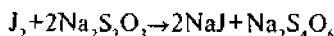
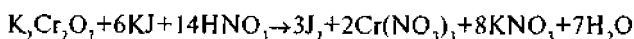
T —metilen ko'kining 0,1 mol/l kaliy bixromat bo'yicha titri;

a —metilen ko'kining aniq tortmasi massasi, g;

d —metilen ko'ki tarkibidagi namlikning foiz miqdori.

Xloroform tarkibidagi etil spirti miqdorini aniqlash

Xloroformning turg'unligini oshiruvchi modda sifatida unga etil spirti qo'shiladi. Jarayon etil spirtining nitrat kislotali sharoitda sirka kislotaga oksidlanishiga asoslangan. Bixromat kaliyning ortiqchasi esa yodometrik usul bilan aniqlanadi:



Aniqlash tartibi:

Hajmi 300–500 ml bo'lgan, og'zi mahkam berkitiladigan idishga 25 ml 0,1 mol/l kaliy bixromat, 25 ml konsentrlangan nitrat kislotaga qo'shib muz solingan suvda sovitilib, 1 ml xloroform qo'shilgach, vaqti—vaqti bilan chayqatib turilgan holda 5 minutga qoldiriladi. So'ng 100 ml suv, 5 ml kaliy yodid eritmasi solinib, 5 minutga qorong'i joyda qoldiriladi va ajralib chiqqan yod 0,1 mol/l natriy tiosulfat bilan titrlanadi.

Bir vaqtning o'zida nazorat tajribasi ham o'tkaziladi.

$E = M \cdot m / 4$. 1 ml 0,1 mol/l kaliy bixromat 0,00115 etil spirtiga mos kelib, uning xloroformdagi miqdori 0,6–1% bo'lishi kerak.

Etil spirtining foiz miqdori quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$X = \frac{(V_n - V_1) \cdot K \cdot T \cdot 100}{V}$$

V_n nazorat tajribasini titrlash uchun sarf bo'lgan 0,1 mol/l natriy tiosulfatning hajmi;

V_t tekshiriluvchi eritmani titrlash uchun ketgan 0,1 mol/l natriy tiosulfatning hajmi;

V tahlil uchun olingan xloroformning hajmi 0,1 mol/l;

K —0,1 mol/l natriy tiosulfatning tuzatish koeffitsiyenti;

T —etil spirtining kaliy bixromat bo'yicha g/ml lardagi titri.

4.5.7. Serimetrik usul

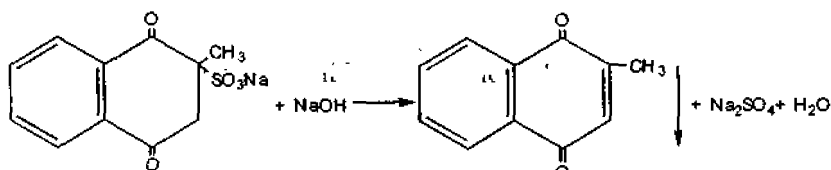
Usul kislotali sharoitda seriy (IV) — sulfatning seriy (III) sulfatigacha qaytarilishiga asoslangan. Titrant sifatida seriy (IV) sulfatning 0,1 mol/l yoki 0,01 mol/l eritmaları ishlatiladi.

$E^0=+1,44$ V. Bu usulda indikator sifatida ferroin yoki difenilamin olinadi. Farmatsevtik tahlilda arsen (III) oksid, temir (II) sulfat, amidopirin, tokoferol atsetat, vikasol, dixlotiazid va boshqa bir qator dori moddalarning miqdori ushbu usul yordamida aniqlanadi.

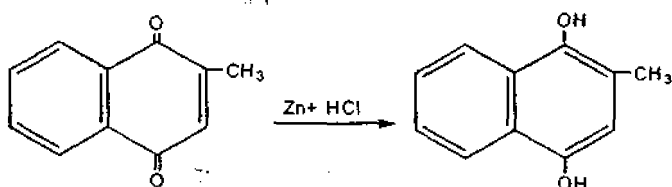
Vikasolning miqdorini aniqlash

Vikasolning miqdorini aniqlashda kimyoviy jarayon uch bosqichda boradi.

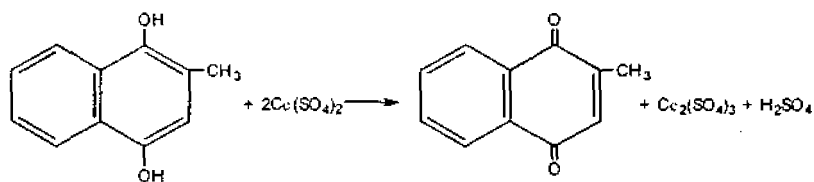
1. Vikasolga natriy gidroksid ta'sir ettirib, 2-metil-1, 4-naftaxinon hosil qilish:



2. 2-metil-1, 4-naftaxinonni 2-metil-1, 4-naftogidroxinongacha qaytarish:

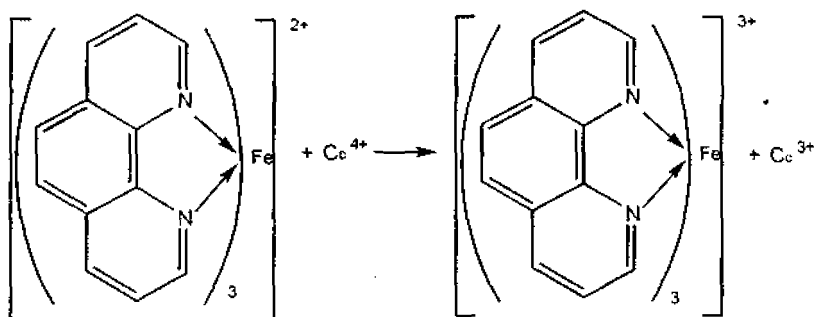


3. 2-metil-1, 4-naftogidroxinonni seriy (IV) sulfatning 0,1 mol/l eritmasi bilan 2-metil-1, 4-naftoxinongacha oksidlash:



Indikator — ferroin 0-fenantrolinni temir (II) sulfatning 1,48% li suvli eritmasida eritib tayyorlanadi.

Ekivalent nuqtada ferroin kompleksidagi Fe^{2+} oksidlanib Fe^{3+} ga o'tishi natijasida eritma yashil rangga bo'yaladi:



Aniqlash tartibi:

0,3 g vikasol (aniq tortma) 20 ml suvda eritilib, ajratish voronkasi-ga quyilgach, 5 ml 1 mol/l natriy gidroksid solib, 3 marta 20 ml dan xloroform bilan ekstraksiya qilinadi. Birlashtirilgan xloroformli ajratmani 10 ml suv bilan yuvib, qog'oz filtr orqali filtrlab, haydaladi va xona haroratida, vakuumda quruq qoldiq qolguniga qadar quritiladi. Qoldiq 15 ml muz holidagi sirka kislotada eritilib, 15 ml suyultirilgan xlorid kislotada va 3 g rux kukuni solib 30 minut qorong'i joyda qoldiriladi. Eritma tezlik bilan filtrlanib, kolbadagi qoldiq va filtr 3 marta 10 ml dan suv bilan yuvilgach, birlashtirilgan filtratga 2-3 tomchi 0-fenontrolin eritmasi tomizilib, 0,1 mol/l seriy (IV) sulfat bilan yashil rang hosil bo'lguniga qadar titrlanadi.

Bir vaqtning o'zida nazorat tajribasi ham o'tkaziladi.

$E = M \cdot m / 2$. 1ml 0,1 mol/l seriy sulfat 0,01652 g vikasolga mos kelib, uning dori moddadagi miqdori 95% dan kam bo'lmasligi kerak.

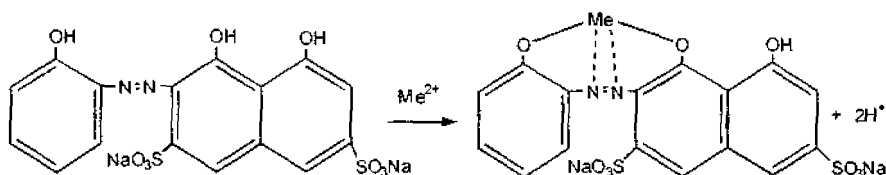
4.6. KOMPLEKSONOMETRIK USUL

Kompleksonometrik usul yordamida asosan ikki, uch va to'rt valentli metal tuzlarining miqdori aniqlanadi. Bu usul metal ionlarining poliaminopolikarbon kislotalar va ularning tuzlari bilan suvda eruvchan barqaror ichki kompleks tuzlar hosil qilishiga asoslangan. Tahlil olib borishda titrant sifatida etilendiamintetrasirka kislotasining dinatriyli tuzi olinadi. Uni shartli ravishda komplekson (III) yoki Trilon B deb ataladi. Kompleksonometrik usulda ekvivalent nuqtani aniqlashda asosan metal indikatorlar ishlatiladi. Shu bilan birga ekvivalent nuqtani fizikaviy usullaridan potensiommetrik va ampermetrik usul yordamida ham aniqlanadi. Trilon B metal ionlari bilan, ularni necha valentligidan qat'iy nazar, stexiometrik birikkan holda xelat kompleks birikma hosil qiladi.

Etildiamintetrasirka kislolaning dinatriyli tuzi metal ionlari bilan hosil qilgan kompleks birikmaning barqarorligi, metall ionining zaryadiga va eritmaning pH muhitiga bog'liq bo'ladi. Titrlanadigan eritmaning rN ini kerakli bo'lgan rN muhitga keltirish uchun turli bufer eritmalardan foydalaniladi.

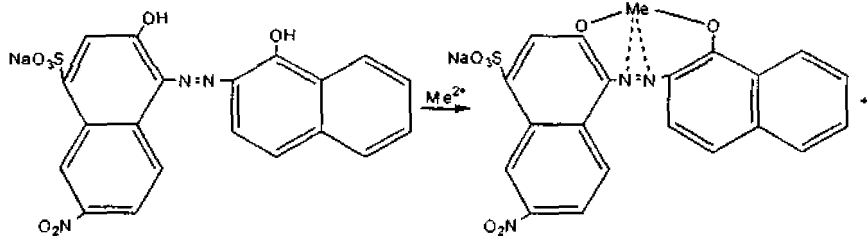
Uch, to'rt valentli metall ionlari, Trilon B bilan kislotali, ikki valentli va og'ir metal ionlari esa asosan ishqoriy yoki qisman kislotali muhitlarda kompleks birikma hosil qiladi.

Kompleksonometrik usulda ishlatiladigan indikatorlarni metall indikatorlar deb ataladi. Bu indikatorlar o'zlarining kimyoviy tuzilishiga qarab turli guruhlariga kiradi. Ular kislotali yoki ishqoriy muhitda metall ionlari bilan turli xil rangdagi kompleks tuzlarini hosil qiladi. Boradigan jarayonni quyidagi kimyoviy reaksiyalar bilan ifodalash mumkin:



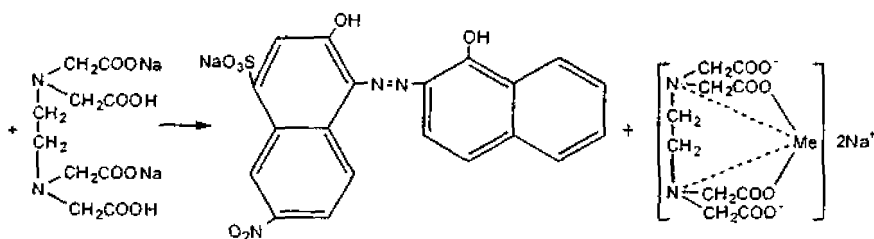
Kislotali xrom to'q ko'k, ko'k rangli, pH=9,5–10,0 Qizil rangli, pH=9,5–10,0

yoki

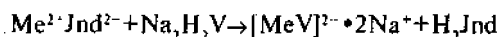
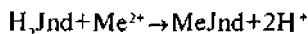


Kislotali xrom qora, pH=9,5-10,0

Qizil rangli pH=9,5-10,0



yoki



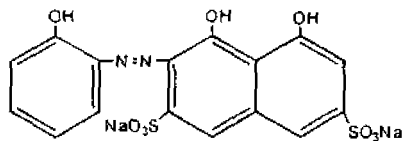
Kompleksonometrik usulda metall ionlarni aniqlashda indikatorlardan berillon II UPEA, kalsion UPEA, kislotali xrom to'q ko'k, ksilenol pushtisi, magnezon UPEA, metiltimol ko'ki, mureksid, pirokatexin binafsha rang, sulfarsazen (plyumbon UPEA), xromazurol, kislotali xrom qora (erixrom qora T) va boshqalar qo'llanishi mumkin.

Kalsiy ionini aniqlash uchun kislotali xrom ko'k, kalsion UPEA, mureksid olinadi.

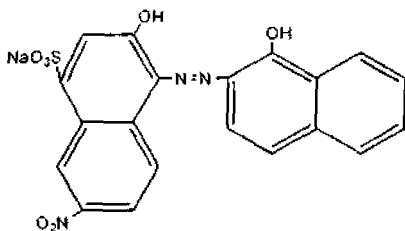
Magniy ionini aniqlash uchun erioxrom qora T, berillon II UPEA va magnezon UPEA, rux ionini aniqlash uchun sulfarsazen va erioxrom qora T, vismut ionini aniqlash uchun pirokatexin binafsha rang va ksilenol pushtisi olinadi.

Qo'rg'oshin ionini aniqlashda esa sulfarsazen va ksilenol pushtisi, simob ionini aniqlashda erioxrom qora T olinadi.

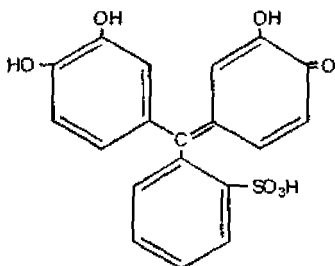
Ba'zi bir metal indikatorlarining tuzilish formulasi:



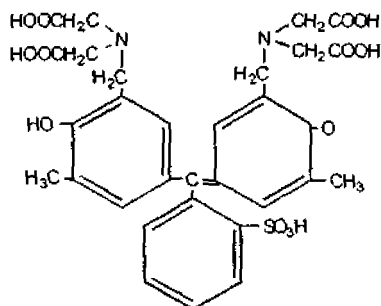
Kislotali xrom to'q-ko'k



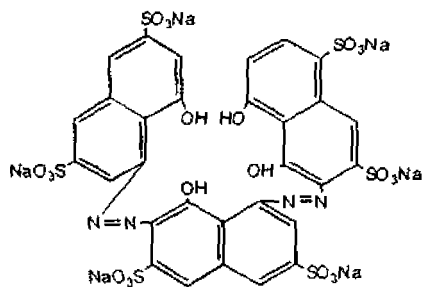
Erioxrom qora



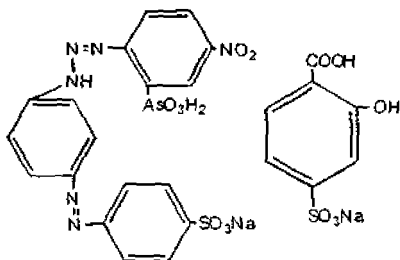
Pirokatexin binafshasi



Ksilentol pushtisi (KO)



Kalsion (erixrom qora) sulfarsazen



Natriy sulfasalitsilat

Kalsiy xlorid miqdorini aniqlash

Aniqlash tartibi:

0,8 g atrofida (aniq tortma) kalsiy xlorid 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga suv bilan yuvib o'tkaziladi va suv bilan belgigacha yetkaziladi. Hosil bo'lgan eritmadan 25 ml olib, 250 ml hajmli kolbaga solib, 5 ml

ammiakli bufer ($rN=9,5-10,0$) va 7 tomchi erixrom ko'ki eritmasi (20–30 mg quruq kukuni) qo'shib, 0,05 mol/l Trilon B eritmasi bilan ko'k binafsha rang hosil bo'lguniga qadar titrlanadi. 1 ml 0,05 mol/l Trilon B, 0,01095 g kalsiy xloridga to'g'ri keladi. Kalsiy xloridning miqdori 98% dan kam bo'lmasligi kerak.

V bo'lim

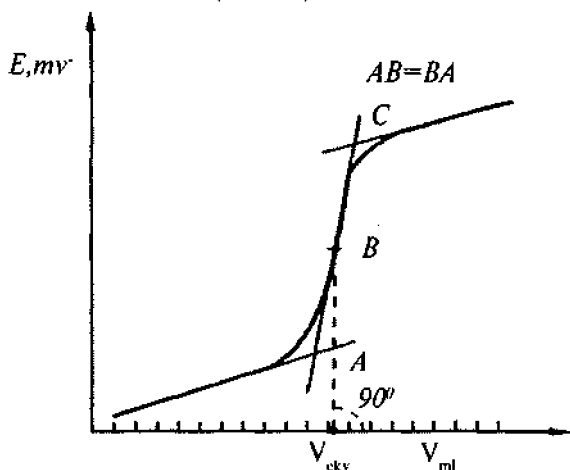
DORI VOSITALARI MIQDORIY TAHLILINING FIZIKAVIY VA FIZIK-KIMYOViy USULLARI

5.1. POTENSIOMETRIK TITRLASH USULI

Potensiometrik titrlash – neytrallash, cho'kma va kompleks hosil qilish, oksidlanish-qaytarilish va boshqa usullar yordamida bajariladigan miqdoriy tahlilda ekvivalent nuqtani aniqlash uchun qo'llaniladi. Rangli va loyqa eritmalarini titrlash uchun ham ushbu usuldan foydalanish mumkin. Bu usulda titrlash jarayondagi alohida tanlangan elektrod juftligida hosil bo'ladigan elektr yurituvchi kuchini (EYK) o'lchash orqali titrantni ekvivalent hajmi aniqlanadi.

Elektrod juftligi taqqoslash elektrodi va indikator elektroddan iborat. Indikator elektrod potentsiali titrlash jarayonida faol qatnashuvchi yoki hosil bo'luvchi ionlar konsentratsiyasi bilan bog'liq bo'lib, taqqoslash elektrodining potentsiali doimiy qiymatini saqlab qoladi. Titrlanganda elektrod juftligi odatda tekshiriluvchi eritmaga tushiriladi.

Taqqoslash elektroddan diffundirlanayotgan ionlar titrlash jarayoniga to'sqinlik qilsa, taqqoslash elektrodi va tekshiriluvchi eritma elektrolitik ko'priq orqali tutashtiriladi. Ushbu elektrolitik ko'priq ionlari to'sqinlik qilmaydigan elektrolit eritmasi bilan to'ldirilgan P-shakldagi naycha ko'rinishda bo'ladi (9-rasm).



9-rasm. Potensiometrik titrlash usulida ekvivalent nuqtani aniqlash.

Suvsiz sharoitda potensiometrlik titrlash usulida elektrolitik ko'priki yoki taqqoslash elektrodi kaliy yoki litiy xloridni tegishli suvsiz erituvchidagi eritmalari bilan to'ldiriladi.

Tahlil davomida titrlangan eritmani byuretkadan bir xil miqdorda aralashtirib turilgan holda qo'shiladi. Ekvivalent nuqtaga yaqinlashganda titrantni 0,1 ml yoki 0,05 ml dan qo'shib, har gal EYK o'lchanadi.

Indikatorli elektrod va taqqoslash elektrodi orasidagi potentsiallar farqidan paydo bo'ladigan EYK yuqori om li potensiometr yordamida (pH-metr bilan) o'lchanadi. Ekvivalent nuqtaga yaqinlashgan sari EYK qiymati keskin o'zgarib, EYK o'zgarishi (ΔE) titrlovchi miqdorining o'zgarishiga (ΔV) nisbatini mutloq qiymati bu nuqtada maksimal bo'ladi.

Titrlash natijasini grafikda ifodalab, hosil bo'lgan egri chiziq yor-

damida ekvivalent nuqtani hisoblash yo'li bilan $\frac{\Delta E}{\Delta V}$ va $\Delta\left(\frac{\Delta E}{\Delta V}\right)$ maksimal qiymatini aniqlash mumkin.

XI Davlat farmakomeyasidagi "Potensiometrlik titrlash" umumiy maqolasida potensiometrlik titrlash egri chizig'i, titrantning ekvivalent miqdorini hisoblash namunasi, turli usullarda titrlashda elektrod tizimini tanlash jadvali keltirilgan. Kislotali-asosli titrlashda – shisha elektrod, cho'ktirish usuli qo'llanganda – kumush elektrod qo'llanadi. Oksidlanish-qaytarilish reaksiyasiga asoslangan usullarda platinali indikator elektrod qo'llanadi.

Potensiometrlik titrlash orqali fenazepam miqdorini aniqlash

0,3 g fenazepam (aniq tortma) 20 ml xloroformda eritiladi, 20 ml sirka anhidridi qo'shiladi va 0,1 mol/l perxlorat kislota eritmasi bilan potensiometrlik usulda titrlanadi. Indikator elektrodi sifatida shisha elektrod qo'llanadi. Bir vaqtning o'zida nazorat tajribasi o'tkaziladi. 1 ml 0,1 mol/l perxlorat kislota eritmasi 0,03496 g fenazepamga mos keladi (preparatning miqdori 99,0% dan kam bo'lmasligi kerak).

Ampitsillinning 250–500mg jelatinli kapsulasi miqdoriy tahlili

Reaktivlar: suyultirilgan natriy gidroksid eritmasi (42 g/l) perxlorat kislota eritmasi 1 mol/l (suvli) eritmasini tayyorlash uchun (8,6 ml 70%

perxlorat kislotasi 100 ml o'lov kolbasida belgisigacha suv bilan yetkaziladi);

atsetat buferi eritmasi (pH 4,8);

formamid — tahlil uchun toza namunasi;

0,05 mol/l simob perxlorat eritmasi.

Aniqlash tartibi:

0,1000 g (aniq tortma) suvsiz ampitsillinga mos keladigan maydalangan kukun titrlash kolbasiga o'tkazilib, suyultirilgan natriy gidroksid eritmasidan qo'shiladi va 10 minut davomida elektromagnit aralashtirgich yordamida aralashtiriladi. So'ngra perxlorat kislotaning 4,6 ml eritmasi, 20 ml bufer eritmasi, 5 ml formamid eritmasi qo'shiladi va simob perxlorat eritmasi bilan 0,6 ml/min. tezlikda (platinali va kalomel elektrodleri ishtirokida) potensiomertik grafikda bukilishgacha (a — chiqim) titrlanadi.

1 ml 0,05 mol/l simob perxlorat eritmasi 0,01747 g suvsiz ampitsillinga mos keladi.

Ampitsillinning foiz miqdori (A) quyidagi formula bo'yicha hisoblanadi:

$$A = \frac{a \cdot 0,01747 \cdot 100}{n}$$

bunda:

a —0,05 mol/l simob perxlorat eritmasining titrlash uchun ketgan ml miqdori;

n —namuna og'irligi, g.

Suvsiz ampitsillinning bitta jelatina kapsuladagi miqdori quyidagi formula bo'yicha hisoblanadi:

$$P = (A - B) \cdot \frac{m}{d}$$

d —suvsiz ampitsillinning ko'rsatilgan gramm miqdori, g;

A —ampitsillinning foiz miqdori;

B —parchalanish mahsulotlarining foiz miqdori;

m —bir jelatina kapsulaning o'rtacha ogirligi, g.

Parchalanish mahsulotlarini aniqlash

Reaktivlar: formamid — tahlil uchun toza namunasi;

atsetat bufer eritmasi (pH 4,8);
0,05 mol/l simob perxlorat eritmasi.

Aniqlash tartibi:

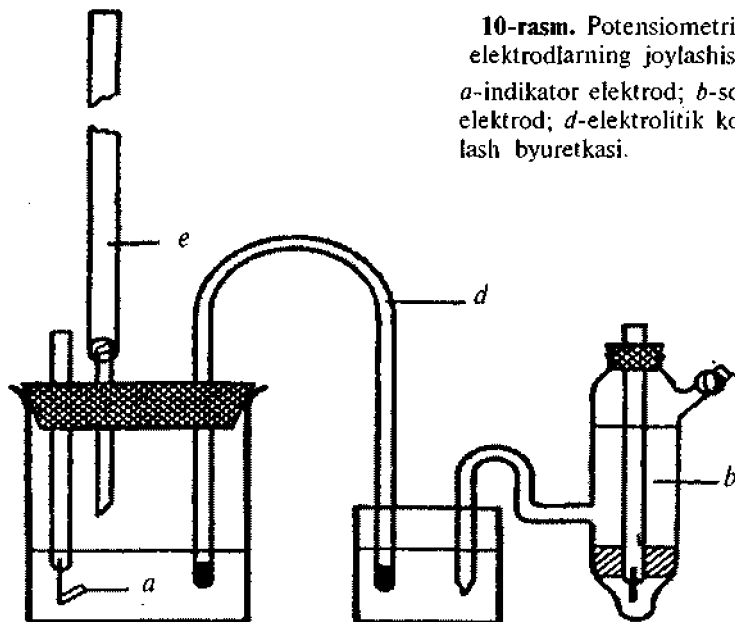
0,5 g (aniq tortma) suvsiz ampitsilliga mos keladigan maydalangan kukun tortib olinib, titrlash kolbasiga o'tkaziladi, so'ngra 10 ml formamid va 10 ml suv qo'shiladi. Aralashma 10 minut davomida ultratovush hammomida tortma erib ketgunicha chayqatiladi. Keyin 20 ml bufer eritmasi qo'shiladi va simob perxlorat eritmasi bilan suvsiz ampitsillin miqdorini aniqlashdagi kabi titrlanadi (b-chiqim).

Parchalanish mahsulotlarining foiz miqdori quyidagi formula bo'yicha aniqlanadi:

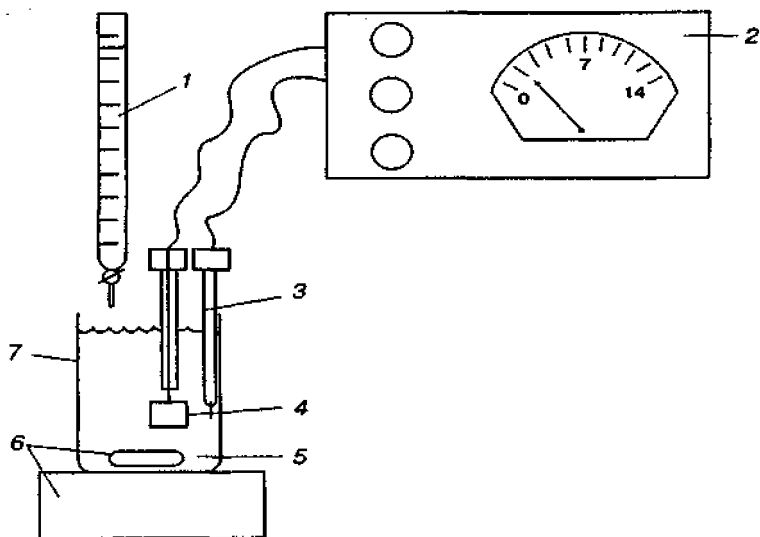
$$B = \frac{b \cdot 0,01747 \cdot 100}{n}$$

bunda *b*—titrlash uchun sarflangan 0,05 mol/l simob perxlorat eritmasi miqdori;

n—ampitsillin kukunining aniq tortmasi, g.



10-rasm. Potensiometrik titrlashda elektrodning joylashish chizmasi. *a*—indikator elektrod; *b*—solishtiriluvchi elektrod; *d*—elektrolitik ko'priq; *e*—titrlash byuretkasi.



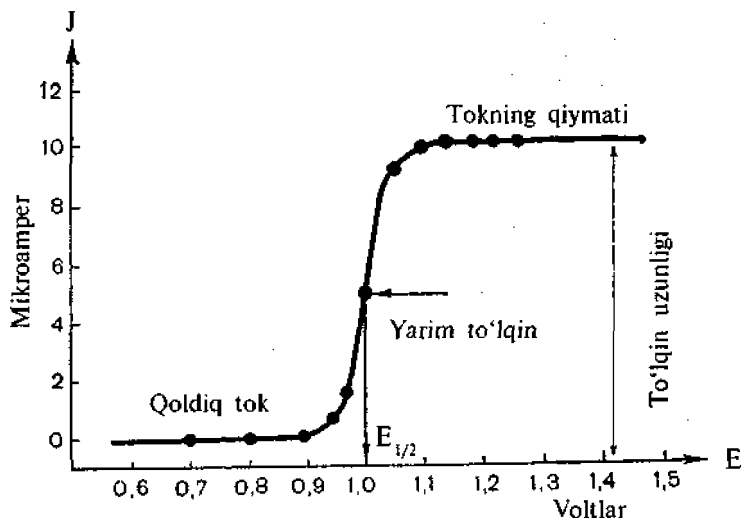
11-rasm. Potentsiometrik titrlash uskunasi.

1—titrlash byuretkasi; 2—millivolt yoki pH ko'rsatkichli potentsiometr;
3—standart elektrod (solishtiriluvchi elektrod); 4—indikator elektrod; 6—elektromagnit aralashtirgich; 7—titrlash idishi.

5.2. POLYAROGRAFIK USUL

Polyarografik usul — tekshiriluvchi moddaning elektroliz jarayonida qaytarilishi yoki oksidlanishi natijasida hosil bo‘ladigan tok kuchini o‘lchashga asoslangan elektrokimyoviy tahlil usulidir.

Moddaning elektrolizi jarayonida hosil bo‘ladigan elektr tokining yacheykaga ta‘sir ettirilgan kuchlanishga bog‘liqligi volt-ampere grafigi tarzida ifodalaniib, “polyarografik to‘lqin” deyiladi (12-rasm).



12-rasm. Volt-ampere grafigi.

Jarayon elektroliz idishi (elektrolizer), tomchili simob elektrodidan iborat bo‘lgan mikrokatod va katta yuzaga ega bo‘lgan elektrolizer tubiga solingan simob yoki to‘yingan kalomel anodidan iborat bo‘lgan elektrolitik yacheykada olib boriladi (rasm 13).

Elektroliz boshlanishida elektrodga beriladigan sekinlik bilan ortib boruvchi kuchlanish ta‘sirida tok kuchi juda oz o‘zgarib, bu volt-ampere grafigida “qoldiq tok” deyiladi. Tahlil qilinayotgan moddaning qaytarilish potentsiali qiymatida tok kuchining keskin ravishda ortishi kuzatilib, bu “tok ortishining chegara qiymati” deyiladi.

“Tok ortishining chegara qiymati”da elektrod yuzasida qaytarilgan modda konsentratsiyasi bilan eritmaning asosiy moddasidan elektrod atrofiga diffuziyalanadigan modda konsentratsiyalari orasida muvozanat hosil bo‘ladi. Modda diffuziyalanishdan tashqari elektr maydonning kuchi ta‘sirida ko‘chish (migratsiya) orqali ham katodga o‘tishi mumkin.

Diffuziya toki Ilkovich tenglamasi bilan tavsiflanadi.

$$J_d = 607 \cdot n \cdot D^{1/2} \cdot m^{2/3} \cdot t^{1/6} \cdot c$$

formulada:

J_d —o'rtacha diffuzion tokning mikroamperlardagi qiymati;

n —reaksiyada ishtirok etuvchi elektronlar soni;

D —diffuziya koeffitsiyenti, sm^2/sek larda;

m —kapilyardan oqib tushadigan simobning mg/sek lardagi miqdori;

t —bitta tomchining hosil bo'lish vaqti;

c —aniqlanuvchi moddaning mol/l lardagi konsentratsiyasi.

Ilkovich tenglamasiga ko'ra, o'rtacha diffuzion tok tekshiriluvchi namunadagi modda konsentratsiyasiga to'g'ri mutanosib bo'lib, haroratga va kapillar tavsifiga ham bog'liq. Kapillar 0,03–0,05 mm diametrga va 6–10 sm uzunlikka ega bo'lishi kerak. Kapillyarning ustki qismidan elektrolizerdagi simob yuzasigacha bo'lgan simob ustunining balandligi 40 sm dan 80 sm gacha bo'lib, kapillarning aniq uzunligi va simob ustunining balandligi tomchi hosil bo'lish vaqti 3–5 sekund etib moslashtiriladi.

Polyarografik yacheykaning harorati $\pm 0,5^\circ\text{C}$ atrofida doimiy bo'lib, haroratning 1°C gacha o'zgarishi diffuzion tokning 2–3% ga o'zgarishiga olib keladi.

Polyarografik to'lqin moddani sifat va miqdor jihatdan tavsiflash imkonini beradi.

Yarimto'lqin potensialining qiymati ($E_{1/2}$) polyarografiyalanuvchi moddaning sifat tavsifnomasi bo'lib, to'yingan kalomel elektrodiga nisbatan o'lchanadi. U eritma tarkibiga bog'liq bo'lib, pH ga va eritmaga kompleks hosil qiluvchi moddalar qo'shilishiga qarab o'zgarishi mumkin.

Polyarografik sifat tahlilida tekshiriluvchi namunadagi modda konsentratsiyasi bilan mutanosib bo'lgan diffuziya toki ortishining chegara qiymatlarini o'lchashga asoslangan ko'chib o'tuvchi (migratsion) tokni kamaytirish va tekshiriluvchi eritmaning elektr o'tkazuvchanligini oshirish maqsadida "fon" deb atalgan elektrolitdan 50–100 hissa ortiq qo'shiladi.

"Fon"ning qaytarilish potentsiali volt-amper grafigida aniqlanuvchi modda potentsialiga nisbatan manfiyroq maydonda joylashadi.

Polyarografik miqdoriy tahlil kalibrlangan grafik tuzish, standart namunadan foydalanish va qo'shimchalar qo'shish usullari bilan o'tkaziladi.

MTX talabi bo'yicha tayyorlangan tekshiriluvchi eritma harorati $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ oralig'ida doimiy bo'lgan elektrolizerga quyilgach, polyarografik faol kislorodni siqib chiqarish maqsadida 10–15 minut davomida undan azot yoki vodorod o'tkaziladi. Faol kislorodni natriy sulfit yoki metol-(n–metilaminooksifenol) qo'shish orqali ham bog'lash mumkin.

Tomchili simob elektrod tekshiriluvchi eritmaga joylashtirilgach, simob tomchilarining oqib tushishi moslashtirilib, xususiy maqolada ko'rsatilganiga ko'ra polyarogramma olinadi. Bir vaqtning o'zida standart namunaning polyarografik to'lqini olinib, uning balandligi (mm larda) grafik bo'yicha topiladi.

Tekshiriluvchi eritma tarkibidagi aniqlanuvchi moddaning miqdori quyida ko'rsatilgan usullardan biri bo'yicha hisoblanadi.

1. Kalibrlangan grafik tuzish usuli.

Bu usuldan foydalanilganda standart namunaning turli konsentrat-siyalardagi eritmaları tayyorlanib, polyarogrammalari olingach, to'lqinlarning balandligi o'lchanadi. Olingan qiymatlar asosida koordinatalari to'lqin balandligi – konsentratsiyadan iborat kalibrlangan grafik tuziladi.

So'ng tekshiriluvchi eritmaning polyarogrammasi olinib, to'lqin balandligi aniqlangach, kalibrlangan grafikdan foydalanib, uning konsentratsiyasi topiladi.

Bu usul bir turkum dori vositalarini tahlil qilish uchun qulay.

2. Standart namunadan foydalanish usuli

Tekshiriluvchi eritmaning taxminiy konsentratsiyasi ma'lum bo'lsa, standart namunaning turli konsentratsiyalardagi bir qator eritmalarini tayyorlamasdan, konsentratsiyasi tekshiriluvchi eritma konsentratsiyasiga yaqin bo'lgan 2–3 eritma tayyorlash va ularning polyarogrammalarini olish orqali eritma konsentratsiyasini aniqlash mumkin.

$$C_x = \frac{C_{st} \cdot H_x}{H_{st}}$$

formulada:

C_x – tekshiriluvchi eritmaning konsentratsiyasi;

C_{st} – standart namuna eritmasining konsentratsiyasi;

H_x – tekshiriluvchi eritma polyarogrammasidagi to'lqin balandligi;

H_{st} – standart namuna eritmasi polyarogrammasidagi to'lqin balandligi.

α —oʻlchangan burilish burchagi, gradus;

L —qatlam qalinligi, dm;

S —eritmaning foiz miqdori.

Suyuq holdagi dori moddalarning solishtirma burilish burchagi esa quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha}{L \cdot P}$$

Optik faol modda burilish burchagi orqali uning eritmadagi konsentratsiyasi va tozaligi aniqlanadi. Moddaning tozaligini solishtirma burilish burchagini hisoblash orqali aniqlanadi.

Optik faol moddalarning foiz miqdori quyidagi formula orqali topiladi:

$$C = \frac{\alpha \cdot 100}{[\alpha] \cdot l}$$

$[\alpha]_D$ qiymati maʼlum oraliqdagi konsentratsiya uchun doimiydir.

Moddaning burilish burchagini 0,002 aniqlikda oʻlchash imkonini beradigan polyarimetrlarda oʻlchanadi.

Buning uchun avval: toza suyuq moddalar uchun boʻsh kyuveta orqali, eritmalar uchun esa erituvchi orqali uskuna nol nuqtasiga keltiriladi. Nol nuqtada analizator prizmalarining ikkala koʻrish maydoni bir xil yoritilgan bulishi lozim.

Bu jarayon uch marotaba takrorlanadi va uning oʻrtacha qiymati prizmaning “nol” holati deb qabul qilinadi. Soʻngra tekshiriluvchi moddaning burilish burchagi aniqlanadi. Tekshiriluvchi moddaning burilish burchagi bilan “nol” nuqta orasida farq burilish burchagini (α) koʻrsatadi (16-rasm).

Solishtirma burilish burchagi orqali dori vositalarining sifati aniqlanadi.

Xinin gidroxloridning 0,1 M xlorid kislotasidagi tayyorlangan 3% li eritmasining solishtirma burilish burchagi — 245° atrofida boʻlishi lozim.

Mentol miqdorini aniqlash

Aniqlash tartibi:

2,0 g mentol (aniq tortma) 20 ml 25% li spirtida eritilib, qalinligi 10 sm boʻlgan kyuvetaga solinib, polyarimetrdagi eritmaning burilish burchagi aniqlanadi. Dori moddasidagi mentolning foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$C = \frac{\alpha \cdot 100 \cdot V}{[\alpha]_D \cdot l \cdot a}$$

formulada:

α – eritmaning burish burchagi;

$[\alpha]_D$ – mentol eritmasining solishtirma burish burchagi – adabiy

manbalarda keltirilgan ma'lumotga ko'ra – 43° - 51° ga teng;

a – tahlil uchun olingan mentolning aniq miqdori, g;

l – kyuvetaning qatlam qalinligi – 1 dm;

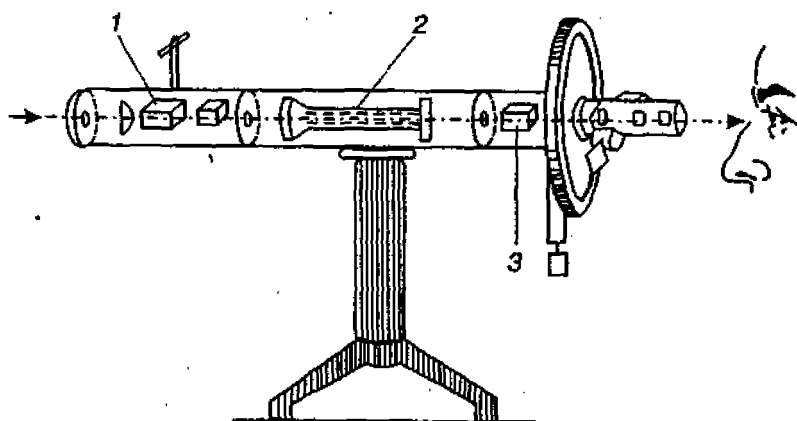
V – tekshiriluvchi eritmaning hajmi.

Riboflavinning solishtirma burish burchagini aniqlash

Aniqlash tartibi:

0,1 g riboflavin (aniq tortma) 4 ml 0,1 m kaliy gidroksidning spirtli eritmasida eritilib, tozalangan suv bilan eritmaning hajmi 20 ml ga yetkaziladi va eritma tayyorlanganidan so'ng 30 minut o'tguniga qadar polyarimetrdan burish burchagi aniqlanadi.

Riboflavinning solishtirma burish burchagi – 110° dan – 130° gacha bo'lishi lozim.



16-rasm. Polyarimetrdan tuzilish chizmasi.

1 – polarizator prizmasi; 2 – aniqlanuvchi eritma solingan kyuveta;

3 – analizator prizmasi.

5.5. ELEKTROMAGNIT NURLANISHNING YUTILISHIGA ASOSLANGAN USULLAR

5.5.1. Tahlilning fotometrik usullari

Fotometrik usullarga tekshiriluvchi eritma tomonidan nurning yutilishiga — absorpsiyasiga asoslangan fotoelektrokolorimetrik va spektrofotometrik usullar kiradi. Bu usullar elektromagnit nurlanishning tanlab yutilishiga asoslangan bo'lib, bunda molekuladagi yoki iondagi elektronlar holati asosiy ahamiyat kasb etadi.

Har qanday modda tebranish soni (chastotasi) ma'lum bir qiymatga ega bo'lgan elektromagnit nurni yutadi. Elektromagnit nurlanish to'liq va korpuskular xossalarga ega bo'lib, nurlanish va yutilish jarayonlari kvantlar tarzida amalga oshadi:

$$\Delta E = h\nu = h \cdot \frac{c}{\lambda}$$

formulada:

ΔE —nurlanish energiyasining yutilish jarayonidagi o'zgarishi;

h —Plank doimiysi ($6,5 \cdot 10^{-27}$ erg/s);

ν —tebranish soni (chastota);

c —nurning bo'shliqdagi tezligi ($3 \cdot 10^{10}$ sm/s);

λ —to'liq uzunligi.

Tebranish soni gerlar bilan, to'liq uzunligi esa sm, mkm (10^{-6} m), nm (10^{-9} m) va angestremlar ($1\text{\AA} = 10^{-10}$ m) bilan ifodalanadi.

Ba'zan nurlanish to'liq soni bilan ham tavsiflanadi:

$$\nu' = \frac{1}{\lambda} = \frac{1}{c} \cdot \nu$$

ν' —nurning 1 sm iga to'g'ri kelgan to'liq soni bo'lib, sm^{-1} larda ifodalanadi. Monoxromatik nurning modda tomonidan yutilish intensivligini nur yutilishining birlashgan qonuni — Buger-Lambert-Ber qonuni orqali tushuntiriladi.

Monoxromatik nur modda (yoki uning eritmasi)ga yo'naltirilganda uning bir qismi kyuveta devorlaridan qaytib, ikkinchi qismi yutilib, uchinchi qismi esa kyuvetadan o'tadi. Agar monoxromatik nurning dastlabki intensivligini J_0 , kyuvetadan qaytgan nur intensivligini J_k , modda tomonidan yutilgan nur intensivligini J_{yu} va eritmadan o'tgan nur intensivligini J bilan belgilasak, $J_0 = J_k + J_{yu} + J$ bo'ladi.

Fotometrik usullarda solishtiriluvchi va tekshiriluvchi eritmalar so-

lingan kyuvetalar bir xil bo'lganligi uchun J_k ni e'tiborga olmasak, $J_0 = J_{yuv} + J$ bo'lib, yutilgan nur intensivligi Buger-Lambert-Ber qonuni orqali aniqlanadi:

$$\lg \frac{J_0}{J} = \kappa \cdot c \cdot l, \quad \frac{\lg J_0}{J} = D \quad D = \kappa \cdot c \cdot l$$

yoki

$$D = E_{icw}^{1\%} \cdot c \cdot l \quad D = \varepsilon \cdot c \cdot l$$

formulalarda:

J_0 —nurning dastlabki intensivligi;

J —eritmadan o'tgan nur intensivligi;

κ —yutilish ko'rsatkichi;

D —eritmaning optik zichligi;

$E_{icw}^{1\%}$ —solishtirma yutilish ko'rsatkichi;

ε —molyar yutilish ko'rsatkichi yoki ekstinksiya koeffitsienti;

l —eritma qatlaming qalinligi;

c —eritmaning konsentratsiyasi.

Nur yutilishining birlashgan qonuni Buger-Lambert va Ber qonunlari asosida keltirib chiqariladi.

Buger-Lambert qonuni nurning yutilishini yutuvchi eritmaning qatlam qalinligiga bog'liqligini ifodalaydi.

$$\frac{J}{J_0} = 10^{-k \cdot v} \quad \text{yoki} \quad \lg \frac{J_0}{J} = k \cdot v$$

k —yutilish ko'rsatkichi.

Ber qonuni esa nurning yutilishini eritma konsentratsiyasi bilan bog'laydi.

$$k = \kappa \cdot c$$

κ —konsentratsiyasi birga teng bo'lgan eritmaning yutilish ko'rsatkichi

$$\frac{J}{J_0} = 10^{-k \cdot v}; \quad \frac{J}{J_0} = 10^{-\kappa \cdot c \cdot v} \text{ (lg)};$$

$$\lg \frac{J}{J_0} = -\kappa \cdot c \cdot v \cdot \lg 10; \quad \lg 10 = 1$$

1. Refraktometrni sozlash

2. Tekshiriluvchi eritmaning nur sindirish ko'rsatkichini aniqlash va uni, agar lozim bo'lsa, normal haroratga o'tkazish

3. Hisoblash formulasi yoki refraktometrik jadvaldan foydalanib, aniqlanuvchi moddaning foiz yoki gramm miqdorini hisoblash.

Refraktometr tozalangan suv yordamida sozlanib, buning uchun kamida besh marotaba nur sindirish ko'rsatkichi aniqlanadi va tozalangan suvning aniqlangan nur sindirish ko'rsatkichlari bilan solishtirilganda farq (Δn_D^{20}) 0,0002 dan ortiq bo'lmasligi kerak.

Tekshiriluvchi eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi aniqlanib, lozim bo'lsa normal haroratga o'tkaziladi. Eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi $n = n_0 + CF$ formula bilan ifodalangan uchun eritmaning konsentratsiyasi

$$C = \frac{n - n_0}{F}$$

formula bilan hisoblanadi.

C —eritmaning foiz konsentratsiyasi;

n —eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi;

n_0 —erituvchining nur sindirish ko'rsatkichi;

F —refraktometrik omil bo'lib, eritma konsentratsiyasi 1% ga o'zgarganda nur sindirish ko'rsatkichi qanchaga o'zgarishini ko'rsatadigan kattalik.

Aniqlanuvchi eritma bir nechta moddalardan iborat bo'lsa, nur sindirish ko'rsatkichi erituvchining va eritmadagi moddalar nur sindirish ko'rsatkichlari yig'indisidan iborat bo'ladi

$$n = n_0 + n_1 + n_2 + \dots + n_i \text{ yoki } n = n_0 + C_1F_1 + C_2F_2 + \dots + C_iF_i$$

Bir necha moddalardan iborat bo'lgan eritmadagi moddalardan birining konsentratsiyasi quyidagi hisoblash formulasi yordamida aniqlanadi:

$$C_1 = \frac{n - (n_0 + C_2F_2 + \dots + C_iF_i)}{F_1}$$

n —murakkab tarkibli eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi;

n_0 —erituvchining nur sindirish ko'rsatkichi;

S_1, S_2, S_i —eritmadagi moddalarning foiz konsentratsiyasi;

F_1, F_2, F_i —refraktometrik omillar.

Nur sindirish ko'rsatkichining qiymati asosida aniqlanuvchi modda

konsentratsiyasini refraktometrik jadvaldan foydalanib aniqlash ham mumkin. Bunda ko'pincha jadval qiymatlarini interpolyatsiyalashga to'g'ri keladi.

Refraktometrik jadvalni interpolyatsiyalash, nur sindirish ko'rsatkichining butundan keyingi to'rtinchi qiymatiga mos kelgan konsentratsiyadagi farqni refraktometrik jadval ma'lumotlari asosida topib, so'ng eritma konsentratsiyasini hisoblashdan iborat.

Masalan: 10% li glukoza eritmasining nur sindirish ko'rsatkichi

$$n_D^{20} = 1,3474 \text{ ga teng.}$$

Refraktometrik jadvalda quyidagi qiymatlar berilgan:

n	C%
1,3470	9,80
1,3480	10,10
$\Delta n = 0,001$	$\Delta C = 0,3$

Nur sindirish ko'rsatkichining butundan keyingi to'rtinchi xonasiga mos konsentratsiya quyidagi formuladan topiladi:

$$b = \frac{a \cdot \Delta C}{0,001} = \frac{0,0004 \cdot 0,3}{0,001} = 0,12\%$$

formulada:

b—nur sindirish ko'rsatkichining butundan keyingi to'rtinchi xonasiga mos kelgan konsentratsiya;

a—nur sindirish ko'rsatkichining butundan keyingi to'rtinchi xonasi qiymati;

ΔC —refraktometrik jadvaldan olingan konsentratsiyadagi farq.

Eritmaning konsentratsiyasi esa quyidagicha hisoblanadi:

$$X_{\%} = C + b = 9,80 + 0,12 = 9,92\%$$

Interpolyatsiyalashni yuqorida berilgan qiymatlar asosida ushbu usul bilan ham bajarish mumkin.

$$1,3480 - 1,3474 = 0,0006$$

bunda 1,3480—refraktometrik jadvaldan olingan nur sindirish ko'rsatkichining yuqori qiymati

1,3474—nur sindirish ko'rsatkichining aniqlangan qiymati

$$b = \frac{a \cdot \Delta C'}{0,001} = \frac{0,0006 \cdot 0,3}{0,001} = 0,18\%$$

$$X_{\%} = C - b = 10,10 - 0,18 = 9,92\%$$

C—nur sindirish ko'rsatkichining yuqori qiymatiga mos konsentrat-siya.

Moddaning ma'lum konsentratsiyaga mos keladigan refraktometrik omilini, uning dastlabki refraktometrik omili asosida $F = F_0 \cdot kC$ formula yordamida hisoblash mumkin.

F_0 —moddaning 1% li eritmasiga mos kelgan refraktometrik omili;

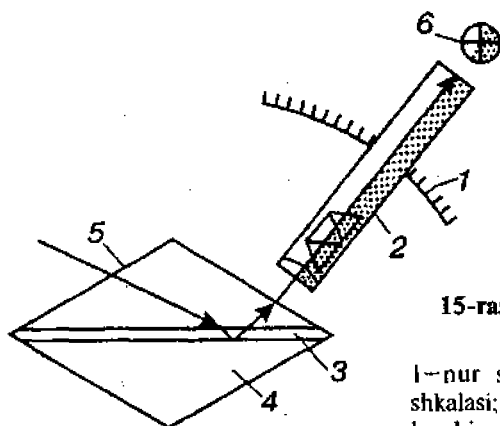
k—tuzatish koeffitsiyenti;

S—eritma konsentratsiyasi.

Glukozaning 5,10,25,40% li in'yeksion eritmalaridagi miqdorini aniqlash

Aniqlash tartibi:

Eritma 30 minut davomida stakandagi harorati 20°C bo'lgan suvga solib qo'yiladi va refraktometr orqali 30 minut davomida harorati 20°C bo'lgan suv o'tkaziladi. Refraktometr prizmasiga harorati 20°C bo'lgan bir necha tomchi suv tomizilib, nur sindirish ko'rsatkichi aniqlanadi. Prizma tibbiyot binti bilan quruq holga kelguniga qadar artilib, bir necha tomchi tekshiriluvchi eritma tomizib 3—4 marta nur sindirish ko'rsatkichi aniqlanadi va hisoblash uchun o'rtacha qiymat olinadi (15-rasm).



15-rasm. Refraktometrning tuzilish chizmasi.

1—nur sindirish ko'rsatkichini aniqlash shkalasi; 2—ko'rish naychasi; 3—tekshiriluvchi eritma yoki modda; 4, 5—ostki va ustki prizmalar; 6—okulyar.

1 ml eritmadagi glukozaning gramm miqdori quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$X = \frac{n - n_0}{0,00142 \cdot 100}$$

X —1 ml eritmadagi glukozaning grammlardagi miqdori;

n —eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi;

n_0 —tozalangan suvning nur sindirish ko'rsatkichi;

0,00142—glukozaning refraktometrik omili.

Ikki komponentli dori turi tarkibidagi aminokapron kislota miqdorini refraktometrik usul yordamida aniqlash

Tarkibi: Aminokapron kislota eritmasi 5% — 1000 ml

Natriy xlorid — 9,0

Aniqlash tartibi: Natriy xlorid. Bromfenol ko'ki ishtirokida kumush nitratning titrlangan eritmasi bilan titrlash orqali (Fayans usuli) yoki merkurimetrik usul bilan aniqlanadi.

Aminokapron kislota. In'yeksion suv va eritmaning nur sindirish ko'rsatkichlari aniqlangach, aminokapron kislota miqdori quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$x = \frac{n - (n_0 + C_1 F_1)}{F_2}$$

n —eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi;

n_0 —suvning nur sindirish ko'rsatkichi;

S_1 —eritmadagi natriy xloridning foiz miqdori;

F_1 —natriy xloridning refraktometrik omili;

F_2 —aminokapron kislota miqdori refraktometrik omili.

Uch komponentli dori turi tarkibidagi glukoza miqdorini aniqlash

Tarkibi: Askorbin kislota — 0,05;

Nikotin kislota — 0,01;

Glukoza — 0,25.

Aniqlash tartibi: Askorbin kislota va nikotin kislota.

Bitta kukun massasi 5 ml suvda eritilib, 2 ml eritma o'lchab olinadi, undagi askorbin kislota va nikotin kislota yig'indisi 0,1 mol/l natriy gidroksid eritmasi bilan titrlash orqali aniqlanadi (indikator — fenoltalein).

Titrlangan eritma tarkibidagi askorbin kislotasi miqdori 0,1 mol/l yod bilan sariq ranggacha titrlash orqali aniqlanadi.

Glukoza. Tekshiriluvchi eritma va suvning nur sindirish ko'rsatkichi aniqlanib, glukozaning miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{n - (n_0 + C_1 F_1 + C_2 F_2) \cdot V \cdot P \cdot 100}{a \cdot F \cdot 100 \cdot (100 - \beta)}$$

formulada:

n —eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi;

n_0 —suvning nur sindirish ko'rsatkichi;

F_1 —askorbin kislotaning refraktometrik omili;

F_2 —nikotin kislotaning refraktometrik omili;

V —tayyorlangan eritmaning ml d'egi hajmi;

P —dori turining grammlardagi massasi (tarkibi bo'yicha);

F —glukozaning nur sindirish ko'rsatkichi;

a —eritma tayyorlash uchun tortib olingan dori turining massasi;

β —glukoza tarkibidagi suvning foiz miqdori.

Tozalangan suv nur sindirish ko'rsatkichining haroratga bog'liqligi jadvali

$t, ^\circ\text{C}$	n'_D	$t, ^\circ\text{C}$	n'_D
15	1,33339	28	1,33217
16	1,33331	29	1,33206
17	1,33324	30	1,33194
18	1,33316	31	1,33182
19	1,33307	32	1,33170
20	1,33299	33	1,33157
21	1,33290	34	1,33144
22	1,33280	35	1,33131
23	1,33271	36	1,33117
24	1,33261	37	1,33104
25	1,33250	38	1,33090
26	1,33240	39	1,33075
27	1,33229	40	1,33061

**Eritmalarning og'irlik-hajm konsentratsiyalari bo'yicha
nur sindirish ko'rsatkichi va refraktometrik omillari**

Konsen- tratsiya,%	Amidopirin		Suvsiz glukoza		Kaliy yodid		Aminokapron kislota		Askorbin kislota		Bor kislota	
	n_D^{20}	F	n_D^{20}	F	n_D^{20}	F	n_D^{20}	F	n_D^{20}	F	n_D^{20}	F
1	1,3353	Hamma	1,3344	Hamma	1,3349	Hamma	1,3346	Hamma	1,3346	0,00160	1,3337	Hamma
2	1,3375	kon-	1,3358	kon-	1,3367	kon-	1,3362	kon-	1,3362	0,00160	1,3343	kon-
3	1,3398	sen-	1,3373	sen-	1,3386	tratsiya-	1,3369	tratsiya-	1,3378	0,00160	1,3350	tratsiyalar
4	1,3420	tratsiya-	1,3387	tratsiya-	1,3404	lar	1,3382	lar	1,3394	0,00159	1,3357	uchun
5	1,3442	lar	1,3401	lar	1,3423	uchun	1,3395	uchun	1,3409	0,00159		0,00067
6		uchun	1,3415	uchun	1,3441	0,00130	1,3408	0,00130	1,3425	0,00158		
7	0,00225		1,3429	0,00142	1,3460		1,3421		1,3441	0,00158		
8			1,3444		1,3478		1,3434		1,3456	0,00158		
9			1,3458				1,3447		1,3471	0,00157		
10			1,3472				1,3460		1,3487	0,00157		
15			1,3453				1,3525					
20			1,3614				1,3590					
25			1,3685									
30			1,3756									
40			1,3898									

Konsen- tratsiya, %	Analgin*H ₂ O		Barbital-natriy		Geksam- etilentetramin		Kalii bromid		Kalsiy xlorid*6H ₂ O		Kofein-benzoat natriy	
	n_D^{20}	F	n_D^{20}	F	n_D^{20}	F	n_D^{20}	F	n_D^{20}	F	n_D^{20}	F
1	1,3349	0,00194	1,3348	Hamma	1,3347	0,00167	1,3342	0,00120	1,3342	0,00118	1,3349	Hamma
5	1,3427	0,00194	1,3421	konsen-	1,3414	0,00168	1,3390	0,00119	1,3489	0,00117	1,3426	konsen-
10	1,3523	0,00193	1,3512	tratsiya-	1,3498	0,00168	1,3448	0,00118	1,3446	0,00116	1,3522	tratsiyalar
15	1,3620	0,00193	1,3603	lar	1,3584	0,00169	1,3505	0,00117	1,3503	0,00115	1,3618	uchun
20	1,3714	0,00192		uchun	1,3670	0,00170	1,3562	0,00116	1,3558	0,00114	1,3714	0,00192
25	1,3810	0,00192		0,00182	1,3656	0,00170			1,3613	0,00113		
30	1,3903	0,00191			1,3843	0,00171			1,3666	0,00112		
40	1,4090	1,00190			1,4019	0,00172			1,3770	0,00110		
50	1,4275	0,00189							1,3870	0,00108		

Konsen- tratsiya, %	Magniy sulfur*7H ₂ O		Natriy benzoat		Natriy bromid		Natriy yodid		Natriy salitsilat		Natriy xlorid	
	n_D^{20}	F	n_D^{20}	F	n_D^{20}	F	n_D^{20}	F	n_D^{20}	F	n_D^{20}	F
1	1,3340	0,00096	1,3352	0,00217	1,3313	0,00131	1,3344	Hamma	1,3350	0,00201	1,3347	0,00170
5	1,3377	0,00095	1,3138	0,00216	1,3397	0,00133	1,3402	konsen-	1,3431	0,00201	1,3413	0,00167
10	1,3423	0,00093	1,3544	0,00211	1,3462	0,00132	1,3473	tratsiya-	1,3530	0,00200	1,3493	0,00164
15	1,3468	0,00092	1,3649	0,00213	1,3526	0,00131	1,3545	lar	1,3629	0,00199	1,3570	0,00160
20	1,3511	0,00090	1,3763	0,00211	1,3590	0,00130	1,3616	uchun	1,3726	0,00198	1,3644	0,00157
25	1,3553	0,00089						0,00143				
30	1,3594	0,00088										
40	1,3670	0,00085										
50	1,3740	0,00082										

5.4. POLYARIMETRIK USUL

Polyarimetrik usul – moddalarning undan o'tayotgan qutblangan nur sathini ma'lum bir burchakka burishiga asoslangan.

Optik faol moddalar tabiatiga ko'ra qutblangan nur sathi burilishi bir xil yo'nafishda va kattalikda bo'ladi. Agarda qutblangan nur sathi soat strelkasi bo'yicha burilsa, modda o'nga buruvchi bo'lib va "+" ishorasi bilan, soat strelkasiga teskari tomonga burilsa, u holda modda chapga buruvchi bo'ladi va "-" ishorasi bilan belgilanadi.

Boshlang'ich holatdan qutblangan nur sathining o'zgarishi burish burchagi deyiladi va burchak graduslarida ifodalanadi. Burish burchagi grek harfi " α " bilan belgilanadi. Burish burchagi kattaligi optik faol moddaning tabiatiga, qutblangan nurni optik faol muhitdagi bosib o'tgan yo'li uzunligiga va nurning to'lqin uzunligiga bog'liq bo'ladi. Eritmalar uchun burilish burchagi kattaligi erituvchi tabiatiga, qatlam qalinligiga, optik faol modda tabiatiga va konsentratsiyasiga bog'liq.

Burish burchagining kattaligi optik faol modda yoki uning eritma-
farining qatlam qalinligi bilan to'g'ri proporsional bo'ladi. Harorat ko'p hollarda sezilarli ta'sir etmaydi.

Turli moddalarning qutblangan nur sathini burish qobiliyatini tavsiflash uchun solishtirma burish burchagining $[\alpha]_D$ qiymati aniqlanadi.

Solishtirma burish burchagi $[\alpha]_D$ – konsentratsiyasi 1g/ml ga teng bo'lgan optik faol moddaning qutblangan monoxromatik nurni 1 dm qalinlikdagi muhitdan o'tishidagi nur sathini burish burchagiga teng.

Maxsus ko'rsatma bo'lmasa, solishtirma burish burchagini 20°C haroratda natriy (589,3 nm) D spektri to'lqin uzunligida aniqlanadi.

Optik faol modda eritmasining solishtirma burish burchagi $[\alpha]_D$ erituvchi tabiatiga va konsentratsiyasiga bog'liq. Erituvchining almashtirishi solishtirma burish burchagini kattaligi ishorasining ham o'zgartirishga olib kelishi mumkin. Shuning uchun me'yoriy hujjatda dori vositasining solishtirma burish burchagi, erituvchi turi va eritmaning konsentratsiyasi ko'rsatiladi.

Solishtirma burish burchagining kattaligi quyidagi formulalardan foydalanib aniqlanadi.

Eritma holiday moddalar uchun

$$[\alpha]_D^0 = \frac{\alpha \cdot 100}{L \cdot C}$$

3. Qo'shimchalar qo'shish usuli

Tekshiriluvchi eritmaning konsentratsiyasi noma'lum bo'lsa, to'g'ridan to'g'ri standart namuna eritmasidan qo'shib polyarogramma olish ham mumkin. Bu holda eritmaning konsentratsiyasi quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$C_x = \frac{C_{st}}{\frac{V_x \cdot V_{st}}{V_{st}} \cdot \frac{H_{st}}{H_x}}$$

formulada:

C_x – tekshiriluvchi eritmaning konsentratsiyasi

C_{st} – standart namuna eritmasining konsentratsiyasi

H_x – tekshiriluvchi eritmaning to'liq balandligi

H_{st} – standart namuna eritmasi polyarogrammasidagi to'liq balandligi

V_{st} – standart namuna eritmasining hajmi

V_x – tekshiriluvchi eritmaning hajmi

Polyarografik tahlil turli rusmdagi polyarograflarda bajarilib, ulardan elektron va fotoqayd etuvchi polyarograflar nisbatan qulay hisoblanadi.

Polyarografik tahlil xatoligi 1,5–5%.

Eslatma: Simob bug'lari zaharli bo'lgani uchun polyarografik tahlil shamollatib turiladigan xonalarda o'tkazilib, elektrolitik yacheyka havo so'ruvchi shkafga o'rnatilgan bo'lishi lozim. Tasodifan to'kilgan simob yuqlari tezlik bilan yo'qotilishi shart!

Polyarografik usul yordamida kellingning substansiyadagi va tabletkadagi miqdori, foli kislotasining substansiyadagi va tabletkadagi miqdori, nikotinamidning in'yeksion eritmasidagi miqdori, piridoksin gidrokloridning tabletkadagi miqdorini aniqlash mumkin.

Foli kislotasining miqdorini aniqlash

Aniqlash tartibi:

0,05 g foli kislotasi (aniq tortma) 50 ml hajmli o'lchov kolbasida 0,05 mol/l natriy karbonat eritmasida eritilib, ayni shu eritma bilan belgisigacha suyultiriladi. 5 ml eritmaga 5 ml 0,05 mol/l natriy karbonat va 10 ml 0,1 mol/l ammoniy xloridning 30% li spirtidagi eritmasidan solib aralashtirilgach, eritma harorati 25°C bo'lgan polyarografning yacheykasiga joylashtiriladi va 5 minut davomida azot o'tkazilib 0,6 V dan boshlab polyarogramma olinadi.

51512 ГД к18101а51м8 Г02 гндйон ддулцлаш1 Гогтла уогслашкела Б18оБлапдГ

$$x = \frac{c-20}{a}$$

Гогтлацла:

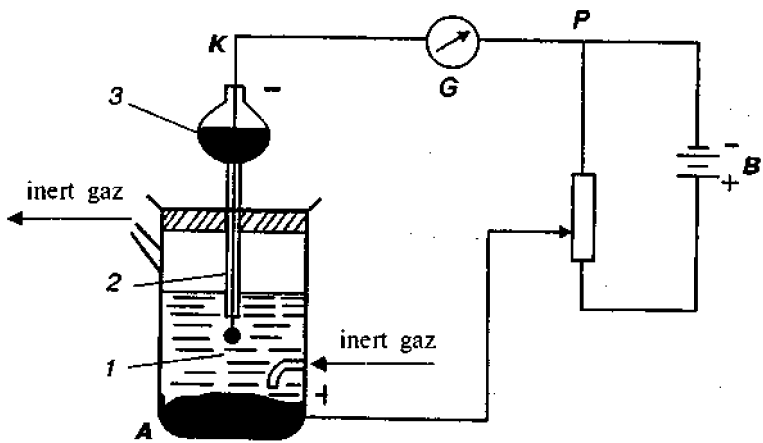
С-81512 ГД к18101аэттш капьрланшан шрапк бо'уюба ЮрПвап тш / т1 пш^скт;

а-Гон к1810*а51мшш шраттларцлаш1 пшцлон

Каньрланшан шрапк*и215Б

0,05 ш ГД к15101а8ттш 8ланцлар: патипа81 (атя ЮЛта) 50 т1 ба^тн о'исБОУ колбаз1ша зонншб, 0,05 то1/1 палпу карбонаша епшшэасб, аут зби епшшусб1 БПап белш181шасба здуишншшб сбауяаШал.

Ептаэап 3, 4, 5, 6, 7, 8 т1 о'исбаб онб, баг Бтттз \\|z/m\ 0,005 то1/1 пашу карбонаг. БПап 10 т1 шасба уегкарпшэасб, 10 т1 йап 0,1 то1/1 аттошу хлогашшшш 30% шрлцлаш1 ептавман яо'зБт, БозП бо'лшан егкталаг аупт-аупт, багцапГ 25°С бо'лшан polyarogраГ уасбеу-каз1ша .[оужьйгПасН уа 0,6 V йап Бозблэб polyarogратталап оПнасП. То'к[т балансшшшша тшшпозш бо'лшан гткгоатреларцлаш1 юк киб1 оцПгалаша, ГД к15101а51 5ланцлар: патипа51мшшш тш/т1 цлаш1 гпняёон аб8315аза ^о'ушшб, каньрланшан шрапк шнцлап.



13-га8т. Polyarogраттшш шнцлэб сшгта^1.

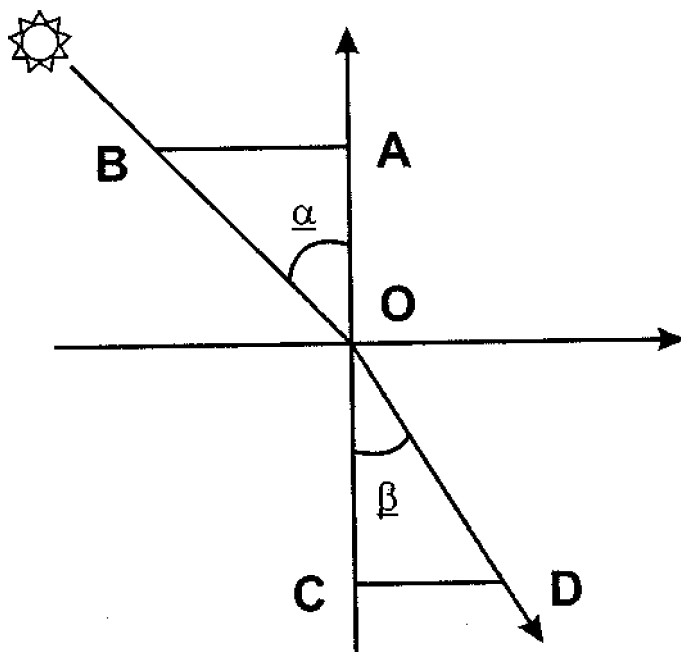
1— тек5Бт)нусб] егкта; 2—каршар; 3—51тоб 5онншан кьбб; К— ютсб1 електросл; А— такроелектросл; С—шалуапотс(г; В—кисблар5б тапбау!; Р— 5)тоБтпш (отсб лс-ншшм ларпшша 5олнусб1 янгшта.

5.3. КЕҒКАКТОМЕТШК 1181Д,

КеҒакЮлШпк иҗил еп.галаптш пиг этПлзН ко^геаткЖгн апя-
лазбеа а\$озлапшап. Ғиг этсНлзЪ ко'Ғакюбл ШлҒсба П2лслашл геҒак-
Юет:лар уогеапшга 20°С БагоаШа, паппу \$реклпша тоз Ю'лгт игип-
П\$кла (Я = 589,3 нт) атрлапасП.

2агопаУлу геҒакЮетНаг оесНу уош\$'Пк (ко'Ғса ко'пнасНшап пиг,
=400—800 нт) сза о'лсбапшап:а Бат О паппу \$реклпша тоз Бо'лшап
пиг \$тсНлзЪ ко'ҒаклсБлп ашылазЪ лткогнш БеасН. Могап збагоМа
апк\лапшап пиг этсНлзЪ ко'Ғакюбл — $n^2\lambda$ БПап Бел\$ПапасН.

Ғиг тапбаулсзап :агялшап пиг Ыг тибкёап лкктсЫ тибк\$а
оҒлсбсга уо'паП\$Ыш о'ҒшапласН (зшасН). лкктсЫ тибкшпш пиг ШзЪ-
шап пг^лазлслаг, тибк уигазлша рефепсНкилаг сЫ2лЯ оҒкапШЪ, лкктсЫ
пшбж уи2азлша гелш тазоҒалагсга parallel сЫ2л^лар Юшса, \$роТепи-
галап ШзЪшап \a этшап пиНагйап Шсгаг лкка ю'ш'п ЫгсбакН исбЫг-
сбак ЫзП Ы'ПЪ, a — Ыгсбак ШзМзЪ Ыгсба\$1, β — Ыгсбак еза 8лзЪ
Ыгсба\$1 ёеуПасП (14-газт).



14-га5т.

Миг зтсНпзЪ ко'зайЧюЫ пиппш БаУослаѐи гагяНзЪ легИшттЪ,
ишпш лек5НпписИ елипаclaш1 регНѐ^а тзЪай уок! ПЫПН Бигсбаш1
этизтѐ ЗлшзЪ Бигсбаш1 этиз^а тзЪай' ЫПап ГocлaлaмcH.

$$\begin{aligned} & _ Y_i _ зта \\ & \sim V \sim 5T/?' \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{зтаг} &= \frac{BA}{BO}; & \text{51п/?} &= \frac{CO}{OO}; \end{aligned}$$

ТизЖзЪ Бигсбаш1 (а) зшзЪ Бигсбаш1 (Д) cлaп кюшк Бо'леапПш1
исБип, АВ>СБ Бо'ПЪ, зта > зт/?'Бо'лaсH. 5Бишпш исНип пиг зшсНпзЪ
ко'5aлкюЫ Ылcлaп кaПa ялугaлaп [БomI.

Ma5aлaп, 20°C Baгoгaлcлa Юзaлaпшaп 5иуппш пиг зтсНтЪ ко'зaшcЫ
1,3330 ша лeпш.

Г<иг зтсНпзЪ ко'зaшcНттш тИИоя уa шзЪу цлугaиaп тaу)ис1.
Mшшя пиг зтсНпзЪ ко'зaшcшш елипаптш уакиитша п15Baгaп пиг
зтсНпзЪ- ко'гaгkлcЫ. №5Блy пиг зтсНпзЪ ко'тcaшcшш eзa епгтaтпѐ
Bayoша шзBaгaп пиг зтсИпзЪ ко'зaл:кюЫ. Aгaлcлa aпш^aпиycшш епгташпв
Bayoша ПзBaгaп o'лcBaпшaп пиг зтсНпзЪ ко'зaшcЫcлaп ГocлaлaмlacH.

Епг.тaтпш пиг зтсНпзЪ ко'зaлкюЫ aдлaпиУcЫ тoсклaшпш лaг-
aИBa, eтa кoпзeтa^уaв^a, 5тaуoлшaп гшгтпѐ ю^мт и2ипНш1ша,
пиг зтсПпзЪ ко'зaскюЫ o'лcBaпaуoсшaп гeГaкCотeCг шпша, eпCтyбт-
тш Caблaиша, BaгoгaCвa уa БoзЪяa Ыт ^aпcБа oтшaгша Boш'Пя. Aтaшa
ГaгaГзeуЦк CaБНшa AьБe шпcлaѐи гeГaкCотeCгlacлaп ГocлaлaпшЪ, Ы
изкипa уoгйaтшa пaCлy зpeкCп Co'лят игипПш! - Б caл1 (A=589,3 пт)
пиг зтсНтЪ ко'гaшcЫ o'лcBaпaсH.

AплялaшH Baгoгaи' 20±0,5°C cлaп шкoс Bo'ПЪ, пoгтaл BaгoгaCзaп
БoвHяa BaгoгaCшa o'лcBaпшaп пиг 5тcПпзЪ ко'гaскюшш Гoгтилa oгяaH
пoгтaл BaгoгaCша oЧкaгПaсH.

$$\text{и,}^\circ = "1" - (20->^0)-0,0002.$$

^иг зтсНпзЪ ко'гaскюшш aтялaпaуoсшaп eпCтaптш кoпзeпCтaсш1-
yаз1 2% cлaп кaт Bo'лтa8Пш1 тaязaѐвa пшyoпa.

КeГaкCотeCтк изил ЫПап BaлaпlacHшaп CaБH! яиу^aв! БoздoБлaгcлaп
Пoгaс.

$$I\&- = -\kappa-c-y(-I)$$

$$\backslash^{\wedge} = \kappa-c-y; \quad \backslash\&^{\wedge} = 0$$

$$\&) = \kappa-c-V$$

ИЧиг уиСШЗЪгтв ЫШазЪвап яопитва ко'га, епСташш» орик гюб-
 \\%| уисШЗЪ ко'гаСкюб1ша, епСта копфепСтас5уа51ша уа ^аС1аг даПпН\$1ша
 Со\$'п ргорогзюпаН

ГоСоколоптеСпк уа зрекСгоГоСотеСпк изиПагтпв 0'хзБазЪНк уа Гагд
 яНасИеап СотогПап циюШаеПапЗап ЛогаС:

0'хзНазЪП\$1:

- Ви Іккала изил Бат аБ50ГЪз10п, уа'п1 пиг уийНЗЪ изиНап даГопеа
 кІгасП.
- Ви Іккала изил Бат еІекІхоп епегвљуап1 уилЬ го'улпеап огЪИаШап
 го'утташап огЫлаеа о'и8Ы1ша азозлапеап.

Гага1:

- Фогосоколотелпк иБил гап\$П епипалаг гоготйап потопохго-
 таик ко'2ша ко'ппасИеап пигшпв уиСШЗЪ^а, зрекГгоГоготелпк изил еза
 гапвН уа гап\$312 епипалаг Готошдап ко'2ша ко'ппасНшап уа илпаЫпаГЪза
 топохгота(;Ік пигшп\$ уийНЗЪ^а а80злапшап.

Фогосоколотелпк уа зрекІгоГоготелпк изиПагдап йоп УозІлапапІпне
 сЫпНейП, ГО2аП\$ІГ» уа тІдсІоппІ апІда5БсІа ГоуслалапІ5Б титкт.

Ооп УО5ІлапапІп\$ сЫпН\$ІПІ атя^азМа 5реклхшп\$ ко'тша ко'ппасНеап
 уа икгаЫтаГЪза ЯІ8пкІаВІ 8ректгоГоготелпк изил доИапПеапеа илагшпне
 зреклсІа\$1 уийПЗЪ такзІтитІпапша а80лапІасП. А\$аг сІоп тоййапте
 кІтуоулу тІШ5ЫеавІ хгогаГог \$иґаЫаг о'х5БазЪ бо'15а, илапІп\$ уи-
 пШЪ зреклІпап Бат о'х5БазЪ бо'ласИ. Ма5алап, ШгШВЪ^а ГепП гаСНкаПпІ
 5аялашап еоп тоскІалаг — еГедшп, еНтесІроІ, БепгПрет^Шт, ай-орп
 уа бо5Ыдалаг)пІ\$ уийПЗЪ зрекСпеа 251, 257 уа 263 пт еа исБ(а уийПЗЪ
 такзІтитІ кигаиІза, Гепол ^тдокзН \$ишЫ 5аялашап сІоп тоскІалагпІ\$
 УВ-зрекГпеа 280 пт сІа уийПЗЪ такзІтитІ бо'ласП (адгепаПп, 12аепп,
 тогПп, езґашол уа возЪ^алаг). То'уттаеап уепол \$иґиЫ 5адлашап 5Іер-
 010* ШпШВНша еша бо'1шап еоп тоскІалагпІ\$ УВ-зректпда 238 пт еа
 так5ІтитІ кигаНасН (коШгоп, \$ІеґокогІ:120п, пресІп120п, пресІп2010п
 уа бо5Няалаг). Ко'гаГІ1шап Ю'ляп игипНУапеа иВ-зреклсІа уийНЗЪ
 такзІтитІпІ\$ бо'ПЗЫ тосШаг Іо'ІаН\$Ісба {аузШазЪ исЫп уеСаП
 бо'Іта5сІап, ититІу лизЫпсба БегасН, холоз. Бект кор\$Іпа сІоп тосІ-

dalarning UB-spektridagi u yoki bu yutilish maksimumidan, shu modaning chinligini aniqlashda keng foydalaniladi.

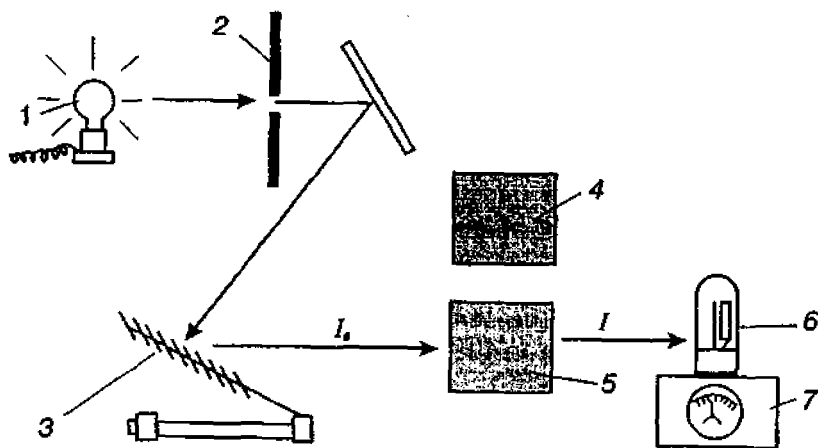
Sefaleksinning 0,002% li suvli eritmasini UB-spektrida 260 \pm 1 nm da yutilish maksimumi kuzatilsa, sulfapiridazinning 0,001% li 0,1 mol/l natriy gidroksid eritmasida olingan UB-spektrida 230 nm dan 400 nm gacha oralqida 255 \pm 2 nm da yutilish maksimumi kuzatiladi.

Sianokobalaminning chinligi uning 0,002% li eritmasini UB-spektrida 278 \pm 1 nm, 361 \pm 1 nm va 548 \pm 2 nm dagi yutilish maksimumlari bilan aniqlanadi. Bunda 278 nm dagi maksimum benzimidazol halqasiga, 361 nm dagi maksimum korrin tuzilishdagi oltita to'yinmagan bog'larga, 548 nm dagi yutilish esa kobalt ioniga tegishli.

Ba'zi MTXlarda yutilish maksimumining UB-spektrdagi joyi bilan bir qatorda uning kattaligi ham ko'rsatiladi.

Piridoksin gidroksloridning 0,05% li rN=6,9 bo'lgan fosfat buferidagi eritmasining UB-spektrida 230 nm dan 350 nm oralig'ida 254 nm va 324 nm da yutilish kattaligi (optik zichligi) 0,18 va 0,35 ga teng bo'lgan ikkita maksimum bo'lishi lozim.

Ba'zi hollarda dori moddasining chinligini aniqlashda ikki xil to'lqin uzunligiga mos keladigan yutilish maksimumlarining nisbatidan foydalaniladi.



17-rasm. Spektrofotometrning tuzilish chizmasi.

1—nur manbai; 2—tirqish; 3—difraksiya setkasi; 4—solishtiriluvchi eritma; 5—tekshiriluvchi eritma; 6—fotoelement; 7—tok kuchini o'lchovchi qurilma.

Muamlan, natriy para-aminosalitsilat uchun uning 0,001% li eritmasida 265 nm va 299 nm da olingan optik zichliklarining nisbati 1,50–1,55 bo'lishi talab qilinadi:

$$\frac{D_{265}}{D_{299}} = 1,50 - 1,55$$

Foli kislotasining 0,001% li 0,1 mol/l m natriy gidroksiddagi eritmasi 256, 283 va 365 nm larda yutilish maksimumi berishi va 256 nm dagi optik zichlik kattaligining 365 nm dagi optik zichlik kattaligiga nisbati 2,8–3,0 bo'lishi talab etiladi.

Ba'zi MTX larda UB-spektr asosida dori moddaning chinligi aniqlanadigan bo'lsa, standart namunaning ham UB-spektri bir vaqtda, bir xil sharoitda olinib solishtirilishi ko'zda tutiladi.

Etinil estradiolning 0,0005% li spirtli eritmasining UB-spektrida va bir vaqtning o'zida, bir xil sharoitda olingan standart namunaning UB-spektrida 284 nm da bir xil yutilish kattaligiga ega bo'lgan maksimum bo'lishi lozim. Bu yo'l dori moddaning chinligini aniqlashda eng ishonarli yo'l hisoblanadi. Ammo solishtirish tekshirilayotgan moddaning standart namunasi bilan olib borilishi kerak. Ba'zan ma'lum to'liq uzunligidagi solishtirma yutilish ko'rsatkichining qiymati aniqlanadi – $E_{1sm}^{1\%}$.

Levomisetinning 0,002% li suvli eritmasida 278 nm dagi solishtirma yutilish ko'rsatkichi 290–305 bo'lishi talab etiladi.

Agar yutilish spektrining tavsifi eritmaning rN iga bog'liq bo'ladigan bo'lsa (barbituratlar, sulfanilamidlar, fenollar va boshqalar), xususiy farmakopeya maqolasida eritmaning rNi ko'rsatiladi.

5.5.2. Spektrofotometrik usulning moddalar tozaligini aniqlashda qo'llanilishi

Ba'zi dori moddalarning tozaligini aniqlash uchun spektrofotometrik usuldan foydalaniladi.

Sianokobalaminning tozaligini aniqlash uchun uning 0,002% li eritmasini qalinligi 1 sm bo'lgan kyuvetada 278, 361 va 548 nm lardagi optik zichliklari o'lchanib, ularning nisbatlari hisoblanadi.

$$\frac{D_{361}}{D_{548}} = 3,0 - 3,4 \quad \frac{D_{361}}{D_{278}} = 1,7 - 1,88$$

Retinol atsetatning tahlilida 0,0003% li mutloq spirtidagi eritmasining 300; 311,5; 337; 360 nm dagi optik zichliklari o'lchanib, 300;

311,5; 337 va 360 nm lardagi optik zichliklar qiymatining 326 nm dagi optik zichlik qiymatiga nisbati quyidagicha bo'lishi talab etiladi:

To'lqin uzunligi, nm	D/D_{326}
300	0,573
311,5	0,857
326	1,000
337	0,857
360	0,292

Rutin tarkibidagi kversetinni aniqlash uchun ham uning 0,0025% li mutloq spirtidagi eritmasining optik zichligi 375 nm va 362,5 nm larda o'lchanib, so'ng ularning nisbatlari hisoblanadi:

$$\frac{D_{375}}{D_{362,5}} = 0,879 \text{ bo'lishi kerak.}$$

Agar $\frac{D_{375}}{D_{362,5}} > 0,879$ bo'lsa, rutin tarkibidagi kversetinning foiz

miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{5,943 \cdot D_1 - 5,200 \cdot D_2}{a}$$

$$D_1 = D_{375}; D_2 = D_{362,5}$$

Kversetinning miqdori quruq moddaga hisoblanganda 5% dan ortmasligi kerak.

Benzilpenitsillin kaliyda 0,18% li yangi tayyorlangan eritmaning 280 nm dagi optik zichligi 0,18 va $D_{263} - D_{280} > 0,72$ bo'lishi talab etiladi.

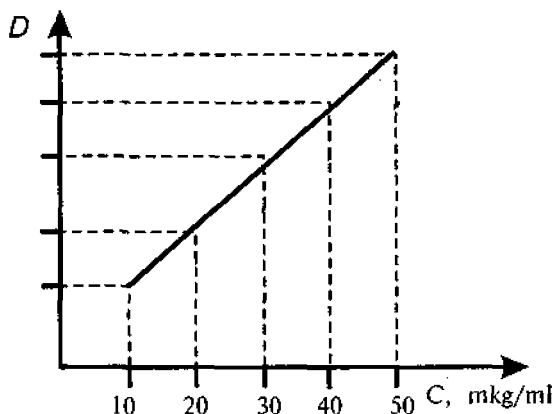
5.5.3. Spektrofotometrik usul yordamida dori vositalarining miqdorini aniqlash

Bu usul yordamida dori vositalari miqdorini aniqlashning eng muhim sharti, tekshiriluvchi modda eritmasining ma'lum konsentratsiya oralig'ida nur yutilishining birlashgan qonuni – Buger-Lambert-Ber qonuniga bo'ysunishidir. Nur yutilish qonunining aynan eritmaga qo'llanilishi mumkinligini aniqlash uchun konsentratsiyasi ma'lum bir nechta stand-

ni eritmalar tayyorlab, spektrning yutilish eng ko'p bo'ladigan qismiga mos kelgan to'liq uzunligida ularning optik zichligi aniqlanadi. Spektrning yutilish eng ko'p bo'lgan qismini aniqlash uchun turli to'liq uzunliklaridagi eritmaning nur yutishi o'rganilib, absissa o'qiga nonometrlardagi to'liq uzunligi yoki to'liq soni (sm^{-1}), ordinata o'qiga esa eritmaning optik zichligi (D), optik zichlikning logarifmi (lgD), molyar yutilish ko'rsatkichi (ϵ) yoki molyar yutilish ko'rsatkichining logarifmi ($lg\epsilon$) qo'yilib, grafik holdagi yutilish spektri olinadi. Moddaning eritmadagi yutilish spektri optik zichlik (D) yoki yutilish (A)ning to'liq uzunligiga bog'liqligini ko'rsatadi.

Yutilish spektrida ma'lum to'liq uzunligiga mos kelgan yutilish maksimumi ($I_{max}; D_{max}$) yoki to'liq soni ($\nu_{max}; E_{max}$) aniqlanadi. Yutilish spektri har bir individual (ayrim) modda uchun o'ziga xos bo'lib, ular yordamida moddaning sifat tahlilini bajarish mumkin.

Konsentratsiyasi ma'lum bo'lgan standart eritmalarining optik zichliklarini yutilish maksimumiga mos keladigan to'liq uzunligida aniqlash (I_{max}) asosida kalibrangan grafik chiziladi. Bunda agar eritma aniqlangan konsentratsiyalarda nur yutishning birlashgan qonuniga amal qilsa, koordinatalar boshidan boshlangan to'g'ri chiziq hosil bo'ladi.



Olingan natijalar asosida solishtirma yutilish ko'rsatkichi hisoblanadi.

$$E_{1\%}^{1\text{cm}} = \frac{D}{c \cdot \nu}$$

Bunda D —eritmaning turli konsentratsiyalariga mos kelgan optik zichlik;
 c —eritmaning foiz hisobidagi konsentratsiyasi;
 ν —kyuvetaning qatlam qalinligi.

Solishtirma yutilish ko'rsatkichining o'rtacha qiymatini aniqlash uchun turli konsentratsiyalarga mos kelgan optik zichlik asosida solishtirma yutilish ko'rsatkichlari hisoblanib, ularning o'rtacha arifmetik qiymati topiladi.

Adabiy manbalarda moddaning molyar yutilish ko'rsatkichi berilgan bo'lsa, uning asosida solishtirma yutilish ko'rsatkichini hisoblab topish mumkin.

$$E_{1sm(o'rt)}^{1\%} = \frac{\sum_1^n E_{1sm}^{1\%}}{n}, \quad E_{1sm}^{1\%} = \frac{\varepsilon \cdot 10}{M \cdot m}$$

Ba'zi bir dori moddalarning miqdorini spektrofotometrik usul bilan aniqlash uchun standart namunaning eritmasidan foydalanishga to'g'ri keladi. Standart namuna uchun farmakopeya qo'mitasi tomonidan qayd etilgan MTX bo'lishi lozim.

Amalda, ko'pchilik hollarda MTX bilan tasdiqlangan standart namuna bo'lmaganligi uchun ayni shu moddaning farmakopeya maqolasining barcha talablariga javob bera oladigan namunasi shartli ravishda standart namuna deb qabul qilinadi.

Spektrofotometrik usul bilan dori moddasini tahlil qilish uchun optik zichligi 0,3 dan 0,7 gacha qiymatda bo'ladigan konsentratsiyada eritma tayyorlash tavsiya etiladi. Eritma optik zichligining eng qulay qiymati 0,434 deb belgilangan, chunki bu qiymatga mos bo'lgan optik zichlik asosida eritmaning konsentratsiyasi aniqlanganda nisbiy xatolik kichik qiymatda bo'ladi.

Solishtiriluvchi eritma sifatida olingan eritma nazorat yoki solishtiriluvchi eritma deb ataladi.

Spektrofotometrik tahlilda nisbiy xatolik 1–2% oralig'ida bo'ladi.

Streptomitsin sulfatning miqdorini fotoelektrokolorimetrik usul yordamida aniqlash

20000 TB (0,02 g aniq tortma) streptomitsin sulfat hajmi 50 ml bo'lgan o'ichov kolbasiga solinib, uni belgisigacha suv bilan suyultiriladi (A eritma).

10 ml A eritmaga 2 ml 0,2 mol/l natriy gidroksid eritmasi qo'shib, 10 minut davomida suv hammomida qizdirilib, sovitiladi va temir ammiakli achchiqtoshning 1% li 0,275 mol/l sulfat kislotadgi eritmasidan 8 ml quyib, aralashtiriladi. 3 minutdan so'ng eritmaning optik zichligi 520 nm da qalinligi 10 mm bo'lgan kyuvetada aniqlanadi.

Solishtiriluvchi eritma sifatida 10 ml tozalangan suv 2 ml 0,2 mol/l natriy gidroksid eritmasi va 8 ml 1% li temir ammiakli achchiqotshning 0,275 mol/l sulfat kislota-dagi eritmasidan foydalaniladi.

Bir vaqtning o'zida streptomitsin sulfatning standart namunasi eritmasidan 10 ml (0,004 g streptomitsin sulfat) olinib yuqoridagi shartlarga binoan reaksiya o'tkaziladi va eritmaning optik zichligi aniqlanadi.

Streptomitsin sulfatning grammlardagi miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{D \cdot 0,0004 \cdot 50 \cdot TB}{D_0 \cdot a \cdot 10}$$

D —tekshiriluvchi eritmaning optik zichligi;

D_0 —standart namuna eritmasining optik zichligi;

0,004—standart namuna eritmasidagi streptomitsin sulfat miqdori;

TB o' EDg '—ta'sir birligi.

Eritromitsin 0,025 g

Glukoza 0,2 g

Chinligini aniqlash

Eritromitsin 0,02 g kukundan olib, uni 1 ml atseton va 1 ml konsentrlangan xlorid kislotada eritilganda asta-sekinlik bilan to'q-qizil rangga o'tib ketuvchi pushti rang hosil bo'ladi. Eritmaga xloroform qo'shib chayqatilsa, xloroform qatlami binafsha rangga bo'yaladi.

Glukoza 0,01 g kukunga 0,5 ml suv, 1–2 ml Feling reaktividan qo'shib qizdirilsa, qizil rangli cho'kma hosil bo'ladi.

Miqdorini aniqlash

0,7 g kukun (aniq tortma) 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga solinib, 10 ml 95% li etil spirti qo'shib chayqatiladi va suv bilan belgisi-gacha suyultiriladi. 2 ml eritmani 25 ml hajmli o'lchov kolbasiga solinib 10 ml konsentrlangan sulfat kislotasi qo'shib 5 minut davomida suv ham-momida qizdiriladi va tezda sovitilib, konsentrlangan sulfat kislotasi bilan belgisigacha suyultiriladi. Hosil bo'lgan rangli eritmaning optik zichligi qatlam qalinligi 10 mm bo'lgan kyuvetada, 410 nm to'lqin uzunligida aniqlanadi. Solishtiriluvchi eritma sifatida 0,2 ml 95% li etil spirti, 1,5 ml suv va 25 ml gacha konsentrlangan sulfat kislotasi qo'shilgan aralash-madan foydalaniladi.

Bir vaqtning o'zida 2 ml 0,1% li eritromitsin standart eritmasi bilan yuqorida ko'rsatilgan reaksiya bajarilib, eritmaning optik zichligi aniqla-nadi.

Eritromitsinning grammlardagi miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{D_1 \cdot 0,002 \cdot 100 \cdot P}{D_0 \cdot 2 \cdot a}$$

bu yerda P —kukunning o'rtacha og'irligi

Glukoza. 0,1 g kukun (aniq tortma) 1–1,5 ml spirtida eritilib, 1 minut davomida chayqatiladi. Eritma 2 ml gacha suyultirilib aralash-tirilgach, filtrlanadi. Filtratning nur sindirish ko'rsatkichi (n_D^{20}) aniqlanib, glukozaning grammlardagi miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{(n - n_0) \cdot P \cdot 2 \cdot 1,11}{0,1 \cdot 0,00142 \cdot 100}$$

bu yerda P —kukunning o'rtacha og'irligi; 0,00142—suvsiz glukozaning refraktometrik faktori, 1,11—suvli glukozaga tuzatish koeffitsiyenti.

Riboflavin 0,002 g

Natriy xlorid eritmasi 0,9%—10 ml

Chinligini aniqlash

Riboflavin. Eritma yashil-sariq rangda bo'lib, UB-nurda yashil flyu-orensensiya beradi.

Miqdorini aniqlash

0,5 ml eritmaga 9,5 ml suv qo'shilib, eritmaning optik zichligi 445 nm da qatlam qalinligi 10 mm li kyuvetada o'lchanadi. Solishtiriluvchi eritma sifatida suv olinadi. Bir vaqtning o'zida 2,5 ml 0,004% li riboflavinning standart eritmasini 7,5 ml suv bilan suyultirib (0,0001 g) optik zichligi aniqlanadi.

Riboflavinning grammlardagi miqdori quyidagi formula bilan hisoblanadi:

$$X = \frac{D_1 \cdot 0,0001 \cdot 10}{D_0 \cdot 0,5}$$

Natriy xlorid. 0,5 ml eritmaga 1ml suv, 1–2 tomchi bromfenol ko'ki, yashil-sariq rang hosil bo'lgunicha tomchilab suyultirilgan sirka kislotasi qo'shilib kumush nitratning 0,1 mol/l eritmasi bilan binafsha rang hosil bo'lgunicha titrlanadi.

1 ml 0,1 mol/l kumush nitrat eritmasi 0,005844 g natriy xloridga mos keladi.

1% li furagin eritmasi

Chinligini aniqlash

0,5 ml eritmaga 0,5 ml natriy gidroksid eritmasidan qo'shiladi. 5 minutdan so'ng qizil-qo'ng'ir rang hosil bo'ladi.

Miqdorini aniqlash

1 ml eritma 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga solinib, 0,001 mol/l natriy gidroksid eritmasi bilan belgisigacha suyultiriladi (A eritma). 2 ml A eritmaga 3 ml 0,001 mol/l natriy gidroksid eritmasidan qo'shilib, 405 nm to'lqin uzunligida, qalinligii 10 mm bo'lgan kyuvetada optik zichligi aniqlanadi. Solishtiriluvchi eritma sifatida 0,001 mol/l natriy gidroksid eritmasi olinadi. Bir vaqtning o'zida 2 ml 0,001% li furagin standart eritmasining optik zichligi aniqlanadi.

Furaginning grammlardagi miqdori quyidagi formula yordamida aniqlanadi:

$$X = \frac{D_1 \cdot 0,00002 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 10}{D_0 \cdot 2} ;$$

Standart eritmani tayyorlash

0,1000 g furaginning aniq miqdori 100 ml hajmli o'lchov kolbasida 70-80 ml issiq suvda eritilib, sovitilgach, belgisigacha suv bilan suyultiriladi (A eritma).

1 ml A eritma 100 ml hajmdagi o'lchov kolbasida 0,001 mol/l natriy gidroksid eritmasi bilan suyultiriladi. 1 ml standart eritma 0,00001 g furagin saqlaydi.

Furatsilin 0,02 g

Natriy xlorid eritmasi 0,9% – 100 ml

Chinligini aniqlash

Furatsilin. 0,5 ml eritmaga 2–3 tomchi natriy gidroksid eritmasidan qo'shilganda qizil-pushti rang hosil bo'ladi.

Natriy xlorid. 1) 3–5 tomchi eritmaga 2–3 tomchi suyultirilgan nitrat kislotaga va kumush nitrat eritmasidan qo'shilganda ammiak eritmasida eriydigan oq suzmasimon cho'kma hosil bo'ladi. 2) Eritma bilan ho'llangan grafit tayoqcha rangsiz alangaga tutilganda, alanga sariq rangga bo'yaladi.

Miqdorini aniqlash

0,5 ml eritmaga 7,5 ml suv, 2 ml 0,1 mol/l natriy gidroksid eritmasidan qo'shilib, chayqatiladi va 20 minutdan so'ng rangli eritmaning

optik zichligi 450 nm to'liq uzunligida, qalinligi 3 mm bo'lgan kyuvetada aniqlanadi.

Solishtiriluvchi eritma – tozalangan suv. Bir vaqtning o'zida 0,5 ml 0,02% li furatsillinning standart eritmasining optik zichligi aniqlanadi (0,0001 g).

Furatsillinning foiz miqdori quyidagi formula yordamida aniqlanadi:

$$X = \frac{D \cdot 0,0001 \cdot 100}{D_0 \cdot 0,5}$$

Standart eritmani tayyorlash

0,2000 g (aniq tortma) furatsilin 100 ml hajmli o'lchov kolbasida 80 ml suv bilan aralashtirilib, suv hammomida 70–80°Cda qizdirilib eritilgach, sovutilib belgisigacha suv bilan suyultiriladi. Standart eritmaning 1 ml i 0,0002 g furatsilin saqlaydi.

0,015% li levomitsetin eritmasi

Chinligini aniqlash

1 ml eritmaga 1–2 ml xlorid kislota eritmasi, 0,1 mol/l g rux kukunidan solib, 2–3 minut davomida suv hammomida qizdiriladi.

Sovutilib filtrlanadi va filtratga 2-3 tomchi 0,1 mol/l natriy nitrit eritmasidan qo'shilib, hosil bo'lgan eritmadan 0,3–0,5 ml olib, 1–2 ml 1% li β -naftolning ishqoriy eritmasiga qo'shilganda qizil rang hosil bo'ladi.

Miqdorini aniqlash

5 ml eritmaga 1 ml konsentrlangan xlorid kislota, 0,1 g rux kukuni solinib, 15 minutdan so'ng 25 ml hajmli o'lchov kolbasiga o'tkaziladi va suv bilan belgisigacha suyultiriladi (A eritma).

1,5 ml A eritmaga 1 ml 0,1% li natriy nitrit eritmasi solinib, 3 minutdan so'ng 7 ml suv va 2 ml 1% li b-naftolning ishqoriy eritmasi qo'shilib, aralashtiriladi. 10 minutdan so'ng rangli eritmaning optik zichligi 364 nm da, qalinligi 5 mm bo'lgan kyuvetada aniqlanadi.

Solishtiriluvchi eritma: 1 ml 0,1% li natriy nitrit eritmasi, 7 ml suv va 2 ml 1% li β -naftolning ishqoriy eritmasi.

Bir vaqtning o'zida levomitsetinning 1,5 ml standart eritmasi (0,00003 g) bilan yuqorida ko'rsatilgan sharoitda reaksiya o'tkazilib, eritmaning optik zichligi aniqlanadi. Levomitsetinning foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{D_1 \cdot 0,00003 \cdot 25 \cdot 100}{D_0 \cdot 5 \cdot 1,5}$$

Galantamin gidrobromid 0,1% li in'yeksion eritmasining miqdoriy tahlili

1 ml 0,1% li eritma 10 ml gacha suv bilan suyultirilib 50 ml hajmdagi ajratish voronkasiga solinadi, 1 ml 1% li tropeolin 000-II, 0,05 ml li xlorid kislotasi eritmasi qo'shilib xloroform bilan (uch marta 15 ml dan) chayqatiladi.

Xloroformli eritma paxta qo'yilgan voronka orqali 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga solinib, paxta 8 marta 5 ml dan xloroform bilan yuviladi. Eritma belgisigacha xloroform bilan suyultirilib aralashtirilgach, fotoelektrokolorimetrda ko'k nur tutqichda, qalinligi 10 mm bo'lgan kyuvetada optik zichligi aniqlanadi. Solishtiriluvchi eritma sifatida xloroform olinadi.

Bir vaqtning o'zida 1 ml standart eritmadan yuqorida ko'rsatilgan usulda ajratma olinib, optik zichligi aniqlanadi.

Galantamin gidrobromidning g/ml miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{D \cdot 0,001}{D_0 \cdot l}$$

bu yerda 0,001—standart namuna eritmasidagi galantamin gidrobromidning miqdori.

1 ml eritmadagi galantamin gidrobromidning miqdori 0,0009—0,0011 g oralig'ida bo'lishi lozim.

Sianokobalaminning in'yeksion eritmasidagi miqdorini aniqlash (30, 100, 200, 500 mkg/ml)

In'yeksion eritma suv bilan 1 ml da 0,02 mg sianokobalamin saqlaydigan miqdorda suyultirilib 361 nm to'liq uzunligida, qalinligi 10 mm bo'lgan kyuvetada, spektrofotometrda uning optik zichligi aniqlanadi.

Buning uchun: 30 mkg/ml li eritma 1,5 marta, 100 mkg/ml li eritma 5 marta, 200 mkg/ml li eritma 10 marta, 500 mkg/ml li eritma 25 marta suyultirilishi lozim.

Eritmadagi sianokobalaminning milligrammlardagi miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{D \cdot 1000 \cdot V_1}{207 \cdot 100 \cdot V} = \frac{D \cdot 10 \cdot V_1}{207 \cdot V}$$

bu yerda 207—sianokobalaminning 361 nm dagi solishtirma yutilish ko'rsatkichi— $E_{1\%}^{1\text{cm}}$;

V —suyultirish uchun olingan dori turining ml hajmi;

V_1 —eritmaning ml lardagi oxirgi hajmi.

In'yeksion eritmaning 1 ml idagi sianokobalaminning miqdori mos ravishda 0,027–0,033 mg, 0,09–0,11 mg, 0,18–0,22 mg yoki 0,45–0,55 mg bo'lishi lozim.

Adonizidning miqdorini aniqlash

10 ml dori turi 5 g xromatografiya uchun ishlatiladigan aluminiy oksidi solingan, diametri 5–6 mm bo'lgan kolonkadan o'tkazilib, uning 0,5 ml iga 1 ml natriy pikratning neytrallangan eritmasi, 3 ml suv, 0,5 ml 2% li natriy gidroksid solib aralashtiriladi. 10 minutdan so'ng eritmaning optik zichligi qalinligi 5 mm bo'lgan kyuvetada, ko'k nurtutqichda, fotoelektrokolorimetrda aniqlanadi.

Solishtiriluvchi, eritma sifatida 1 ml neytral natriy pikrat eritmasi, 0,5 ml tozalangan neytral dori turi va 3,5 ml suvdan iborat bo'lgan aralashmadan foydalaniladi.

Bir vaqtning o'zida etalon eritmaning optik zichligi aniqlanadi.

1 ml dori turidagi glikozidlarning simariga nisbatan hisoblangandagi milligrammlardagi miqdorini hisoblash quyidagi formula yordamida aniqlanadi:

$$X = \frac{D_1 \cdot a \cdot 0,0027}{D_0 \cdot 0,5}$$

bu yerda a —etalon eritmadagi natriy sulfitning milligrammlardagi miqdori, 0,027–1 mg suvsiz natriy sulfitga mos kelgan simarinning miqdori.

1 BTB (LED) 0,024 simariga mos keladi (BTB—baqa ta'sir birligi).

1 ml dori turi 23–27 BTB ga ekvivalent bo'lgan 0,55–0,65 mg simarin saqlashi lozim.

1. Etalon eritma tayyorlash

1 ml natriy pikratning neytral eritmasiga 0,5 ml tozalangan neytral preparat, 2,2 ml 1% li sulfit natriyning suvli-glitserinli eritmasi va 1,3 ml suv solib aralashtiriladi.

2. Tozalangan dori turining neytralligini aniqlash

2 ml tozalangan dori turiga 5–6 tomchi fenolftalein va 0,1 mol/l li natriy gidroksid eritmasidan och qizil rang hosil bo'lgunicha qo'shiladi. 2 ml dori turini neytrallash uchun 0,1 m li natriy gidroksiddan qancha

ketishini aniqlab, tozalangan dori turining qolgan qismi indikator qo'shmasdan neytrallanadi.

3. Sulfid natriyning 1% li suvli-glitsirinli eritmasini tayyorlash

1 g natriy sulfid hajmi 100 ml bo'lgan o'lchov kolbasida 50 ml suvda eritilib, 25 ml glitsirin qo'shiladi va belgisigacha suv bilan suyultiriladi. Eritmadagi natriy sulfidning miqdori yodometrik usul bilan aniqlanadi: 15 ml 0,1 m yod eritmasi 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga solinib, 2,5 ml xlorid kislota eritmasi, 10 ml sulfid natriyning suvli-glitsirinli eritmasi qo'shib chayqatiladi va yodning ortiqcha miqdori 0,1 m li natriy tiosulfat eritmasi bilan titrlanadi (indikator – kraxmal).

Bir vaqtning o'zida nazorat tajribasi o'tkaziladi.

1 ml 0,1 m yod eritmasi 0,01262 g $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ga mos keladi. Natriy sulfidning eritmadagi miqdori 1,00 dan 1,03% gacha bo'lishi lozim. Bu 0,5–0,515% suvsiz natriy sulfidga mos keladi.

Tayyorlangan eritmaning yaroqlilik muddati – 2 kun.

4. Natriy pikratning neytral eritmasini tayyorlash

1 g pikrin kislotali 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga solinib, 25 ml suv, 4,36 ml 1 m natriy gidroksid eritmasi (aniq ekvivalent miqdorda) va suv bilan belgisigacha suyultiriladi. 5 ml eritma 0,1 m li xlorid kislota bilan fenoltalein indikatorini ishtirokida titrlanadi. Eritma kislotali yoki ishqorli bo'lgan taqdirda 0,1 m li xlorid kislotali yoki 0,1 m li natriy gidroksid eritmasidan hisoblab qo'shiladi.

0,18% li adrenalini gidrotartrat in'yeksion eritmasining miqdorini aniqlash

5 ml in'yeksion eritma 100 ml hajmli o'lchov kolbasida suv bilan suyultirilib, uning 10 ml i ga 0,2 ml temir-sirrat reaktivi, 1 ml aminosirka bufer aralashmasi qo'shiladi va 10 minutdan so'ng eritmaning optik zichligi qalinligi 1 sm bo'lgan kyuvetada, 530 nm to'lqin uzunligida (yashil svetofiltr) fotoelektrokolorimetrdagi yoki spektrofotometrdagi aniqlanadi. Solishtiriluvchi eritma sifatida suv olinadi.

Bir vaqtning o'zida standart namuna eritmasining ham yuqorida ko'rsatilgan tartibda optik zichligi aniqlanadi.

1 ml eritmadagi adrenalini gidrotartratning grammlardagi miqdori quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$X = \frac{D \cdot 0,000091 \cdot 100 \cdot 10}{D_0 \cdot 5 \cdot 10}$$

Adrenalin gidrotartrat standart namunasi eritmasini tayyorlash

0,1820 g (aniq tortma) doimiy og'irlikkacha quritilgan adrenalin gidrotartrat 100 ml hajmli o'lchov kolbasida suvda eritilib, 0,1 g metabisulfit natriy qo'shib, belgisigacha suv bilan suyultiriladi. 5 ml eritma 100 ml hajmli o'lchov kolbasida belgisigacha suv bilan suyultiriladi.

Temir-sitrat reaktivini tayyorlash

1,5 g temir (II) sulfat va 1 g metabisulfit natriy 200 ml suvda eritiladi (A eritma). 10 ml A eritmada 0,5 g natriy sitrat eritiladi (B eritma).

B eritma faqat tayyorlangan kunidagina yaroqli.

Kortizon atsetatning miqdorini aniqlash

0,001% li spirtli eritmaning optik zichligi 238 nm da qalinligi 1 sm bo'lgan kyuvetada o'lchanadi. Bir vaqtning o'zida 0,001% li standart namuna spirtli eritmasining optik zichligi o'lchanib, kortizon atsetatning foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{D_1 \cdot C_0 \cdot 100}{D_0 \cdot C_1}$$

D_1 —tekshiriluvchi eritmaning optik zichligi;

D_0 —standart namuna eritmasining optik zichligi;

C_1 —tekshiriluvchi eritmaning konsentratsiyasi;

C_0 —standart namuna eritmasining konsentratsiyasi;

Kortizon atsetatning preparatdagi miqdori 97–103% bo'lishi lozim.

Retinol atsetatning 3,44; 6,88 va 8,60%li moyli eritmalari tahlili

0,1 g (aniq tortma) 100 ml hajmli o'lchov kolbasida mutloq spirtida eritilib, belgisigacha suyultiriladi (A eritma). So'ngra eritma quyidagi tartibda suyultiriladi. 3,44% li eritmaning A eritmasidan 1 ml i 10,5 ml, 6,88% li eritmaning A eritmasini 1 ml i 21 ml, 8,60% li eritmaning 1 ml iga 26 ml mutloq spirt qo'shib suyultirilib (1 ml eritma 3 mkg retinol atsetat saqlashi lozim, bu 8–10 TB ga mos keladi), eritmaning optik zichligi 326 nm da 1 sm qalinlikdagi kyuvetada, spektrofotomerda aniqlanadi.

Retinol atsetatning 1 ml preparatdagi gramm miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{D \cdot 100 \cdot V_1 \cdot d}{a \cdot V \cdot 1550 \cdot 100}$$

bu yerda V —o'lchab olingan A eritmaning hajmi;

V_1 —suyultirilgan B eritmaning hajmi;

a —preparatning tortib olingan miqdori;

d —preparatning zichligi.

1550—retinol atsetatning 326 nm dagi solishtirma yutilish ko'rsatkichi

Retinol atsetatning 1 ml preparatdagi miqdori 0,031–0,0378 g (90000–110000 TB), 0,0619–0,0757 g (180000–220000 TB), 0,0774–0,0946 g (225000–275000 TB) oralig'ida bo'lishi lozim.

Riboflavinning miqdorini aniqlash

0,06 g dori moddaga (aniq tortma) 1000 ml hajmli o'lchov kolbasida 2 ml muz holdagi sirka kislotasi, 500 ml suv qo'shilib suv hammomida eriguncha qizdirib, sovitiladi va belgisigacha suv bilan suyultiriladi. Hosil bo'lgan eritmaning 10 ml i 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga o'tkazilib, 3,5 ml 0,1 mol natriy atsetat eritmasi qo'shiladi va belgisigacha suv bilan suyultiriladi.

Eritmaning optik zichligi spektrofotometrda, 267 nm to'lqin uzunligida qalinligi 1 sm bo'lgan kyuvetada aniqlanadi.

Riboflavinning foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{D \cdot 10000}{a \cdot 850}$$

bu yerda a —moddaning grammlardagi tortib olingan miqdori;

850—riboflavinning 267 nm dagi solishtirma yutilish ko'rsatkichi;

Riboflavinning dori moddadagi miqdori 98–100% bo'lishi lozim.

0,001 g sinestrol tabletkasining miqdorini aniqlash

0,3 g maydalab (aniq tortma) kukun holiga keltirilgan tabletka 25–30 ml sig'imli stakanga solinib, 15 ml mutloq spirt qo'shiladi va shisha tayoqcha bilan 2–3 minut davomida aralashtirilib, tinitilgach, ehtiyotlik bilan 100 ml sig'imli o'lchov kolbasiga filtrlanadi. Filtrdagi cho'kma 2 marta 15 ml va 10 ml spirt bilan yuviladi.

Eritma mutloq spirt bilan o'lchov kolbasining belgisigacha suyultirib, 280 nm da qalinligi 1 sm bo'lgan kyuvetada optik zichligi aniqlanadi.

Bir vaqtning o'zida standart namuna eritmasining ham optik zichligi aniqlanadi va tabletkadagi sinestrolning gramm miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{D \cdot 0,003 \cdot v}{D_0 \cdot a}$$

bu yerda a —moddaning grammlardagi tortib olingan miqdori;
0,003—standart eritmadagi sinestrolning gramm miqdori;
 v —tabletkaning grammlardagi o'rtacha og'irligi.

Sinestrolning tabletkadagi gramm miqdori 0,0009–0,0011 g bo'lishi lozim.

Sinestrolning standart namunasi eritmasini tayyorlash

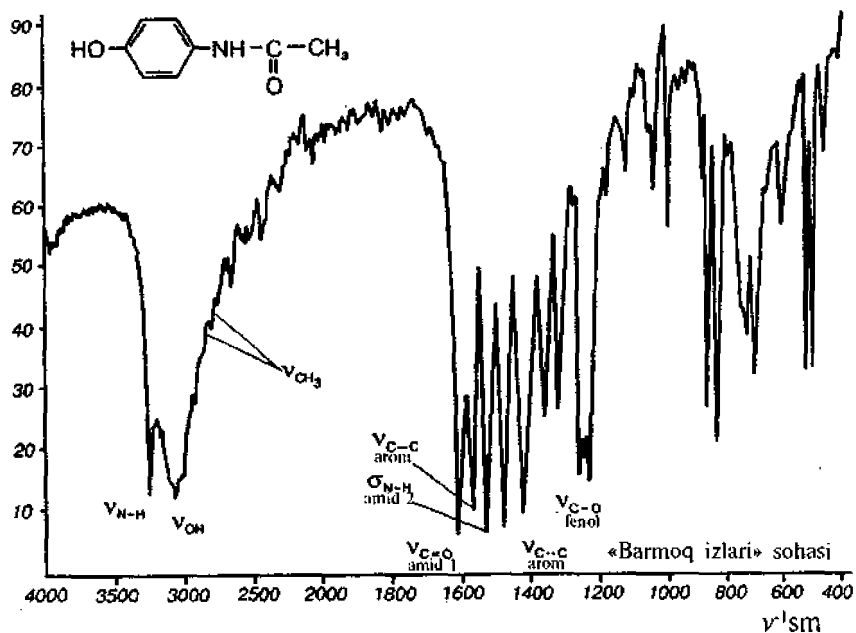
0,06 g sinestrol (aniq tortma) 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga solinib, 70–80 ml mutloq spirta eritilgach, belgisigacha spirt bilan suyultiriladi. Eritmaning 5 ml i 100 ml sig'imli o'lchov kolbasiga solinib, mutloq spirt bilan belgisigacha suyultiriladi.

Standart namuna eritmasining 1 ml idagi sinestrolning miqdori 0,00003 g ga teng.

5.6. IQ-SPEKTROFOTOMETRIK USUL

Farmatsevtik tahlilda elektromagnit nurlanish spektrining 4000-250¹sm oralig'idagi infraqizil sohasidan keng foydalanib, bu usul – infraqizil spektrometrik usul deb ataladi. Bu usul ilk bor Davlat farmakopeyasining X nashrida ftorotan hamda metitsillin va oksatsilinning natriyli tuzlarini chinligini aniqlash uchun tavsiya etilgan bo'lsa, hozirgi vaqtga kelib turli guruh dori vositalarining tahlilida keng miqyosda qo'llanilmoqda.

Usulning mohiyati molekuladagi valent va deformatsion tebranishlarni qayd etishga asoslangan bo'lib, har bir funksional guruhga xos bo'lgan valent, deformatsion va boshqa tebranishlar IQ-spektrning ma'lum sohasida qayd etiladi.



18-rasm. Parasetamolning kaliy bromid tabletkasida olingan infraqizil spektri.

IQ-spektrdagi u yoki bu funksional guruhga hos bo'lgan yutilish yo'li, uning molekuladagi holatiga qarab, spektrning ma'lum sohasida, turli intensivlikda kuzatilganligi sababli bu usuldan modda molekulasining

tuzilishini tadqiq qilishda farmatsevtik tahlilda esa dori moddaning chinligini, tozaligini va miqdorini aniqlash maqsadlarida foydalanish mumkin. Dori moddasi tarkibidagi yot aralashmalar juda oz bo'lganligi va IQ-spektr 5–15 mg miqdoridagi tekshiriluvchi moddada olinganligi sababli qo'shimcha moddalarga xos yutilish yo'llari moddaning yutilish yo'llari orasida qoladi yoki intensivligi juda past bo'lgan yo'llar hosil qiladi. Bu omil usulning dori moddalar tozaligini aniqlashdagi imkoniyatlarini bir qancha kamaytiradi.

Moddaning IQ-spektrdagi tavsifiy yutilish yo'li yuzasini solishtiriluvchi namuna spektrdagi tavsifiy yutilish yo'lining yuzasi bilan solishtirish orqali bu usulni miqdoriy tahlilda ham qo'llash mumkin. Lekin turli sabablarga ko'ra dori vositalarining miqdoriy tahlilida bu usul hozircha keng o'rin egallagani yo'q.

Moddaning IQ-spektrida hosil qilgan yutilish yo'llari uning chinligi haqida yetarli ma'lumot bera olganligi sababli, IQ-spektrometrik usul dori vositalarning chinligini aniqlash maqsadida qo'llanilmoqda.

Elektromagnit nurlanishning yutilishi moddadan nur o'tishining teskari qiymati logarifmiga teng:

$$A = \lg \frac{1}{T}$$

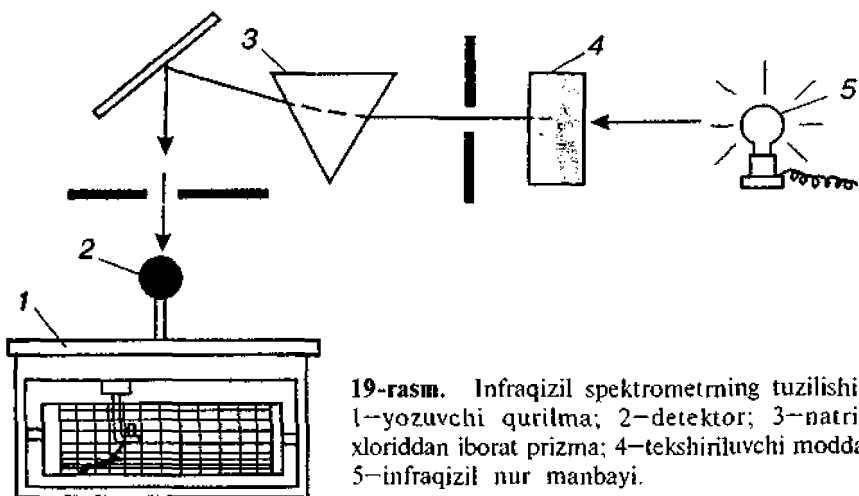
A —nurning yutilishi;

T —nurning o'tishi (propuskayemost).

Infraqizil spektr moddadan o'tgan nurning o'tish foizi bilan tebranish chastotasi (soni) orasidagi bog'liqlikni ifodalaydi. Tebranish chastotasi teskari santimetr - sm^{-1} larda belgilanib, undan osonlik bilan sm yoki nm larga o'tish mumkin:

$$1680^{-1} \text{sm} = \frac{1}{1680} \text{sm} = 0,0005952 \text{sm} = 5952 \cdot 10^{-7} \text{sm} = 5952 \text{nm}$$

IQ-spektrometrik usulda ishlatiladigan spektrofotometrlar nurning ko'zga ko'rinadigan va ultrabinafsha sohalaridagi yutilishni qayd etadigan spektrofotometrlardan nur manbai, qo'llanilgan optik jihozlar va detektor turi bilangina farqlanib, ular 4000^{-1} - 678^{-1}sm tebranish chastotasidagi spektrni bera oladi (19-rasm).



19-rasm. Infraqizil spektrometring tuzilishi: 1—yozuvchi qurilma; 2—detektor; 3—natriy xloriddan iborat prizma; 4—tekshiriluvchi modda; 5—infraqizil nur manbai.

To'liq uzunligi shkalasini kalibrlash polistirol plenkasini spektrni o'lchash orqali amalga oshiriladi.

IQ-spektrometrik tahlil usuli 3 bosqichdan iborat:

1—tahlil uchun modda namunasini tayyorlash;

2—IQ-spektrni olish;

3—olingan IQ-spektrni standart namuna spektri bilan solishtirish (interpretatsiyalash va identifikatsiyalash).

1. Modda namunasini tahlil uchun tayyorlash tahlil aniqligining muhim omillaridan biri bo'lib, suyuq moddalar to'g'ridan-to'g'ri yoki tegishli erituvchida eritilib, qattiq moddalar esa vazelin moyi bilan aralashtirilib yoki kaliy bromid bilan taxtakachlab aniqlanadi. Tahlil qilinayotgan namunada namning bo'lmasligi IQ-spektr olishning muhim omillaridan biri hisoblanadi.

Namuna fagat havonchada maydalanib, hosil bo'lgan kukun IQ-nurni o'tkazuvchi muhitga joylashtiriladi.

Kaliy bromid $4000-400\text{ sm}^{-1}$ da yutilish bermaydi. Vazelin moyning bu oraliqda beradigan yutilish yo'llari juda kichik intensivlikka ega. Tahlil uchun dori moddasidan 15 mg, tabletkada massasidan esa 5 mg olish maqsadga muvofiq.

2. Har bir IQ-spektrni olishdan oldin havoning spektri olinadi. Bu spektr "fon" spektri deyilib, havo tarkibidagi uglerod (IV) oksidga va namlikka xos bo'lgan, juda kam intensivlikdagi yutilish yo'llarini beradi.

Zamonaviy uskunalarda spektrni olish va uni ishlab chiqish "Spektrum" dasturiga ko'ra IBM turidagi maxsus kompyuterlarda bajarilmoqda.

Uskuna to'g'ri ishlashi uchun tebranmaydigan mustahkam yuzaga o'rnatilgan, suv manbalari (nam) va qizdirish ta'siridan muhofaza qilingan bo'lishi kerak.

Suv IQ-spektrda yutilish berib, uskunaning optik qismidagi kaliy bromid esa namlikni yutishi natijasida xiralashib qoladi. Shu sababli uskunadagi quritish vositasi vazifasini bajaruvchi silikagel har haftada almashtirib turiladi.

3. Deyarli barcha zamonaviy farmakopeyalarga dori vositalari chinligini IQ-spektrometrik aniqlash usuli kiritilgan bo'lib, bunda tekshiriluvchi moddaning standart namunasidan foydalanish tavsiya etilgan. Tekshiriluvchi namunaning infraqizil spektri standart namuna spektri bilan yutilish yo'llari va ularning intensivligi bo'yicha mos bo'lishi talab etiladi. Ba'zida moddaning chinligi solishtiriluvchi modda spektri bo'yicha ham aniqlanadi. Buning uchun dori moddasining IQ-spektri olinib, spektrlar to'plami (atlas)dagi ayni shu moddaning spektri bilan solishtiriladi. Kalibrangan to'lqin uzunligi shkalasidagi farq polistiroil plyonkasi standart spektri bilan solishtirilib topiladi.

Solishtirish uchun standart namuna yoki spektrlar atlas bo'lmagan holda MTX da dori moddasining IQ-spektri va modda spektrini olish shartlari keltiriladi.

Ba'zi bir funksional guruhlarining IQ-spektrdagi yutilish yo'llari chastotasi

Guruh	Chastota, sm^{-1} (intensivlik)
O—N	3650—3200 (almashinuvchi)
N—H	3500—2900 (o'rtacha)
C—H	3300—2700 (kuchli-o'rtacha)
N—H	2550 atrofi (o'rtacha kuchsiz)
C—C	2200 atrofi (kuchsiz)
C=N	2200 atrofi (o'rtacha-kuchsiz)
C=O	1850—1650 (kuchli)
C=C	1650 atrofi (o'rtacha-kuchsiz)
C—O—	1300—1000 (kuchli-o'rtacha)

Kalibrlangan to'liqin uzunligi shkalasi va uskunadagi yutilish yo'llari holatining aniqlik darajasi polistirol IQ-spektridagi (uskunada olingan) yutilish yo'llarini ularning nazariy qiymati bilan solishtirib aniqlanadi.

Polistirol IQ-spektrdagi to'liqin uzunliklari shkalasini tekshirish

Yutilish yo'llari, sm^{-1}	Yutilish yo'llari holati bo'yicha aniqlik darajasi (o'tish foizlarida)
Nazariy qiymat	3027, 2850, 1944, 1802, 1601, 1583, 1154, 1028, 906
Aniqlangan qiymat	3030, 2853, 1947, 1805, 1604 1587, 1157, 1031, 909
Farq	3 sm^{-1}

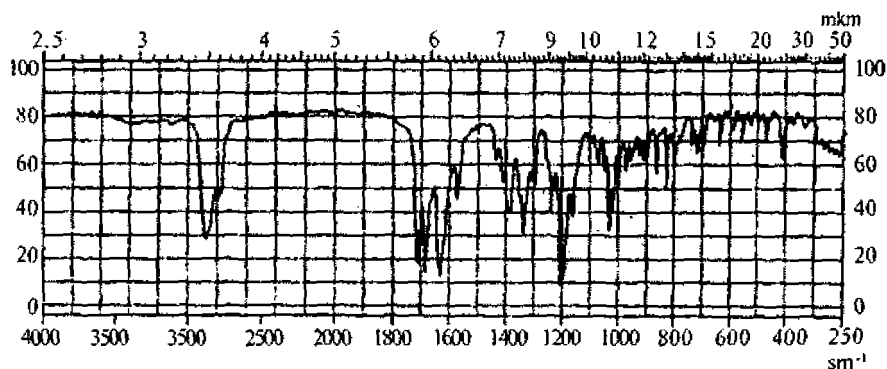
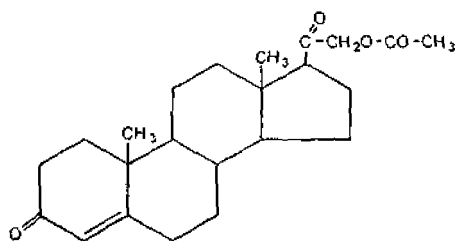
2870 sm^{-1} dagi minimum va 2851 sm^{-1} dagi maksimum orasidagi nurning o'tish farqi foizlarda 18 dan, 1589 sm^{-1} dagi minimum va 1583 sm^{-1} dagi maksimum orasidagi farq esa 12 dan katta bo'lishi kerak.

Polistirolning ma'lum to'liqin uzunligidagi yutilish yo'li uning nazariy qiymati holatidan siljigan bo'lsa, bu tekshiriluvchi modda IQ-spektrini o'rganishda e'tiborga olinadi.

Dori vosita namunasining pastasini tayyorlashda qo'llaniladigan vazelin moyining IQ-spektrini baholash uchun toza vazelin moyi spektri olinadi va yutilish yo'llarining holati ko'rib chiqiladi. Vazelin moyi to'yingan uglevodorodlardan tarkib topgan. Spektrda C-H valent tebranishining: 2950, 2920 va 2850 sm^{-1} , hamda C-H deformatsion tebranishining: 1460, 1375 sm^{-1} , 722 sm^{-1} da kuchsiz yutilish yo'li qayd etiladi.

Dezoksikortikosteron atsetat (DOKSA) IQ-spektrini o'rganish

Dezoksikortikosteronning vazelin moyi bilan pasta holidagi IQ-spektri olinib, DOKSAni rasmda berilgan spektri bilan solishtiriladi.



20-rasm. Dezoksikortikosteron atsetatning IQ-spektri.

1605 sm^{-1} da steroid halqaning 4-holatidagi -S=S- guruh valent tebranishlaridan hosil bo'lgan o'rtacha intensivlikdagi yutilish yo'li, 1656 sm^{-1} da uchinchi holatdagi karbonil guruhi, 1684 sm^{-1} da 20 holatdagi karbonil guruhi, 1733 sm^{-1} da atsetil guruhidagi karbonil, 1231 sm^{-1} oddiy efilarga xos bo'lgan yutilish yo'li kuzatilib, dezoksikortikosteronning 21-uglerod atomidagi gidroksil guruhiga xos bo'lgan 3480 sm^{-1} dagi yutilish yo'li kuzatilmaydi.

5.7. FLYUORIMETRIK USUL

Flyuorimetrik usul – fotometrik tahlil usuli bo'lib, tekshiriluvchi moddaning flyuoressensiyalanish intensivligini aniqlashga asoslangan. Jarimatsevtik tahlilda glutamin kislotasi, akridin, ftalazol, ftazin hosilalanishida hamda ba'zi bir antibiotiklar va vitaminlar tahlilida ushbu usul qo'llaniladi. Suyultirilgan eritmalarni flyuoressensiyalanish intensivligi quyidagi tenglama bo'yicha aniqlanadi:

$$F = j_0 2,3 \varepsilon cb \varphi$$

bunda

F – umumiy flyuoressensiyalanish intensivligi, kvant/s;

j_0 – quuzg'atuvchi yorug'lik intensivligi, kvant/s;

ε – molyar yutilish koeffitsiyenti;

c – eritmaning konsentratsiyasi, mol/l;

b – flyuoressensiyalanish qatlamini qalinligi, sm;

φ – moddaning tabiati bilan bog'liq flyuoressensiyaning kvant chiqishi.

Ushbu tenglama qo'zg'atuvchi to'lqin uzunligida optik zichligi $D = 0,05$ dan oshmagan eritmalar uchun ishlatiladi (bunda $D = 0,05$ bo'lsa, ichki filtr ta'siridagi xatolik flyuoressensiyalanish intensivligining 5 foizi atrofida bo'ladi.)

Odatda eritma konsentratsiyasi $10^{-5} - 10^{-6}$ g/ml (0,01–0,001 mg/ml) va undan kam bo'lganida, flyuoressensiyalanish intensivligi bilan eritmadagi moddalar konsentratsiyasi orasida to'g'ri mutanosiblik mavjud bo'lib, undan yuqori konsentratsiyadagi eritmalarda to'g'ri mutanosiblik buzilib, flyuoressensiyalanishning pasayishi kuzatiladi.

Flyuoressensiyalanish intensivligi ma'lum darajada qo'zg'atuvchi yorug'lik to'lqin uzunligi, tekshiriluvchi eritmaning pH-qiyamati, erituvchining xususiyati hamda eritmaning tarkibidagi qo'zg'algan energiyani qisman bo'lsa-da yutib oluvchi yoki molekullarni qo'zg'aluvchanligini pasaytiruvchi yot qo'shilmalarga (to'siqli ta'sir) bog'liq bo'ladi. Masalan, xinin eritmasiga natriy xlorid qo'shilsa uning flyuoressensiyalanishi pasayib ketadi, riboflavin eritmasiga fenol yoki gidroksil guruhi saqlagan moddalar, tiokrom eritmasiga xlorid kislotasi, pterin hosilalariga natriy gidroksid eritmasi qo'shilganida flyuoressensiyalanishi pasayib ketadi. Flyuoressensiya usulida haroratni boshqarish va flyuoressensiyalanish intensivligini pasaytiruvchi omillarni yo'qotishi muhim o'rin tutadi. Tekshiriluvchi va standart namuna bir vaqtda aniqlanganida termostatlash va kislorodni yo'qotish zaruriyati o'z-o'zidan yo'q bo'ladi. Tekshiriluvchi namunani nurlanish manbayi ta'sirida qizib ketishi ro'y bermasligi uchun

o'lash jarayoni juda tez bajarilishi lozim. Flyuoressensiyalanish spektri yutilish spektriga nisbatdan keng to'lqin chegaralarda hosil bo'ladi (50–100 nm) va 100–200 nm chegaralarida keng nurlanish chiziqlari beradi.

Flyuorimetrik usul bilan ikki komponentdan ortiq bo'lmagan dori vositalari tahlili amalga oshiriladi.

Tekshiriluvchi dori vositalari eritmalarida fluoressensiyani qo'zg'atish uchun 365–366 nm to'lqin uzunligida ultrabinafsha nur ta'sir ettiriladi. Ayrim dori vositalari fluoressensiya bermaydi, bunda qator reaktivlar ta'sirida ularning fluoressensiyalanuvchi birikmalari olinadi.

Flyuoressensiyalanish spektri tavsifi hamda nurlanish rangi flyuoressensiyalanadigan moddalar (fluoroxromlar) uchun o'ziga hos bo'ladi. Shuning uchun flyuoressensiya usuli moddalar chinligini aniqlashda va miqdoriy tahlil o'tkazish uchun qo'llaniladi.

Flyuorimetrik tahlilni bajarishda foydalaniladigan spektroflyuorimetrlar quyidagicha tuzilishga ega: simob–kvars lampasidan chiqayotgan nur birlamchi yorug'lik filtr va kondensor orqali aniqlanadigan modda eritmasi solingan kyuvetaga tushadi va eritma flyuoressensiyalana boshlaydi. Qo'zg'algan nur kvantlari ikkilamchi yorug'lik filtridan o'tib, fotoelementga tushgan yorug'lik miqdorini belgilab oladigan galvanometr bilan birlashtirilgan fotoelementga tushadi (21-rasm).

Miqdoriy tahlilni o'tkazish uchun solishtiriluvchi eritma sifatida ma'lum konsentratsiyadagi flyuoressensiyalovchi moddaning standart namunasini eritmasi ishlatiladi. Hisoblash quyidagi formula bo'yicha amalga oshiriladi:

$$X = \frac{(n_1 - n_2)c}{n - n_2}$$

X—eritmada moddaning miqdori;

$n_1 - n_2$ — tekshiriluvchi eritma uchun va nazorat tajribasi uchun bo'lgan to'g'rilash qiymati hisobga olingandan keyin qolgan spektroflyuorimetrdagi ko'rsatkich;

$n - n_2$ — standart namuna eritmasining nazorat tajribasi uchun bo'lgan to'g'rilash qiymati chiqarib tashlangandan keyingi spektroflyuorimetrdagi ko'rsatkich;

c—standart namuna eritmasining konsentratsiyasi, belgilangan o'lchov birligida.

Hisoblash kalibrangan grafik yoki standart eritma shkalalari yordamida bajariladi.

Odatda flyuoessensiyalanish intensivligi moddaning konsentratsiyasiga juda tor oraliqda mutanosib bo'lib, ularning nisbati:

$$\left[\frac{j_x - j_o}{j_c - j_o} \right]$$

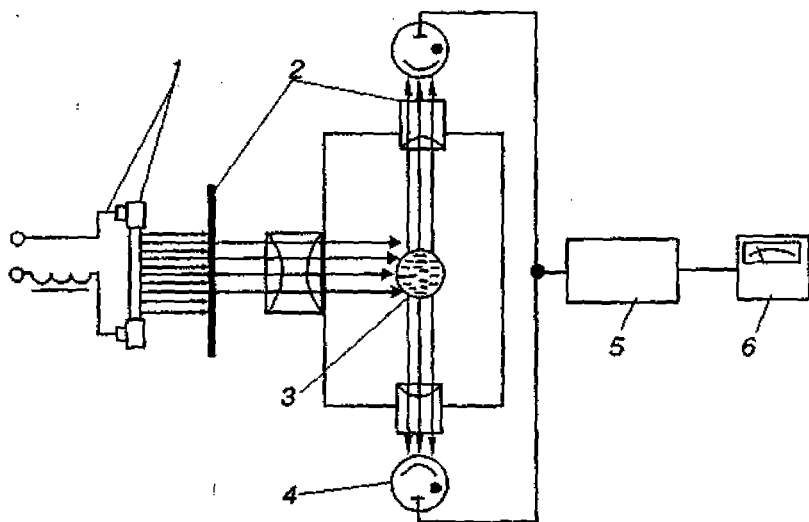
bilan ifodalanadi.

(j_x , j_o , j_c —tekshiriluvchi eritmaning, erituvchining va standart namuna eritmasining flyuoessensiyalanishi intensivligi) ning qiymati 0,40 dan kam va 2,50 dan ko'p bo'lmasligi kerak.

$$\frac{n_1 - n_2}{n - n_2}$$

Flyuorimetrik usulining nisbiy xatoligi 2–5% oraliqida bo'ladi.

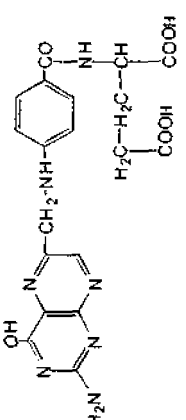
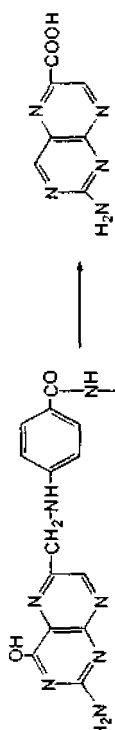
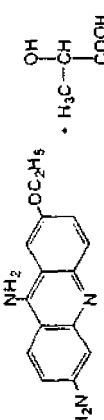

Flyuorimetrik usul dori vositalarining turg'unligini o'rganishda samarali usullardan biri hisoblanadi. Bu usul orqali dori vositalarining turg'unligi bilan bir qatorda, ularning parchalanish jarayonini ham o'rganish mumkin.



21-rasm. Spektroflyuorimetrlning tuzilish chizmasi.

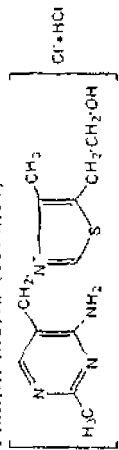
1—simob kvarts yoritgich; 2—nurtutkich; 3—tekshiriluvchi eritma solingan kyuveta; 4—fotoelementlar; 5—kuchaytirgich; 6 — galvanometr.

Ba'zi bir dori moddalarni ultrabinafsha nur ta'sirida fluoressensiyalanishi bo'yicha tahlil qilish

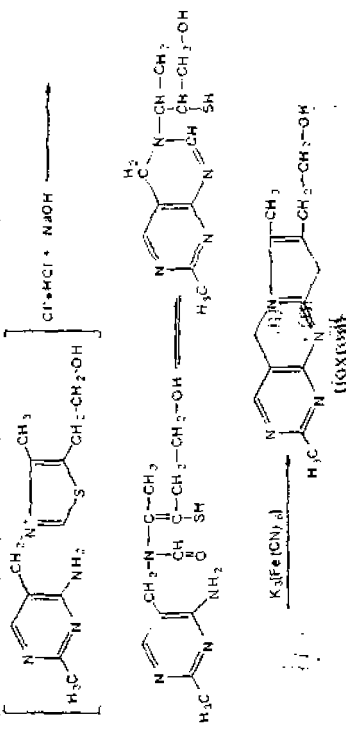
N	Dori moddasining nomi va kimyoviy tuzilishi	Reaksiyani bajarish uslubi
1	<p>Foli kislotasi</p> 	<p>10 mg foli kislotasi 10 mg suvda eritilib, 1 tomchi natriy karbonat eritmasi, 1 ml suyuqlirilgan xlorid kislotasi va 1 ml 1% li $KMnO_4$ eritmasi qo'shib 2-4 minut davomida suv hammomida qizdirib sovittiladi va eritma rangsizlanguniga qadar tomchilab pergidrol eritmasi tomziladi. Eritma ultrabinafsha nurida ko'k rangda tovlanadi:</p> 
2	<p>Etakridin laktat</p> 	<p>Etakridin laktatning 1% li suvli eritmasi yashil rangda tovlanadi.</p>
3	<p>Natriy paraaminosalitsilat</p> 	<p>1-2 mg natriy paraaminosalitsilat chimni idishga solinib, 1-2 ml konsentrlangan sulfat kislotasi qo'shilganda eritmaning ko'k-binafsha rangda tovlanishi kuzatilib, 5 ml suv qo'shilganda tovlanishi yo'qoladi.</p>

7

Tiamin xlorid (bromid)

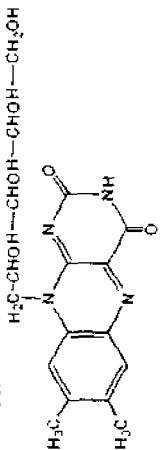


0,5 ml 0,2% li tiamin xlorid eritmasiga 2 ml kaliy ferritsianid eritmasi, 1 ml natry gidroksid eritmasi va 5 ml izoamyl spirti qo'shib chavqatilsa, izoamyl spirti qatlamni ultrabirafsha narda ko'k bo'lib tovlamadi. Fluoressensiya eritmaga kislotaga eritmasi qo'shilganda yo'qolib, ishqor eritmasi solinsa, yana hosil bo'ladi.

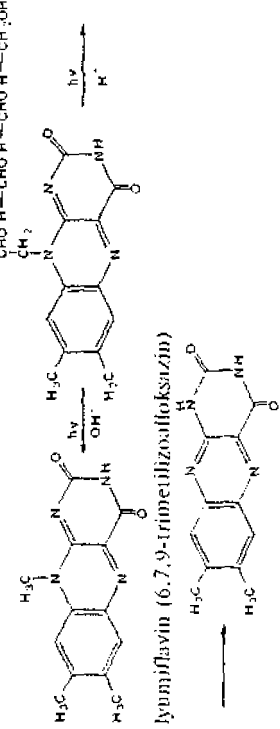


8

Riboflavin



Riboflavinning 0,001% li suvli eritmasi ultrabirafsha narda to'q yashil rangda tovlanib, eritmaga kislotaga yoki ishqor qo'shilsa tovlamish yo'qoladi:



Lyumixcom (6,7-dimetilzalloksazin)

Tiamin xloridning miqdorini aniqlash

Aniqlash tartibi:

0,012 tiamin xlorid (aniq tortma) 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga solinib 50 ml tozalangan suv qo'shib, qizdirib turilgan holda eritib, belgisigacha suv bilan suyultiriladi. 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga 1 ml tiamin xlorid eritmasidan solib, belgisigacha suv bilan suyultirib, chayqatiladi. Og'zi mahkam berkiladigan uchta ajratish voronkasi olib, ularga 1 ml tayyorlangan eritma, birinchi va ikkinchi ajratish voronkasiga 3 ml dan oksidlovchi aralashma, uchinchi ajratish voronkasiga esa 3 ml 15% li natriy gidroksid eritmasi (nazorat tajribasi) solib chayqatiladi. Ajratish voronkalariga 10 ml dan izoamil spirti (butil spirti yoki izobutil spirti) solib 2 minut chayqatib tindiriladi. Suvli qatlam ajratib olinib, spirtli qatlamga 5–7 g qizdirib quritilgan natriy sulfat qo'shib, 5 minutdan so'ng eritmalar ajratish voronkasining yuqorisidan flyuorimetr quyvetasiga quyib olinadi.

1 ml tiamin xlorid standart namunasi eritmasini ham yuqorida ko'rsatilgan tartibda ishlab olingach, standart namuna eritmasidan va unga nazorat tajribasidan olingan spirtli eritmalarining flyuorensensiyalanishi va tekshiruvchi eritmalar va ularga nazorat tajribasidan olingan spirtli eritmalarining flyuorensensiyalanishi o'lchanadi.

Tiamin xloridning dori moddasidagi foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi.

$$X = \frac{(A - A_1) * 100}{(A_2 - A_3) * a}$$

formulada:

A —tekshiriluvchi eritma uchun flyuorimetrning ko'rsatkichi;

A_2 —standart namuna eritmasi uchun flyuorimetrning ko'rsatkichi;

A_3 —standart namuna uchun nazorat tajribasining flyuorimetrik ko'rsatkichi;

a —tahlil uchun olingan modda (aniq tortma), g.

Tiamin xlorid standart namunasi eritmasini tayyorlash

0,01 g 100–105°C haroratda 2 soat davomida quritilgan tiamin xloridning standart namunasi 100 ml hajmli o'lchov kolbasida, 25% li spirt eritmasida eritilib, 10 tomchi konsentrlangan xlorid kislotasi eritmas-

idan qo'shib, belgisigacha 25% li spirt eritmasi bilan suyultiriladi (asosiy eritma). 1 ml asosiy eritma 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga solinib, belgisigacha suv bilan suyultiriladi. Eritma tayyorlangan kunigina yaroqli.

Oksidlovchi aralashmani tayyorlash uchun 10 mg qizil qon tuzi 25 ml hajmli o'lchov kolbasiga solinib, 1 ml suvda eritiladi va 15% li nitriy gidroksid eritmasi bilan belgisigacha suyultiriladi.

Izoamil (izobutil, butil) spirti dastlab flyuoressensiyalanmasligiga tekshirib ko'riladi. Spirtning flyuoressensiyalanishi kuzatilgan taqdirda 1 l spirtga 15–20 g faollashtirilgan ko'mir qo'shib 30 minut davomida chayqatib, bir kecha-kunduzga qoldirilib, so'ng haydab olinadi.

5.8. YADRO-MAGNIT REZONANSI SPEKTROSKOPIYASI (YMR, PMR, ^{13}C -YMR)

Nur modda eritmasi tomonidan yutilganda molekula turli o'zgarishlarga uchrashi mumkin. Bu o'zgarishlarning xususiyati nurning tabiatiga va moddaning kimyoviy tuzilishiga bog'liq. Ultrabinafsha va ko'zga ko'rinadigan nurlar ta'sirida molekula atomlaridagi valent elektronlarning energetik holati o'zgaradi (UB- va elektron spektrlar), radioto'lqinlar esa yadro va elektron spinlarning energetik holatini o'zgartiradi (YMR-spektr, PMR-spektr, EPR-spektr).

Elektron singari atom yadrosi ham harakatlanadi va bunda ma'lum harakat qiymatga (J) ega. Agar yadrodagi protonlar soni toq bo'lsa, harakatlenganda ma'lum magnit holatiga ega bo'ladi (m). m ning qiymati qat'iy kattalikka ega. Vodorod yadrosining harakat qiymati $J=\pm 1/2$; magnit holati $m=\pm 1/2$. Agar u yoki bu moddani kuchli magnit maydoniga joylashtirilsa, uning tarkibidagi protonlar harakati o'qining yo'nalishi o'zgaradi va bu harakat o'qi maydon magnit kuch chiziqlariga parallel bo'ladi.

Bunda kuch chiziqlari ikki variant bo'yicha joylashishi mumkin:

1–variant – magnit maydoni yo'nalishida.

2–variant – magnit maydoniga teskari yo'nalishda.

Agar magnit kuch chiziqlari yo'nalishiga perpendikular magnit maydoni joylashtirilsa va chastotasi o'zgartirib borilsa, tashqi magnit maydonning chastotasi, proton magnit maydonining chastotasi bilan tenglashtirilganda rezonans hodisasi kuzatiladi, bunda yadro aylanish o'qi boshqacha yo'nalish oladi (pereorientatsiya). Bunday magnit maydoni

kuch chiziqlarining o'zgarishi yadro tomonidan energiyaning yutilishiga sabab bo'lib, YMR-spektroskopiyasining asosini tashkil etadi.

YMR-spektri signallar majmuasi bo'lib, yadrolarning energetik sathlari orasida o'zgarishlar natijasida hosil bo'ladi.

YMR-spektrometr quyidagi asosiy qismlardan iborat (22-rasm):

1. Magnit maydonni sozlovchi (korreksiyalovchi) va barqaror qiluvchi (stabilashtiruvchi) tizimli magnit

2. Tahlil qilinuvchi namunani radiochastotali nurlantiruvchi elektromagnit generatsiya qurilmasi

3. Spektрни qayd qiluvchi qurilma

Moddaning YMR-spektrini olish uchun tekshiriluvchi modda (25–30 mg) deyteriylangan erituvchi (CDCl_3 , D_2O , CD_3SOOD)da eritilib, shishadan yasalgan ampulaga solib, yuqori kuchlanishli magnit maydonga kiritiladi. Rezonans hodisasi amalga oshishi hisobiga spektrometrda energiyaning yutilish qayd etiladi.

YMR-spektr to'rtta kattalik (parametr) bilan tavsiflanadi:

1. Kimyoviy siljish (sdvig) yoki signal.

2. Signalning bo'linganligi yoki multiptletliliigi.

3. Spin-spin ta'sirlashuv doimiysi (konstantasi) J.

4. Rezonans signalining yuzasi (maydoni).

Kimyoviy siljish (δ -delta) yoki (τ -tau) spektrdagi signalning o'rmini belgilab, ayni yadroning yoki yadrolarning kimyoviy qurshoviga bog'liq.

Kimyoviy siljish millionning ulushlarida ifodalanib, etalon birikmaning rezonans signaliga nisbatan o'lchanadi.

$\frac{(H_e - H)}{H_0}$ – qiymat tashqi maydon kuchlanishiga bog'liq bo'lmay,

proton turini xarakterlaydi va 10^6 –million ulushlarida o'lchanadi.

$$\delta = \frac{H - H_e}{H_0} \cdot 10^6 = \frac{\nu - \nu_e}{\nu_0} \cdot 10^6$$

Bu formulada:

H –rezonans kuzatiladigan maydon kuchlanganligi;

H_e –etalon rezonansi kuzatiladigan maydon kuchlanganligi;

H_0 –asosiy tashqi maydon kuchlanganligi;

ν_0 –ish chastotasi;

ν –protonning rezonans chastotasi;

ν_e –etalon protonlarning rezonans chastotasi.

Spektrometrning ish chastotasi 60 MHz bo'lsa, 1 m.u = 60 Hz, 100MHz bo'lsa 1 m.u = 100 Hz bo'ladi.

Dori moddalarning organik erituvchilardagi eritmalarini YMR-spektrini olish uchun xalqaro etalon TMS-tetrametilensilan qabul qilingan-(CH₃)₄Si.

U quyidagi afzalliklarga ega:

1. Undagi 12 proton ham bir xil qurshab olingan va spektrda yagona signal beradi.

2. Bu signal eng kuchli maydonda joylashgan bo'lib, organik moddalardagi boshqa barcha protonlar unga nisbatan kuchsiz maydonda rezonansga uchraydi.

3. TMS – boshqa organik birikmalar bilan kimyoviy ta'sirlashmaydi va oson uchuvchan.

δ shkala bo'yicha TMS kimyoviy siljish signali "0", τ shkala bo'yicha esa 10,0 deb qabul qilingan.

$$\delta = 10 - \tau$$

Signalning multiptetlili (bo'linganligi) signalning kvant spin soni birga teng bo'lgan qo'shni yadro ta'siri ostida parchalanishidir

$$M = n + 1$$

n-qo'shni funksional guruhdagi protonlar soni

Quyida tartibli spektrlarda multiptet signallar kimyoviy siljishdagi farq (gerslar bilan o'lchanganda) spin-spin ta'sirlashuv doimiysidan katta bo'ladi:

$$\Delta\delta vJ > 10'$$

$\Delta\delta$ —kimyoviy siljishlardagi farq million ulushlarda;

v—spektrometrning ish chastotasi, MHz;

J—spin-spin ta'sirlashuv konstantasi, cho'qqilar orasidagi gerslar bilan o'lchangan masofa.

Qo'shni guruh yadrolarining magnit xossasi noekvivalent bo'lsa, signalning ajralganligi $M = 2^n$ formula bo'yicha aniqlanadi.

Signal cho'qqilari soni bitta bo'lsa — singlet, ikkita bo'lsa — duplet, uchta bo'lsa — triplet, to'rtta bo'lsa — kvadruplet vabesh ta bo'lsa — kvintet deyiladi.

J — noldan 16 gers oralig'ida bo'ladi.

Ba'zi bir $-\text{CH}_3$ $-\text{CH}_2-$ $-\text{CH}-$ guruhlar

rezonans signallari kimyoviy siljishlari o'rni
(δ -shkala)

$-\text{CH}_3$	δ m.u.	$-\text{CH}_2-$	δ m.u.	$-\text{CH}-$	δ m.u.
$\text{CH}_2-\underline{\text{CH}_3}$	0.9	$\text{CH}_2-\underline{\text{CH}_2}$	1.3	$\begin{array}{c} \\ -\text{C}-\underline{\text{CH}}- \\ \end{array}$	1.5
$=\text{CH}-\underline{\text{CH}_3}$	1.7	$=\text{CH}-\underline{\text{CH}_2}-$	1.9	$\begin{array}{c} =\text{C}-\underline{\text{CH}}- \\ \end{array}$	2.1
$\text{C}_6\text{H}_5-\underline{\text{CH}_3}$	2.1	$\text{C}_6\text{H}_5-\underline{\text{CH}_2}-$	2.6	$\text{C}_6\text{H}_5-\underline{\text{CH}}$	2.9
$\text{O}-\text{C}(=\text{O})-\underline{\text{CH}_3}$	2.1	$\text{COO}-\underline{\text{CH}_2}-$	4.2	$\text{O}=\text{C}-\underline{\text{CH}}-$	3.7
OCH_3	3.3	$\underline{\text{CH}_2}-\text{COO}-$	2.2	$\text{OOC}-\underline{\text{CH}}$	4.3
$\underline{\text{CH}_2}-\text{COOH}$	2.3	$-\underline{\text{CH}_2}-\text{N}<$	2.5	$\begin{array}{c} >\text{C}-\underline{\text{CH}}- \\ // \end{array}$	2.4
$\text{S}-\underline{\text{CH}_3}$	3.1			$-\text{COOH}$	
$\text{N}-\underline{\text{CH}_3}$	2.2			$\text{S}-\underline{\text{CH}}-$	3.5
				$>\text{N}-\underline{\text{CH}}-$	2.9

$\text{R}-\underline{\text{CH}}=\text{CH}_2$ 4,6-5,5

$\text{R}-\underline{\text{NH}}_2$ 1,0-5,0

$\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$ 4,0-12,0

$\text{R}-\text{C}(=\text{O})-\underline{\text{OH}}$ 10,0-13,0

Rezonans signalining yuzasi - S aynan shu signalni hosil qilgan yadrolar soniga proporsional bo'lib, moddadagi yoki yot aralashma tarkibidagi protonlar sonini aniqlash uchun xizmat qiladi.

Turli moddalarning YMR-spektrlari bir-biridan farq qilganligi uchun YMR-spektroskopiya usuli yordamida dori modda chinligi, miqdori hamda tarkibidagi yot aralashmalar miqdorini aniqlash mumkin.

$$A = \frac{100 \cdot S_i / n_i}{\sum (S_i / n_i)} \quad B = \frac{100 \cdot S_i M_i / n_i}{\sum (S_i / n_i)}$$

A —moddaning nisbiy mollardagi foiz miqdori;

B —moddaning nisbiy og'irlikdagi foiz miqdori;

S_i —rezonans signalning spektrdagi yuzasi;

n_i —rezonans signalni hosil qilgan fragmentdagi yadrolar soni;

M_i —moddaning mol massasi.

Dori moddaning mutloq miqdorini aniqlash uchun tahlil qilinayotgan moddaning va standart namunaning eritmalari tayyorlanib, tahlil qilinayotgan modda eritmasiga ichki standart vazifasini bajaruvchi moddaning aniq miqdori qo'shilib, YMR-spektri olinadi.

Aniqlanuvchi moddaning mutloq og'irlikdagi foiz miqdori quyidagi hisoblash formulasi orqali hisoblanadi.

$$B = \frac{S_a \cdot M_a \cdot n_{st} \cdot m_{st}}{S_{st} \cdot M_{st} \cdot n_a \cdot m_a} \cdot 100$$

S_a —tahlil qilinayotgan modda rezonans signallarining yuzasi

S_{st} —standart namuna rezonans signallarining yuzasi

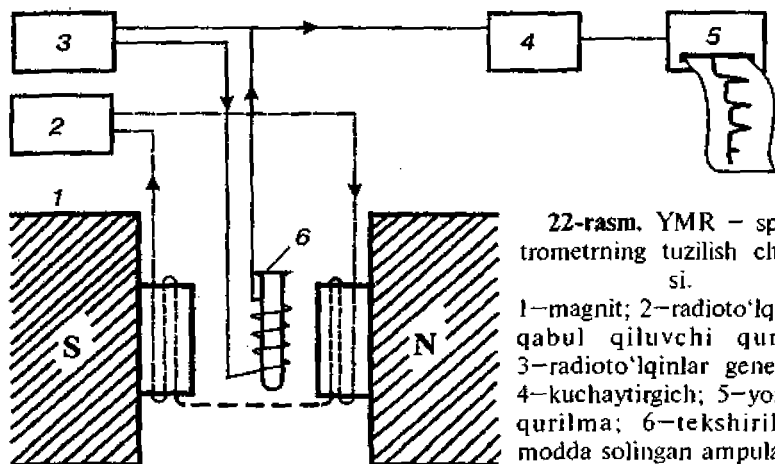
M_a —tahlil qilinayotgan modda mol massasi

n_{st} —standart namunadagi rezonans beruvchi yadrolar soni

n_a —tahlil qilinayotgan moddadagi yadrolar soni

m_{st} —standart namuna miqdori

m_a —tahlil qilinayotgan modda miqdori

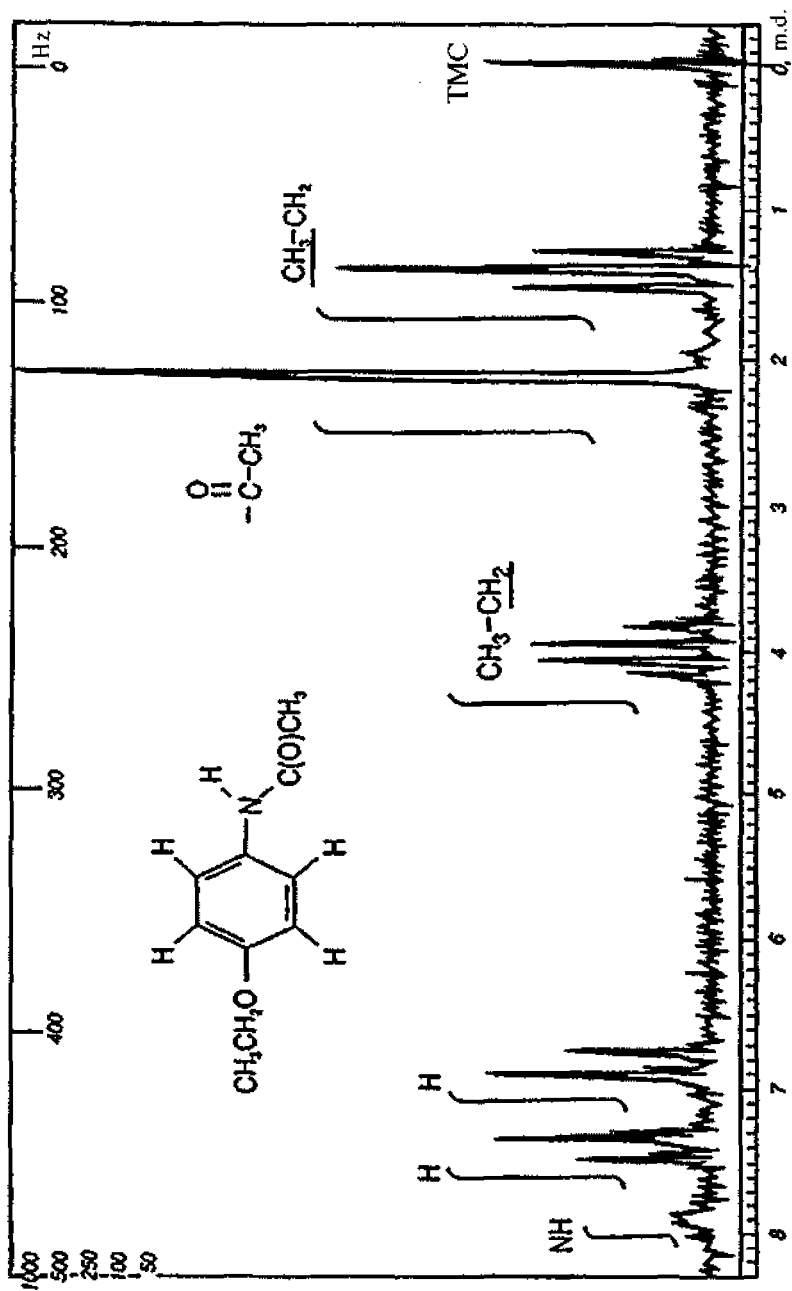


22-rasm. YMR – spektrometrning tuzilish chizmasi.

1—magnit; 2—radioto'lqinlarni qabul qiluvchi qurilma; 3—radioto'lqinlar generatori; 4—kuchaytirgich; 5—yozuvchi qurilma; 6—tekshiriluvchi modda solingan ampula.

**Standart namuna sifatida ishlatiladigan moddalar va ularning
rezonans signallari o'rni
(δ -shkala)**

1. Malein kislotasi	$\begin{array}{c} \text{HC} \text{---} \text{COOH} \\ \\ \text{CH} \text{---} \text{COOH} \end{array}$	2 CH=	6,60 m.u.
2. Benzil benzoat	$\text{C}_6\text{H}_5 \text{---} \text{C} \begin{array}{l} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \text{CH}_2 \text{---} \text{C}_6\text{H}_5$	-CH ₂ -	5,3 m.u.
3. Malon kislotasi	$\text{H}_2\text{C} \begin{array}{l} \text{COOH} \\ \diagup \\ \text{COOH} \end{array}$	CH ₂	3,3 m.u.
4. Suksinimid	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{CH}_2 \text{---} \text{C} \text{---} \text{NH} \\ \quad \diagdown \\ \text{CH}_2 \text{---} \text{C} \text{---} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array}$	2-CH ₂ -	2,77 m.u.
5. Atsetanilid	$\text{C}_6\text{H}_5 \text{---} \text{NH} \text{---} \text{C} \begin{array}{l} \text{O} \\ \parallel \\ \text{CH}_3 \end{array}$	-CH ₃	2,12 m.u.
6. Tret-butanol	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{H}_3\text{C} \text{---} \text{C} \text{---} \text{OH} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	3CH ₃	1,30 m.u.
7. Geksametilsiklotrisiloksan	$\begin{array}{c} \text{H}_3\text{C} \quad \text{CH}_3 \\ \quad \\ \text{---} \text{Si} \text{---} \text{O} \text{---} \text{Si} \text{---} \text{CH}_3 \\ \quad \quad \quad \\ \text{O} \quad \text{O} \quad \text{O} \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \\ \text{H}_3\text{C} \quad \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3 \end{array}$	6-CH ₃	0,15 m.u.



23-rasm. Fenatsetinning PMR-spektri.

5.9. XROMATOGRAFIK USULLAR

Xromatografik usullar tahlil qilinyotgan moddaning qo'zg'almas va qo'zg'aluvchan fazalar orasida tarqalishiga asoslangan. Bu usullar yordamida murakkab aralashmalar tarkibidagi ayrim moddalarni ajratib olish mumkin bo'lib, farmatsevtik tahlilda ularning qo'llanilish imkoniyatlari keng.

Xromatografik usullardan quyidagi maqsadlarda foydalanish mumkin:

1. Tabiiy xomashyolardan biologik birikmalarni ajratib olish.
2. Murakkab dori vositalari tarkibidagi ayrim komponentlarni ajratish va tahlil qilish.
3. Dori moddalarning chinligini aniqlash.
4. Dori moddalar tarkibidagi yot aralashmalarni aniqlash.
5. Dori moddalarini saqlash jarayonida borishi mumkin bo'lgan o'zgarishlarni o'rganish.
6. Dori moddalarning miqdoriy tahlilini bajarish va h.k.

Xromatografik usullar jarayonning mexanizmiga ko'ra quyidagicha tasniflanadi:

1. Ion almashinish xromatografiyasi.
2. Adsorbsion xromatografiya.
3. Cho'ktirish xromatografiyasi.
4. Taqsimlanish xromatografiyasi.
5. Oksidlanish-qaytarilish xromatografiyasi va h.k.

Jarayonning shakliga ko'ra xromatografik usullar quyidagilarga bo'linadi:

1. Kolonkali xromatografiya.
2. Kapillar xromatografiya.
3. Tekislik xromatografiyasi.
 - a) yupqa qatlam xromatografiyasi.
 - b) qog'oz xromatografiyasi.

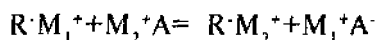
Shuningdek, tahlil qilinyotgan moddaning agregat holatiga qarab, gaz, gaz-suyuqlik, suyuqlik, yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi usullari mavjud.

Xromatografik usullarni tasniflashning boshqa turlari ham bor (sorbentning mahkamlangan va mahkamlanmagan qatlamida boradigan xromatografiya, yuqoriga yo'nalgan yoki pastga yo'nalgan, qo'zg'aluvchan qatlam xromatografiyasi va boshqalar).

5.9.1. Ion almashinish xromatografiyasi

Ion almashinish xromatografiyasi tahlil qilinayotgan eritma ionlari va sorbentning ionogen guruhlarini o'rtasidagi o'zaro qaytar ion almashinish jarayoniga asoslangan. Ionitlar suvda deyarli erimaydigan yuqori molekulyar polimer birikmalar bo'lib, tarkibida ion almashinish xususiyatiga ega bo'lgan ionogen guruhlarni saqlaydi. Ionogen guruhlarning xususiyatiga qarab ular kation va anion almashuvchi sorbentlarga bo'linadi.

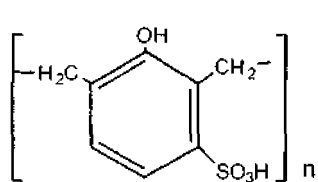
Eritma tarkibidagi (M_2^+) va kation almashuvchi sorbent tarkibidagi (M_1^+) kationlar o'rtasidagi almashinish reaksiyasi quyidagicha bo'ladi:



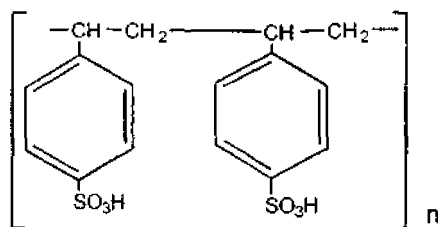
Bu yerda R—kation almashuvchi sorbent anioni;

A⁻—eritma tarkibidagi anion.

Kationlarning kimyoviy tuzilishida harakatchan ionogen guruh sifatida kislotalar xarakteridagi $-SO_3H$; $-COOH$; $-PO_3H_2$ va boshqa funksional guruhlar mavjud. Masalan, farmatsevtik tahlilda keng qo'llaniladigan KU-1 va KU-2 kationitlari fenolformaldehid, stiro'l va divinilbenzol asosida sintez qilib olingan yuqori molekulyar birikmalar bo'lib, ularning kimyoviy tuzilishida ion almashuvchi sulfo- ($-SO_3H$) guruh bo'ladi:



KU-1



KU-2

Kationitlardagi funksional guruhda vodorod ionlari yoki vodorod ioniga almashuvchi kationlar odatda harakatchan bo'ladi.

Anionitlar o'z molekulyar tuzilishida $-NH_2$; $=NH$; $\equiv N$; to'rtlamchi azot va piridin kabi asos xossaga ega faol ionogen guruhlarni saqlashlari bilan farqlanadi.

Ionitlarning naqadar kuchli kislotalar yoki asos xossaga ega bo'lishi ulardagi ionogen guruhlarning dissotsiatsiyalanish darajasiga bog'liq va bu xossalarga ko'ra ularni quyidagi guruhlariga bo'lish mumkin:

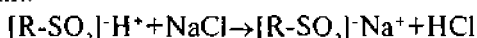
a) Kuchli kislota xossali kationitlar. Bu guruhga molekulasida $-\text{SO}_3\text{H}$ funksional guruhi saqlaydigan kationitlar kiradi. Ular birmuncha kuchli dissotsiatsiyalanish xossasiga ega bo'lib, kislotali, ishqoriy va neytral muhitlarda ham ion almashinish qobiliyatiga ega. Bu turdagi kationitlarga KU-1, KU-2, SDV, DAUEKS-5 kationitlari kiradi.

b) Kimyoviy tuzilishida $-\text{COOH}$; $-\text{PO}_3\text{H}_2$; $-\text{ON}$ kabi kuchsiz dissotsiatsiyalanuvchi funksional guruhlar saqlagan kationitlar, kuchsiz kislota xossali kationitlar guruhini tashkil qiladi. Ularga KV-2, KV-4 kabilar kiradi. Bunday kationitlar eritmalarida pH qiymati 7 dan ko'p bo'lgan muhitda ion almashinish oson kechadi.

d) Kuchli asos xossali anionitlar. Ular kimyoviy tuzilishlarida to'rtlamchi azot yoki piridin saqlaydi. Ushbu anionitlar kislotali, neytral va asosli muhitda ion almashtirishi mumkin. Ularga AV-17, AV-18, amberlit IRA-400, amberlit IRA-410 kabi anionitlar kiradi.

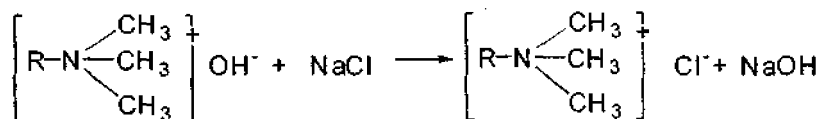
e) Kuchsiz asos xossali anionitlarning kimyoviy tuzilishida birlamchi, ikkilamchi va uchlamchi azot ($-\text{NH}_2$; $=\text{NH}$; $\equiv\text{N}$) saqlagan funksional guruhlar bor. Bunday anionitlar pH qiymati 7 dan kam bo'lgan muhitda oson ion almashtiradi. Ularga AN-23, AN-2F ion almashinuvchi sorbentlar kiradi.

Farmatsevtik tahlilda hozirgi vaqtda kationitlardan SBS, SDV, SDV-2, SDV=-3, KU-1, KU-2, anionitlardan esa N-O, EDE-10, AV-17, AV-18, ASD-3, AN-2F va boshqa anion almashinuvchi yuqori molekulyar birikmalar ishlatiladi. Kationitlar bilan tekshirilayotgan modda o'rtasidagi ion almashinish reaksiyasini quyidagi umumiy tenglama orqali ifodalash mumkin:



Kationitning tuz bilan ion almashinishi natijasida ekvivalent miqdorda kislota ajralib chiqadi.

Anionitlar bilan tuzlar o'rtasidagi ion almashinuvi natijasida quyidagi tenglama bo'yicha ekvivalent miqdorda ishqor ajralib chiqadi:



So'ngra ion almashinuvi natijasida ajralib chiqqan kislota yoki ishqor tegishli titrantlar bilan titrlanadi.

Tarkibida H^+ ionlarini almashuvchi sorbentlarga kislota shaklidagi

kationitlar, metal kationlarini saqlovchi ionitlar, tuz shaklidagi, OH- ionini almashuvchi ionitlarga esa - OH shaklidagi anionitlar kiradi. Shuningdek, xlorid, karbonat va boshqa ko'rinishdagi anion almashuvchi ionitlar ham ishlatiladi.

Miqdoriy tahlil olib borilayotganda ion almashinish xromatografiyasi quyidagi tartibda amalga oshiriladi:

1. Ionitni tayyorlash.
2. Kolonkani tayyorlash.
3. Xromatografiyalash va tahlil qilinayotgan modda miqdorini aniqlash.
4. Ionitni regeneratsiyalash (qayta ishlash yoki tozalash).

Ionitni tayyorlash

5–10 g ionit (zarracha kattaligi 0,2–0,5mm) stakanga joylashtirilib, 2–3 marta tozalangan suv bilan yuviladi, suyultirilgan xlorid kislota eritmasidan quyib, vaqti-vaqti bilan chayqatib turgan holda bo'kish uchun 12 soatga qoldiriladi.

Agar anion almashuvchi ionit ishlatilsa, buning uchun natriy karbonatning 5 % li eritmasi yoki o'yuvchi natriyning 2 % li eritmasidan solib, 2–4 soatga qoldiriladi. Ishqor bilan ishlash vaqtida havodagi karbonat angidridini yutib olmasligi uchun ajratish voronkasidan foydalaniladi. Keyinchalik ionitlar kislota yoki ishqor eritmalaridan ajratilib, yana 1–2 marta suv bilan yuvilib kolonkaga joylashtiriladi va yana neytral reaksiyagacha suv bilan yuviladi.

Kolonkani tayyorlash

Xromatografiyalash va tahlil qilinayotgan moddaning miqdorini aniqlash.

Kolonkadan oqayotgan suvning muhiti tekshiriladi. Muhit neytral bo'lishi kerak. Agar neytral bo'lmasa, unda ionitni qo'shimcha suv bilan yana yuviladi. So'ngra maxsus maqolada ko'rsatilgan usulda tayyorlangan aniqlanuvchi eritmadan 5–10 ml olib kolonkaga quyiladi. Bunda kolonkadan oqayotgan suyuqlikning tezligi minutiga 20–25 tomchi bo'lishi kerak. Oqayotgan suyuqlik tagi yassi kolbaga yig'iladi, kolonka neytral muhitgacha suv bilan yuvilib, suyuqliklar birlashtiriladi.

Olingan suyuqlik tarkibidagi aniqlanayo-




24-rasm.
Xromatografiyalash
kolonkasi.

Ushbu modda miqdori ishqor yoki kislota eritmaları bilan titrlab yoki boshqa usulda aniqlanadi.

Ionitni regeneratsiyalash

Kation almashuvchi ionit 4% li xlorid kislota eritmasi. Anionit esa 2% ishqor yoki natriy karbonatning 5% li eritmasi bilan ishlanadi. Ionitlarni yuvish jarayonida ular kislota yoki ishqor eritmaları bilan so'ng suv bilan neytral muhitgacha yuviladi.

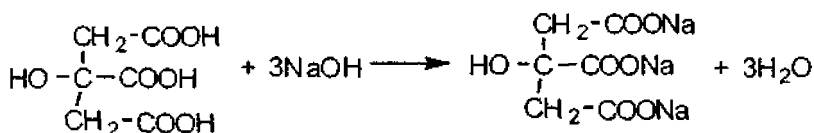
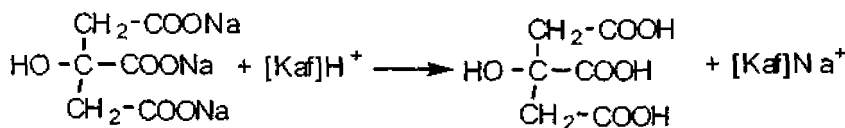
Kationitlar yordamida aniqlanuvchi ba'zi bir organik va mineral moddalar

Preparat	Ekvivalent	Aniqlanuvchi moddaning titri	Indikator
Ammoniy sulfat [(NH ₄) ₂ SO ₄]	M.m/2	0.00661	Metil zarg'aldog'i
Bariy nitrat [Ba(NO ₃) ₂]	M.m/2	0.01306	Metil zarg'aldog'i
Bariy xlorid [BaCl ₂]	M.m/2	0.01221	Metil zarg'aldog'i
Kaliy atsetat [CH ₃ COOK]	M.m	0.00981	Fenolftalein
Kaliy bromid [KBr]	M.m	0.01190	Metil zarg'aldog'i
Kaliy yodid [KI]	M.m	0.1660	Metil zarg'aldog'i
Kalsiy laktat [H ₃ C-CH(OH)-C(=O)O] ₂ Ca5H ₂ O	M.m/2	0.01541	Fenolftalein
Natriy bromid [NaBr]	M.m	0.01029	Metil zarg'aldog'i
Natriy sitrat CH ₂ -COONa HO-C-COONa · 5.5H ₂ O CH ₂ -COONa	M.m/3	0.01190	Fenolftalein
Eruvchan streptotsid NH-CH ₂ SO ₃ Na  SO ₂ NH ₂	M.m	0.0288	Metil zarg'aldog'i

**Kationitlar yordamida aniqlanuvchi ba'zi bir alkaloidlar
va azotli asoslarning tuzlari**

Preparat	Ekvivalent	Aniqlanuvchi moddaning titri	Indikator
Apomorfin gidroxlorid	M.m	0,03173	Metil zarg'aldog'i
Atropin sulfat	M.nv2	0,03474	Metil zarg'aldog'i
Bigumal	M.m	0,02902	Metil zarg'aldog'i
Dikain	M.m	0,03008	Metil zarg'aldog'i
Karboxolin	M.m	0,01826	Metil zarg'aldog'i
Kodein fosfat	M.m/2	0,02120	Fenolftalein
Kokain gidroxlorid	M.m	0,03338	Metil zarg'aldog'i
Pilokarpin gidroxlorid	M.m	0,02447	Metil zarg'aldog'i
Strixnin nitrat	M.m	0,03974	Metil zarg'aldog'i
Tiamin bromid	M.m/2	0,02176	Metil zarg'aldog'i
Xinin gidroxlorid	M.m	0,03969	Metil zarg'aldog'i
Etilmorfin gidroxlorid	M.m	0,03859	Metil zarg'aldog'i
Efedrin gidroxlorid	M.m	0,02017	Metil zarg'aldog'i

**Natriy sitrat miqdorini ion almashinish xromatografiyasi
yordamida aniqlash**



Aniqlash tartibi:

0,1 g (aniq tortma) natriy sitrat hajmi 100 ml li o'lchov kolbasiga

solinadi, oldindan qaynatib sovutilgan suvda eritiladi va belgisigacha suv bilan yetkaziladi. Eritmadan 10 ml olib N^+ shakldagi KU-1 yoki KU-2 kationiti solingan kolonkaga joylashtiriladi.

Solingan eritmaning kolonkadan o'tish tezligi 20–25 tomchi/min bo'lishi kerak. Xromatografik kolonka yangi qaynatib sovutilgan suv (50–70 ml) bilan neytral muhitgacha yuviladi (metil zarg'aldog'i indikator ishtirokida) va 0,05 mol/l natriy gidroksid eritmasi bilan titrlanadi (indikator – fenolftalein). 1 ml 0,05 mol/l natriy gidroksid 0,004301 g $S_6N_3Na_3O$, ga to'g'ri keladi. Quruq moddaga nisbatan natriy sitrat miqdori 99,9% dan kam va 101,0% dan ko'p bo'lmashligi kerak.

5.9.2. Taqsimlanish (qog'oz) xromatografiyasi

Taqsimlanish xromatografiyasi ikki (qo'zg'aluvchan va qo'zg'almas) faza orasida moddaning tinmay qayta taqsimlanish jarayoniga asoslangan.

Agar qo'zg'almas faza nisbatan polyar bo'lsa, taqsimlanish koeffitsientining ortib borishi moddaning siljishini kamayishiga olib keladi. Qo'zg'aluvchan faza suyuq bo'lsa, xromatografik ajratish jarayoni kolonkada, qog'ozda va yupqa qatlamli sorbentlarda olib boriladi.

Qog'ozda taqsimlanish xromatografiyasi moddalarning o'zaro aralashmaydigan ikki suyuqlik orasidagi taqsimlanish koeffitsientlarining turlicha bo'lishiga asoslangan. Bunda suyuqliklardan biri qog'oz bo'ylab sekin tarqalsa (qo'zg'aluvchan faza) ikkinchisi esa qo'zg'almas faza bo'lib xizmat qiladi. Qo'zg'aluvchan faza tekshirilayotgan aralashmani o'zida eritib birgalikda qog'oz bo'ylab siljitadi va uning joyini o'zgartiradi.

Xromatografiyalash jarayonida qo'zg'aluvchan va qo'zg'almas fazalar orasida moddaning juda ko'p marotaba qayta taqsimlanish jarayoni sodir bo'ladi. Moddaning qog'ozda siljish tezligi uning taqsimlanish koeffitsientiga bog'liq. Taqsimlanish koeffitsienti esa tekshirilayotgan moddaning ikki fazada qanday erishiga bog'liq bo'lib, moddaning qo'zg'almas fazadagi konsentratsiyasining S_1 , qo'zg'aluvchan fazadagi konsentratsiyasiga S_2 nisbati bilan belgilanadi.

Agar qog'ozga 2 modda aralashmasi tomizilgan bo'lsa-yu, ulardan

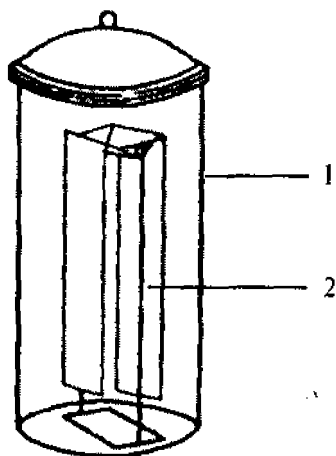
birining taqsimlanish koeffitsiyenti ikkinchisidan yuqori bo'lsa, unda xromatografiyalash jarayonida birinchi modda ikkinchisiga qaraganda qog'ozda sekin siljiydi va natijada xromatogrammada ular ikki xil joyni egallaydi. Moddalarning qog'oz bo'ylab tarqalish xususiyati ularning R_f kattaligi bilan belgilanadi. R_f deb start chizig'idan xromatogrammadagi modda hosil qilgan dog'ning markazigacha masofa (a) va start chizig'idan erituvchilar aralashmasining front chizig'igacha bo'lgan masofa (b) lar nisbatiga aytiladi:

$$R_f = a/b$$

Moddalarning R_f qiymati turli omillarga: erituvchining xususiyatiga, tarkibning tozaligiga, modda miqdoriga, xromatografiyalash haroratiga, qog'ozning turiga va boshqalarga bog'liq.

Ba'zida R_f o'rniga R_s qiymati ishlatiladi. R_s bu start chizig'idan xromatogrammada hosil bo'lgan tekshiriluvchi dog' markazigacha bo'lgan masofa — a va start chizig'idan standart moddaning dog'i markazigacha bo'lgan — a_0 masofalar yoki tekshirilayotgan va standart modda R_f qiymatlari nisbatidir. Bunda R_s qiymati 0,5–2 oralig'ida bo'lishi kerak.

Xromatografiyalash "xromatografiya uchun" maxsus qog'ozlarda olib boriladi. Ular turlicha bo'ladi: tez, sekin, o'rtacha va filtrlovchi qog'ozlar. Qog'ozlar ba'zida xromatografiyalashdan oldin maxsus ishlov berish orqali tozalanadi, lekin ko'pincha bu talab etilmaydi.



25-rasm. Xromatografiyalash kamerasi.

1—erituvchilar aralashmasi solingan idish;
2—tekshiriluvchi modda eritmasi tomizilgan xromatografiyalash qog'oz.

Xromatografiyalash uchun ishlatiladigan erituvchilar toza bo'lishi, o'zaro va tekshirilayotgan modda bilan reaksiyaga kirishmasligi kerak. Qog'oz gidrofil xususiyatga ega bo'lgani uchun qo'zg'almas faza sifatida ko'pincha nisbatan polyar erituvchilar aralashmasi ishlatiladi. Agar xromatografiyalashdan oldin qog'oz maxsus ishlanib, unga gidrofob xususiyat berilgan bo'lsa, polyarligi kam bo'lgan erituvchi ishlatiladi.

Erituvchilarni tanlash aniqlanuvchi moddalar xususiyatlariga bog'liq bo'lib, kuchli polyar moddalar uchun qo'zg'almas fazasi tarkibida suv bo'lgan erituvchilar aralashmasi, o'rtacha polyar moddalar uchun esa qaynash harorati yuqori bo'lgan organik erituvchilardan (formamid, propilenglikol, atsetonitril va boshqalar) iborat bo'lgan qo'zg'almas fazadan foydalaniladi.

Bir xil qo'zg'almas fazali aralashmalarda qo'zg'aluvchan fazaning polyarligi oshib borishi xromatografiyalanayotgan modda siljishining tezlashishiga olib keladi. Asos xossali moddalarni ajratish uchun ko'pincha quyidagi erituvchilar aralashmasidan foydalaniladi:

1. a) N-butil spirti—bufer eritma $\text{pH}=3,0$;
- b) N-butil spirti—bufer eritma $\text{pH} \approx 5,0$;
- d) N-butil spirti—bufer eritma $\text{pH} \approx 6,5$;
- e) N-butil spirti—bufer eritma $\text{pH} \approx 7,5$;
2. a) formamid +1% li sirka kislotasi/xloroform
- b) metil spirti—5% li ammiak—benzol 2:1:1;
- d) N-butil spirti—sirka kislotasi—suv 4:1:5;
- e) formamid/xloroform;
- f) formamid/xloroform—benzol 1:1;
- g) formamid/benzol;
- h) formamid/benzol—benzin 1:1.

Quyi alifatik kislotalar uchun kerosin yoki vazelin moyi — 90% sirka kislotasi aralashmasi ishlatiladi. Steroidlarni ajratishda yuqorida ko'rsatilgan hamma erituvchilar aralashmasidan foydalanish mumkin. Masalan, kortizon atsetat, prednizon, prednizolonlar uchun formamid ishlatiladi.

Xromatogrammada hosil bo'lgan dog'lar ultrabinafsha yoki ko'zga ko'rinadigan nurda ko'riladi hamda xromatogrammaga turli ochuvchi

reaktivlar eritmasidan purkash yordamida aniqlanadi. Ba'zi dog'lar UB-nurda tovlanadi yoki o'ziga xos rangga ega bo'ladi. Hozirgi vaqtda xromatogrammalarni ma'lum ozuqa muhitga joylashtirilib, bakteriyalarning o'sishini kamayishi yoki ko'payishiga qarab ham aniqlanmoqda. Keyinchalik ularning R_f qiymatlari hisoblanadi.

Qog'oz xromatografiyasi olib borish usuliga ko'ra quyidagi turlarga bo'linadi: pastga qarab, yuqoriga qarab, aylana ko'rinishlarida. Pastga qarab olib boriladigan xromatografiyada erituvchi, shuningdek unda erigan modda yuqoridan pastga qarab harakat qiladi. Yuqoriga qarab olib boriladigan xromatografiyada esa, aksincha, pastdan yuqoriga qarab harakatlanadi.

Aylana (radial) xromatografiyada erituvchi va unda erigan modda qog'ozning markazidan radius bo'yicha chetiga qarab siljiydi. Yuqorida aytib o'tilgan usublardan tashqari yana qayta va ikki o'lchamli xromatografiyalash turlari ham mavjud. Ikki o'lchamli xromatografiyalashda moddalarni ajratish ikki tomonlama, ya'ni birinchi safar bir tomonga bo'lsa, ikkinchi martasida oldingisiga perpendikular tomonga qarab olib boriladi.

Qayta xromatografiyalashda ajratish jarayoni 2 marta bir tomonga qarab takrorlanadi. Xromatografiyalash jarayoni og'zi yaxshi yopiladigan shisha idishlarda (banka, silindr va boshqalar) olib boriladi.

Pastga qarab xromatografiyalashda shisha kamera ichiga qo'zg'aluvchan faza ma'lum balandlikdagi moslamaga solish uchun mo'ljallangan idishga joylashtiriladi. Yuqoriga qarab xromatografiyalashda esa qo'zg'aluvchan faza solingan idish kameraning tagiga joylashtiriladi. Tepasiga esa xromatografiya qog'ozini mahkamlash uchun moslama biriktiriladi.

Aylanali xromatografiyalashda eksikatoridan yoki Petri kosachasidan foydalaniladi. Agar qo'zg'almas faza sifatida suv ishlatilsa, u kameraga quyiladi, boshqa yuqori haroratda qaynovchi, uchmaydigan erituvchi (formamid) bo'lsa, unda qog'oz shu erituvchining suyultirilgan eritmasi bilan shimdiriladi, idishga esa qo'zg'aluvchan faza solinadi. Kameralarni erituvchilar aralashmasi bilan yaxshilab to'yintirish maqsadida ko'pincha erituvchiga tegib turadigan qilib kameraning chetlariga filtr qog'oz yopishtiriladi.

Qog'oz xromatografiyasi quyidagi tartibda olib boriladi:

1. Qog'oz va erituvchilarni tayyorlash.
2. Tekshirilayotgan moddalarning eritmasini tomizish.
3. Tekshirilayotgan moddani ajratish — xromatografiyalash.
4. Xromatogrammadagi moddalarni ochish.

Erituvchilar aralashmasini tayyorlashda ikki aralashmaydigan erituvchilar (qo'zg'almas va qo'zg'aluvchan fazalar) bir-biriga to'yingan bo'lishi kerak. Bunday to'yintirish ajratuvchi voronkalarda chayqatish yordamida olib boriladi. Masalan, N-butil spirti-suv-sirka kislotasi aralashmasi yaxshilab chayqatiladi, tinishi va 2 qatlamga bo'linishi uchun ma'lum vaqtga qoldiriladi. Aralashmaning yuqori qatlami qo'zg'aluvchan, pastkisi esa qo'zg'almas faza sifatida ishlatiladi. Maxsus xromatografik qog'ozdan tegishli o'Ichamda (xromatografiya kolonkasining katta-kichikligiga, moddalarning qog'ozda taqsimlanib joylashish masofasi, tahlil qilinayotgan eritma tarkibidagi moddaning soni e'tiborga olinib) kesib olinadi. Yuqori va pastga qarab olib boriladigan xromatografiyalashda qog'oz to'g'ri burchakli qilib kesiladi va pastki qismidan 2–3 sm yuqorida “start” chizig'i chiziladi. Namuna start chizig'iga qog'oz chetidan va boshqa namunalardan 2 sm masofada tomizg'ich (kapilyar) yordamida tomiziladi va yaxshilab quritiladi.

Aylanali xromatografiyalashda qog'ozning markazi teshiladi, unga dumaloq qilib o'ralgan filtr qog'oz joylashtiriladi. Bunda start chizig'i sifatida o'rtasida $D=2-3$ sm masofada chizilgan aylana xizmat qiladi.

Namuna hajmi 0,1–0,2 ml (bo'linish belgisi 0,001–0,002ml) bo'lgan tomizg'ichlarda yoki maxsus avtomatik mikropipetkalarda tomiziladi. Bunday pipetkalardan ko'pincha miqdoriy tahlil o'tkazilayotganda foydalaniladi, sifat tahlilni o'tkazishda oddiy kapilyardan foydalanish ham mumkin. Tomizilgan namuna dog'ining kattaligi 6–10 mm dan oshmasligi kerak, shuning uchun namuna juda kam miqdorda tomiziladi. Namunaning miqdori 0,1 dan 100 mkg gacha bo'lishi mumkin va u turli omillarga (yot moddalar soni va miqdoriga, ochuvchi moddaga, yot moddaning sezgirligi, asosiy va yot modda R_f qiymatlari o'rtasidagi farqqa, dog'larning shakliga) bog'liq. Namuna tomizilgan qog'oz quritiladi va pastki qismi kameradagi maxsus tayyorlangan erituvchilar aralash-

masiga tegib turadigan qilib (2–3 sm) kameraga tushiriladi. Aylanali xromatografiyalashda qo‘zg‘aluvchan fazaga tushirilgan qog‘ozning pastki qismi erituvchiga tegib turishi kerak. Erituvchi qog‘oz yuqorisiga yetganida (taxminan 10–15 sm ko‘tarilganda), qog‘oz kameradan olinadi va erituvchi yetib borgan chegara (front) qalam bilan belgilab qo‘yiladi. Xromatogramma quritiladi va UB-nur oqimida ko‘riladi yoki tahlil qilinayotgan moddaga xos bo‘lgan reaktiv eritmasi bilan purkaladi. Purkash purkagich yordamida yoki xromatogrammani reaktiv bilan xo‘llash orqali olib boriladi. Reaktiv eritmasining ortiqchasi toza suv bilan yuvib yo‘qotiladi. Xromatogrammadagi dog‘larning chegaralari belgilanadi, quritiladi va R_f qiymati hisoblanadi.

Qog‘ozda taqsimlanish xromatografiyasi usuli dori moddalarning chinligi, tozaligi va miqdorini aniqlashda qo‘llaniladi.

Moddalarning chinligini va tozaligini aniqlashda R_f qiymatlaridan, yanada aniq natija olish uchun standart namunalardan foydalaniladi (“guvoh” moddalar). Buning uchun tekshirilayotgan eritma tomizilgan joydan 1,5–2 sm oraliqdagi tahlil qilinayotgan aralashma tarkibida bor deb taxmin qilinayotgan toza modda eritmasidan bir necha tomchi tomiziladi va xromatografiyalashdan so‘ng dog‘larning joylashishi, rangi va R_f qiymatlari bo‘yicha solishtiriladi.

Dori moddalar tozaligini tekshirishda xromatogrammada tekshiriluvchi modda va uning tarkibidagi yot modda turlicha R_f qiymatga ega bo‘lishi kerak. Xromatogrammadagi dog‘larning soniga va ularning R_f qiymatlariga qarab yot moddalar borligi haqida xulosa chiqarish mumkin.

Dori moddalarning miqdoriy tahlilini olib borishda qog‘ozdagi start chizig‘ining bir necha joyiga (2 sm oraliqda) aniq miqdordagi namuna tomiziladi va xromatografiyalanadi. Xromatogramma UB-nurlari oqimida ko‘riladi yoki bir qismi purkalmagan joyidan qog‘ozning purkalgan qismidagi dog‘ga mos ravishda kesim kesib olinadi. Kesilgan qog‘oz kolbaga solinadi va modda qog‘ozdan tegishli erituvchi yordamida yuvib olinadi (elyuatsiya). Elyuat tarkibidagi modda konsentratsiyasi tegishli usulda (SF, FEK, polyarografik usullar) aniqlanadi. Usulning xatoligini kamaytirish maqsadida qog‘ozning aniqlanayotgan dog‘ga mos keladigan joyidan dog‘ kattaligida kesib olinadi, elyuatsiya qilinadi va solishtiriluvchi eritma sifatida ishlatiladi.

Xromatogrammadagi tekshirilayotgan modda konsentratsiyasini eiyuatsiya qilmasdan turib ham aniqlash mumkin (densitometrik usul).

Aniqlash tartibi:

Ittikanak (*chereda*) yer ustki qismi tarkibidagi flavonoidlarni aniqlash uchun 25 ml hajmli og'zi mahkam berkiladigan kolbaga 0,5 g maydalangan o'simlik xom ashyosi solinib, 5 ml 70% li spirt quyiladi va kolba vertikal sovitgichga ulanib 20 minut davomida suv hammomida qaynatiladi. Ajratma xona haroratigacha sovitilib, qog'oz filtr orqali filtrlanadi (B eritma).

Mikropipetka yordamida FN 12 markali xromatografiya qog'oziga 0,02 ml B eritmadan tomizib, quritilgach, n-butyl-spirti-sirka-kislotasi-suv (4:1:2) erituvchilar aralashmasi solib 24 soat davomida to'yintirilgan kameraga joylashtiriladi va xona haroratida 16 soat davomida xromatografiyalanadi. Xromatogrammani kameradan olib, xona haroratida quritib, 360 nm to'liq uzunligida UB-nurda ko'riladi.

Xromatogrammada $R_f=0,38$ va $R_f=0,58$ bo'lgan to'q jigar rangda tovlanuvchi dog'lar (flavonoidlar) bo'lishi va $R_f=0,78$ bo'lgan dog' kuzatilmaligi kerak (yot aralashma).

5.9.3. Yupqa qatlam xromatografiyasi

Yupqa qatlam xromatografiya usuli yuqori sezgirlikka ega bo'lgan universal usul bo'lib, hozirgi vaqtda oddiyligi, tez bajarilishi, iqtisodiy jihatdan afzalligi tufayli farmatsevtika amaliyotida ko'p foydalanilmoqda. Usul sorbent bilan qoplangan shisha, folga, plenka yuzasida kapillyar kuchlar ta'sirida moddalarning harakatlanishi natijasida bir-biridan ajralishiga asoslangan.

YQX usulidan moddalarning chinligi, tozaligi va miqdorini aniqlashda keng foydalaniladi.

Mazkur usulda qo'zg'aluvchan faza sifatida ko'pincha suv va ba'zida boshqa erituvchilar yoki ularning aralashmalari ishlatiladi. Qo'zg'aluvchan faza qo'zg'almas faza (yupqa qatlamli sorbent)ga tomizilgan aralashmani o'zida eritadi va ularni turli tezlikda har xil masofadagi o'rinlarda taqsimlanishiga olib keladi.

Yupqa qatlam xromatografiyasi usulida erituvchilar aralashmasini shunday tanlash kerakki, bunda xromatogrammada birikmalar simmetrik joylashib, R_f qiymati 0,5 ga yaqin bo'lishi kerak. YQXda qo'zg'almas qattiq faza - sorbent sifatida maxsus "xromatografiya uchun" tayyorlangan silikagel, aluminiy oksidi, KSM markali silikagel, silikagel bilan aluminiy oksidi aralashmasi, selluloza, kizelgur, poliamid ishlatiladi. Sorbent tanlashda aniqlanuvchi modda funksional guruhlarining xususiyati va soni ham ahamiyatga ega.

YQX usuli — sorbent mahkamlangan va mahkamlanmagan plastinkalarda olib boriladi. Sorbent qatlamini mahkamlash uchun $5 \pm 20\%$ gacha bog'lovchi modda qo'shiladi. Bog'lovchi moddalarning ajralish jaryoniga ta'sir etmasligi kerak. Shunday bog'lovchilarga gips, kraxmal, agar-agar kiradi.

Sorbenti mahkamlangan yupqa qatlamli plastinka tayyorlash uchun 5 g KSM markali silikagel, 0,2 g kalsiy sulfat va 12 ml suvdan iborat aralashma chinni havonchada shisha tayoqcha bilan bir xil quyuvlikda bo'lgunicha aralashtiriladi. Tayyorlangan aralashmani o'lchamlari 13x18 (14x16; 8x15) sm keladigan shisha plastinka ustiga quyib maxsus moslama yordamida qatlam qalinligi bir tekis bo'lgunicha (250–500 mg) tekislanadi. Keyinchalik plastinka gorizontol holatda quritish shkafida 120°C haroratda 1 soat davomida quritiladi. Plastinkalar suvsiz kalsiy xlorid solingan eksikatorlarda saqlanadi.

Xromatografik kamera sifatida og'zi oyna yoki ishlov berilgan qopqoq bilan yopilgan tagi yassi shisha idishlar (kristallizatorlar, eksikator va h.k.) ishlatiladi. Kamera sathini 5–7 mm ga qo'zg'aluvchan faza — erituvchilar aralashmasi solinadi. Kamerani to'yintirish maqsadida uning devoriga erituvchi bilan shimdirilgan filtr qog'oz joylashtiriladi.

Namunani yuborishdan avval plastinka chekkasidan 1,5–2 sm masofada o'tkir qalam yoki igna bilan dog'larning boshlang'ich — start chizig'i belgilanadi. Plastinkaning qarama-qarshi chekkasida namunaning nomi yoziladi. Namuna mikropipetkayoki mikroshpits yordamida tomiziladi. Sifat tahlilini o'tkazishda kapillyardan foydalaniladi. Namuna start chizig'iga diametri 3–4 mm bo'lgan dog' ko'rinishida tomiziladi. Namuna plastinkaning pastki qismidan 1,5–2 sm yuqorida, yon tarafidan esa 2 sm masofada tomizilishi kerak. Agar plastinkaga bir

necha namunalar tomizilishi kerak bo'lsa, ular orasidagi masofa 2 sm dan kam bo'lmastligi kerak. Xromatografiyalash uslubi 3 xil bo'ladi.

1. Yuqoriga ko'tariluvchi xromatografiyada plastinka vertikal holatda joylashtiriladi, erituvchilar aralashmasi pastdan yuqoriga qarab harakatlanadi.

2. Pastga qarab harakatlanuvchi xromatografiyalashda erituvchi alohida idishga solinib, kameraning yuqori qismiga joylashtiriladi. Erituvchi filtr qog'oz yordamida beriladi, ya'ni xromatografiya qog'ozining bir uchi erituvchiga solinsa, ikkinchi uchi kameraning pastki qismiga tushiriladi.

3. Aylanali xromatografiyalashda erituvchi solingan Petri idishida diametri 2 mm kattalikda tirqish bo'ladi. Aniqlanuvchi modda qog'ozga tomiziladi. Tirqishga filtr qog'oz o'rnatiladi va erituvchiga solinadi.

Xromatogrammada hosil bo'lgan dog'lar 2 xil usulda ochildadi: kimyoviy va fizikaviy.

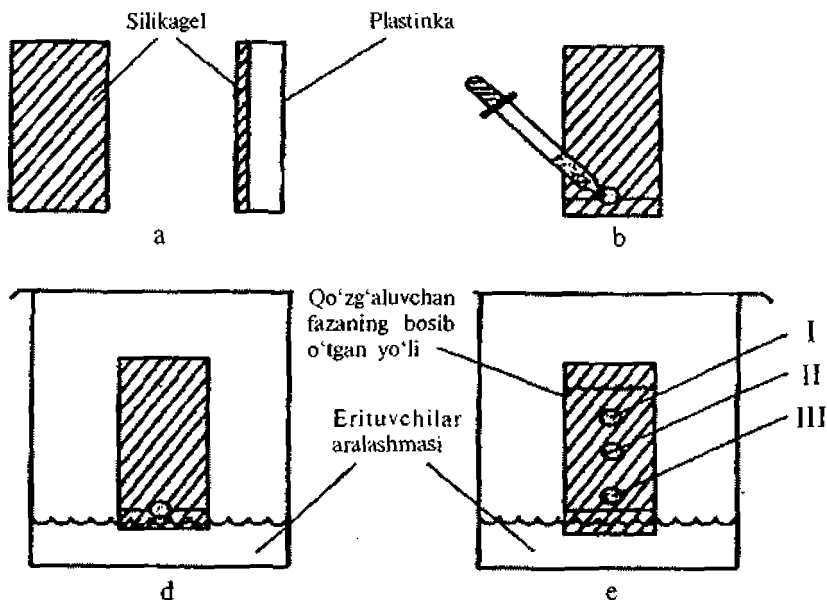
Kimyoviy usul. Plastinkalar reaktivlar bilan purkaladi (purkagich yordamida) va rangli dog'lar hosil bo'ladi. Plastinkalardagi dog'larni yodning bug'lari bilan ishlash yordamida ham aniqlash mumkin.

Fizikaviy usul. Ba'zi moddalar o'z tarkibida xromofor guruhlarni saqlagani uchun UB-nurda tovlanadi (flyuoressensiyalanadi). Agar moddalar tovlanmaydigan bo'lsa, unda sorbent tayyorlanayotganda flyuor-essen indikatorini yoki ZnS qo'shiladi. Ba'zida, masalan radioaktiv modda dog'larini aniqlashda, sorbent qatlamidan erituvchi uchib ketganidan keyin unga fotosenzgir plenka yoki qog'oz yopishtiriladi, ma'lum vaqt o'tgandan keyin plenka yoki qog'ozda radioaktiv moddalarning qora dog'i hosil bo'ladi.

YQX usulida sifat tahlilini o'tkazishda standart moddalardan yoki moddaning R_f qiymatidan foydalaniladi. Dori moddalar tarkibidagi yot birikmalarni aniqlashda bo'lishi mumkin bo'lgan yot moddalarning nusxalaridan (guvoh) foydalaniladi.

YQX usulida miqdoriy tahlil olib borishda aniqlanuvchi modda plastinkaga aniq miqdorda tomiziladi. Plastinka xromatografiyalanadi, dog'lar o'rni belgilanadi va erituvchilar yordamida sorbent eritilib, tarkibidagi modda miqdori kimyoviy (hajmiy) yoki fizikaviy (SF, FEK) usullar yordamida aniqlanadi (25-rasm).

Ba'zida moddalar miqdorini xromatografiyalashda hosil bo'lgan dog'lar yuzasini hisoblash (densitometriya) orqali ham aniqlanadi.



26-rasm. Sorbentning yupqa qatlamida bajariladigan xromatografiya chizmasi.

a—silikagel qatlami bilan qoplangan plastinka; b—plastinkaga eritmani tomizish; d—plastinkaning xromatografiyalash kamerasidagi xolati; e—moddalarning xromatografiya jarayonida ajralishi.

Do'lana gullari tarkibidagi giperozidning chinligi va miqdorini yupqa qatlam xromatografiyasi usulida aniqlash

Chinligini aniqlash

0,5 g maydalangan xom ashyo 15 ml 95% spirtda qaynatiladi. Aralashma sovitilganidan keyin ajratma dekantatsiyalanadi va "Silufof" plastinkasiga (15x15 sm) mikropipetkayordamida 0,05 ml eritma 1 sm uzunlikda chiziqsimon ko'rinishda tomiziladi, yoniga nuqta shaklida 0,005 ml 0,1% li giperozidning Davlat standart namunasi (DSN) eritmasidan tomiziladi. Plastinka quritiladi (5 minut) va xloroform-metil spirti (8:2) solingan kamerga joylashtiriladi. Xromatografiyalash yuqoriga yo'nalgan

umidan olib boriladi. Erituvchilar aralashmasi plastinkaning yuqorisiga yetganida plastinka kameradan olinadi, 2 minut havoda quritiladi va UB-lampa ostida ($\lambda = 300 \text{ nm}$) ko'riladi. Giperozid DSN dog'ining balandligidato'q-jigar umidagi chiziq holida dog' bo'lishi kerak. Keyin plastinkaga aluminiy xloridning 5% li spirtli eritmasidan purkaladi va 2-3 minut quritish uskunasi 100-105°C da qizdiriladi. Bunda dog' UB-nurda ko'rilganda sariq-yashil bo'lib tovlanuvchi to'q sariq rangga bo'yaladi.

Miqdorini aniqlash

3 mm kattalikda maydalangan 2 g (aniq tortma) o'simlik xom ashyosi 250 ml hajmli og'zi mahkam berkiladigan (shlifli) kolbaga solinib, ustiga 100 ml 95% spirt solib $\pm 0,01 \text{ g}$ aniqlikda tortiladi. Kolbaning og'ziga vertikal sovitgich o'rnatilib, suv hammomida 1 soat davomida qizdiriladi. Havo haroratigacha sovitilib, kolbaning og'irligi avvalgisiga (birinchi)siga yetguniga qadar 95% li spirt qo'shiladi. Kolbadagi aralashma diametri 7 sm, 0,5 sm qalinlikdagi namlangan paxta solingan voronka orqali suziladi (filtrlanadi). Birinchi 30 ml filtrat tashlab yuboriladi, keyingi 50 ml esa tagi yumaloq, og'zi yaxshi yopiladigan (shlifli) 100 ml hajmli kolbaga solinib, 2-3 ml eritma qolguniga qadar rotorli bug'latgichda bug'latiladi. Kolbadagi qoldiq 10 ml li o'lchov kolbasiga o'tkaziladi va belgisigacha 95% spirt bilan yetkaziladi, aralashtiriladi va amorf cho'kma cho'kishi uchun tindirib qo'yiladi. "Silufol" (15x15 sm) plastinkaning start chizig'iga (chetidan 1,5 sm ichida) cho'kma ustidagi suyuqlikdan 0,08 ml 5 sm uzunlikda chiziqsimon ko'rinishda tomiziladi. Yoniga 0,08 ml 0,1% giperozidning DSN eritmasidan tomiziladi. Plastinka quritiladi va xloroform-metil spirti (8:2) solingan kameraga joylashtiriladi. Erituvchilar aralashmasi plastinkaning chetiga yetganida, plastinka kameradan olinadi, quritiladi va ikkinchi marta qayta xromatografiyalanadi.

Plastinka UB-nuri oqimida ko'rib, giperozidning tekshirilayotgan eritma va standart namunadagi dog'lar o'rni belgilanadi. Belgilangan dog'lar va shu dog'lar kattaligidagi plastinkaning bo'sh qismi maydalab kesiladi (nazorat tajriba uchun). Plastinkaning kesilgan bo'lakchalari 50 ml og'zi mahkam berkitiladigan kolbalarga solinadi, ustiga 10 ml dan dioksan-suv (1:1) aralashmasidan quyib, og'zi mahkam berkitilib, 1 soat davomida chayqatiladi.

Kolbalardagi aralashma probirkalarga o'tkaziladi va 1000 ayl/min

tezlikda 5 minut davomida sentrifugalanadi. Olingan elyuatlarning optik zichligi spektrofotometrda nazorat tajribasining elyuatiga nisbatan, qalinligi 10 mm bo'lgan kyuvetalarda, $\lambda=364$ nm da o'lchanadi.

Giperozidning quruq xomashyoga nisbatan miqdori foizlarda quyidagi formula yordamida hisobalnadi:

$$X = \frac{D \cdot m_0 \cdot 4000}{D_0 \cdot m \cdot (100 - W)}$$

Bu yerda D —tekshirilayotgan modda elyuatining optik zichligi;

D_0 —giperozid DSN elyuatining optik zichligi;

m_0 —giperozid DSNning aniq og'irligi, g;

m —xom ashyoning aniq og'irligi, g;

W —xom ashyoning namligi, %;

Estatma:

Giperozid Davlat standart namunasi eritmasini tayyorlash:

Taxminan 0,05 g (aniq tortma) giperozid DSN ($100-105^{\circ}\text{C}$ da doimiy og'irlikkacha quritilgan) 100 ml og'zi mahkam berkitiladigan kolbaga solinib, 40 ml 95% li spirt qo'shiladi va vertikal sovitgichga ulab, kristallar to'liq erib ketguniga qadar suv hammomida qizdiriladi. Eritma sovitilganidan keyin 50 ml hajmli o'lchov kolbasiga o'tkaziladi, belgisigacha 95% li spirt bilan yetkaziladi va aralashtiriladi.

5% aluminiy xloridning spirtli eritmasini tayyorlash:

5 g aluminiy xlorid 100 ml li o'lchov kolbasida 40 ml 95% li spirtda eritilib, belgisigacha 95% li spirt bilan yetkaziladi va aralashtiriladi.

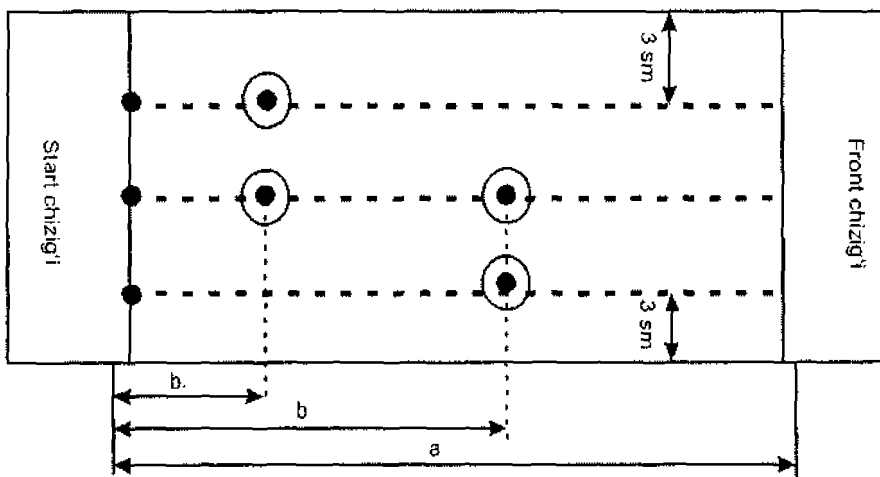
Norsulfazol 0,25 g, Sulfadimizin 0,25 g tarkibli dori turini YQX usuli yordamida tahlil qilish

Aniqlash tartibi:

2 mg yaxshilab maydalangan dori turi 5 ml atsetonda eritilib, undan 2 tomchisi o'lchamlari 15x20 sm bo'lgan, silikagelning mahkamlangan qatlamini saqlagan plastinkaning start chizig'iga kapillyar yordamida tomiziladi. Bir vaqtning o'zida norsulfazol va sulfadimezinning standart eritmaları tayyorlanadi (100 mg modda 50 ml atsetonda eritiladi). Tayyorlangan standart eritmalar start chizig'iga tomizilib, atsetonning uchib ketishi uchun 3-5 minut xona haroratida qoldiriladi. So'ngra plastinka xloroform-metanol (9:1) aralashmasidan iborat bo'lgan erituvchilar

istemasi bilan to'yintirilgan xromatografiya kamerasiga tushirilib, erituvchilar sistemasi front chizig'iga yetgach, kameradan olinadi. Plastinkani xona haroratida quritib, xromatogrammadagi moddalarning o'rnini ko'rish uchun dastlab 1 M xlorid kislotasi eritmasi, keyin 5% li natriy nitrit eritmasi purkalib, elektr qizdirgichda quritiladi va β -naftolning ishqoriy eritmasi purkaladi.

Dori shaklidan hosil bo'lgan dog'lar, xromatogrammadagi o'rni, Rf qiymati va rangi bo'yicha standart namunalardan hosil bo'lgan dog'lar bilan solishtiriladi (27-rasm).



27-rasm. Yupqa qatlam xromatografiyasi.

- 1,3—standart eritmalar tomizilgan joy;
- 2—tekshiriluvchi aralashma eritmasi tomizilgan joy;
- a—erituvchilar aralashmasi bosib o'tgan masofa;
- b, b_1 —plastinkaga qo'yilgan moddalarning bosib o'tgan masofasi (start chizig'idan modda hosil qilgan dog' markazigacha bo'lgan masofa).

Kodein 0,015 g, Amidopirin 0,3 g tarkibli dori turini YQX usuli yordamida tahlil qilish

Xromatografiya jarayoni aluminiy oksidning mahkamlangan qatlamida, o'lchamlari 12x16 sm plastinkada olib boriladi. 0,1 g dori turi 3 ml 95% li spirtda eritilib, plastinka start chizig'ining o'rtasiga tomiziladi. Ikki chetiga esa standart namunalarning spirtli eritmalaridan tomizilib, benzol-etanol (9:1) erituvchilar aralashmasida xromatografiyalanadi. Eri-

tuvchi finish chizig'iga yetgach, plastinkani kameradan olib, quritiladi va yod kristallari solingan kameraga tushiriladi. Tekshiriluvchi aralashmada hosil bo'lgan dog'lar, standart namunalarning dog'lari bilan bir xil bo'lishi kerak.

“Teofedrin” tabletkasi

Tabletkaning tarkibi:

Teofillin 0,05 g	Efedrin gidroxlorid 0,02 g
Teobromin 0,05 g	Fenobarbital 0,02 g
Kofein 0,05 g	Beladonna quyuq ekstrakti 0,004 g
Amidopirin 0,2 g	Sitizin 0,0001 g
Fenatsetin 0,2 g	0,48 g massali tabletkka hosil bo'lguniga qadar

Chinligini aniqlash tartibi:

15 g maydalangan tabletkka kukuniga 10 ml suv solib, yaxshilab chayqatilgach, avval paxta tamponi orqali, so'ngra filtr qog'ozda ajratish voronkasiga filtrlanadi. Paxta tamponda qolgan cho'kma probirkaga solinib, 5 ml suyultirilgan xlorid kislotasi qo'shib, 3 minut davomida qaynatilib, sovitib filtrlanadi. Filtratga 0,1 ml kaliy bixromat eritmasi qo'shilganda to'q qizil rangga o'tuvchi binafsha rang hosil bo'ladi (fenatsetin).

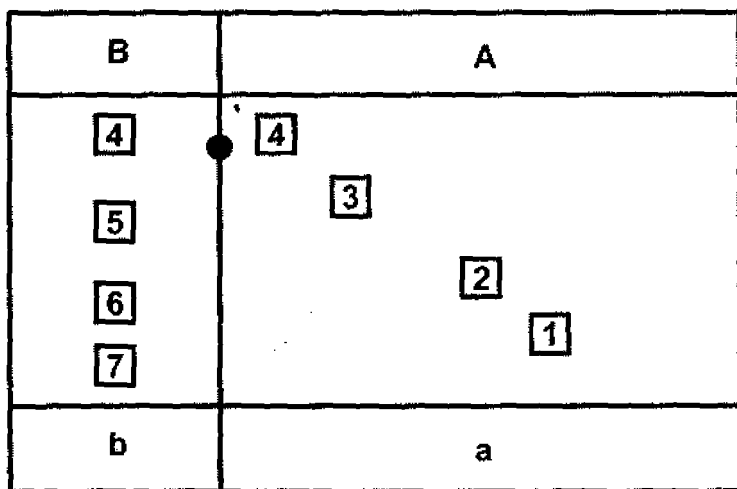
Ajratish voronkasidagi filtratga 15 ml xloroform qo'shib, 2 minut davomida chayqatib, suvsiz natriy sulfat saqlagan filtr orqali filtrlanadi. Ekstraksiyalash jarayoni yana ikki marta qaytariladi. Xloroformli ajratmalar birlashtirilib, xaydash orqali quyultiriladi va suv hammomida quritiladi. Qoldiq sovitilgach, 2 ml xloroformda eritilib (1-eritma) 0,01 ml eritma mikropipetka yordamida xromatografiya plastinkasining start chizig'iga tomiziladi (b-nuqta). Qolgan xloroformli eritmani quritib, qoldiq 5 ml 95% li etil spirtida eritilib, probirkaga filtrlanadi. Filtratga 0,2 ml kobalt xlorid va 0,2 ml natriy gidroksid eritmasi tomizilsa, tezlik bilan o'chib ketuvchi ko'k-binafsha rang hosil bo'ladi (fenobarbital).

Ajratish voronkasidagi suvli qatlam 0,5 ml ammiakning konsentrlangan eritmasi bilan ishqoriy muhitga keltirilib (fenolftalein bo'yicha), 10 ml xloroform qo'shib 2 minut davomida chayqatiladi. Xloroformli ajratma suvsiz natriy sulfat solingan filtr orqali kolbaga filtrlanib, xloro-

form bilan ekstraksiyalash yana ikki marta qaytariladi. Xloroformli ajratmalar birlashtirilib, quyultiriladi va suv hammomida quritiladi. Qoldiqni sovitiib, 0,4 ml xloroformda eritilgach, eritmadan 0,2 ml olib xromatografiya plastinkasiga tomiziladi (a-nuqta).

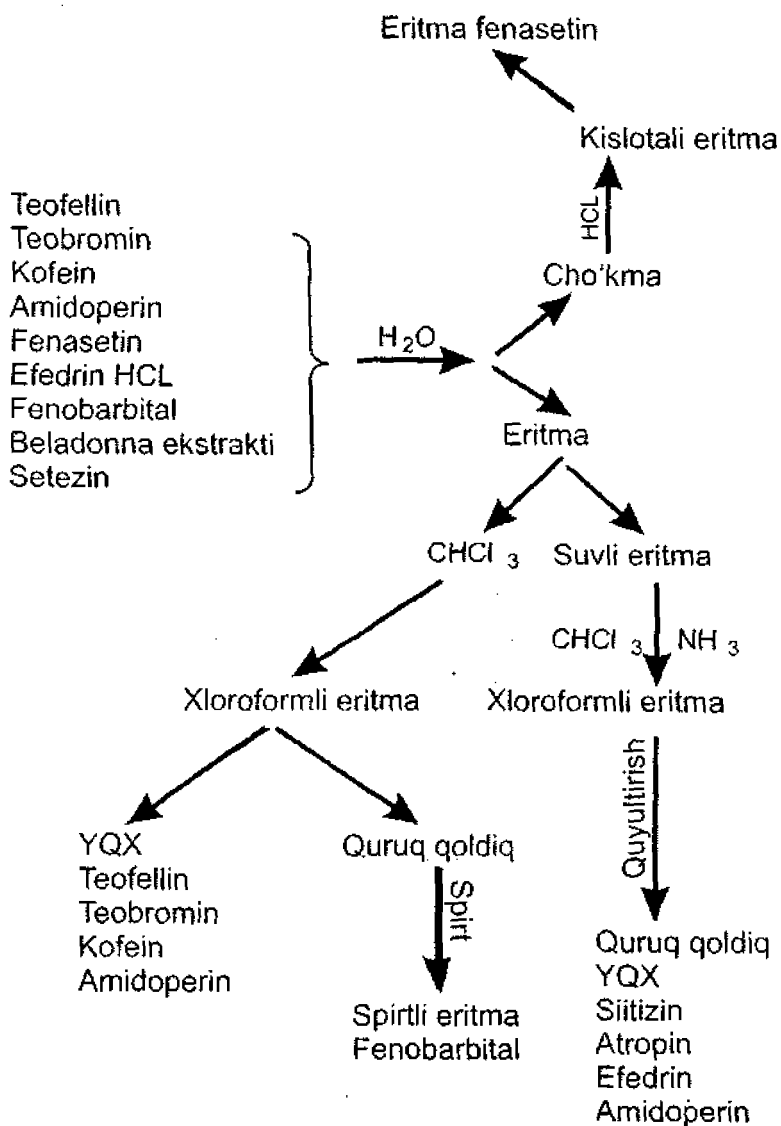
Xromatografiyalash efir-metanoli-konsentrlangan ammiak eritmasi (12:1:0,5) dan iborat erituvchilar aralashmasi solingan kamerada olib borilib, erituvchilar aralashmasi finish chizig'iga yetgach, plastinka kameradan olib 15-20 minut davomida quritiladi. So'ng xromatogram-mali plastinka 90° ga burilib (a-nuqta pastda turadigan holatga) kameraga solinadi. Erituvchilar aralashmasi A nuqtaga yetgach, plastinka olinib quritiladi. Plastinka yod bug'lari bilan ishlanganda "A" xromatogrammada sitizin (1), atropin (2), efedrin (3) va amidopirin (4) dog'lari kuzatiladi.

"B" xromatogrammada esa faqat amidopirin (4) yod bug'lari bilan dog' hosil qiladi. "A" xromatogrammani shisha plastinka bilan berkitib, "B" xromatogramma spirt-xlorid kislotasi (1:1) aralashmasi bilan purkalsa kofein (5), teobromin (6) va teofillin (7) hosil qilgan dog'lar kuzatiladi (28-rasm).



28-rasm. «Teofedrin» tabletkasi xromatografiyasining chizmasi. 1—sitizin; 2—atropin; 3—efedrin; 4—amidopirin; 5—kofein; 6—teobromin; 7—teofillin.

«Teofedrin» tabletkasi tarkibidagi komponentlarni ajratish chizmasi



5.9.4. Gaz xromatografiyasi

Gaz xromatografiyasida qo'zg'aluvchan faza gaz yoki bug' holatida bo'ladi.

Gaz xromatografiya usuli ko'p tarkibli dori moddalarni, ya'ni aralashmalarning sorbent (qo'zg'almas faza) yuzasida yutilish (adsorbsiya) va erituvchida (qo'zg'aluvchan faza) turlicha desorbsiyalanishga asoslangan bo'lib, usul asosan murakkab aralashmalar sifati va miqdorini aniqlash uchun ishlatiladi. Bu tahlil usulida gazlar, gaz holdagi moddalar va osonlik bilan gaz holatiga o'tuvchi moddalar aniqlanadi.

Gaz xromatografiyasi usuli miqdori juda kam bo'lgan moddalarni ham aniqlash imkonini beradi.

Gaz xromatografiyalash usuli qo'llaniladigan qo'zg'almas va qo'zg'aluvchan fazalarning agregat holatiga qarab, gaz, gaz-suyuqlik xromatografiyasiga, moddalarning qo'zg'almas va qo'zg'aluvchan fazalarda ajratilishida sodir bo'ladigan jarayonlarga qarab adsorbsiyalanish, taqsimlanish, ion almashinish, cho'ktirish, adsorbsion kompleks hosil qilish xromatografiyasiga, moddalarni bir-biridan ajratishda qo'llaniladigan moslamalarga qarab kolonkali, kapillar-kolonkali xromatografiya usullariga bo'linadi.

Gaz, gaz-suyuqlik xromatografiyalash usullari yordamida gaz, qattiq va suyuq holatdagi dori moddalarni aralashmalardan ajratish, tozalash va miqdorini aniqlashda keng qo'llaniladi.

Gaz-adsorbsion xromatografiyalashda qo'zg'almas faza g'ovak qattiq modda (maydalangan, issiqlikka chidamli g'isht va boshqalar) bo'lsa, gaz-suyuqlik xromatografiyalashda esa qo'zg'almas faza qattiq g'ovak modda sirti uchmaydigan suyuqlik bilan qoplangan aralashmadan iborat bo'ladi. Ikkala usulda ham qo'zg'aluvchan faza yoki gaz tashuvchi sifatida azot, argon yoki geliy gazlari qo'llaniladi.

Bu usul bo'yicha, bir necha mikrolitr tekshirilishi lozim bo'lgan eritma maxsus shprints yordamida yuqori haroratli termostatga yuboriladi va u yerda gaz holatiga aylanib, qo'zg'almas faza bilan to'ldirilgan xromatografik kolonkaga o'tadi, bunda tekshiriluvchi moddalar qo'zg'almas faza va gaz fazalari orasida bir necha marta to' aniqlanuvchi namuna komponentlari butun kolonka bo'ylab to'la o'tib bo'lguniga qadar adsorbsiyalanish va desorbsiyalanish jarayonlariga uchrab, bir-biridan ajraladi. Moddalarning bir-biridan ajralish tezligi ularning adsorbsiyalanish koeffitsientlariga bog'liq. Adsorbsiyalanish koeffitsienti ajraluvchi moddalarning

gaz fazasidagi miqdorini, ularning qo'zg'almas fazadagi miqdoriga nisbati bilan o'lchanadi.

Hozirda chiqarilayotgan xromatograflar quyidagi asosiy bo'g'implardan tashkil topgan:

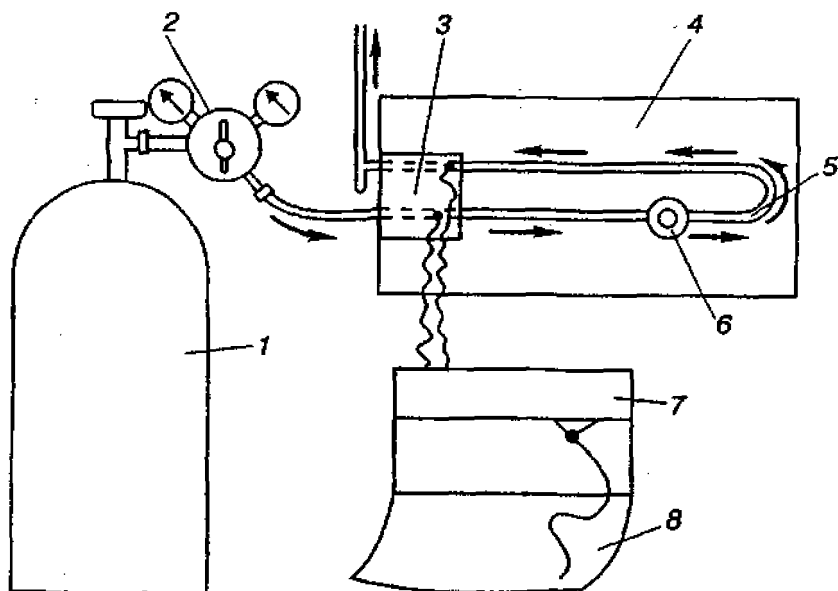
1. Xromatografik kolonka orqali o'tadigan gaz tashuvchi oqimni o'lchash, uni tozalash va gaz tashuvchi manba sistemasi.

2. Xromatografik kolonkaga namuna yuborish bo'g'imi.

3. Xromatografik kolonka.

4. Detektor.

Rasmda issiqlik o'tkazish bo'yicha detektorli va o'zi yozuvchi gaz xromatografining tuzilishi keltirilgan (29-rasm).



29-rasm. Gaz xromatografining tuzilish chizmasi.

1—gaz baloni; 2—gaz oqimini tartibga soluvchi qurilma; 3—detektor; 4— termostat; 5—xromatografiyalash kolonkasi; 6—tekshiriluvchi namunaning xromatografga kiritish joyi; 7—yozuvchi qurilma; 8—xromatogramma.

Yuqori bosim ostidagi ballondan (1) gaz tashuvchi (geliy, azot, argon), reduktor va gaz oqimini nozik tartiblovchi jo'mrak (2) orqali quritgich naychaga o'tadi. Naycha kuydirilgan kalsiy xlorid va molekulyar elaklar bilan to'ldirilgan bo'lib, unda gaz tashuvchi turli kimyoviy va mexanik aralashmalardan hamda boshqa gazlardan tozalanadi. Tozalanagan gaz monometr (5)ning tegishli belgilangan ko'rsatkichi bo'yicha termostat (4) orqali katarometr katagiga o'tadi va undan tahlil qilinuvchi namuna solingan bo'g'imga o'tadi. U bo'g'imga o'rnatilgan rezina membrana orqali bo'g'imdagi tekshiriluvchi moddani gaz yoki bug' holida o'zi bilan xromatografik kolonkaga (6) yo'naltiradi.

Kolonkada tarkibiy qismlarga taqsimlangan tahlil qilinuvchi namuna komponentlarini gaz tashuvchi o'zi bilan katorometrning o'lchov katagiga olib kiradi. U yerda komponentlar tutilib qoladi, gaz tashuvchi esa atmosferaga chiqib ketadi. Tahlil qilinadigan gazsimon aralashma holidayi namuna kolonkaga kran-dozator orqali 0,5 ml dan 5 ml gacha suyuq holidayisi esa mikroshpitslar yordamida 0,1 mkl hajmgacha kiritiladi.

Moddalar aralashmasini bir-biridan ajratish va tahlil qilishda ichki diametri 0,5 mm dan 5 mm gacha bo'lgan "U" ko'rinishidagi, spiral yoki to'g'ri naycha shaklidagi, uzunligi 1 m dan 3 m gacha bo'lgan shisha, mis, latun yoki zanglamaydigan po'latdan tayyorlangan naychalardan foydalaniladi.

Kolonkalar nasadkali, mikronasadkali va kapillyarli bo'ladi. Nasadkali kolonkalar uzunligi 0,5–15 m, diametri 3–10 mm, mikronasadkali 2 m gacha diametri 0,8–1 mm, kapillyarli 10–100 m diametri 0,3–0,5 mm bo'ladi.

Tekshirish natijalari xromatografik kolonkalarni bir xil zichlikda sorbentlar bilan to'ldirilishiga va sorbent tabiati bilan kolonka haroratining doimiyligiga bog'liq bo'ladi.

Xromatografik kolonkaning faolligi quyidagi formula yordamida aniqlanadi:

$$n = 5,545 \left(\frac{l}{M_{0,5}} \right)^2$$

bu yerda: l —moddaning ushlanish vaqti;

$M_{0,5}$ —cho'qqi balandligining yarmidan o'lchangandagi kengligi.

Moddalarini gaz xromatografiyasi usulida ajralish darajasi R quyidagicha aniqlanadi:

$$R = \frac{\Delta l}{M_{0.5(1)} + M_{0.5(2)}}$$

bu yerda: Δl —1 va 2 ajratilayotgan moddalarning ushtanish vaqti masofalarining farqi

Kolonkaning harorati aralashma tarkibidagi moddalarning qisqa vaqt ichida ajratib berishini ta'minlashi kerak.

Detektor — kolonkada taqsimlangan namuna komponentlarining issiqlik o'tkazuvchanlik, yonish issiqligi, ionlanish darajasi kabi xususiyatlarini toza gazga nisbatan o'zgarishini o'zida aks ettiruvchi moslamadir. Detektorlar integral va differensial turlarga bo'linadi. Differensial detektorlar konsentrsion (katarometr, alanga-ionlanish) va oqimli detektorlarga bo'linadi.

Katarometr detektorlar o'rnatilgan o'tkazgichlarning gaz aralashmalarida elektr o'tkazuvchanlikning o'zgarishini, ya'ni toza gaz va gaz-modda aralashmasi oqimlarining issiqlik o'tkazuvchanliklarining farqini o'ichashga asoslangan. Alanga-ionlanish detektorlari asosan organik moddalarning vodorod alangasida yondirilganda hosil bo'ladigan ionlarni elektr tokini o'tkazishiga asoslangan.

Gaz xromatografiyasida qattiq tashuvchi sifatida kremnezem asosidagi materiallardan tashkil topgan sferoxrom, xromaton, xezosorb va selit kabi diatomit yoki kezelgur qator birikmalar, jumladan fluoruglerodli polimerlar (teflon, polixrom) ham ishlatiladi.

Qattiq tashuvchilar tahlil jarayonida o'z ustida qo'zg'almas suyuq fazani bir xil tekis parda holida olib turishi va shu bilan tahlil qilinuvchi aralashmani ayrim komponentlarga to'la taqsimlab berishi kerak. Shuningdek, ular harorat va boshqa omillar ta'siriga chidamli, suyuq faza va aniqlanuvchi moddalarga nisbatan befarq (inert) bo'lishi kerak.

Qo'zg'almas suyuq faza sifatida odatda ayrim uglevodorodlar yoki ularning aralashmalari, masalan, vazelin yog'i, apiyezonlar, funksional guruhlarga ega bo'lgan siloksan polimerlari, murakkab efirlar va poliefir-lar, oddiy efirlar, polifenollar, amidlar, nitril va galogenalkil guruhlarga ega bo'lgan siloksan polimerlari, bir va ko'p atomli spirtlar, poliglikol-lar, aminlar, yog' kislotalar, bitum asosida olingan universal suyuq faza va h.k. lar ishlatiladi.

Qattiq tashuvchiga qo'zg'almas suyuq faza 1–20% (qattiq tashuvchi og'irligiga nisbatan) miqdorda qoplanadi, ko'pincha amaliyotda qattiq tashuvchi og'irligiga nisbatan 5–10% suyuq faza saqlovchi kolonkalaridan foydalaniladi.

Moddalar sifatini identifikatsiyalash maqsadida tahlil qilinganda nisbiy ushlanishlar usuli va guvoh moddalardan foydalanish usullari qo'llaniladi. Guvoh moddalar yordamida tahlil qilinganda tekshirilayotgan namuna tahlil qilingandan so'ng standart sifatida olingan modda xromatografiyalanadi. Xromatografiyalash muhiti standart namuna uchun ham bir xil bo'lishi kerak.

Tekshirilayotgan namuna komponentlaridan biri va guvoh modda o'tkazish vaqtlarining bir xilda bo'lishi ikkala moddaning mos ekanligini bildiradi. Guvoh moddani namuna bilan birgalikda kolonkaga yuborish mumkin. Bu holda xromatogrammada aniqlanayotgan modda cho'qqisining kattalashganligi kuzatiladi. Natijalar aniq bo'lishi uchun tahlil 2 xil (polyarligi bo'yicha) qo'zg'almas fazali 2 ta kolonkada olib boriladi.

Nisbiy ushlanish vaqti (t) quyidagicha topiladi:

$$t = \frac{t_R - t_0}{t_{Rep} - t_0}$$

bu yerda: t_R —tahlil qilinayotgan moddaning ushlanish vaqti;

t_{Rep} —guvoh moddaning ushlanish vaqti;

t_0 —sorbtsiyalanmagan moddaning ushlanish vaqti.

Moddalar miqdorini aniqlash xromatogrammada hosil bo'lgan cho'qqilarning parametrlarini (yuzasi yoki balandligi) o'lchashga asoslangan. Ko'pincha cho'qqilarning yuzasi topiladi. Cho'qqilar yuzasini quyida keltirilgan usullar yordamida aniqlash ummkin:

1. Cho'qqi chizmasining balandligini balandlik yarmidagi kengligiga $m_{1/2}$ ko'paytmasi bo'yicha:

$$S = h \square m_{1/2}$$

2. Planimetr yordamida.

3. Integrator yordamida.

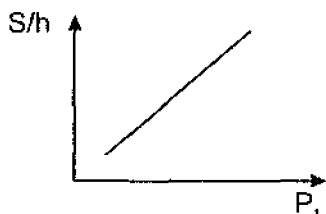
Hozirgi kunda moddalar miqdorini aniqlashning 3 xil usuli mavjud:

1. Mutlaq o'lchamli darajalash usuli.

2. Ichki normalashtirish usuli.

3. Ichki standartlar usuli.

Mutlaq o'lchamli darajalash usulida xromatografik cho'qqi parametrlarini tekshiriluvchi modda konsentratsiyasiga to'g'ri proporsional bog'liqligi asos qilib olingan. Ana shu bog'liqlik bo'yicha grafik chiziladi, ordinata o'qiga cho'qqi balandligi yoki yuzasi, absissa o'qiga esa tekshiriluvchi modda konsentratsiyasi qo'yiladi:



Ichki normallashtirish usulida aralashma tarkibidagi taqsimlangan (ajralgan) komponentlarning cho'qqi yuzalari (yoki balandliklari)ning yig'indisi 100% deb qabul qilinadi. Aniqlanayotgan komponent miqdori % hisobida quyidagi formula yordamida aniqlanadi:

$$P(\%) = \frac{K_1 S_1(h_1)}{\sum K_j S_j(h_j)}$$

K_j —kalibrlash koeffitsienti

$$K_1 = \frac{P_1}{S_1}$$

Ichki standartlar usulida aniq tortib olingan tekshiriluvchi modda aralashmasiga aniq ma'lum standart modda qo'shiladi. Xromatogrammada aniqlanuvchi va standart modda parametrlari topiladi. Aniqlanuvchi modda miqdori (R) quyidagicha hisoblanadi:

$$P_1 = \frac{K_1 \cdot S_1}{K_{sm} \cdot S_{sm}} \cdot R \cdot 100$$

bu yerda: K_j, K_{sm} —detektor sezgiriligiga bog'liq bo'lgan aniqlanuvchi va standart yuzasiga kiritilgan tuzatish koeffitsientlari;

S_j, S_{sm} - aniqlanuvchi va standart moddalarning xromatogrammadagi cho'qqilarini yuzasi;

R —ichki standart massasini tekshiriluvchi aralashma massasiga nisbati.

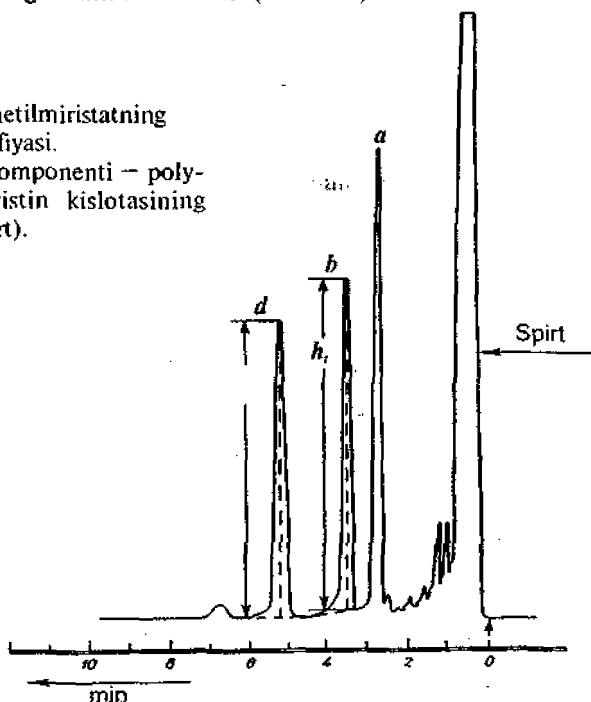
Tahlil usulida quyidagi shartlar keltiriladi: xromatografik kolonka kattaligi, qo'zg'almas suyuq fazaning turi va miqdori, qattiq tashuvchi turi, kolonka bug'latgich va detektor harorati, gaz tashuvchi va uning tejami, detektor turi.

Efir moyi tarkibidagi ledol miqdorini aniqlash

Efir moyi suvli hammom ustida 60°C haroratda ledol kristallari to'liq erib ketgunicha qizdiriladi va asta-sekinlik bilan shisha tayoqcha yordamida aralashiriladi. Isitilgan pipetka yordamida efir moyidan namuna olinadi va probirkaga solinadi. So'ngra tezda hajmi 50 ml bo'lgan va og'zi mahkam berkitiladigan, $\pm 0,01$ g aniqlikda tortilgan kolbaga 0,2 g (aniq tortma) efir moyi va 0,06 g (aniq tortma) miristin kislotasining metil efiri solinadi va 20 ml 95% li spirt (pipetka yordamida) qo'shib birikmalar to'liq erib ketgunicha aralashiriladi. Tayyorlangan 1–2 ml eritmadan gaz xromatografining bug'latgichiga mikroshprits yordamida yuboriladi va haroratni rejalashtirish uchun termostat yoqiladi. Haroratni rejalashtirish tugagandan so'ng termostat o'chiriladi, termostat eshigi ochilib, kolonka 90–95°C haroratgacha sovitiladi (termometrga qarab turiladi). Datchikka 100°C haroratni belgilab, yana termostat yoqiladi va harorat 100°Cga yetganda jarayon yana qaytariladi. Shunday usulda kamida 3 ta xromatogramma olinadi. Bir vaqtning o'zida (yuqorida ko'rsatilgan sharoitda) 1–2 mkl ledin va miristin kislotasining metil efiri etalon aralashmasining xromatogrammasi olinadi (30-rasm).

30-rasm. Ledol va metilmiristatning xromatografiyasi.

a—efir moyining asosiy komponenti — polyustrol; *b*—ledol; *d*—miristin kislotasining metil efiri (ichki standart).



Xromatogrammadagi ledol va metil miristat cho'qqilarining balandligi chizg'ich yordamida ($\pm 0,5$ mm aniqlikda) o'lchanadi. Bunda cho'qqilar balandligi 100 mm dan kam bo'lmasligi kerak. Ledol va palyustrol cho'qqilari uchun xromatografik kolonkaning ajratish mezoni I dan kam bo'lmasligi kerak

$$K = \frac{\Delta V_R}{\mu(0,5h)_l + \mu(0,5h)_p}$$

bu yerda ΔV_R —ledol va polyustrolning ushlanish vaqti yoki hajmlarining farqi, ml.

$m(0,5h)$ —ledol (l) va polyustrol (p) cho'qqilari balandligining yarimidagi kengligi, mm

Efir moyi tarkibidagi ledol miqdori (X_j) (uch marta xromatografiyalashning o'rtacha qiymati hisobida) quyidagicha hisoblanadi:

$$X_j = \frac{P_{an.st} \cdot h_j \cdot 100}{h_{an.st} \cdot F \cdot P_j}$$

bu yerda $P_{an.st}$ —ichki standartning og'irligi (etalon aralashmadagi), g;

P_j —ledin og'irligi (etalon aralashmadagi), g;

$h_{an.st}$ —etalon aralashma xromatogrammasidagi ichki standart cho'qqisining balandligi, mm;

h_j —etalon aralashma xromatogrammasidagi ledol cho'qqisining balandligi, mm.

Eslatma:

1. *Xromatografiyalash jarayonlari:*

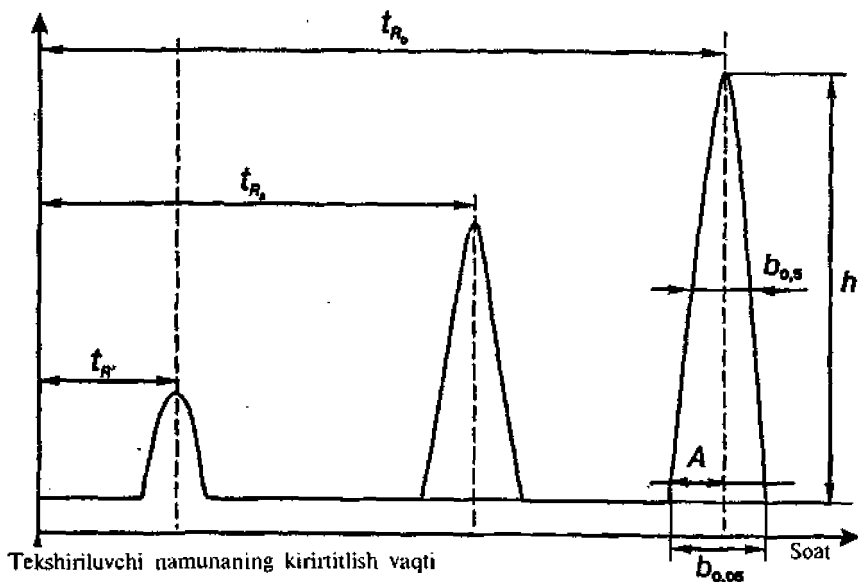
Alanga ionlashtirish detektorli gaz suyuq xromatografi "Xrom-4" (Chexiya), 1200 mm li shisha kolonka, diametri 3 mm, kolonka sirti 0,6% li polietilenglikol adipinat eritmasi bilan qoplangan, WAW 60-80 ml xromosorb bilan to'ldirilgan.

Kolonka harorati 100-150°Cgacha rejalashtirilgan, tezligi 1 minutda 5°C, bug'latish xarorati 180°C, gaz tashuvchi — azot. Gazlar chiqimi: azot — 60ml/min, vodorod — 40ml/min, havo — 400ml/min, yozuvchi moslamadagi diagramma — tasmaining tortilish tezligi 10mm/min.

2. *Etalon aralashmasini tayyorlash:*

Og'zi mahkam berkitiladigan hajmi 50 ml bo'lgan kolbaga 0,1 g

(aniq tortma) 100% ledolga nisbatan ledin (VFS 42-1426-86) va 0,1 g (aniq tortma) metilmeristatdan (TU 6-09-13-628-78) solinadi va 40 ml 95% li spirtida eritiladi. Tayyorlangan aralashma salqin joyda og'zi mahkam berkitilgan idishlarda saqlanadi. Saqlash muddati 6 oy.



31-rasm. Xromatogramma chizmasi.

5.9.5. Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi (yuqori bosim suyuqlik xromatografiyasi)

Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi suyuqlik xromatografiyasi usulining bir ko'rinishi bo'lib, bunda qo'zg'aluvchan faza — elyuyent kolonkadagi sorbentdan katta tezlikda yuqori bosim ostida o'tadi. Usul yuqori va quyi molekullari issiqlikka chidamsiz moddalarni ajratib olishga, ularning chinligini va miqdorini aniqlashga imkon beradi.

Hozirgi zamon xromatografiyalari quyidagi qismlardan tashkil topgan: yuqori samarali kolonka, dozator, yuqori bosimli nasos, yozuv

qurilmali detektor, mikroprotessor (31-rasm). Xromatograflar, shuningdek namunalarni avtomatik ravishda kolonkaga yuborish, reja asosida xromatografiyalash muhitini ushlab turish, ajratish jarayonining qulay sharoitini avtomatik tanlab berish, tahlil qilinayotgan aralashma tarkibidagi moddalarning chinligi va miqdorini aniqlab beruvchi moslamalar bilan ta'minlangan.

Yuqori bosimli nasos (200–500 atm gacha) elyuyentni berilgan doimiy tezlikda kolonkaga yetkazib beradi. Ba'zida mikrokolonkali xromatograflarda nisbatan past bosimli nasoslar qo'llaniladi (1–20 atm gacha). Xromatografik kolonkalar zanglamaydigan po'lat (yoki shisha)dan tayyorlangan bo'lib, uzunligi 10–25 sm, ichki diametri 0,3–0,8 sm (ko'pincha 0,4–0,5 sm) ga teng. Kolonkalar diametri 5–10 mkm bo'lgan dumaloq yoki notekis shakldagi adsorbent bilan yuqori bosimda suspensiyon usul yordamida to'ldiriladi. Suspensiyon usul bilan to'ldirilganda sorbent kolonkada bir tekis bo'lib zich joylashadi. Mikrokolonkali xromatograflarda kolonkalarining uzunligi va ichki diametri kichik bo'ladi (0,1–0,2 sm va undan ham kichik).

Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasida qo'llaniladigan adsorbent zarrachalari yuqori bosim ostida parchalanmasligi kerak. Zich joylashgan kichik diametrlil (5–10 mkm) adsorbent bilan to'ldirilgan kolonkalar aralashmalarni yuqori samarali xromatografik taqsimlash xususiyatiga ega. Xromatografiyalash jarayoni ketayotgan vaqtda kolonka harorati $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ aniqlikda ushlab turiladi. Xromatografik taqsimlanish ko'pincha 20–25° da olib boriladi.

Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasida ko'pincha refraktometrik yoki flyuorimetrik, to'lqin uzunligi o'zgaruvchan (190–900nm) yoki o'zgarmaydigan (ko'pincha 254 nm) spektrofotometrik, shuningdek, alanga-ionlanish, elektro-kimyoviy, mass-spektrometrik va boshqa detektorlar ishlatiladi.

Adsorbent sifatida ko'pincha gidroksil guruhlar bilan qoplangan silikagel, turli funksional guruhlar bilan ishlangan silikagel, aluminiy oksidi, polimerlar, amaliyotda esa tayyor kolonkalar ishlatiladi. Silikagel bilan to'ldirilgan kolonkalar bilan ishlashda elyuyent sifatida uglevododlar, ba'zida esa turli erituvchilar yoki spirt bilan aralashirilgan uglevododlardan foydalaniladi.

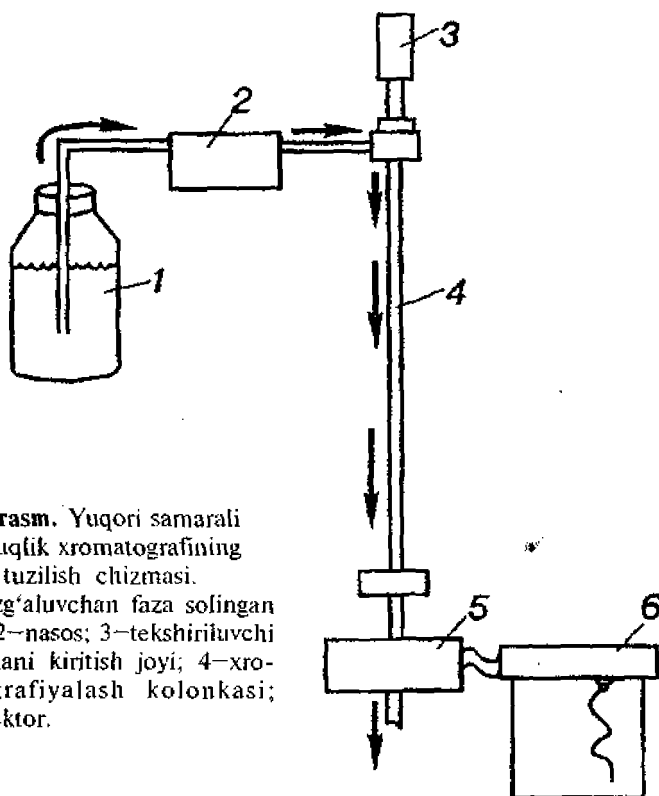
Gidrofob guruhlar bilan qoplangan silikagel bilan to'ldirilgan kolonkalarni yuvishda esa tarkibida quyi spirtlar yoki atsetonitril bo'lgan suvli eritmalar ishlatiladi. Ba'zida erituvchilar ikki marta tozalangan bo'lishi kerak. Tuz, kislota va asos ko'rinishidagi organik birikmalarni ajratishda juft-ion xromatografik usuldan foydalaniladi. Bunda gidrofob guruhlar bilan qoplangan silikagel adsorbenti, anion yoki kation tarkibida gidrofob guruh saqlovchi ionli birikmalar qo'shilgan suv-spirtli yoki suv-atsetonitrilli elyuyentlar ishlatiladi.

Organik tuzilishga ega bo'lgan anion va kationlarni ion-almashinish suyuqlik xromatografiyasi yordamida ajratiladi. Adsorbentlar sulfo-, karboksil yoki aminoguruhlar bilan qoplangan bo'lishi kerak. Elyuyent sifatida ma'lum rN muhitga va ion kuchiga ega bo'lgan suvli bufer eritmalar ishlatiladi.

Metal kationlari bilan kompleks hosil qiluvchi moddalarni ajratishda ligand almashinish xromatografiyasi usulidan foydalaniladi. Taqsimlanish yoki moddalarning ajralishi tekshirilayotgan birikmalarning koordinatsion bog'lar hosil qilish xususiyatlari o'rtasidagi farqqa asoslangan bo'lib, ko'inchincha aminokislotalarning izomerlari tahlil qilinadi. Adsorbentlar metal ionlari va ajralayotgan modda bilan kompleks birikmalar hosil qiluvchi guruhlar bilan qoplangan bo'ladi.

Moddalarning ajralish darajasi xromatogrammadagi ikki cho'shni cho'qqilarning balandliklari o'rtasidagi masofa va xromatografik chizmaning kengligi bo'yicha aniqlanadi. Cho'qqilar balandligi o'rtasidagi masofa aniqlanuvchi moddaga nisbatan adsorbentning selektivligiga, kengligi esa adsorbentning joylashishiga va elyuyentning quyuqlik darajasiga bog'liq. Yuqori samarali kolonka adsorbentning selektivligi kichik bo'lsa ham moddalarni ajratib berish xususiyatiga ega.

Moddalar miqdorini aniqlashda xromatogramma mutlaq kalibrash yoki ichki standartlar (gaz xromatografiyasi usuli kabi) usullari yordamida tahlil qilinadi. Yot moddalar xromatogrammadagi cho'qqilarni solishtirish bo'yicha aniqlanadi. Bir hil muhitda moddaning kolonkadan chiqish vaqti bir xil va doimiy bo'ladi va bu xususiyatdan aniqlanuvchi birikmaning chinligini aniqlashda foydalaniladi. Miqdoriy tahlilda cho'qqilar yuzalari hisoblanadi, chunki cho'qqi yuzasi moddaning miqdoriga to'g'ri mutanosib.



32-rasm. Yuqori samarali suyuqlik xromatografining tuzilish chizmasi.

1—qo'zg'aluvchan faza solingan idish; 2—nasos; 3—tekshiriluvchi namunani kiritish joyi; 4—xromatografiyalash kolonkasi; 5—detektor.

Baliq moyi tarkibidagi viatmin A miqdorini yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi usulida aniqlash

Aniqlanuvchi eritmani tayyorlash:

0,7 g baliq moyi (aniq tortma) 25 ml hajmli o'lchov kolbasida geksanda eritiladi va belgisigacha geksan bilan yetkaziladi. Tayyorlangan eritma xromatografik kolonkaga yuborishdan oldin sentrifugalanadi.

Standart eritmani tayyorlash:

0,035 g yoki 0,021 g (aniq tortma) faolligi 1 yoki 1,7 mln-ME/g bo'lgan retinol palmitatning moyli eritmasi hajmi 100 ml bo'lgan o'lchov kolbasiga solinadi, geksanda eritiladi va belgisigacha yetkaziladi. Tayyorlan-

gan eritmadan 2 ml olib, hajmi 50 ml bo'lgan o'lchov kolbasiga solinadi va geksan bilan belgisigacha yetkaziladi. Eritma xromatografik kolonkaga yuborishdan oldin sentrifugalanadi. Eritmani qorong'i, harorati 0°C dan oshmagan joyda 5 kun davomida saqlash mumkin.

Xromatografiyalash sharoitlari:

Silasorb-600 (zarracha kattaligi 5 mkm) sorbent bilan to'ldirilgan 120x2 mm li kolonka. Qo'zaluvchan faza: geksan-dietil efiri (99,8:1,2). Oqim tezligi – 200 ml/min. Kolonka harorati – xona harorati. Detektor – UB-spektrofotometr, 326 nm.

Aniqlanuvchi va standart eritmalar hajmi – 10 mkl dan. Xromatografiyalash kamida 3 marta qaytariladi. Bitta tahlil uchun elyuyent hajmi – 2000 mkl. Retinol palmitatning ushlanish vaqti: 1,3-sis-izomer – 580 mkl (2,9 minut), trans-izomer (to'liq) – 710 mkl (3,5 minut).

Aniqlash tartibi:

Xromatograf yuqorida keltirilgan sharoitda tayyorlanadi. Namunalar kolonkaga yuboriladi va retinol palmitatning cho'qqilari bo'yicha sistemalarni ishlatish mumkinligi xaqidagi 1 va 2 mezonlar hisoblanadi.

Baliq moyi tarkibidagi A vitamin xromatogrammadagi 2 ta cho'qqi retinol palmitatning 1,3-sis va trans izomerlarining ushlanish vaqti bo'yicha aniqlanadi.

A vitamin miqdori (X) 1 g preparatga nisbatan ME da quyidagi formula bo'yicha hisoblanadi:

$$X = \frac{S_t \cdot C_s \cdot 25}{S_s \cdot m}$$

bu yerda: S_t —aniqlanayotgan eritmadagi retinol efirlari cho'qqilari yuzalarining yig'indisi;

S_s —standart eritmadagi retinol efirlari cho'qqilari yuzalarining yig'indisi;

C_s —standart eritmadagi A vitaminining ME/ml dagi konsentratsiyasi;

m —baliq moyining g lardagi aniq og'irligi;

25—suyultirish hajmi, ml;

Baliq moyi tarkibidagi A vitaminining miqdori 350–1000 ME/g bo'lishi kerak.

ILOVALAR

1-ilova

FARMATSEVTIK TAHLILDA QO‘LLANILADIGAN BA‘ZI BIR REAKTIVLAR VA ULARNING TAYYORLANISHI

Nitrat kislota (tutovchi) HNO_3 (m.m. 63,01). Rangsiz yoki sarg‘ish rangli, tutovchi suyuqlik, zichligi 1,50, nitrat kislotasining miqdori 98% dan kam bo‘lmasligi kerak.

Nitrat kislota konsentrlangan. Rangsiz yoki bir oz sarg‘ish rangli tiniq suyuqlik, zichligi 1,372–1,405. Nitrat kislotasining miqdori 61–68% dan kam bo‘lmasligi kerak.

Nitrat kislota eritmasi. Rangsiz, tiniq suyuqlik, zichligi 1,193–1,200. Nitrat kislotasining miqdori 32–33% dan kam bo‘lmasligi kerak.

Nitrat kislota eritmasi, suyultirilgan. 1 qism nitrat kislota, 1 qism suv bilan aralashtirib tayyorlanadi. Rangsiz, tiniq suyuqlik, zichligi 1,090–1,093. Nitrat kislotasining miqdori 16–16,5% dan kam bo‘lmasligi kerak.

Ammiak eritmasi, konsentrlangan NH_4OH (m.m. 35,05). Rangsiz, tiniq, o‘ziga xos o‘tkir hidli suyuqlik. Ammiakning miqdori 25–27% dan kam bo‘lmasligi kerak.

Ammiak eritmasi. 440 ml konsentrlangan ammiak eritmasini suv bilan 1 l gacha suyultiriladi. Ammiakning miqdori 10–12% dan kam bo‘lmasligi kerak.

Ammiakning 5% eritmasi. 500 ml ammiak eritmasini suv bilan 1 l gacha suyultiriladi.

Ammiakning suvli-spirтли eritmasi. 1 ml konsentrlangan ammiak eritmasini 9 ml 95% spirt bilan aralashtiriladi.

Ammiakning bufer eritmasi. 54 g ammoniy xloridni suvda eritib, 350 ml 25% ammiak eritmasidan qo‘shib, hajmi suv bilan 1 l gacha yetkaziladi. $rN = 9,5-10,0$.

Ammoniy vanadat NH_4VO_3 (m.m. 116,98). Oq yoki och sarg‘ish kristal kukun. Vanadat ammoniyning miqdori 99% dan kam bo‘lmasligi kerak.

Ammoniy vanadat eritmasi. 0,05 g ammoniy vanadatni 10 ml konsentrlangan sulfat kislotasida eritiladi.

Ammoniy molibdat $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (m.m. 1235,9). Rangsiz yoki ko'kimsir yoki sarg'ish rangli kristall, suvda eriydi. Tarkibidagi molibden anigidridining miqdori 80% dan kam bo'lmashligi kerak.

Ammoniy molibdatning konsentrlangan sulfat kislotadagi eritmasi (Frede reaktivi). 0,1 g ammoniy molibdat 10 ml konsentrlangan sulfat kislotasida eritiladi. Reaktiv yangi tayyorlangan holda ishlatiladi.

Ammoniy molibdat eritmasi. 6,5 g maydalangan molibdat kislotasini 14 ml suv va 4,5 ml konsentrlangan ammiakda aralashtiriladi va sovutiladi. Ehtiyotlik bilan 32 ml sovutilgan nitrat kislotasi ($d = 1,4$) eritmasidan va 10 ml suv qo'shib, 48 soatgacha qoldiriladi. So'ngra zich filtr qog'ozini orqali filtrlanadi.

Ammoniy nitrat NH_4NO_3 (m.m. 80,04) Oq kristal kukun, suvda eriydi. Ammoniy nitratning miqdori 98% dan kam bo'lmashligi kerak.

Ammoniy oksalat $(\text{COONH}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (m.m. 142,11). Rangsiz kristal modda, 25 qism suvda eriydi. Ammoniy oksalatning miqdori 99,8% dan kam bo'lmashligi kerak.

Ammoniy oksalat eritmasi. 40 g ammoniy oksalat tuzini, isitilgan holda 1 l suvda eritiladi va filtrlanadi.

Ammoniy rodanid NH_4SCN (m.m.76,12). Rangsiz kristall, suvda eriydi. Ammoniy rodanidning miqdori 98,0% dan kam bo'lmashligi kerak.

Ammoniy rodanid eritmasi. 50 g ammoniy rodanid suvda eritilib, hajmi suv bilan 1 l gacha yetkaziladi.

Ammoniy xlorid NH_4Cl (m.m. 53,49). Oq kristal kukun. Suvda eriydi. Ammoniy xloridning miqdori 98,5% dan kam bo'lmashligi kerak.

Ammoniy xlorid eritmasi. 100 g ammoniy xlorid 1 l suvda eritiladi.

Antipirin (m.m. 188,23). Oq kristal yoki oq kukun modda, hidsiz, bir oz achchiqroq mazaga ega. Suvda, spirtda oson eriydi. Antipirinning miqdori 99,2% dan kam bo'lmashligi kerak.

Atseton CH_3COCH_3 (m.m.58,08). Rangsiz, tiniq, oson alangalanuvchan, o'ziga xos hidli suyuqlik. Zichligi $d=0,7924$. Qaynash harorati 55,6–57°C.

Bariy nitrat $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ (m.m.261,35). Rangsiz, kristall. Suvda eriydi,

spirtida erimaydi. Bariy nitratning miqdori 99,0% dan kam bo'lmisligi kerak.

Bariy nitrat eritmasi. 50 g bariy nitrat suvda eritilib, hajmi suv bilan 1 l gacha yetkaziladi.

Bariy xlorid $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ (m.m. 244,28). Rangsiz yaltiroq kristall, suvda eriydi. Bariy xloridning miqdori 99,0% dan kam bo'lmisligi kerak.

Bariy xlorid eritmasi. 50 g bariy xlorid suvda eritilib, hajmi suv bilan 1 l ga yetkaziladi.

Benzol C_6H_6 (m.m.78,11). Rangsiz, tiniq, o'ziga hos hidli, tez tutab yonuvchi suyuqlik. Qaynash harorati $79,6-80,6^\circ C$ ($0,8^\circ C$ oraliqda), zichligi $d = 0,8777-0,8791$.

Bor kislotasi. H_3BO_3 (m.m. 61,83). Rangsiz, yaltiroq, hidsiz mayda kristalli kukun modda. Suv bug'i bilan haydaladi. Uzoq vaqt qizdirilsa ($100^\circ C$) suvini yo'qotib meta bor kislotaga o'tadi (HBO_2). Agar qattiq qizdirilsa, shishasimon qotishma hosil qiladi, keyinchalik yana qizdirish davom ettirilsa, bor angidridi (B_2O_3) hosil qladi.

Bor kislota eritmasi. 20 g bor kislotasini isitilgan holda suvda eritib, hajmi suv bilan 500 ml ga yetkaziladi.

Brom Br_2 (a.m. 79,91). Qizil-qo'ng'ir rangli, tez uchuvchan bug'lari nafas yo'llarini yallig'lantiruvchi suyuqlik.

Bromli suv. Bromning suvli to'yingan eritmasi. 3 ml bromni 100 ml suvda chayqatib tayyorlanadi. Ishlatishdan avval chayqatiladi.

Vanilin $C_6H_5(OH)(OCH_3)CHO$ (m.m. 152,15). Oq yoki oq-sarg'ish, ignasimon, vanil hidli modda. Havoda qorayadi. Suvda qiyin eriydi, spirt-da, xloroformda oson eriydi. Suyuqlanish harorati $81-82^\circ C$.

Vanilinning sulfat kislotadagi eritmasi. 0,1 g vanilinni 10 ml konsentrlangan sulfat kislotasida eritiladi.

Vino kislotasi (vino-tosh kislotasi) $(CHOH-COOH)_2$ (m.m. 150,09). Rangsiz kristal modda, suvda eriydi. Vino kislotasining miqdori 95% dan kam bo'lmisligi kerak.

Vino kislota eritmasi. 2 g vino kislotani 10 ml suvda eritiladi. Yangi tayyorlangan eritmasi ishlatiladi.

Gidrazin sulfat $H_2N-NH_2 \cdot H_2SO_4$ (m.m. 130,12). Kristal holdagi kukun modda, suvda eriydi. Gidrazin sulfatning miqdori 98,5% dan kam bo'lmisligi kerak.

Gididroksilamin gidrokslorid. $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ (m.m. 69,49). Rangsiz tiniq gigroskopik kristal modda, suvda oson eriydi.

Gliserin $\text{CH}_2\text{OH}\text{-CHOH}\text{-CH}_2\text{OH}$ (m.m. 92,10). Quyuq, tiniq, rangsiz gigroskopik suyuqlik, suv bilan aralashadi, zichligi 1,4710–1,4704.

Diazoreaktiv. 5 ml sulfanil kislota eritmasini (45 g sulfanil kislotasining 45 ml konsentrlangan xlorid kislotasida eritib, hajmi suv bilan 500 ml ga yetkaziladi) 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga solib, muzda sovitiib, 2,5 ml natriy nitrit eritmasi qo'shiladi. Aralashma 5 minut davomida muzda sovutiladi, yana 10 ml natriy nitrit eritmasi qo'shib chayqatilib, 5 minut davomida muzda sovutiladi va hajmi suv bilan belgisigacha yetkaziladi.

Difenilamin $\text{C}_6\text{H}_5\text{NHC}_6\text{H}_5$ (m.m. 169,23). Oq mayda kristall, o'ziga hos hidli, turishi natijasida rangini o'zgartirib, kul rangga o'tadi. Suvda erimaydi, spirtida, efirda, konsentrlangan sulfat kislotasida eriydi. Qotish harorati $52,4\text{--}52,8^\circ\text{C}$.

Temir kukuni Fe (at.m. 55,85). Mayda kulrang yoki to'q kulrang, yaltiroq kukun, magnitga tortiladi. Qizdirilsa, qora rangli temir (II) oksid hosil qiladi.

Temir (II) sulfat $\text{FeSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (m.m.278,02). Oq-ko'kimtir kristal modda. 2,2 qism suvda eriydi.

Temir (II) sulfat eritmasi. 3 g temir (II) sulfat 3 ml suv va 3 ml suyultirilgan sulfat kislota eritmasining aralashmasida eritiladi. Eritma yangi tayyorlangan bo'lishi kerak.

Temir (II) sulfatning 5% li eritmasi. 50 g temir (II) sulfatni 900 ml tozalangan suvda eritib, 100 ml hajmli konsentrlangan sulfat kislota qo'shiladi, eritma yangi tayyorlangan bo'lishi kerak.

Temir (III) xlorid $\text{FeCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (m.m. 270,30) sariq-qo'ng'ir rangli kristal modda, suvda, spirtida, efirda eriydi. Temirning miqdori 20% dan kam bo'lmasligi kerak.

Temir (III) xlorid eritmasi. 30 g temir (III) xloridni suvda eritib, hajmi suv bilan 1 l ga yetkaziladi.

Temir (III) xloridning spirtli eritmasi. 1 g temir (III) xlorid 100 ml 95% spirtida eritiladi.

Yod kristalli J_2 (m.m. 253,8). Qora-kulrang metall kabi yaltiroq plastinkasimon yoki kristall, o'ziga hos hidli. Oddiy haroratda uchuvchan, agar qizdirilsa, binafsha rangli bug' hosil qilib sublimatsiyalanadi. Suvda kam eriydi, yodidlarning suvli eritmalarida yaxshi eriydi. 10 qism 95% spirtida, efirda va xloroformda eriydi. Xloroformli eritmasi binafsha rangli.

Yodmonoxlorid eritmasi. 1) 13 g mayda kristal holdagi yodni, chayqatilgan holda 300 ml uglerod (IV) xlorid (CCl_4) va 700 ml muz holdagi sirka kislotasida eritiladi. 2) 8 g yod (III) xlorid sirka kislotasida eritilib, unga 9 g yod, 300 ml uglerod (IV) xlorid qo'shib chayqatigach, hajmi muz holdagi sirka kislotasi bilan 1 l gacha yetkaziladi.

Kaliy gidroksid KON (m.m. 56,11). Oq bo'lakcha yoki silindrsimon tayyoqcha holdagi kristall, gigroskopik, kaliy gidroksidning miqdori 82% dan kam bo'lmasligi kerak.

Kaliy gidroksid eritmasi. 100 g kaliy gidroksid 100 ml suvda eritilib, hajmi suv bilan 1 l gacha yetkaziladi.

Kaliy bixromat $K_2Cr_2O_7$ (m.m.294,19). Qizil-sarg'ish kristall, kukun suvda eriydi. Kaliy bixromatning miqdori 99,8% dan kam bo'lmasligi kerak.

Kaliy bixromat eritmasi. 50 g kaliy bixromat suvda eritilib, hajmi 1 l gacha yetkaziladi.

Kaliy bixromatning sulfat kislotadagi eritmasi. 1 g kaliy bixromatni 60 ml suvda eritib, ehtiyotlik bilan 7,5 ml konsentrlangan sulfat kislotasi qo'shiladi.

Kaliy bromat $KBrO_3$ (m.m. 167,01) kristal holdagi kukun, suvda eriydi. Kaliy bixromatning miqdori 99,8% dan kam bo'lmasligi kerak.

Kaliy bromid KBr (m.m. 119,01). Rangsiz yoki rangsiz yaltiroq kristal yoki mayda kristal kukun, hidsiz, sho'rtang mazali. Kaliy bromidning miqdori 99,0% dan kam bo'lmasligi kerak.

Kaliy bromid eritmasi. 10 g kaliy bromidni suvda eritib, hajmi suv bilan 100 ml gacha yetkaziladi.

Kaliy yodat KJO_3 (m.m. 214,00). Oq kristall kukun modda, suvda eriydi. Kaliy yodatning miqdori 99,8% dan kam bo'lmasligi kerak.

Kaliy yodat eritmasi. 10 g kaliy yodat suvda eritilib, hajmi suv bilan 1 l gacha yetkaziladi.

Kaliy yodid KJ (m.m. 165,04). Rangsiz yoki oq kubiksimon kristal yoki mayda kristal kukun, hidsiz, sho'rtang mazali. Havoda namlanib qoladi. Kaliy yodidning miqdori 99,5% dan kam bo'lmashligi kerak.

Kaliy yodid eritmasi. 10 g kaliy yodid yangi haydalib, sovitilgan suvda eritilib, hajmi suv bilan 100 ml gacha yetkaziladi. Eritma rangsiz bo'lishi kerak.

Kaliy digidrofosfat KH_2PO_4 (m.m.136,09). Rangsiz kristal modda, suvda eriydi.

Kaliy xlorid KCl (m.m. 74,56). Oq kristal kukun, suvda oson eriydi. Kaliy xloridning miqdori 99,8% dan kam bo'lmashligi kerak.

Kaliy xromat. K_2CrO_4 (m.m. 194,20). Mayda sariq rangli kristal kukun, suvda eriydi. Kaliy xromatning miqdori 99% dan kam bo'lmashligi kerak.

Kalsiy xlorid $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (m.m. 219,08). Rangsiz, hidsiz, achchiq-sho'rtang mazali kristall. Gigroskopik, havoda turib suyuqlanib qoladi. Kalsiy xloridning miqdori 98% dan kam bo'lmashligi kerak.

Kalsiy xlorid eritmasi. 200 g kalsiy xlorid suvda eritilib, hajmi suv bilan 1 l gacha tekaziladi.

Kobalt nitrat $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (m.m. 291,06). Qizil rangli kristal kukun, gigroskopik, 2 qism suv va spirtida eriydi.

Kobalt nitrat eritmasi. 50 g kobalt nitrat suvda eritilib, suv bilan 1 l gacha yetkaziladi.

Kobalt xlorid $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (m.m. 237,93). Qizil yoki qizil-binafsha rangli kristall, suvda va spirtida eriydi.

Kobalt xlorid eritmasi. 50 g kobalt xlorid suvda eritilib, 2 ml xlorid kislotasi qo'shiladi va suv bilan 1 l gacha suyultiriladi.

Kaliy permanganat KMnO_4 (m.m. 158,04). Qoramtir yoki qizil-binafsha rangli kristal yoki mayda kukun, metal kabi yaltiroq. Ayrim organik moddalar ta'sirida portlashi mumkin. Kaliy permanganatning miqdori 99,0% dan kam bo'lmashligi kerak.

Kaliy permanganat eritmasi. 1 g kaliy permanganatni suvda eritib, hajmi suv bilan 1 l gacha yetkaziladi. Yorug'likdan himoyalangan holda og'zi mahkam berkitiladigan idishlarda saqlanadi.

Kaliy permanganatning 5% li eritmasi. 50 g kaliy permanganatni suvda eritib, hajmi suv bilan 1 l gacha yetkaziladi.

Kaliy ferritsianid – qizil qon tuzi. $K_3[Fe(CN)_6]$ (m.m.329,26). Qizil rangli kristallar, suvda oson eriydi, spirtda erimaydi.

Kaliy ferritsianid eritmasi (qizil qon tuzi eritmasi). 50 g qizil qon tuzini suvda eritib, hajmi suv bilan 1 l gacha yetkaziladi.

Kaliy ferrotsianid – sariq qon tuzi $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$ (m.m.478,4). Limon rangidagi sariq rangli kristall, suvda eriydi, spirt va efirda erimaydi.

Kaliy ferrotsianid eritmasi (sariq qon tuzi eritmasi). 50 g sariq qon tuzi suvda eritilib, hajmi suv bilan 1 l gacha yetkaziladi.

Kaliy gidrofosfat $K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$ (m.m.228, 24). Rangsiz oq kristal modda. Kaliy gidrofosfat miqdori 98% dan kam bo'lmashligi kerak.

Limon kislotasi $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ (m.m. 210,14). Rangsiz, tiniq kristall, suvda oson eriydi. Limon kislotasining miqdori 99,8% dan kam bo'lmashligi kerak.

Magniy sulfat $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ (m.m. 246,43). Rangsiz, prizma shaklidagi, achchiq mazali kristall, havoda kristal suvini yo'qotadi. Magniy sulfatning miqdori 99,0% dan kam bo'lmashligi kerak.

Magniy sulfatning to'yingan eritmasi. 500 g magniy sulfatga 500 ml suv qo'shib aralashtirib turilgan holda 1 kunga qoldirilib, so'ng filtrlanadi.

Mis (II) sulfat $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ (m.m. 249,68). Ko'k rangli kristal yoki ko'k kristal kukun, hidsiz, o'ziga hos mazali, havoda asta-sekin suvini yo'qotadi. Mis (II) sulfatning miqdori 98,0% dan kam bo'lmashligi kerak.

Natriy gidroksid NaOH (m.m. 40,00). Oq gigroskopik donachalar yoki silindrsimon tayoqchalar shaklida. Natriy gidroksidning miqdori 95% dan kam bo'lmashligi kerak.

Natriy gidroksid eritmasi. 100 g natriy gidroksid suvda eritilib, suv bilan 1 l gacha suyultiriladi. Eritma tindirilib, tiniq qismi boshqa idishga ajratib olinadi.

Natriy gidroksidning 30% li eritmasi. 300 g natriy gidroksid suvda eritilib, sovutib hajmi suv bilan 1 l gacha yetkaziladi. Eritma tindirilib, tiniq qismi ajratib olinadi. Rezinka tiqinli shisha idishda saqlanadi.

Natriy gidrokarbonat. Oq kristal kukun, suvda eriydi. Natriy gidrokarbonatning miqdori 98,5% dan kam bo'lmashligi kerak.

Suvsiz natriy karbonat Na_2CO_3 (m.m. 105,99). Oq donacha holdagi gigroskopik kukun. Suvda eriydi. Natriy karbonatning miqdori 99,8% dan kam bo'lmashligi kerak.

Natriy karbonat eritmasi. 100 g suvsiz natriy karbonatni suvda eritib, hajmi suv bilan 1 l gacha yetkaziladi.

Natriy kobaltonitrit $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6] \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ (m.m. 412,94) qo'ng'ir-sariq rangli kukun, suvda oson eriydi.

Natriy kobaltonitrit eritmasi. 10 g natriy kobaltonitrit 50 ml suvda eritilib, kerak bo'lsa filtrlanadi.

Natriy nitrit NaNO_2 (m.m. 69,00). Rangsiz, tiniq kristall, suvda oson eriydi. Quritilgan natriy nitritda uning miqdori 99,8% dan kam bo'lmashligi kerak.

Natriy nitrit eritmasi. 100 g natriy nitrit suvda eritilib, suv bilan 1 l gacha suyultiriladi.

Natriy sulfat eritmasi. 200 g natriy sulfat suvda eritilib, suv bilan 1 l gacha suyultiriladi.

Natriy sulfat (suvsiz) Na_2SO_4 (m.m. 142,04). Rangsiz kristal kukun, suvda eriydi.

Natriy sulfid $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (m.m. 240,18). Rangsiz o'z kristallizatsion suvida suyuqlanadi. Suvda oson eriydi. Natriy sulfidning miqdori 97% dan kam bo'lmashligi kerak.

Natriy sulfid eritmasi. 2 g natriy sulfid suvda eritilib, 2–3 tomchi glitsirin qo'shib, suv bilan 100 ml gacha suyultiriladi. Kichik hajmda og'zi mahkam berkitilgan idishlarda, to'ldirilgan holda; salqin joyda yorug'likdan himoya qilingan holda saqlanadi.

Natriy sulfit $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (m.m. 252,18). Rangsiz kristall, suvda oson eriydi, ochiq havoda, oson kristallizatsion suvini yo'qotadi va oksidlanadi.

Natriy sulfit eritmasi. 300 g natriy sulfitni suvda eritib, hajmi suv bilan 1 l gacha yetkaziladi.

Natriy tiosulfat $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (m.m. 248,18). Rangsiz, tiniq kristall, hidsiz, sho'rtang mazali. Iliq havoda suyuqlanadi. 50°C haroratda kristallizatsion suv hisobiga suyuqlanadi. Natriy tiosulfatning miqdori 99,0% dan kam, 102,0% dan ko'p bo'lmashligi kerak.

Natriy gidrofosfat $\text{Na}_3\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (m.m. 358,17). Rangsiz, tiniq kristall, havoda tarkibidagi suvini yo'qotadi, suvda eriydi.

Natriy gidrofosfat eritmasi. 50 g natriy gidrofosfatni suvda eritib hajmi suv bilan 1 l gacha suyultiriladi.

Natriy xlorid NaCl (m.m. 58,44). Oq kristal yoki oq kristal kukun, hidsiz, sho'rtang mazali. Natriy xloridning miqdori 99,5% dan kam bo'lmasligi kerak.

Natriy xloridning to'yingan eritmasi. 400 g natriy xlorid 1 l suvda chayqatilgach, bir kunga qoldirilib, so'ngra filtrlanadi.

α -naftol $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{OH}$ (m.m. 144,17). Oq yoki oq-qizg'ish rangli yaltiroq kristalli kukun yoki rangsiz, o'ziga hos hidli kristall. Sovuq suvda kam eriydi, issiq suvda, spirtida, efirda, xloroformda oson eriydi. Suyuqlanish xarorati 94-97°C. α -naftolning miqdori 99,3% dan kam bo'lmasligi kerak.

α -naftolning eritmasi. 0,05g α -naftolni 40% spirtida eritib, hajmi shu erituvchi bilan 100 ml gacha yetkaziladi.

β -naftol $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{OH}$ (m.m. 144,17). Oq yoki och-kulrang kristalli kukun. Sovuq suvda qiyin, spirtida oson eriydi, efirda va ishqor eritmalarida ham oson eriydi. Suyuqlanish harorati 121-123°C. β -naftolning miqdori 99,5% dan kam bo'lmasligi kerak.

β -naftolning ishqoriy eritmasi. 2 g β -naftolni 40 ml 10% natriy gidroksid eritmasida eritilib, hajmi suv bilan 100 ml gacha yetkaziladi. Eritma yangi tayyorlangan bo'lishi kerak.

Ningidrin $\text{C}_3\text{H}_4\text{O}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (m.m. 178,15). Oq rangli kristall, 125°C da qizdirilsa, qizg'ishroq ranga o'tadi. Suvda, ishqor eritmalarida, spirtida eriydi. Zaharli, suyuqlanish harorati (suvsiz) 239-240°C (parchalanish bilan). α -aminokislotalar ishtirokida qizdirilsa, ko'k rang hosil bo'ladi.

Pikrin kislotasi $\text{C}_6\text{H}_2(\text{OH})(\text{NO}_2)_3$ (m.m. 229,11). Oq-sariq kristall, 81 qism suvda. 16 qism spirtida eriydi. Tez qizdirilsa (300°C dan yuqori) yoki urilsa, detonatsiya natijasida portlaydi. Suyuqlanish harorati 121-123°C.

Pikrin kislotasining to'yingan eritmasi. 12,3 g pikrin kislotasi 1 l suvda eritilib, vaqti-vaqti bilan chayqatib turgan holda bir kunga qoldiriladi. Tiqinli shisha idishda, yorug'likdan himoyalangan holda saqlanadi.

Dragendorff reaktivi. I-eritma. 0,085 g vismutning asosli nitrati 40

ml suv va 10 ml sirka kislotasida eritiladi. 2-eritma. 8 g kaliy yodid 20 ml suvda eritiladi. Teng hajmda 1- va 2-eritmalar aralashiriladi. 10 ml aralashmaga 100 ml suv va 20 ml sirka kislotasi qo'shiladi.

Nessler reaktivi. 10 g kaliy yodid 10 ml suvda eritilib, chayqatib turilgan holda sulemaning to'yingan eritmasidan qizil rangli, erib ketmaydigan cho'kma hosil bo'lguniga qadar tomchilab qo'shiladi. Cho'kma 30 g kaliy gidroksid qo'shib eritiladi va 1 ml sulemaning to'yingan eritmasidan solib, suv bilan 200 ml gacha suyultiriladi. Eritma tindirilib, tiniq qismi boshqa idishga quyib olinadi.

Ammoniy reynekat $\text{NH}_4[\text{Cr}_2(\text{NH}_3)_2(\text{SCN})_4]\cdot\text{H}_2\text{O}$ (m.m. 354,44). Qizil rangli kristall. 100–120°C haroratda suvini yo'qotib parchalanadi. Suvda, spirtida va efirda erib, qizil rangli eritma hosil qiladi. Suvli eritmasida sekin asta parchalanib ko'kimsiz rangga o'tadi va vodorod sianid ajralib chiqadi (Ehtiyot bo'lish kerak).

Ammoniy reynekat eritmasi. 8 g reynekat ammoniy suvda eritilib, hajmi 100 ml ga yetkaziladi. Eritma yangi tayyorlangan bo'lishi kerak.

Senyet tuzi $\text{C}_4\text{H}_4\text{KNaO}_6\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (m.m. 282,23). Oq-tiniq kristall, suvda oson eriydi, spirtida erimaydi. Havoda suvini yo'qotadi.

***Kumush nitrat eritmasi.** 20 g kumush nitratni suvda eritib, hajmi suv bilan 1 l ga yetkaziladi. Eritma tiqinli, qo'ng'ir idishda, yorug'likdan himoyalangan holda saqlanadi.

***Kumush nitratning ammiakli eritmasi.** 5 g kumush nitrat 100 ml suvda eritilib, chayqatib turilgan holda, cho'kma erigunga qadar ammiak eritmasidan qo'shib, filtrlanadi. Eritma og'zi mahkam berkitilgan, qo'ng'ir rangli shisha idishlarda yorug'likdan himoyalangan holda saqlanadi.

Sulfat kislotasi konsentrlangan H_2SO_4 (m.m. 98,08). Rangsiz tiniq yog'simon suyuqlik, zichligi 1,8300–1,8350. Sulfat kislotasining miqdori 93,5–95,6% dan kam bo'lmasligi kerak.

Suyultirilgan sulfat kislotasi eritmasi. 1 qism konsentrlangan sulfat kislotasi 5 qism suvda eritiladi. Chinni yoki shisha idishga suv tortib olinib, chayqatib turilgan holda kislotasi qo'shiladi. Rangsiz, tiniq eritma, sulfat kislotasi miqdori 15,5% dan kam va 16,5% dan kam bo'lmasligi kerak.

***Konsentrlangan xlorid kislotasi** HCl (m.m. 36,45) tutun hosil qiluvchi rangsiz, tiniq suyuqlik, zichligi 1,174–1,188. Xlorid kislotaning miqdori 35–38% dan kam bo'lmasligi kerak.

Suyultirilgan xlorid kislotasi. 1 qism xlorid kislotasi 2 qism suv tortib olinib, shisha idishda aralashtiriladi. Rangsiz, tiniq suyuqlik. Zichligi 1,038–1,039. Xlorid kislotasining miqdori 8,2% dan kam, 8,4% dan ko'p bo'lmisligi kerak.

Trilon B. (dinatriy edetat) – etilendiamintetra sirka kislotasining dinatriyli tuzi $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$ (m.m.372,24). Oq kristal kukun, suvda eriydi, organik erituvchilarda erimaydi. Tuz holida va suvli eritmasida turg'un.

Suvsiz sirka kislotasi. Suvsiz sirka kislotani muzlagan sirka kislotadan suvning har bir grammiga 7 ml sirka angidridi qo'shib tayyorlanadi. Aralashmani 118–120°C da haydaladigan fraksiyasi yig'ib olinadi yoki aralashma vertikal sovitgichga ulanib 10 daqiqa davomida qaynatiladi.

Muz holiday sirka kislotasi CH_3COOH (m.m. 60,05). Rangsiz, tiniq suyuqlik, o'tkir, o'ziga hos hidli. Sirka kislotasining miqdori 99,8% dan kam bo'lmisligi kerak.

Sirka kislotasi. Rangsiz, tiniq suyuqlik. O'tkir, o'ziga xos hidli. Sirka kislotasining miqdori 98% dan kam bo'lmisligi kerak.

Suyultirilgan sirka kislotasi. 31,3 qism muz holiday sirka kislotasini 68,7 qism suv bilan aralashtiriladi. Rangsiz, tiniq suyuqlik, o'ziga hos, o'tkir hidli. Sirka kislotasining miqdori 29,5–30,5% dan kam bo'lmisligi kerak.

Sirka kislotasi 3%. 100 ml suyultirilgan sirka kislotasi hajmi 1 l bo'lguniga qadar suv bilan suyultiriladi.

Feling reaktivi. Ikkita eritmadan tashkil topgan. 1. 34,66 g qayta kristallangan mis (II) sulfat 2–3 tomchi xlorid kislotasi bilan nordonlashtirilgan suvda eritilib, hajmi suv bilan 500 ml ga yetkaziladi. 2. 173 g senyet tuzi va 50 g o'yuvchi natriy 400 ml suvda eritilib sovitilgach, hajmi 500 ml bo'lguniga qadar suv bilan suyultiriladi.

Formaldegidning sulfat kislotasidagi eritmasi. 0,2 g formalinni 10 ml konsentrlangan sulfat kislotasida eritiladi. Saqlanish muddati 1 oy.

Fosfat kislotasi konsentrlangan N_3RO_4 (m.m. 98,00). Rangsiz, tiniq, quyuq suyuqlik, zichligi 1,70. Fosfat kislotasining miqdori 85% dan kam bo'lmisligi kerak.

Fosfat kislotasi. Rangsiz, tiniq, hidsiz suyuqlik, zichligi 1,147–1,150. Fosfat kislotasining miqdori 24,8% dan kam, 25,2% dan ko'p bo'lmisligi kerak.

Fosfat kislotasining suyultirilgan eritmasi. Rangsiz, tiniq suyuqlik, zichligi 1,069–1,070. Fosfat kislotasining miqdori 12,4% dan kam, 12,6% dan ko'p bo'lmashligi kerak.

Fosforvolfram kislota si. $P_2O_5 \cdot 12WO_3 \cdot 42H_2O$ (m.m. 3680,9). Ko'k-sariq rangli kristall, suvda, spirta, efirda eriydi.

Fosforvolfram kislota eritmasi. 0,3 g fosforvolfram kislota sini 0,8 ml suyultirilgan xlorid kislota sida eritib, suv bilan 10 ml gacha suyultiriladi.

Ftal anhidridi. $S_6N_4(CO)_2O$ (m.m. 148,12). Oq rangli kristall, suvda, spirta, efirda, benzolda eriydi. Suyuqlanish harorati 130–131°C. Ftal anhidridining miqdori 99,7% dan kam bo'lmashligi kerak.

Xloramin B. $C_6H_5ClNNaO_3 \cdot 3H_2O$ (m.m. 267,68). Oq yoki bir oz sarg'ish kristal yoki kristal kukun, xlor hidiga ega. Suvda eriydi, issiq suvda oson eriydi, spirta erib, loyqa eritma hosil qiladi. Xloroform va efirda erimaydi. Faol xlor miqdori 25% dan kam, 29% dan ko'p bo'lmashligi kerak.

Xloramin eritmasi. 5 g xloramin 100 ml suvda eritiladi. Eritma yangi tayyorlangani bo'lishi kerak.

Perxlorat kislota sining 42% yoki 57% suvli eritmasi. $HClO_4$ (m.m.100,46). Rangsiz yoki bir oz sarg'ish rangli tiniq suyuqlik, zichligi 1,32;1,50.

Seriy sulfat $Ce(SO_4)_2$ (m.m. 332,24). Sariq yoki sariq-qo'ng'ir kristal yoki kristal kukun. Sovuq suvda juda kam eriydi. Sovitilgan mineral kislota eritmalarida eriydi. Seriy sulfatning miqdori 80% dan kam bo'lmashligi kerak.

Rux metal holdagi, arsensiz Zn (a.o. 65,37). Kumushsimon rangli, og'irligi 2 g dan ko'p bo'lmagan donachalar, havoda oksid parda bilan qoplanadi. Suyultirilgan sulfat kislota sida, xlorid kislota sida, sirka kislota si va ishqorlarning konsentrlangan eritmalarida erib, vodorod chiqaradi.

Rux-uranil atsetat eritmasi. 1-eritma. 10 g uranil atsetat 5 ml suyultirilgan sirka kislota sida va 50 ml suvda eritiladi. 2-eritma. 30 g sink atsetatning 3 ml suyultirilgan sirka kislota sida va 50 ml suvda eritiladi. Eritmalar aralash tirilib, 24 soatdan so'ng filtrlanadi.

Oksalat kislota si $(COOH)_2 \cdot 2H_2O$ (m.m.126,07). Rangsiz kristall, suvda, spirta oson eriydi. Oksalat kislota si miqdori 99,5% dan kam bo'lmashligi kerak.

Oksalat kislota eritmasi. 50 g oksalat kislota sini suvda eritib, suv bilan 1 l gacha suyultiriladi.

BA'ZI BIR DORI MODDALARNING SPEKTROFOTOMETRIK USUL YORDAMIDA TAHLIL QILISH SHART-SHAROITLARI

Dori moddanning nomi	Erituvchi yoki crituvchining pHi	To'lg'in uzunligi, nm	Eritma konsentratsiyasini nurlantirishning birlashgan qonuniga bo'yusinish me'yori mk/ml	E _{1%} ^{1cm}
1	2	3	4	5
Adrenalin gidrotartrat	0,1 m xlorid kislotasi	279	20-100	80,6
Adrenalin asosi	0,1 m xlorid kislotasi	279	20-100	147,7
	0,1 m xlorid kislotasi	279	10-100	147,0
Amidopirin	Suv	259		351,0
	Xloroform	273	4-24	368,5
	pH 3,3	255	5-40	375
	pH 3,3	270	10-40	259,9
	0,1 m xlorid kislotasi	255	5-25	390
	pH-12	263	5-40	337
	pH-12	280	5-40	252,8
Aminazin	Suv	255		
	Suv	255	2,5-20	830,0
	Suv	305	10-100	113,5
Aminoxinol	Etil spiriti	295	2,5-25	485,2
	Etil spiriti	335	2,5-50	300,6
Amorfin	Etil spiriti	294	5-20	242
	Metil spiriti	294		250
Ampitsillin	5 m natriy gidroksid	279	40-100	94,4
Anestezin	Etil spiriti	292	3,5-6	1230
	0,001 m xlorid kislotasi	285	2-10	762,8
Apomorfin gidroxlorid	Suv	272	4-20	530,6
	Suv	270	2,5-40	512,3
	0,01 m xlorid kislotasi	272	2-40	531,7
Apresin	Suv	239-240	4-20	563,7
	Suv	260	8-20	540,6
	Suv	302	8-40	263,6
	Suv	315	8-52	210,7
Aprofen	Suv	258	100-1500	11,65
Atropin sulfat	Suv	252	100-1000	4,5
	Suv	258	100-1000	5,41
	Suv	264	100-1000	4,13
Atseklidin	Suv	231	9-15	277
	Suv	296	15-70	118,59
	0,1 m xlorid kislotasi	302	20-65	119,0
	0,1 m natriy gidroksid	297	15-75	114,8

1	2	3	4	5
Barbamit	0,1 m natriy gidroksid	239		385
	Borat bufer eritmasi (rN-10)	239		410
Barbital	Borat bufer eritmasi (rN-10)	240		550
Barbital-natriy	Borat bufer eritmasi (rN-10)	239		500
Benzotef	Suv	231	5-40	470,2
	Suv	231	2-16	518,4
Bepask	Metil spirti	305	4-30	369,3
	Metil spirti	304	2-40	367,5
	Metil spirti	274	2-30	525,1
Bergapten	Etil spirti	311		651
Betazin	0,1 m natriy gidroksid	309	10-100	135,5
	0,1 m natriy gidroksid	309	10-100	134,5
Bilignost		238	2-20	610,3
Bilitrast	0,1 m natriy gidroksid	310	30-100	112
Bromkamfora	Etil spirti	306	1000-2000	4,34
Butadion	0,01 m natriy gidroksid	263-265	5-15	664,9
	0,1 m natriy gidroksid	263,5		574
Botamid	0,1 m natriy gidroksid	226,5		420
Vikasol	Suv	230	2-8	950,6
	Etil spirti	228	2-8	1000,3
	0,1 m klorid kislotasi	231	2-8	984,2
				390
Vitamin K ₁	geksan	243		411
	geksan	248		380
	geksan	260		276
	geksan	270		8,6
Geksamidin	Metil spirti	251		10
	Metil spirti	258	100-700	7,5
	Metil spirti	264		372,0
Geksiteobromin	Suv	274	4-20	370,0
	Etil spirti	273	5-20	345
Geksobarbital	1% amniyak eritmasi	245	5-30	27,8
Gidrokodon fosfat	Suv	281	1-50	30,2
	Etil spirti	281	40-300	400,0
Gidrokortizon atsetat	Etil spirti	242	2,5-25	464,5
Giperozid	Etil spirti	358	4-10	385,8
	Etil spirti	364	4-10	304,2
	Dimetilformamid	366	4-10	162,0
Gitoksin	Etanol-suvli eritma	220-222	10-30	ε=11000
Glitserinaz kislotasi	Suv	258		440
Dizoksikortikosteron atsetat	Etil spirti	240		372
Deksametazon	Metil spirti	239		372
	Metil spirti	240		410
Delsemin	Etil spirti	224	2,5-40	

1	2	3	4	5
	Etil spirti	253	2,5-40	245
	Etil spirti	311	20-200	75
Dibazol	Etil spirti	243	5-20	243,5
	0,01 m xlorid kislotasi	270	5-30	406
	0,01 m xlorid kislotasi	276	5-30	448,6
	pH 3,2	270	2-30	405,6
	pH 6,2	243,5	3-7	200
Digitoksin	Etanol-suvli eritma	220-222	10-20	176,0
Digoksin	Etanol-suvli eritma	220-222	10-40	154,4
Diyodbenzotef	Metil spirti	246	8-20	359,0
Diyodtirozin	0,01 m natriy gidroksid	309	10-100	123,4
Dikain	1,0 m xlorid kislotasi	272	25-300	
	Suv	227	5-30	222,3
	Suv	310	5-30	722,5
Dikumarin	0,1 m natriy gidroksid	314	4-11	789,1
Dimedrol	Etil spirti	253	100-700	12,1
	Etil spirti	259	100-600	14,5
	Suv	253	100-500	13,7
	Suv	258	100-500	16,1
Diyenestrol atsetati	Dixloretan	260	0-30	201,0
	Metil spirti	240	0-24	550,0
Diprazin	Suv	250	0,75-15	887,2
	Suv	300	10-100	111,8
Diprofillin	Suv	273	5-25	361,2
	0,1 m xlorid kislotasi	270	5-25	350
Difenatsin	Etil spirti	277	8-12	646,1
	Etil spirti	286	4-12	944,6
	Etil spirti	314	8-16	463,4
Lizergin kislotasi dietilamidi	Etil spirti	311	5-25	257
Nikotin kislotasi dietilamidi	0,1 m xlorid kislotasi	263	8-25	280,2
Dietilstilbestrol	Etil spirti	242	2,5-20	614,0
	0,1 m natriy gidroksid	260	2-10	800
Dietilstilbestrol propionat	Etil spirti	238		390
	Etil spirti	237	2-10	393
	Metil spirti	235	0-48	407,0
Izadrin	0,01 m xlorid kislotasi	279	20-150	112,8
Izoniazid	Etil spirti	259	5-50	329,1
Kamfora	Etil spirti	290	1000-5000	2,1
Kardiotrast	Suv	284	5-50	200
Kvateron	Suv	260	2-20	364,0
	0,1 m xlorid kislotasi	260	3-21	368,0
Kellin	10% li sulfat kislotasi	337	18-50	150,4
	Etil spirti	330	8-56	180,3
	Xloroform	280	5-20	190,5

1	2	3	4	5
	Xloroform	329	5-20	193,1
	Dimetilformamid	325	5-25	189,7
	Dimetilformamid	280	8-18	188,9
	Dimetilformamidning suvdagi eritmasi	248	2-7	1468,8
	Dimetilformamidning suvdagi eritmasi	335	10-50	170,9
Kloksatsillin	6 m xlorid kislotasi	283	25-250	73,9
Kodem	Etil spirti	284	50-200	50,1
	0,01 m xlorid kislotasi	285	20-70	55,6
	Buf: eritma rN 2,0-4,0	285	10-11,0	53,0
Kodein fosfat	Etil spirti	284	50-400	40,5
	Suv	285	1-50	37,0
Kokain gidroxlorid	Suv	233	5-30	363,1
Kortizon atsetat	Etil spirti	238		390
Kotranin xlorid	Etil spirti	253	2,5-30	438,4
	Etil spirti	334	2,5-30	549,7
Kofein	Suv	273	5-16	491,0
	Xloroform	276	5-20	468,5
	0,01 m ammiak eritmasi	273	4-12	500
	0,1 m xlorid kislotasi	272	5-15	490
Kofein-benzoat natriy	Suv	272	5-35	230,1
Ksantotoksin	Etil spirti	300		565
Larusan	Etil spirti	334	0,5-20	1157
Levomisetin	Suv	278		297,5
	0,01 m natriy gidroksid	250	5-100	131,9
	0,01 m natriy gidroksid	280	5-50	292,3
Lobelin gidroxlorid	Suv	245	2,5-30	365,1
Mezaton	Suv	273	20-150	90,4
Meliktin	Etil spirti	278	200-400	15,8
Merkazoli	Etil spirti	258	2,5-6	1373,5
	0,1 m natriy gidroksid	244	2-6	1182,0
	0,0002 m xlorid kislotasi	250		1329,3
Metazid	Etil spirti	261	2,5-40	414,1
Metandostanolon	Etil spirti	245		516
	Metil spirti	245	2,5-20	510
Metiltestosteron	Etil spirti	240		535
	Metil spirti	241	2,5-20	556
Metilourasil	0,1 m natriy gidroksid	261	1-20	800
	pH 11	304	5-17,5	549
Metilurasil	Suv	260	2,5-15	767
Metronidazol	Etil spirti	230	16-44	193,4
	Etil spirti	311	16-26	514,6
	Suv	232	16-42	193,4
Morfin gidroxlorid	Suv	285	1-50	39,9
	Suv	285	25-250	39,8
	Suv	285	30-300	38,3

1	2	3	4	5
	0,1 m xlorid kislolasi	285		39,7
Narkotin	0,001 m xlorid kislolasi	313-314	20-70	90,2
Naftizin	Suv	270	15-40	209,8
	Suv	280	10-40	245,9
	Etil spirti	280	16-44	265,9
Neodikumarin	Etil spirti	276	8-20	394,4
	Etil spirti	303	8-20	420,1
	0,1 m natriy gidroksid	310	5-15	616,1
	Dimetilformamidning suyi eritmasi	276	6-20	441,1
Nikodin	Suv	262	10-80	215,1
	0,01 m xlorid kislolasi	262	10-60	352
	0,01 m natriy gidroksid	262	10-70	199
	0,1 m xlorid kislolasi	261	6-13	384
Nikotinamid	0,1 m xlorid kislolasi	261	8-16	438
Nikotin kislolasi	Suv	260	5-50	345,0
	0,1 m xlorid kislolasi	260	5-20	246,9
	Suv	274	20-100	93,4
Nitrofurilen	Etil spirti	244	8-22	440,0
	Suv	247	14-30	305,4
	Xlorid kislolasi 50% li eritmasi	250	14-24	375,0
	Dimetilformamid	313	4-22	661,3
Novokain	Suv	288	5-30	639,9
	0,001 m xlorid kislolasi	290	2-15	600,0
Noradrenalin gidrotartrat	Suv	279		80
	0,01 m xlorid kislolasi	279	20-150	84,6
Norsulfazol	Suv	258	2,5-15	608,9
	0,001 m natriy gidroksid	257	2,5-15	698,7
	Suv	283	2,5-15	702,6
	Etil spirti	286		625
Oksafenamid	0,01 m natriy gidroksid	310	5-25	505,8
Oksatsilin	50% li xlorid kislolasi	280	30-140	80,5
	6 m xlorid kislolasi	280	30-200	81,0
Oksilidin	Suv	233	4-17	484,1
	0,1 m xlorid kislolasi	234	5-16	487,6
	Etil spirti	231	4-16	492,2
Okicestrol	Etil spirti	279	10-80	112,6
Olivomitsin	Suv	277	10-70	256,9
	Suv	408	20-200	79,6
	0,1 m natriy gidroksid	275	10-70	235,4
	0,1 m natriy gidroksid	405	10-150	77,3
	Etil spirti	278	10-50	284,2
	Etil spirti	405	10-200	89,2
Olitorizid	Etil spirti	218		212
Osarsol	0,01 m natriy gidroksid	250	2-20	547,5

1	2	3	4	5
	0,01 m natriy gidroksid	280	20-200	96,2
	0,01 m natriy gidroksid	300	6-50	180,1
Papaverin gidroksid	Etil spirti	280	10-50	190,0
	Etil spirti	315	10-50	105,0
	Etil spirti	325	10-50	121,0
	pH 6,2	310	3-7	180
	Etil spirti	238	1-15	1600,0
	pH 6,2	243,5	1-5	1300
	0,01 m xlorid kislotasi	285	5-30	164,8
	0,01 m xlorid kislotasi	310	5-30	211,1
	0,001 m xlorid kislotasi	251	1-10	1620,0
	0,001 m xlorid kislotasi	285	5-30	172,0
	Dimetilformamid	327	10-20	120,1
Para-aminosalitsilat natriy	Suv	265	2,5-150	736,6
	Suv	299	2,5-150	483,2
Parasetamol	Suv	243	5-25	638,0
	0,01 m natriy gidroksid	255	2-20	710,4
	0,01 m natriy gidroksid	273	5-25	643,2
Pilokarpin gidroksid	Suv	215		223,7
Pindoksin gidroksid	Suv	292	20-75	312,9
Planfilin gidrotartrat	pH 6,2	220	5-30	140
Pregnin	Etil spirti	241	2,5-15	544
Prednizolon	Metil spirti	242		415
	Etil spirti	242	5-15	460
Prednizolon atsetat	Etil spirti	240	5-15	420
Prednizon	Etil spirti	239		432
Prednizon atsetat	Etil spirti	239	5-15	410
Progesteron	Etil spirti	241		531,5
	Geksan	229-230	2-10	525
	Etil spirti	241		570
Promedol	Suv	255	500-2000	6,30
Propazin	Suv	251	3-12	936,8
	0,01 m xlorid kislotasi	251	6-12	902,2
	0,01 m xlorid kislotasi	302	20-48	125,6
	Suv	300	5-125	124,5
Rezerpin	Xloroform	269	3-10	296
Retinol atsetat	Mutlaq etil spirti	326		1550
Riboflavin	Suv	223	2,5-15	879,6
	Suv	234	2-15	476
	Suv	262	2,5-25	7,7
	Suv	267	2,5-15	824,8
	Suv	370	2,5-25	269,9
	Suv	445	2,5-20	316,0
	0,1 m xlorid kislotasi	245	1-5	454,0
	0,1 m xlorid kislotasi	260	1-5	865,3
Rutin	Mutlaq etil spirti	362,5		32,5

1	2	3	4	5
	Dimetilformamid	300	5-15	146,0
	Dimetilformamid	362	5-15	293,5
Salyuzid	Etil spirti	246	2,5-50	300,4
	Etil spirti	321	1-20	545,1
Salyuzid eruvechan	Suv	240	2,5-50	320,0
	Suv	315	2,5-25	594,6
Salsolidin gidrokslorid	Etil spirti	225	5-40	264,4
	Etil spirti	285	5-150	115,5
Salsolin gidrokslorid	Etil spirti	225	5-40	280,0
	Etil spirti	285	5-70	149,4
	Suv	274	5-50	274,8
	Suv	284	5-50	148,0
	pH 3,2	270	5-100	72,2
Santonin	Etil spirti	240	4-18	500,0
Skurinin nitrat	Suv	255		655
	Etil spirti	255	5-25	504,0
Sinestrol	0,1 m natriy gidroksid	241	1-8	1000,0
	Etil spirti	239	2-10	750
	Etil spirti	278	10-80	129,9
Sintomitsin	Suv	278	8-32	282
Skopolamin gidrobromid	Suv	251	500-3000	
	Suv	263	500-3000	
Sovkain	Suv	325	5-100	106,5
Spazmolitin	Suv	258	100-1500	12,1
	Suv	258	100-1100	13,0
	Etil spirti	258	100-1100	12,5
Streptotsid	Suv	258	2-12	914,2
	0,001 m natriy gidroksid	253	4-14	865,5
	0,0005 m xlorid kislotali	258		786
	pH 12	250	3-10	900
Strixnin nitrat	0,25% li xlorid kislotali	254		314
	Suv	254	10-50	314
Sirofantin - G	70% li spirt-suv (1:10)	219	5-50	245
	70% li spirt-suv (1:10)	230		189
K-srofantin - β	Etil spirti	218		206
Sulgin	Suv	258	2,5-15	732,5
	0,0005 m xlorid kislotali	259		612
Sulfadimezin	Suv	240	2,5-12,5	647,2
	0,01 m natriy gidroksid	240	2,5-12,5	720
	Suv	262	2,5-15	672,3
	0,001 m natriy gidroksid	256	4-14	768,1
Sulfadimetoksin	0,002 m natriy gidroksid	270	2-10	840,0
Sulfamerazin	Suv	260	5-15	698,7
	0,01 m xlorid kislotali	300	10-30	184,4
	0,01 m natriy gidroksid	240	2,5-15	763,7
Sulfapiridazin	Suv	262	2-10	650,0

1	2	3	4	5
Sulfatsil-natriy	Suv	258	2-20	589,2
	Suv	260		568
Suprastin	Suv	240	2,5-40	440
	Suv	305	5-60	150
Tebain	Suv	256	1-8	962,5
	Suv	300	1-8	317,5
Tekodin	Suv	281	1-50	30,0
	Etil spirti	282	100-500	36,0
Teobromin	Suv	272	5-16	545,2
	Suv	275	1-5	599,0
Temisal	0,1 m natriy gidroksid	274	2-20	555,0
	Suv	274	5-35	260,8
Teofillin	Suv	272	5-16	533,2
	Etil spirti	271	2-15	537,3
Testosteron	Etil spirti	242	2-10	520
Testosteron propionat	Mutlaq etil spirti	241	2-10	465
	Xloroform	243	2-10	480
	Geksan	231	2-10	507
Tiamin bromid	Suv	234	8-20	282,5
	Suv	262	8-20	197,5
Tiamin bromid suvsiz	0,1 m xlorid kislotasi	245	5-40	335,1
	0,1 m xlorid kislotasi	260	1-40	276,9
	0,1 m xlorid kislotasi	236	1-40	253,3
	0,1 m xlorid kislotasi	274	1-40	168,5
Tiopental-natriy	Borat bufer eritmasi rN 10,0	255		363
	Borat bufer eritmasi rN 10,0	305		825
Tokoferol atsetat	Mutlaq etil spirti	285		44,5
Triamsinolon	Etil spirti	239		386,0
Triyotrast	Suv	238	2-20	640
Triftazin	0,01 m xlorid kislotasi	256		630
	Suv	256	3-10	644,2
	0,01 m xlorid kislotasi	256	6-20	619,2
	0,01 m xlorid kislotasi	305	20-48	52,42
Trixomonatsid	Suv	357		540
	Etil spirti	270	5-25	241,0
Urosulfan	Etil spirti	353	2,5-50	287,0
	Suv	256		561
Urutin	Suv	272	10-25	264,6
	Suv	365	10-25	172,8
Fenadon	Suv	293	50-400	15,7
	Etil spirti	295	50-400	15,1
Fenobarbital	Borat bufer eritmasi rN 10	239		488
	1% li ammiak eritmasi	240		440
	0,01 m ammiak eritmasi	240	2-10	471

1	2	3	4	5
Fenoksimetil-pentsillin	0,005 m natriy gidrokarbonat	268		34,8
Fepromaron	Etil spirti	306	5-15	332,8
	0,1 m natriy gidroksid	308	5-20	439,6
	0,01 m natriy gidroksid	308	5-20	431,0
	Etil spirti	306	6-22	355,0
	0,1 m natriy gidroksid	307	6-22	445,4
Foli kislotasi	5 m xlorid kislotasi	320	12-32	209,8
	0,1 m natriy gidroksid	282	10-20	471
	0,1 m natriy gidroksid	365	5-20	204,6
Fosrestrol (dietilsilbestrolning difosforli efiri)	Suv	239-240		325
	Etil spirti	236		260
	0,1 m natriy gidroksid	242		370
Fosrestrol tetranatriy tuzi	Suv	242		270
	0,1 m xlorid kislotasi	240		237
Ftivazid	Etil spirti	274	5-60	325,0
	Etil spirti	330	2,5-20	859,7
Furagin	Dimetilformamiddning 1% li suvli eritmasi	290	2-18	800,6
	0,01 m natriy gidroksid	301	2-12	799,6
	50% li sulfat kislotasi	245	16-26	356,1
Furadonin	Suv	265	2-22	500,2
	0,01 m natriy gidroksid	278	8-20	519,6
	50% li sulfat kislotasi	227	6-18	314,6
Furazolidon	Dimetilformamiddning 0,2% li suvli eritmasi	258	2-20	500,4
	Etil spirti	262	10-30	372,0
	Xlorid kislotasi 50% li eritmasi	227	6-30	357,6
Furazolin	Suv	259	10-20	270,8
Furazonal	Suv	239	10-18	481,5
	Etil spirti	238	2-22	450,5
Furatsilin	Sulfat kislotasi 50% li eritmasi	227	2-30	497,7
Xingamin	Suv	235	2,5-20	727,4
	Suv	255	2,5-25	622,7
	Suv	325	0,5-20	642,9
	Suv	335	0,5-20	692,8
Ximdin	Etil spirti	234	0,5-10	932,8
	Etil spirti	278	10-100	95,0
	Etil spirti	332	5-100	120,2
Xinin asosi	0,1 m xlorid kislotasi	318	5-50	134,5
	0,1 m xlorid kislotasi	347	5-50	168,1
Xinin gidroxlorid	0,1 m xlorid kislotasi	318	5-50	112
	0,1 m xlorid kislotasi	347	5-50	140,3

1	2	3	4	5
	Etil spirti	234	1-20	880,0
	Etil spirti	331	10-150	127,9
	Etil spirti	278	20-125	98,0
Xoin sulfat	Etil spirti	234	1-20	860,0
	Etil spirti	278	10-100	98,7
	Etil spirti	331	5-100	125,1
	0,1 m xlorid kislotasi	318	5-50	115
	0,1 m xlorid kislotasi	347	5-50	134,2
Xinozol	Suv	250	1-20	1231,8
	Suv	305	40-125	83,8
Xloratsizin	Suv	260	16-32	290,8
	0,01 m xlorid kislotasi	260	10-32	282,5
Xlorbutin	Metil spirti	301	10-140	71,2
Xloridin	Etil spirti 15% li suvdagi eritmasi	274	5-50	313
	0,001 m natriy gidroksid	286	5-20	380
	0,1% sirk kislotasi eritmasi	273	2,5-12,5	309
Selanid	Etanol-suvli eritma	220-222	15-40	137,4
Sianokobalamin	Suv	361		207
Siklobarbital	1%li ananmik eritmasi	239	50-300	395
Sinxofen	Etil spirti	260	0,25-10	1356,1
	Etil spirti	328	5-50	316,1
Emetin gidroxlorid	Suv	229	5-50	258,8
	Suv	280	10-100	110,0
Eritromitsin askorbinat	Etil spirti	270	30-300	36,8
	0,1 m natriy gidroksid	235	40-320	58,9
	0,1 m xlorid kislotasi	243	20-400	25,1
Etazol	Suv	276	2,5-15	625,2
	0,001 m natriy gidroksid	260	2,5-15	630,1
	50% etil spirti	280		586
Etaminal-natriy	0,001 m natriy gidroksid	240	15-45	350,0
	Borat bufer eritmasi rN 10	240		430
Etaperazin	Suv	255	4-16	670,3
	0,01 m xlorid kislotasi	255	4-20	642,6
	0,01 m xlorid kislotasi	302	12-36	85,1
Etizin gidroxlorid	Etil spirti	229	5-50	258,8
	Etil spirti	280	10-100	110,0
Etilmorfin gidroxlorid	Suv	285	70-140	42,2
	Etil spirti	284	50-300	45,5
	0,1 m xlorid kislotasi	284		50,0
Etinidestradiol	95% li etil spirti	282		71,2
Efedrin gidroxlorid	Suv	251	200-800	7,33
	Suv	257	200-800	9,3
	Etil spirti	252	100-800	6,7
	Etil spirti	258	100-800	8,8

ERITMALARNING OG'IRLIK-HAJM KONSENTRATSIYALARI BO'YICHA NUR SINDIRISH KO'RSATKICHLARI

Nur sindirish ko'rsatkichi, $n_{D_j}^z$	Eritmalarning konsentratsiyalari, %					
	Amido- pirin	Ammoniy xlorid	Barbital- natriy	Geksa- metilen- tetramin	Suvsiz glukoza	Kaliy bromid
1.3340	0.44	0.50	0.59	0.60	0.70	0.80
1.3350	0.89	1.00	1.18	1.19	1.40	1.70
1.3360	1.33	1.50	1.73	1.78	2.10	2.60
1.3370	1.78	2.00	2.31	2.40	2.80	3.43
1.3380	2.22	2.50	2.87	3.00	3.50	4.30
1.3390	2.66	3.00	3.43	3.60	4.20	5.20
1.3400	3.11	3.50	4.00	4.20	4.90	6.10
1.3410	3.55	4.00	4.52	4.78	5.60	6.90
1.3420	4.00	4.50	5.06	5.36	6.30	7.80
1.3430	4.44	5.00	5.58	5.96	7.00	8.70
1.3440	4.89	5.50	6.15	6.55	7.70	9.60
1.3450	5.34	6.00	6.67	7.15	8.40	10.50
1.3460		6.50	7.22	7.75	9.10	11.30
1.3470		7.00	7.78	8.35	9.80	12.20
1.3480		8.00	8.24	8.94	10.50	13.10
1.3490		8.50	8.72	9.52	11.20	14.00
1.3500		9.00	9.29	10.10	11.90	14.80
1.3510		9.50	9.84	10.67	12.60	15.70
1.3520		10.00	10.33	11.26	13.30	16.60
1.3530		10.50	10.81	11.85	14.00	17.50
1.3540		11.00	11.35	12.45	14.70	18.40
1.3550		11.50		13.05	15.40	19.30
1.3560		12.00		13.64	16.10	20.10
1.3570		13.00		14.21	16.80	21.00
1.3580		13.50		14.77	17.50	21.90
1.3590		14.00		15.36	18.20	22.80
1.3600		14.50		15.94	18.90	23.60
1.3610		15.00		16.53	19.60	24.50
1.3620		15.50		17.11	20.30	
1.3630		16.00		17.69	21.00	
1.3640		17.00		18.26	21.70	
1.3650		17.50		18.85	22.40	
1.3660		18.00		19.43	23.10	
1.3670		19.00		20.02	23.80	
1.3680		19.50		20.60	24.50	
1.3690		20.00		21.17	25.30	
1.3700				21.75	26.00	

1.3710				22,32	26,70	
1.3720				22,90	27,40	
1.3730				23,48	28,10	
1.3740				24,05	28,80	
1.3750				24,63	29,50	
1.3760				25,20	30,20	
1.3770				25,78	30,90	
1.3780				26,35	31,60	
1.3790				26,93	32,30	
1.3800				27,50	33,00	
1.3810				28,08	33,70	
1.3820				28,65	34,40	
1.3830				29,24	35,10	
1.3840				29,82	35,80	
1.3850				30,40	36,50	
1.3860				30,98	37,20	
1.3870				31,55	37,90	
1.3880				32,14	38,60	
1.3890				32,74	39,30	
1.3900				33,32	40,00	
1.3910				33,90	40,70	
1.3920				34,48	41,40	
1.3930				35,05	42,10	
1.3940				35,63	42,80	
1.3950				36,20	43,50	
1.3960				36,78	44,20	
1.3970				37,66	44,90	
1.3980				37,90	45,60	
1.3990				38,47	46,30	
1.4000				39,05	47,00	
1.4010				39,60	47,70	
1.4020				40,16	48,40	
1.4030					49,10	
1.4040					49,80	
1.4050					50,50	
Eritmalarning konsentratsiyalari, %						
Nur sindirish ko'rsatkichi, n_r^z	Kaliy yodid	Kaliy xlorid	Kalsiy xlorid *6H₂O	Askorbin kislotasi	Kodein fosfat 1½ H₂O	Kofein-benzoat-natriy
1.3340	0.75	0.77	0.85	0.62	0.55	0.60
1.3350	1.53	1.54	1.71	1.24	1.15	1.20
1.3360	2.30	2.31	2.56	1.88	1.70	1.70
1.3370	3.05	3.08	3.42	2.52	2.25	2.20
1.3380	3.80	3.85	4.28	3.16	2.80	2.70

1.3390	4.58	4.67	5.15	3.80	3.35	3.20
1.3400	5.35	5.46	6.00	4.44	3.90	3.70
1.3410	6.10	6.24	6.90	5.08	4.45	4.20
1.3420	6.85	7.04	7.79	5.72	5.00	4.70
1.3430	7.60	7.84	8.65	6.36	5.55	5.56
1.3440	8.40	8.64	9.50	7.00	6.10	5.70
1.3450	9.15	9.44	10.40	7.64	6.65	6.67
1.3460	9.93	10.24	11.20	8.28	7.20	6.70
1.3470	10.70	11.05	12.10	8.92	7.75	7.20
1.3480	11.75	11.87	13.00	9.56	8.30	7.70
1.3490	12.25	12.68	13.90	10.20	8.85	8.20
1.3500	13.00	13.50	14.78		9.40	8.70
1.3510	13.78	14.32	15.67		10.00	9.20
1.3520	14.55	15.14	16.57		10.55	9.70
1.3530	15.35	15.97	17.45		11.10	10.20
1.3540	16.13		18.36			10.70
1.3550	16.88		19.28			11.20
1.3560	17.65		20.19			11.70
1.3570	18.43		21.09			12.20
1.3580	19.20		22.00			12.70
1.3590	20.00		22.91			13.20
1.3600	20.75		23.81			13.70
1.3610			24.79			14.20
1.3620			25.78			14.70
1.3630			26.69			15.20
1.3640			27.62			
1.3650			28.55			
1.3660			29.45			
1.3670			30.35			
1.3680			31.25			
1.3690			32.19			
1.3700			33.15			
1.3710			34.15			
1.3720			35.10			
1.3730			36.10			
1.3740			37.10			
1.3750			38.05			
1.3760			39.00			
1.3770			39.95			
1.3780			40.90			
1.3790			41.85			
1.3800			42.80			
1.3810			43.80			
1.3820			44.80			
1.3830			45.80			
1.3840			46.80			

1.3850			47.75			
1.3860			48.75			
1.3870			49.80			
1.3880			51.35			
1.3890			51.85			
1.3900			52.90			
1.3910			53.85			
1.3920			55.00			
1.3930			56.05			
1.3940			57.07			
1.3950			58.10			
1.3960			59.10			
1.3970			60.10			
1.3980			60.23			

Nur sindirish ko'rsatkichi, $n_{D,20}^{25}$	Eritmalarning konsentratsiyalari, %					
	Magniy sulfat*7H ₂ O $n_{D,20}^{25}$	Mis sulfat*5H ₂ O	Natriy benzoat	Natriy bromid	Natriy gidrokarbonat	Natriy yodid
1.3340	1.05	0.91	0.45	0.75	0.80	0.71
1.3350	2.09	1.68	0.92	1.50	1.60	1.41
1.3360	3.10	2.61	1.39	2.26	2.40	2.10
1.3370	4.13	3.51	1.86	3.00	3.20	2.80
1.3380	5.15	4.39	2.35	3.74	4.00	3.49
1.3390	6.20	5.31	2.81	4.50	4.80	4.20
1.3400	7.35	6.19	3.26	5.24	5.60	4.88
1.3410	8.45	7.14	3.72	6.00	6.40	5.58
1.3420	9.65	8.04	4.18	6.76	7.20	6.27
1.3430	10.75	8.89	4.63	7.54	8.00	6.96
1.3440	11.80	9.82	5.07	8.32	8.80	7.65
1.3450	12.95	10.71	5.53	9.06	9.60	8.35
1.3460	14.05	11.61	6.00	9.81	10.40	9.04
1.3470	15.22	12.50	6.48	10.57		9.74
1.3480	16.34	13.40	6.95	11.32		10.44
1.3490	17.50	14.30	7.41	12.09		11.15
1.3500	18.70		7.88	12.88		11.85
1.3510	19.90		8.35	13.67		12.55
1.3520	21.10		8.83	14.46		13.26
1.3530	22.20		9.30	15.25		13.97
1.3540	23.45		9.77	16.03		14.67
1.3550	24.70		10.24	16.81		15.37
1.3560	25.85		10.71	17.60		16.05
1.3570	27.10		11.19	18.38		16.75
1.3580	28.40		11.66	19.16		17.45
1.3590	29.50		12.14	19.96		18.15

1.3600	30,75		12,63	20,77		18,85
1.3610	32,00		13,10	21,55		19,58
1.3620	33,35		13,58	22,35		20,28
1.3630	34,66		14,06	23,15		
1.3640	35,90		14,53	23,96		
1.3650	37,24		15,01	24,76		
1.3660	38,60		15,50	25,42		
1.3670	39,90		15,98			
1.3680	41,25		16,47			
1.3690	42,63		16,95			
1.3700	43,95		17,42			
1.3710	45,30		17,92			
1.3720	46,64		18,43			
1.3730	47,96		18,91			
1.3740	49,34		19,40			
1.3750	50,70		19,88			
1.3760	52,00		20,37			
1.3770			20,86			
1.3780			21,35			
1.3790			21,85			
1.3800			22,34			
1.3810			22,83			
1.3820			23,32			
1.3830			23,82			
1.3840			24,32			
1.3850			24,84			
1.3860			25,35			

Eritmalarning konsratsiyalari, %

Nur sindirish ko'rsatkichi, n_D^{20}	Natriy salitsilat	Natriy tiosulfat *5H ₂ O	Natriy xlorid	Natriy sitrat *5,5H ₂ O	Natriy sitrat (nordon)	Novokain
1.3340	0,50	1,00	0,60	0,50	1,00	0,45
1.3350	0,98	1,80	1,20	1,00	1,50	0,90
1.3360	1,48	2,20	1,76	2,00	2,00	1,35
1.3370	1,98	3,00	2,32	2,50	3,00	1,80
1.3380	2,50	4,00	2,91	3,00	3,50	2,25
1.3390	3,00	5,00	3,52	4,00	4,00	2,70
1.3400	3,48	6,00	4,15	4,50	5,00	3,15
1.3410	3,98	6,80	4,77	5,00	6,00	3,60
1.3420	4,47	7,20	5,37	6,00	6,50	4,05
1.3430	4,97	8,00	6,00	6,50	7,00	4,50
1.3440	5,45	9,00	6,63	7,00	8,00	4,95
1.3450	5,95	10,00	7,20	7,50	8,50	5,40
1.3460	6,45	11,00	7,82	8,00	9,00	5,85

1,3470	6,95	11,80	8,45	9,00	10,00	6,30
1,3480	7,45	12,20	9,10	10,00		6,80
1,3490	7,95	13,00	9,67			7,25
1,3500	8,45	14,00	10,30			7,70
1,3510	8,97	15,00	11,00			8,15
1,3520	9,45	15,80	11,65			8,65
1,3530	9,98	16,20	12,30			9,15
1,3540	10,45	17,20	13,00			9,55
1,3550	10,95	18,00	13,65			10,00
1,3560	11,47	19,00	14,30			10,45
1,3570	11,95	20,00	14,95			10,90
1,3580	12,45	21,00	15,65			11,35
1,3590	12,95	22,00	16,33			11,80
1,3600	13,48	22,80	17,03			12,25
1,3610	13,97	23,20	17,70			12,70
1,3620	14,50	24,00	18,40			13,15
1,3630	15,00	25,00	19,10			13,60
1,3640	15,52	26,00	19,76			14,05
1,3650	16,05	27,00	20,42			14,50
1,3660	16,57	27,80	21,15			14,95
1,3670	17,10	28,20	21,82			
1,3680	17,62	29,00	22,50			
1,3690	18,15	30,00	23,20			
1,3700	18,65	31,00	23,93			
1,3710	19,20	32,00	24,63			
1,3720	19,70	33,00	25,32			
1,3730	20,25	34,00				
1,3740		35,00				
1,3750		36,00				
1,3760		37,00				
1,3770		38,00				
1,3780		39,00				
1,3790		40,00				
1,3800		41,00				
1,3810		42,00				
1,3820		43,00				
1,3830		44,00				
1,3840		45,00				
1,3850		46,00				
1,3860		47,00				
1,3870		48,00				
1,3880		49,00				
1,3890		50,00				
1,3900		51,00				
1,3910		52,00				
1,3920		53,00				
1,3930		54,00				

1.3940		55.00				
1.3950		56.00				
1.3960		57.00				
1.3970		58.00				
1.3980		59.00				
1.3990		60.00				
1.4000		61.00				
1.4010		62.00				
1.4020		63.00				
Nur sindirish ko'rsatkichi, n_i^2	Eritmalarning konsratsiyalari, %					
	Norsulfazol- natriy	Sergozin	Sulfa-sil natriy *H ₂ O	Form- aldegid	Xloral- gidrat	Efedrin gidro- xlorid
1.3340	0,55	1,05	0,50	0,92	0,99	0,50
1.3350	1,14	2,10	1,00	1,83	1,80	1,00
1.3360	1,70	3,10	1,60	2,74	2,65	1,50
1.3370	2,29	4,15	2,10	3,64	3,50	2,00
1.3380	2,87	5,15	2,60	4,54	4,35	2,50
1.3390	3,41	6,15	3,10	5,44	5,25	3,00
1.3400	4,01	7,20	3,60	6,34	6,15	3,50
1.3410	4,58	8,25	4,10	7,23	7,00	4,00
1.3420	5,16	9,25	4,60	8,12	7,90	4,50
1.3430	5,71	10,30	5,10	9,01	8,80	5,00
1.3440	6,36	11,30	5,60	9,91	9,70	5,50
1.3450	6,87	12,30	6,10	10,80	10,60	6,00
1.3460	7,45	13,35	6,60	11,68	11,50	6,50
1.3470	8,00	14,40	7,10	12,55	12,40	7,00
1.3480	8,55	15,45	7,60	13,43	13,30	7,50
1.3490	9,23	16,50	8,10	14,30	14,15	8,00
1.3500	9,77	17,50	8,60	15,17	15,00	8,50
1.3510	10,33	18,50	9,10	16,05	15,90	9,00
1.3520		19,50	9,60	16,90	16,80	9,50
1.3530		20,55	10,10	17,77	17,70	10,00
1.3540		21,60	10,60	18,63	18,60	10,50
1.3550		22,65	11,10	19,49	19,50	
1.3560		23,70	11,60	20,34	20,40	
1.3570		24,70	12,10	21,19	21,30	
1.3580		25,75	12,60	22,05	22,20	
1.3590		26,80	13,10	22,90	23,10	
1.3600		27,85	13,60	23,74	24,00	
1.3610		28,90	14,10	24,58	24,85	
1.3620		30,00	14,60	25,41	25,75	
1.3630		31,00	15,10	26,26	26,60	
1.3640		32,00	15,60	27,09	27,50	

1.3650		33,00	16,10	27,93	28,40
1.3660		34,20	16,60	28,76	29,30
1.3670		35,20	17,10	29,58	30,20
1.3680		36,20	17,60	30,45	
1.3690		37,30	18,10	31,24	
1.3700		38,30	18,60	32,08	
1.3710		39,40	19,10	32,90	
1.3720		40,50	19,60	33,70	
1.3730		41,50	20,10	34,50	
1.3740		42,50	20,60	35,50	
1.3750		43,50	21,10	36,10	
1.3760		44,50	21,60	36,92	
1.3770		45,70	22,10	37,75	
1.3780		46,80	22,60	38,55	
1.3790		47,80	23,10	39,36	
1.3800		48,90	23,60	40,16	
1.3810		50,00	24,10		
1.3820		51,00	24,60		
1.3830		52,00	25,10		
1.3840			25,60		
1.3850			26,10		
1.3860			26,60		
1.3870			27,10		
1.3880			27,60		
1.3890			28,10		
1.3900			28,60		
1.3910			29,10		
1.3920			29,60		
1.3930			30,10		
1.3940			30,60		
1.3950			31,10		
1.3960			31,60		
1.3970			32,10		
1.3980			32,60		
1.3990			33,10		

**Bor kislota eritmasini og'irlik-hajm konsentratsiyalari bilan nur
sindirish ko'rsatkichlari**

Eritmalarning nur sindirish ko'rsatkichlari	Eritmalarning konsentratsiyalari, %
1.334	1,49
1.335	2,99
1.336	4,48

DORIXONA MUASSASALARIDA TAYYORLANADIGAN DORI TURLARI UCHUN YO'L QO'YILISHI MUMKIN BO'LGAN OG'ISH ME'YORLARI

(O'zR SSV ning 583-son buyrug'i)

1. Kukun dori moddalarning alohida o'lchab olingan og'irligida va gomeopatik trituratsiyalarning umumiy og'irligida yo'l qo'yilishi mumkin bo'lgan og'ish me'yorlari:

Ko'rsatilgan og'irligi, g	Og'ish me'yori, %
0,1 gacha	± 15
0,1 dan 0,3 gacha	± 10
0,3 dan 1,0 gacha	± 5
1,0 dan 10,0 gacha	± 3
10,0 dan 100,0 gacha	± 3
100,0 dan 250,0 gacha	± 2
250,0 dan yuqori	$\pm 0,3$

2. Gomeopatik granularlarning umumiy og'irligida (shu jumladan qadoqlangan vaqtda) yo'l qo'yilishi mumkin bo'lgan og'ish me'yorlari:

Ko'rsatilgan og'irligi, g	Og'ish me'yori, %
1,0 ga 10,0 gacha	± 5
10,0 dan 100,0 gacha	± 3

3. Shamcha va hab dorilar (suppozitoriy va pilyulyalar)ning alohida o'lchab olingan og'irligida yo'l qo'yilishi mumkin bo'lgan og'ish me'yorlari.

Shamcha va hab dorilarni o'rtacha og'irligi 20 donadan kam bo'lmagan shamchalarni yoki hab dorilarni (0,01 g gacha aniqlik bilan) tortib aniqlanadi. Agarda tayyorlangan shamcha yoki hab dorilar soni 10 donadan kam bo'lsa, ularning barchasi tortiladi.

Hab dorining o'rtacha og'irligiga nisbatan bo'lgan farqini aniqlash maqsadida 20 donadan kam bo'lgan shamcha yoki hab dorilarning har birini alohida tortish yo'li bilan aniqlanadi.

Shamcha va hab dorilar uchun o'rtacha og'irlikga nisbatan yo'l qo'yilishi mumkin bo'lgan og'ish me'yorlari:

- shamchalarga - $\pm 5\%$
- 0,3 g og'irlikkacha bo'lgan hab dorilarga - $\pm 10\%$
- 0,3 g og'irlikdan oshiq bo'lgan hab dorilarga - $\pm 5\%$
- ko'pi bilan 2 ta shamcha uchun - $\pm 7,5\%$ yo'l

qo'yiladi.

4. Kukun, shamcha va hab dorilarning (tayyorlash mobaynida) tarkibidagi alohida o'lchab olingan dori moddalarining og'irligida yo'l qo'yilishi mumkin bo'lgan og'ish me'yorlari:

Ko'rsatilgan hajmi, ml	O'g'ish me'yori, %
0,02 gacha	± 20
0,02 dan 0,05 gacha	± 15
0,05 dan 0,2 gacha	± 10
0,2 dan 0,3 gacha	± 8
0,3 dan 0,5 gacha	± 6
0,5 dan 1,0 gacha	± 5
1,0 dan 2,0 gacha	± 4
2,0 dan 5,0 gacha	± 3
5,0 dan 10,0 gacha	± 2
10,0 dan yuqori	± 1

5. Og'irlik-hajm usuli bilan suyuq dori turlarini tayyorlanganda, ularning umumiy hajmida yo'l qo'yilishi mumkin bo'lgan og'ish me'yorlari:

Ko'rsatilgan hajmi, ml	O'g'ish me'yori, %
10 gacha	± 10
10 dan 20 gacha	± 8
20 dan 50 gacha	± 4
50 dan 150 gacha	± 3
150 dan 200 gacha	± 2
200 dan yuqori	± 1

Mazkur og'ish me'yorlari suyuq dori turlari konsentratlardan yoki quruq dori moddalardan tayyorlangan bo'lishidan qat'iy nazar qo'llaniladi.

6. Dorixona muassasalarida oldindan tayyorlab qo'yiladigan va shisha idishlarga qadoqlanadigan (quyiladigan) in'ektsiya uchun ishlatiladigan

eritmalarini umumiy hajmida yo'l qo'yilishi mumkin bo'lgan og'ish me'yorlari:

Ko'rsatilgan hajmi, ml	O'g'ish me'yorlari, %
50 gacha	±10
50 dan yuqori	±5

7. Og'irlik-hajm usulida tayyorlanadigan suyuq dori turlari tarkibidagi alohida o'lchab olingan quruq dori moddalarining og'irligida yo'l qo'yilishi mumkin bo'lgan og'ish me'yorlari:

Ko'rsatilgan og'irligi, g	O'g'ish me'yorlari, %
0,02 gacha	±20
0,02 dan 0,1 gacha	±15
0,1 dan 0,2 gacha	±10
0,2 dan 0,5 gacha	±8
0,5 dan 0,8 gacha	±7
0,8 dan 1,0 gacha	±6
1,0 dan 2,0 gacha	±5
2,0 dan 5,0 gacha	±4
5,0 dan yuqori	±3

8. Og'irlik usuli bilan tayyorlanadigan suyuq dori turlarining umumiy og'irligida yo'l qo'yilishi mumkin bo'lgan og'ish me'yorlari:

Ko'rsatilgan og'irligi, g	O'g'ish me'yorlari, %
10,0 gacha	±10
10,0 dan 20,0 gacha	±8
20,0 dan 50,0 gacha	±5
50,0 dan 150,0 gacha	±3
150,0 dan 200,0 gacha	±2
200,0 dan yuqori	±1

9. Og'irlik usulida tayyorlanadigan suyuq dori turlari va surtmalar tarkibidagi alohida o'lchab olingan quruq dori moddalarining og'irligida yo'l qo'yilishi mumkin bo'lgan og'ish me'yorlari:

Ko'rsatilgan o'g'irligi, g	O'g'ish me'yori, %
0,1 gacha	±20
0,1 dan 0,2 gacha	±15
0,2 dan 0,3 gacha	±12
0,3 dan 0,5 gacha	±10
0,5 dan 0,8 gacha	±8
0,8 dan 1,0 gacha	±7
1,0 dan 2,0 gacha	±6
2,0 dan 10,0 gacha	±5
10,0 dan yuqori	±3

10. Surtmalarining umumiy og'irligida yo'l qo'yilishi mumkin bo'lgan og'ish me'yorlari:

Ko'rsatilgan o'g'irligi, g	O'g'ish me'yori, %
5,0 gacha	±15
5,0 dan 10,0 gacha	±10
10,0 dan 20,0 gacha	±8
20,0 dan 30,0 gacha	±7
30,0 dan 50,0 gacha	±5
50,0 dan 100,0 gacha	±3
100,0 dan yuqori	±2

11. Kontsentrat eritmalarida yo'l qo'yilishi mumkin bo'lgan og'ish me'yorlari:

- tarkibida 20 % gacha dori modda bo'lgan eritmalar uchun ko'rsatilgan foizga nisbatan - ±2%;
- tarkibida 20 % dan yuqori dori modda bo'lgan eritmalar uchun ko'rsatilgan foizga nisbatan - 1%.

12. Gomeopatik triturasionalarda, eritmalarida va suyultirilgan suyuq dori turlarida yo'l qo'yilishi mumkin bo'lgan og'ish me'yorlari:

- tarkibida 10 % dori modda bo'lganda (1:10 suyultirilganda) ko'rsatilgan foizga nisbatan - 5 %;
- tarkibida 1 % dori moddasi bo'lganda (1:100 suyultirilganda) ko'rsatilgan foizga nisbatan - 5%;
- tarkibida 0,1 % dori moddasi bo'lganda (1:1000 suyultirilganda) ko'rsatilgan foizga nisbatan - 10%.

FOYDALANILGAN ADABIYOTLAR RO'YXATI

1. Анализ лекарственных форм, изготавливаемых в аптеках /Кулешова М.И., Гусева Л.Н., Сивицкая О.К./, 2-е изд, перераб. И доп., М., Медицина, 1989.

2. Беликов В.Г. Фармацевтическая химия, М., Высшая школа, 1985.

3. Государственная фармакопея СССР XI-издание, вып.1. Общие методы анализа, М., Медицина, 1987.

4. Государственная фармакопея СССР XI-издание, вып.2. Общие методы анализа. Лекарственное растительное сырье, М., Медицина 1989.

5. Государственная фармакопея СССР X-издание, М., Медицина, 1968.

6. Ибодов А.Ю. Фармацевтик кимё 1, 2-қисм, Тошкент, Абу Али ибн Сино, 1996.

7. Кирхнер Ю. Тонкослойная хроматография, в 2 т. Пер. с англ., М., Мир, 1981.

8. Лабораторные работы по фармацевтической химии /Под редакцией В.Г.Беликова/, М., Высшая школа, 1989.

9. Международная фармакопея, 3-е изд., Женева, 1981.

10. Мелентьева Г.А. Фармацевтическая химия, в 2 т, М., Медицина, 1976.

11. Методы анализа лекарств /Н.П.Максютина, Ф.Е.Каган, Л.А.Кириченко и др./, К., Здоровья, 1984.

12. Миронов В.А., Янковский С.А. Спектроскопия в органической химии, М., Химия, 1985.

13. Погодина Л.И. Анализ многокомпонентных лекарственных форм, М., Высшая школа, 1985.

14. Пономарев В.Д. Аналитическая химия, в 2 ч., М., Высшая школа, 1982.

15. Практическое руководство по фармацевтической химии /Под редакцией П.Л.Сенова/, М., Медицина, 1976.

16. Практическое руководство по физико-химическим методам анализа /Под ред. А.П.Алимарина, В.М.Иванова/, М., Изд-во Моск.ун-та, 1987.

17. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии /Под редакцией А.П.Арзамасцева/, М., Медицина, 1987.
18. Справочник провизора-аналитика /Под ред. Д.С.Волоха, Н.П.Максютинной/, К., Здоровь'я, 1989.
19. Степаненко Б.Н. Курс органической химии , в 2-х частях, М., Высшая школа, 1981.
20. Фармацевтичеськая хiмiя /За загальною редакцiєю проф. П.О.Безуглого/, Харкiв, НФаУ, Золотi сторiпки, 2002.
21. Фармацевтичний аналіз /за загальною редакцiєю проф. П.О.Безуглого/, Харкiв, НФаУ «Золотi сторiпки», 2001.
22. Юнусхўжаев А.Н., Исаев М.Х. Ўзбекистон Республикасида фармацевтика фаолияти, I-II-китоб, Тошкент, Абу Али ибн Сино, 2001.
23. O'zbekiston Farmatsevtik xabarnomasi, Toshkent, Farmokopereya qo'mitasi, 102. 2002.
24. Руководство по контролю качества лабораторных исследований /Под редакцией А.Н.Юнусходжаева/ Часть I. Ташкент, Абу Али Ибн Сино, 2001 г.

MUNDARIJA

Soʻzboshi	3
-----------------	---

I boʻlim

DORI MODDALARI CHINLIGINI ANIQLASHNING UMUMIY USULLARI

1.1. Anorganik ionlarning sifat reaksiyalari	4
1.1.1. Kationlarga bajariladigan umumiy sifat reaksiyalari	4
1.1.2. Anionlarga bajariladigan umumiy sifat reaksiyalari	8
1.2. Organik tuzilishga ega boʻlgan dori moddalarning chinligini aniqlash	13
1.2.1. Toʻyinmagan uglevodorodlar	13
1.2.2. Galoidorganik birikmalar	15
1.2.3. Spirt gidroksili	16
1.2.4. Yenol gidroksil guruhi	20
1.2.5. Yendiol guruhi	21
1.2.6. Fenollarga xos boʻlgan reaksiyalar	22
1.2.7. Aldegid va ketonlar	27
1.2.8. Karbon kislotalar	31
1.2.9. Alifatik aminokislotalar	35
1.2.10. Oddiy efirlar	36
1.2.11. Murakkab efirlar	37
1.2.12. Aminlar	39
1.2.13. Piridin halqasi	46
1.2.14. Nitroguruh	47
1.2.15. Amidlar	49
1.2.16. Imidlar	52
1.2.17. Gidrazin, gidrazid va gidrazonlar	55
1.2.18. Tiollar, tionlar, tioefirlar va tioamidlar	57
1.2.19. Sulfokislotalar va sulfamidlar	60
1.2.20. Fosfororganik birikmalar	63

II boʻlim

DORI VOSITALARI TAHLILIDA QOʻLLANILADIGAN UMUMIY FIZIKAVIY USULLAR

2.1. Dori moddalarning eruvchanligini aniqlash	64
2.2. Eritmalarning tiniqligi va loyqalik darajasini aniqlash	66

2.3. Eritmalarning rangsizligi va ranglilik darajasini aniqlash	67
2.4. Umumiy fizikaviy tahlil usullari	69
2.4.1. Suyuqlanish haroratini aniqlash	69
2.4.2. Dori moddalarning qotish haroratini aniqlash	73
2.4.3. Moddaning qaynash haroratini aniqlash	74
2.4.4. Dori moddalarning zichligini aniqlash	76
2.4.5. Uchuvchan moddalar va suvni aniqlash	78
2.4.6. Dori vositalari tarkibidagi spirtni aniqlash	82
2.4.7. Eritmalarning muhit sharoiti (rN)ni aniqlash	86

III bo'lim

DORI MODDALARNING TOZALIGINI VA ARALASHMALARNING RUXSAT ETILGAN MIQDORINI ANIQLASH

3.1. Dori moddalar tarkibidagi umumiy yot aralashmalarni aniqlash	91
3.1.1. Xloridlarni aniqlash	93
3.1.2. Sulfatlarni aniqlash	93
3.1.3. Ammoniy ionini aniqlash	94
3.1.4. Kalsiy ionini aniqlash	95
3.1.5. Temir ionlarini aniqlash	95
3.1.6. Rux ionlarini aniqlash	96
3.1.7. Og'ir metallarni aniqlash	97
3.1.8. Organik moddalarning kul qoldig'idagi og'ir metallarni aniqlash ...	97
3.1.9. Arsenni aniqlash	98
3.2. Ba'zi bir dori moddalar tarkibidagi xususiy yot aralashmalarni aniqlash	101
3.2.1. Atsetilsalitsil kislotali tarkibidagi erkin salitsil kislotalarini aniqlash	101
3.2.2. Xlorid kislotali tarkibidagi sulfat kislotalarini aniqlash	102
3.2.3. Nikotin kislotali tarkibidagi 2,6-piridin-dikarbon kislotalarini aniqlash	102
3.2.4. Etaminal natriy tarkibidagi erkin holdagi ishqorni aniqlash ..	102
3.2.5. Dietil efiri tarkibidagi peroksid birikmalar va aldegidlarini aniqlash	103
3.2.6. Etoksid tarkibidagi n-fenitidin xloridratni aniqlash	103
3.2.7. Amidopirin tarkibidagi 4-aminoantipirinni aniqlash	104

3.2.8. Kalsiy glukonat tarkibidagi dekstrin, saxarozani aniqlash	105
3.2.9. Kodein fosfat tarkibidagi morfinni aniqlash	105
3.2.10. Diprofillin tarkibidagi teofilinni aniqlash	105
3.2.11. Kellin tarkibidagi boshqa furanoxromonlarni aniqlash	106
3.2.12. Paratsetamol tarkibidagi n-aminofenolni aniqlash	106
3.2.13. Formaldegid eritmasi tarkibidagi chumoli kislotasini aniqlash ..	107
3.2.14. Vikasol tarkibidagi 2-metil-1,4-naftagidroxinon-3-sulfonat va bisulfat natriyni aniqlas	107
3.2.15. Furatsilin tarkibidagi semikarbazidni aniqlash	108

IV bo'lim

DORI VOSITALARI MIQDORINI ANIQLASHNING KIMYOVIY USULLARI

4.1. Gravimetrik (tortma) usul	109
4.2. Suvli sharoitda kislotali-asosli titrlash usuli	113
4.2.1. Kislotalarni titrlash (alkalimetrik usul)	113
4.2.2. Kuchsiz kislotalarni titrlash	115
4.2.3. Kuchli kislota va kuchsiz asosdan iborat tuzlarni titrlash	118
4.2.4. Asoslarni titrlash (Atsidimetrik usul)	119
4.2.5. Kuchli asos, kuchsiz kislotadan iborat bo'lgan tuzlarni titrlash	121
4.3. Suvsiz sharoitda kislotali-asosli titrlash usuli	123
4.4. Cho'ktirishga asoslangan usullar	128
4.4.1. Argentometrik usul	123
4.4.2. Merkurimetrik usul	131
4.5. Oksidlanish-qaytarilishga asoslangan usullar	133
4.5.1. Permanganometrik usul	133
4.5.2. Yodometrik usul	135
4.5.3. Bromatometrik usul	137
4.5.4. Yodatometrik usul	139
4.5.5. Nitritometrik usul	140
4.5.6. Bixromatometrik usul	144
4.5.7. Serimetrik usul	147
4.6. Kompleksonometrik usul	149

V bo'lim

DORI VOSITALARI MIQDORIY TAHLILINING FIZIKAVIY VA FIZIK-KIMYOVIY USULLARI

5.1. Potensiometrlik titrlash usuli	153
5.2. Polyarografik usul	158
5.3. Refraktometrik usul	163
5.4. Polyarimetrik usul	172
5.5. Elektromagnit nurlanishning yutilishiga asoslangan usullar	175
5.5.1. Tahlilning fotometrik usullari	175
5.5.2. Spektrofotometrik usulning moddalar tozaligini aniqlashda qo'llanilishi	179
5.5.3. Spektrofotometrik usul yordamida dori vositalarining miqdorini aniqlash	180
5.6. IQ-spektrofotometrik usul	193
5.7. Flyuorimetrik usul	199
5.8. Yadro-magnit rezonansi spektroskopiyasi (YMR, PMR, ¹³S-YMR)	206
5.9. Xromatografik usullar	213
5.9.1. Ion almashinish xromatografiyasi	214
5.9.2. Taqsimlanish (qog'oz) xromatografiyasi	219
5.9.3. Yupqa qatlam xromatografiyasi	225
5.9.4. Gaz xromatografiyasi	235
5.9.5. Yuqori samarali (yuqori bosim) suyuqlik xromatografiyasi	243

ILOVALAR

<i>1-ilova.</i> Farmatsevtik tahlilda qo'llaniladigan ba'zi bir reaktivlar va ularning tayyorlanishi	248
<i>2-ilova.</i> Ba'zi bir dori moddalarning spektrofotometrik usul yordamida taxlil qilish shart-sharoitlari	260
<i>3-ilova.</i> Eritmalarning og'irlik-hajm konsentratsiyalari bo'yicha nur sindirish ko'rsatkichlari	270
<i>4-ilova.</i> Dorixona muassasalarida tayyorlanadigan dori turlari uchun yo'l qo'yilishi mumkin bo'lgan og'ish me'yorlari	278
Foydalanilgan adabiyotlar ro'yxati	282

Q.A.UBAYDULLAYEV, I.K.AZIZOV, A.K.SAJDVALIYEV,
V.N.ABDULLABEKOVA, A.A.TO'LAGANOV.

FARMATSEVTIK KIMYO

Dori vositalari sifatini nazorat qilish va standartlash

Nashr uchun mas'ul *O. Davlatov*

Muharrir *A. Bahromov*

Badiiy muharrir *M. Botirova*

Musahhah *G. Zakirova*

Sahifalovchi *Z. Boltayev*

O'zbekiston faylasuflari milliy jamiyati nashriyoti.
700029, Toshkent shahri, Buyuk Turon ko'chasi, 41-uy.

Terishga berildi 01.06.2006. Bosishga ruxsat etildi. 07.09.2006.

Ofset usulida chop etildi. Qog'oz bichimi 60x84 $\frac{1}{16}$.

Shartli bosma tabog'i 18,0. Nashr bosma tabog'i 21,5.

Adadi 1000 nusxa. Buyurtma №61.

Bahosi shartnoma asosida.

MCHJ «Marifat Print» bosmaxonasida chop etildi.

Manzil: Toshkent sh., Chilonzor tumani,

So'g'ali Ota ko'chasi, 7^a-uy.