

ЎЗБЕКИСТОН РЕСПУБЛИКАСИ
СОҒЛИҚНИ САҚЛАШ ВАЗИРЛИГИ
ТОШКЕНТ ФАРМАЦЕВТИКА ИНСТИТУТИ

РЕФЕРАТ

Mavzu: DORI VOSITALARI MIQDORIY TAHLILINING
FIZIKAVIY VA FIZIK - KIMYOVIY USULLARI

Бажарди: Бакиров Ё.

Текширди: Шамсиев Ш.Ш.

Тошкент-2015

DORI VOSITALARI MIQDORIY TAHLILINING FIZIKAVIY VA FIZIK - KIMYOVIY USULLARI

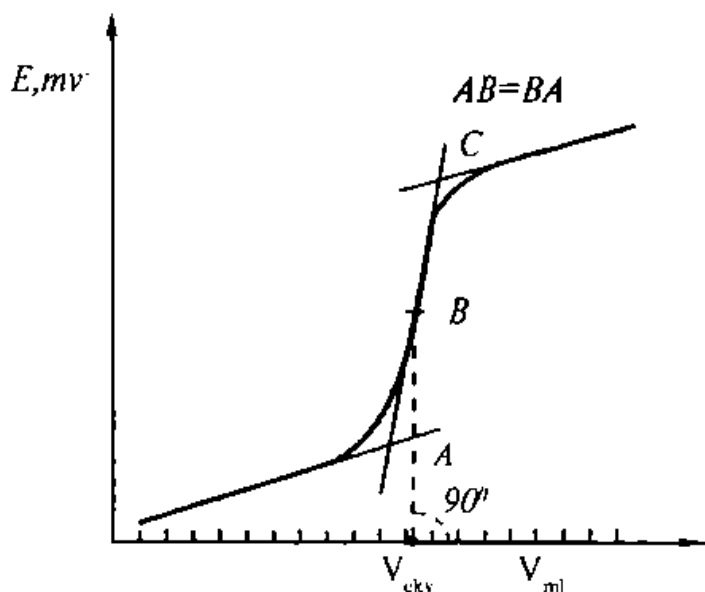
1. POTENSIOMETRIK TITRLASH USULI

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 elektrodidan 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 nustani aniqlash.

Suvsiz sharoitda potensiometrlik titrlash usulida elektrolitik ko'priklari yoki taqqoslash elektrodli kaliy yoki litiy xloridni tegishli suvsiz erituvchidagi eritmalarini 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 elektrodli orasidagi potentsiallar farqidan paydo bo'ladigan EYK yuqori omli 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 yordamida ekvivalent nuqtani hisoblash yo'li bilan $\frac{\Delta E}{\Delta V}$ va $\Delta(\frac{\Delta E}{\Delta V})$ 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 kislotasi eritmasi bilan potensiometrlik usulda titrlanadi. Indikator elektrodli 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 kislotaaning 1 mol/l (suvli) eritmasini tayyorlash uchun (8,6 ml 70% perxlorat kislota 100 ml o'lchov 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 kislotaaning 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) potensiometrlik graflikda 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:

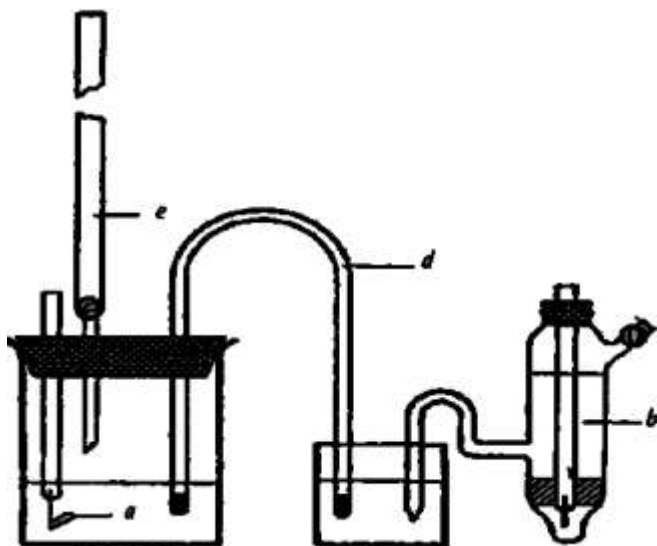
0,5 g (aniq tortma) suvsiz ampitsillinga mos keladigan maydalangan kukun tortib olinib, titrlash kolbasiga o'tkaziladi, so'ngra 10 ml formamid va 10 ml suv qo'shiladi. Aralashma 10 minut davomida ultratovush hammomida tortma erib ketgunicha chayqatiladi. Keyin 20 ml bufer eritmasi qo'shiladi va simob 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;

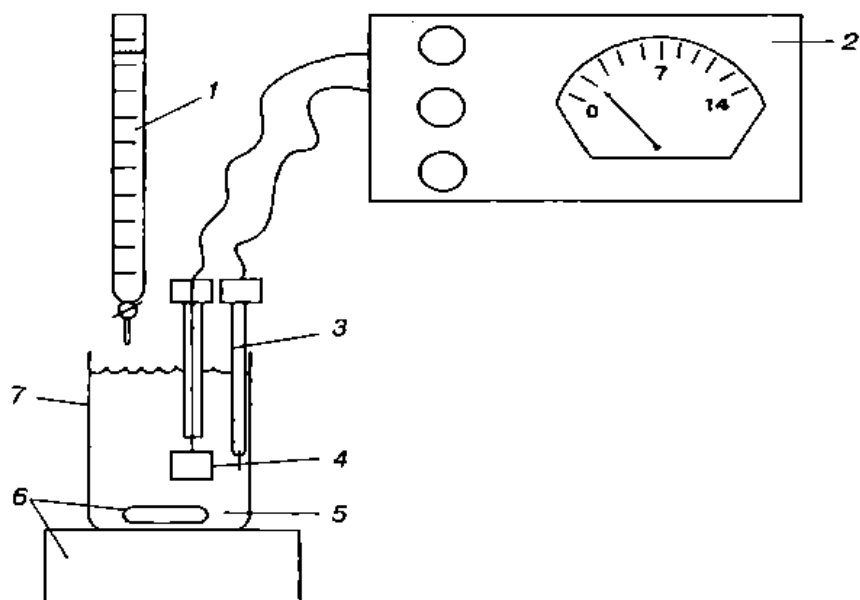
n — ampitsillin kukunining aniq tortmasi, g.



10-rasm. Potensiometrik titrlashda elektrodning joylashish chizmasi.
a-indikator elektrod; *b*-solishtiruvchi elektrod; *d*-elektrolitik ko'priq; *e*-titrlash byuretkasi.

11-rasm. Potensiometrik titrlash uskunasi.

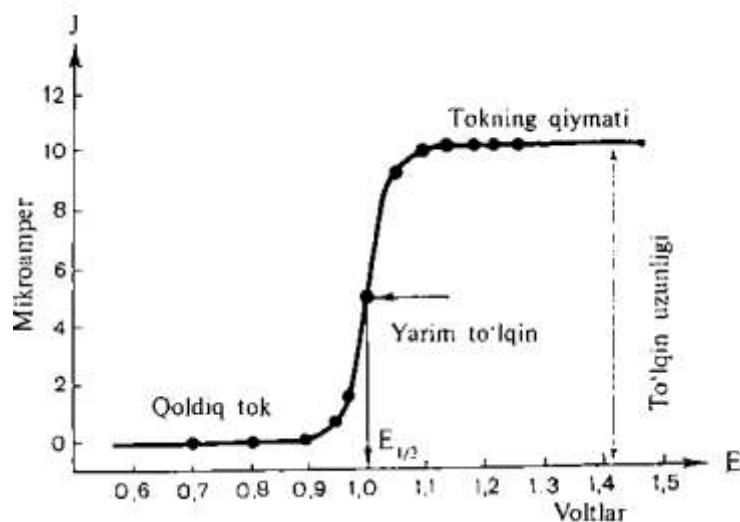
1—titrlash byuretkasi;
 2—millivolt yoki pH ko'rsatkichli potentsiometr;
 3—standart elektrod (solishtiriluvchi elektrod);
 4—indikator elektrod;
 6—elektromagnit aralashtirgich;
 7—titrlash idishi.



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 ifodalanib, "polyarografik to'lqin" deyiladi (12-rasm).



12-rasm. Volt – amper 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 elektrodlanga 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 — kapillyardan 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 moslash- tiriladi.

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.

Yarim to'lqin potensialining qiymati ($E_{1/2}$) polyarograflyalanuvchi 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 kon-

sentratsiyasi 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 "fan" 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 konsentratsiyalardagi 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.

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'lqin balandligi;

H_{st} — standart namuna eritmasi polyarogrammasidagi to'lqin 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 gidroxlidning 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.

$$x = \frac{c \cdot 20}{a}$$

formulada:

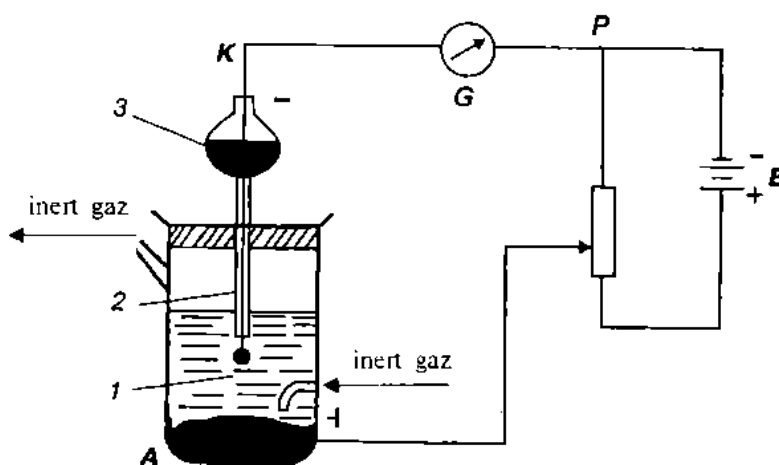
c — suvsiz foli kislotasining kalibrlangan grafik bo'yicha topilgan mg/ ml miqdori;

a — foli kislotasining grammlardagi miqdori.

Kalibrlangan grafik tuzish

0,05 g foli kislotasining standart namunasi (aniq tortma) 50 ml hajmli o'lchov kolbasiga solinib, 0,05 mol/l natriy karbonatda eritilgach, ayni shu erituvchi bilan belgisigacha suyultirilib chayqatiladi.

Eritmadan 3, 4, 5, 6, 7, 8 ml o'lchab olib, har birining hajmi 0,005 mol/l natriy karbonat bilan 10 ml gacha yetkazilgach, 10 ml dan 0,1 mol/l ammoniy xloridning 30% spirtidagi eritmasidan qo'shib, hosil bo'lgan eritmalar ayrim-ayrim, harorati 25°C bo'lgan polyarograf yacheykasiga joylashtiriladi va 0,6 V dan boshlab polyarogrammalari olinadi. To'liq balandligiga mutanosib bo'lgan mikroamperlardagi tok kuchi ordinataga, foli kislotasi standart namunasining mg/ml dagi miqdori abssissaga qo'yilib, kalibrlangan grafik tuziladi.



13-rasm. Polyarografning tuzilish chizmasi.

1—tekshiriluvchi eritma; 2—kapillar; 3—simob solingan idish; K— tomchi elektrod; A— makroelektrod; G—galvanometr; B—kuchlanish manbai; P— simobning tomish tezligini tartibga soluvchi qurilma.

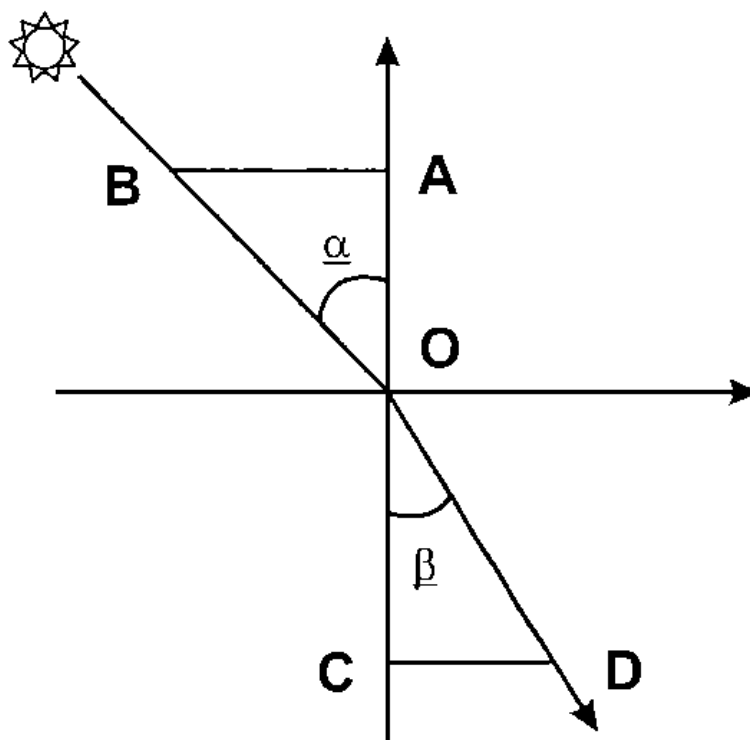
3. REFRAKTOMETRIK USUL

Refraktometrik usul eritmalarining nur sindirish ko'rsatkichini aniqlashga asoslangan. Nur sindirish ko'rsatkichi turlicha tizimdagi refraktometrlar yordamida 20°C haroratda, natriy spektriga mos to'liq uzunligida ($\lambda = 589,3 \text{ nm}$) aniqlanadi.

Zamonaviy refraktometrlar oddiy yorug'lik (ko'zga ko'rinadigan nur, $\lambda = 400-800 \text{ nm}$) da o'lchanganda ham D natriy spektriga mos bo'lgan nur sindirish ko'rsatkichini aniqlash imkonini beradi. Normal sharoitda aniqlangan nur sindirish ko'rsatkichi - n_D^{20} bilan belgilanadi.

Nur manbayidan tarqalgan nur bir muhitdan ikkinchi muhitga o'tishda

yo'nalishini o'zganiradi (sinadi). Ikkinchi muhitning nur tushgan nuqtasidan, muhit yuzasiga perpendikular chiziq o'tkazilib, ikkinchi muhit yuzasiga teng masofalarda parallel chiziqlar tortilsa, gipotenuzalari tushgan va singan nurlardan iborat ikkita to'g'ri burchakli uchburchak hosil bo'lib, α — burchak tushish burchagi, β — burchak esa sinish burchagi deyiladi (14-rasm).



14-rasm.

Nur sindirish ko'rsatkichi nurning havodagi tarqalish tezligining, uning tekshiriluvchi eritmadagi tezligiga nisbati yoki tushish burchagi sinusining sinish burchagi sinusiga nisbati bilan ifodalanadi.

$$n = \frac{V_1}{V} = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta};$$

$$\sin \beta = \frac{CD}{DO};$$

Tushish burchagi (α) sinish burchagi (β) dan kichik bo'lganligi uchun, $AB > CD$ bo'lib, $\sin \alpha > \sin \beta$ bo'ladi. Shuning uchun nur sindirish ko'rsatkichi birdan katta qiymatdan iborat.

Masalan, 20°C haroratda tozalangan suvning nur sindirish ko'rsatkichi 1,3330

ga teng.

Nur sindirish ko'rsatkichining mutloq va nisbiy qiymatlari mavjud. Mutloq nur sindirish ko'rsatkichi eritmaning vakuumga nisbatan nur sindirish ko'rsatkichi. Nisbiy nur sindirish ko'rsatkichi esa eritmaning havoga nisbatan nur sindirish ko'rsatkichi. Amalda aniqlanuvchi eritmaning havoga nisbatan o'lchangan nur sindirish ko'rsatkichidan foydalaniladi.

Eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi aniqlanuvchi moddaning tabiatiga, eritma konsentratsiyasiga, sinayotgan nurning to'lqin uzunligiga, nur sindirish ko'rsatkichi o'lchanayotgan refraktometr turiga, erituvchining tabiatiga, haroratga va boshqa bir qancha omillarga bog'liq. Amalda farmatsevtik tahlilda Abbe turidagi refraktometrlardan foydalanilib, bu uskuna yordamida natriy spektri to'lqin uzunligi - D dagi ($\lambda=589,3$ nm) nur sindirish ko'rsatkichi o'lchanadi.

Aniqlash harorati $20\pm0,5^{\circ}\text{C}$ dan iborat bo'lib, normal haroratdan boshqa haroratda o'lchangan nur sindirish ko'rsatkichi formula orqali normal haroratga o'tkaziladi.

$$n_D^{20} = n_D^{t^0} - (20 - t^0) \cdot 0,0002$$

Nur sindirish ko'rsatkichi aniqlanayotgan eritmaning konsentratsiyasi 2% dan kam bo'lmasligi maqsadga muvofiq.

Refraktometrik usul bilan bajariladigan tahlil quyidagi bosqichlardan iborat:

1. Refraktometmi 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 ifodalangani 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.

$$n = n_0 + n_1 + n_2 + \dots + n_i \text{ yoki } n = n_0 + C_1F_1 + C_2F_2 + \dots + C_iP_i$$

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 interpolatsiyalashga to'g'ri keladi.

Refraktometrik jadvalni interpolatsiyalash, 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. $1,3480 - 1,3474 = 0,0006$

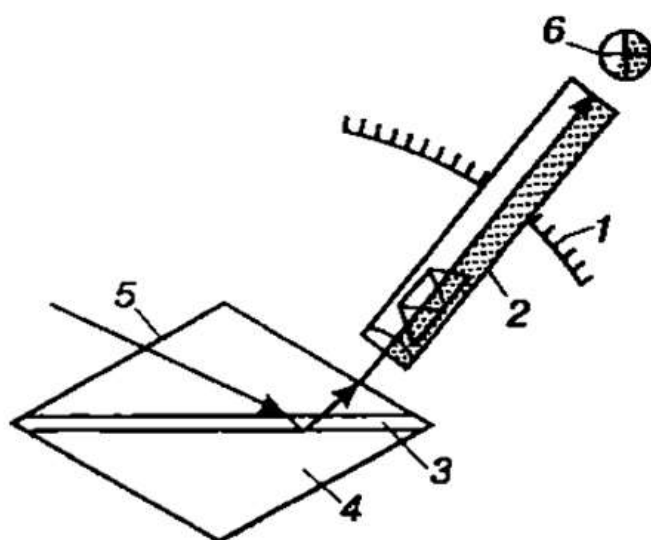
bunda 1,3480 — refraktometrik jadvaldan olingan nur sindirish ko'rsatkichining yuqori qiymat

$$b = \frac{a \cdot \Delta C}{0,001} = \frac{0,0006 \cdot 0,3}{0,001} = 0,18\%$$

$$X_{\%} = C - b = 10,10 - 0,18 = 9,92\%$$

C — nur sindirish ko'rsatkichining yuqori qiymatiga mos konsentratsiya.

Moddaning ma'lum konsentratsiyaga mos keladigan refraktometrik omilini, uning dastlabki refraktometrik omili asosida $F = F_0 k C$ formula yordamida



hisoblash mumkin.

F_0 — moddaning 1% li eritmasiga mos kelgan refraktometrik omili;

k —tuzatish ko'effitsiyenti;

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 tuzilishi 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 glyukozaning 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 kislotasi va nikotin kislota.

Bitta kukun massasi 5 ml suvda eritilib, 2 ml eritma o'lchab olinadi, undagi askorbin kislota va nikotin kislotasi yig'indisi 0,1 mol/l natriy gidroksid eritmasi bilan titrlash orqali aniqlanadi (indikator — fenolftalein).

Titrlangan eritma tarkibidagi askorbin kislota 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 dagi 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

$t, ^\circ C$	n_D^1	$t, ^\circ C$	n_D^1
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

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'nalishda 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 eritmalarining 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 lg/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 almashtirilishi 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 holdagi moddalar uchun

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha \cdot 100}{L \cdot C}$$

α — o'lchangan burilish burchagi, gradus;

L — qatlam qalinligi, dm;

S —eritmaning foiz miqdori.

Suyuq holdagi dori moddalarning solishtirma burish burchagi esa quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha}{L \cdot P}$$

Optik faol modda burish burchagi orqali uning eritmadagi konsentratsiyasi va tozaligi aniqlanadi. Moddaning tozaligini solishtirma burish burchagini hisoblash orqali aniqlanadi.

Optik faol moddalarning foiz miqdori quyidagi formula orqali topiladi:

$$C = \frac{\alpha \cdot 100}{[\alpha] \cdot l}$$

$[\alpha]_D$ qiymati ma'lum oraliqdagi konsentratsiya uchun doimiydir.

Moddaning burish burchagini 0,002 aniqlikda o'lchash imkonini beradigan polyarimetrlarda o'lchanadi.

Buning uchun avval: toza suyuq moddalar uchun bo'sh kyuveta orqali, eritmalar uchun esa erituvchi orqali uskuna nol nuqtasiga keltiriladi. Nol nuqtada analizator prizmalarining ikkala ko'rish maydoni bir xil yoritilgan bulishi lozim.

Bu jarayon uch marotaba takrorlanadi va uning o'rtacha qiymati prizmaning "nol" holati deb qabul qilinadi. So'ngra tekshiriluvchi moddaning burish burchagi aniqlanadi. Tekshiriluvchi moddaning burish burchagi bilan "nol" nuqta orasida farq burish burchagini (α) ko'rsatadi (16-rasm).

Solishtirma burish burchagi orqali dori vositalarining sifati aniqlanadi.

Xinin gidroxlidning 0,1 M xlorid kislotasidagi tayyorlangan 3% li eritmasining solishtirma burish burchagi — 245° atrofida bolishi lozim.

Mentol miqdorini aniqlash

Aniqlash tartibi:

2,0 g mentol (aniq tortma) 20 ml 25% li spirtida eritilib, qalinligi 10 sm bo'lgan kyuvetaga solinib, polyarimetrdan eritmaning burish 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;

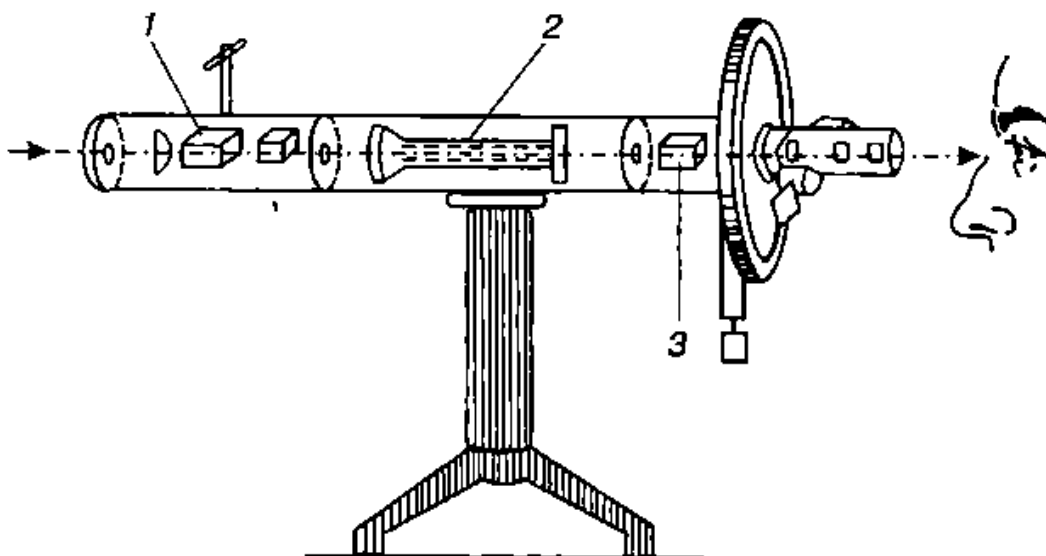
V — tekshiriluvchi eritmaning hajmi.

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 polyarimetrdagi burish burchagi aniqlanadi.

Riboflavinning solishtirma burish burchagi — 110° dan — 130° gacha bo'lishi lozim.



16-rasm. Polyarimetrdagi tuzilish chizmasi. 1—polarizator prizmasi; 2—aniqlanuvchi eritma solingan kyuveta; 3—analizator prizmasi.