

ЎЗБЕКИСТОН РЕСПУБЛИКАСИ
СОҒЛИҚНИ САҚЛАШ ВАЗИРЛИГИ
ТОШКЕНТ ФАРМАЦЕВТИКА ИНСТИТУТИ

РЕФЕРАТ

Mavzu: CHO'KTIRISHGA ASOSLANGAN VA SUVSIZ
SHAROITDA KISLOTALI – ASOS TITRLASH USULLARI

Бажарди: Бакиров Ё.

Текширди: Шамсиев Ш.Ш.

Тошкент-2015

REJA

- 1. Promedolning miqdorini aniqlash**
- 2. Barbitalning miqdorini aniqlash**
- 3. Cho'ktirishga asoslangan usullar**
- 4. Argentometrik usul**
- 5. Natriy xlorid va kaliy xloridning miqdorini aniqlash**
- 6. Natriy (kaliy) yodidning miqdorini aniqlash**
- 7. Bromizovalning miqdorini aniqlash**
- 8. Merkurimetrik usul**

KIRISH

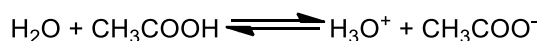
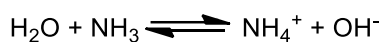
Suvsiz muhitda kislotali-asosli titrlash usuli bilan suvda deyarli erimaydigan yoki kam eriydigan, kuchsiz kislota yoki asos xossasiga ega bo'lib, suvli sharoitda aniqlash mumkin bo'lmagan organik dori moddalar va ularning tuzlari aniqlanadi.

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

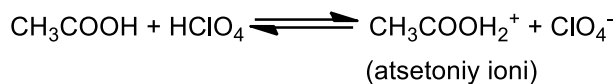


D.Brensted va T.Louri nazariyasi bo'yicha neytrallash jarayoni, kislotalardan asosga proton (H^+ ion) o'tish jarayoni deb tushuntiriladi. Kimyoviy reaksiya jarayonida o'zidan proton beruvchi moddalar kislotalarga, proton qabul qiluvchi moddalar esa asoslarga kiradi. Bunda erituvchi sifatida olingan modda 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 kislotasi ishtirokida esa asos bo'lib, o'ziga proton qabul qilib, gidroksoniy ionini hosil qiladi.



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



yoki



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

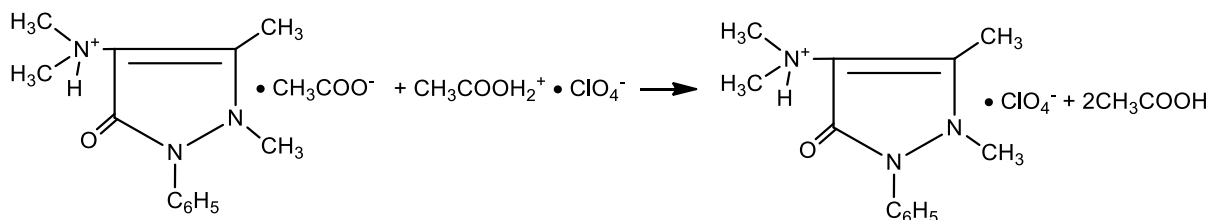
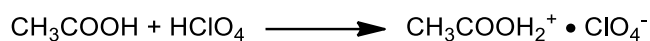
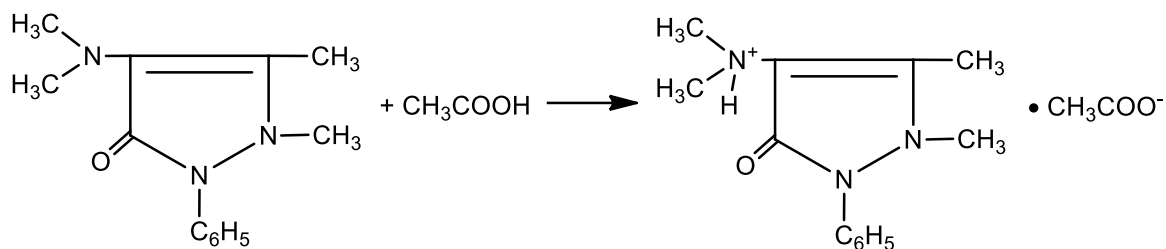
Aproton erituvchilar neytral xossalik moddalar bo'lib ionlashmaydi. Proton olish yoki berish xossasiga ega emas, erigan moddalar bilan o'zaro reaksiyaga kirishmaydi. Aproton erituvchilarga toluol, geksan, benzol, xloroform kabilar kiradi. Protolit erituvchilarga esa, kislotali—asosli titrlash usulida 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 (kislota 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.

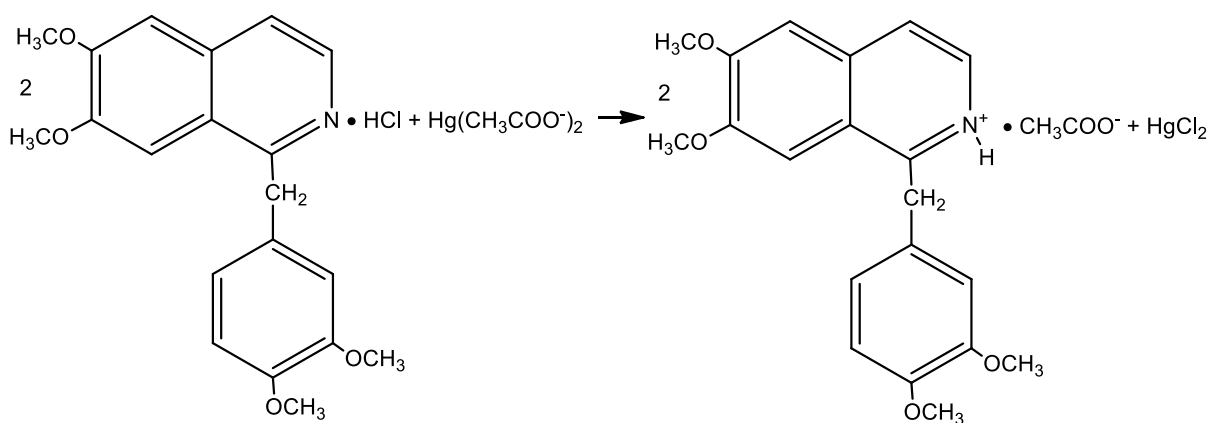
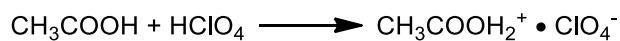
Kislotalarning va asoslarning dissotsiyanish konstantasi quyidagicha ifodalanadi:

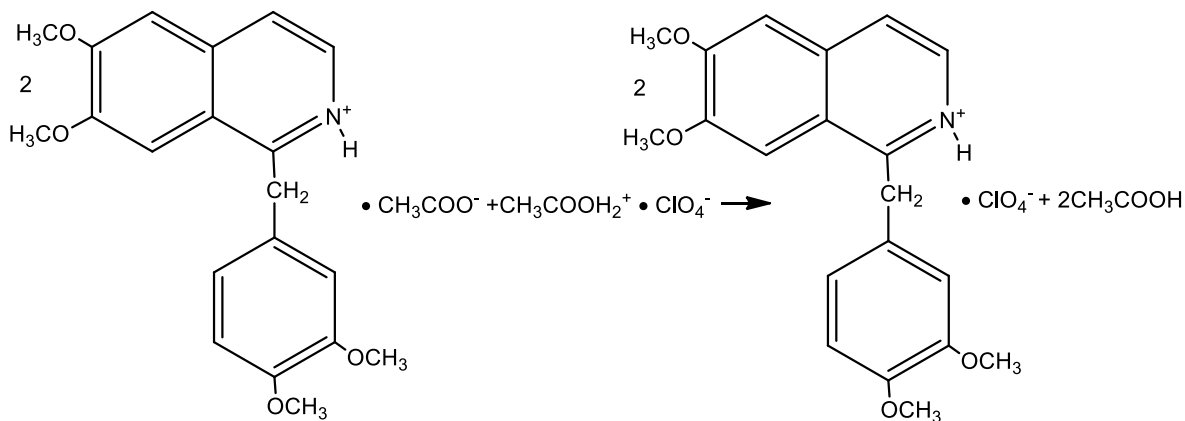
$$K_{\text{kislota}} = \frac{[\text{H}_2\text{O}^+][\text{A}^-]}{[\text{HA}]} \qquad K_{\text{asos}} = \frac{[\text{BH}^+][\text{OH}^-]}{[\text{B}]}$$

Dissotsiatsiya konstantasi qancha katta bo'lsa, kislotali yoki asosli xossa shuncha yuqori bo'ladi. Kuchsiz organik asoslarni sirka kislota eritilganda, sirka kislota 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.

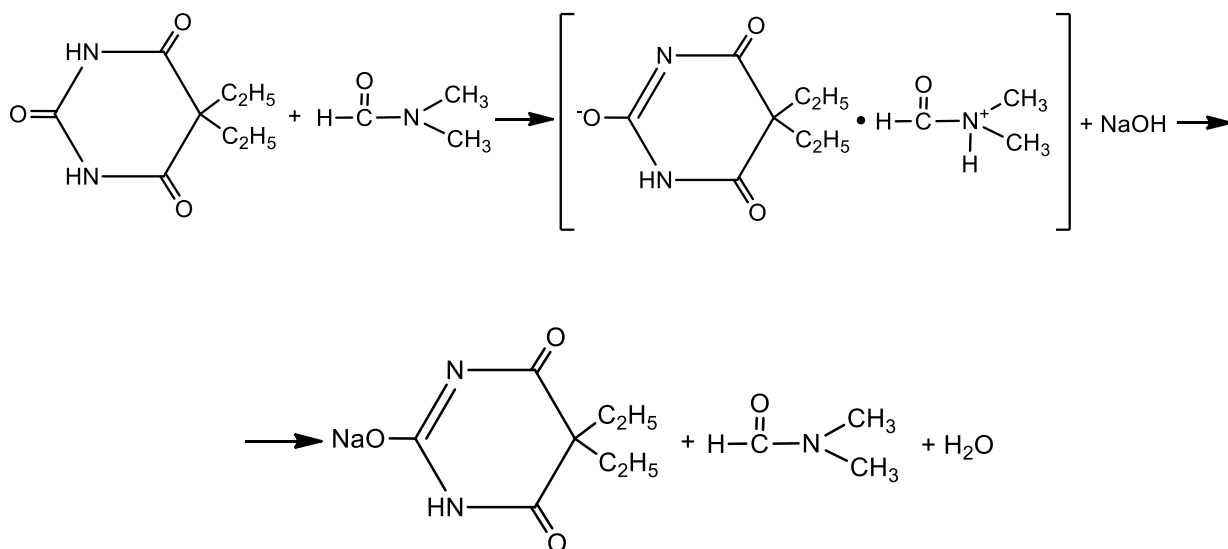


Organik moddalar galogen vodorodli tuz holida bo'lsa, u holda galogenlarni kam dissotsiatsiyalanadigan tuzlarga o'tkazib olinadi. Buning uchun simob atsetatning 5% eritmasi qo'shiladi. Buni papaverin gidroxloridi misolida ko'rish mumkin.



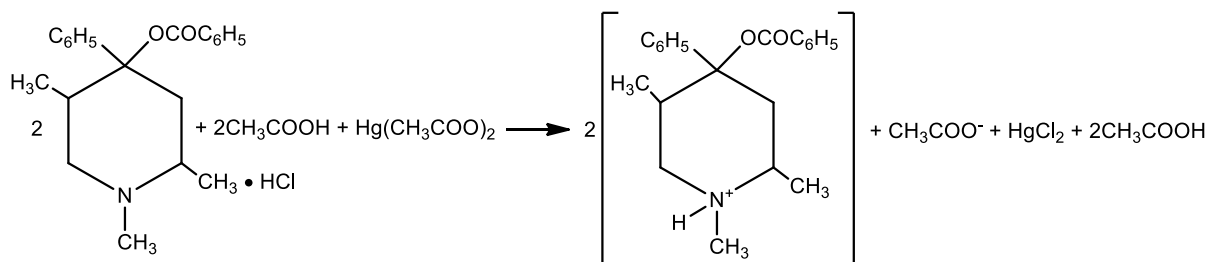
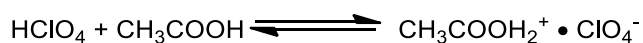


Suvsiz muhitda kislotali-asosli titrlash usulida ekvivalent nuqtani aniqlash uchun, indikator sifatida kristal binafshasi olinadi. Ekvivalent nuqtada eritmaning rangi binafsha rangdan sariq-yashil rangga o'tadi. Asos xossasiga ega bo'lgan erituvchilar ishtirokida ayrim alkaloidlarni, barbitur kislotalari hosilalaridan — benzonal, 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

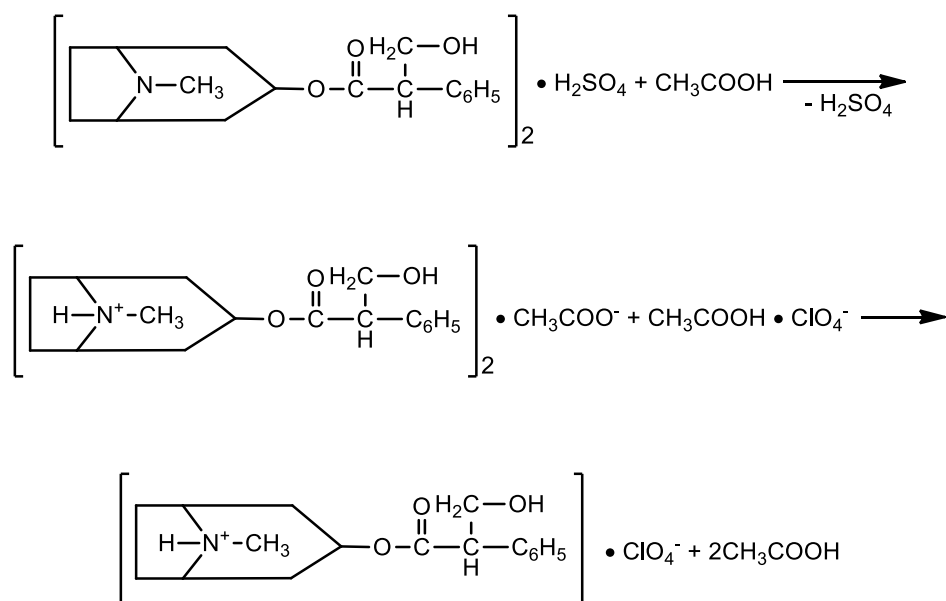
Promedol nisbatan kuchli organik asoslar qatoriga kirib, suvsiz kislotali-asosli titrlash usuli bilan uning miqdorini aniqlash quyidagi kimyoviy jarayon bo'yicha ketadi:



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 bolmasligi kerak.

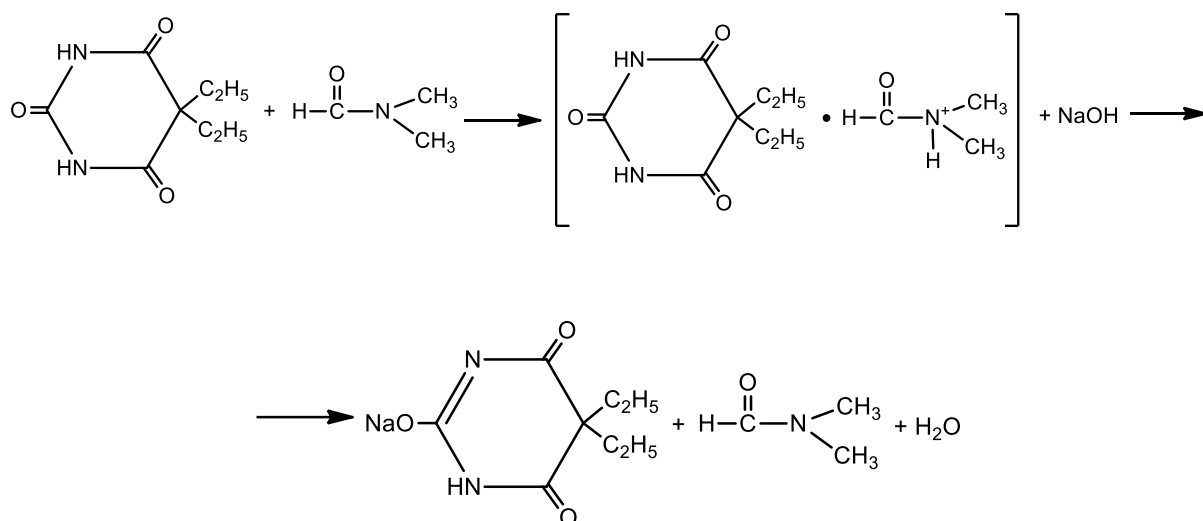
Atropin sulfatning miqdorini aniqlash



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 dimetilformamiddagi eritmasi bilan neytrallab olingandan so'ng, uning 10 ml ida 0,15 g (aniq tortma) barbital eritilib, 2—3 tomchi dimetilformamiddagi 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.

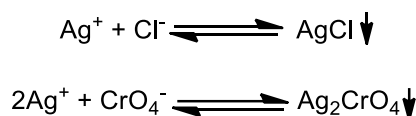
CHO'KTIRISHGA ASOSLANGAN USULLAR

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.

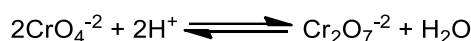
1. Argentometrik usul

Bu usulda titrant sifatida kumush nitratning turli konsentratsiyadagi titrlangan eritmaları ishlatiladi. Tahlilning qay tarzda olib borilishi va qo'llanilgan indikatoming 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 $\text{pH} > 10$ 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:

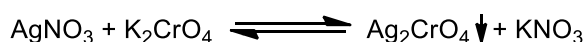
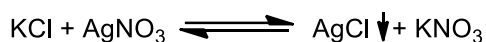
$$\% = \frac{V \cdot K \cdot T \cdot 50 \cdot 100}{a \cdot 5}$$

V — titrlash uchun sarf bo'lgan 0,1 mol/l kumush nitrat hajmi;

K — 0,1 mol/l kumush nitratning koefitsiyenti;

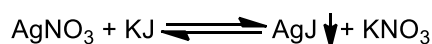
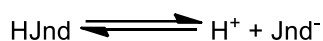
T — natriy xlorid yoki kaliy xloridning titri;

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.

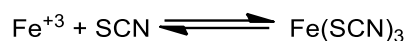


Natriy (kaliy) yodidning miqdorini aniqlash

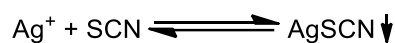
0,3 g atrofida (aniq tortma) 110°C da quritilgan tuzdan olib, 30 ml suvda eritib, 1,5 ml sirka kislota, 5 tomchi 0,1% natriy eozinat eritmasi qo'shib 0,1 mol/l kumush nitrat eritmasi bilan cho'kma qizil rangga o'tguniga qadar titrlanadi.

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.

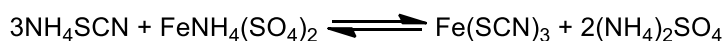
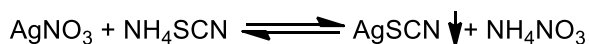


Agar sharoit kuchli kislotali bo'lsa, u holda indikator kam dissotsiatsiyalanadi, muhit ishqoriy bo'lsa, u holda temir gidroksid qora— qo'ng'ir rangli cho'kma holida ajraladi:



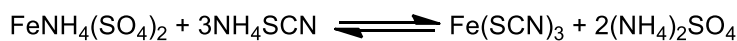
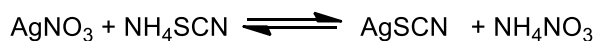
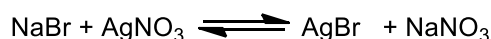
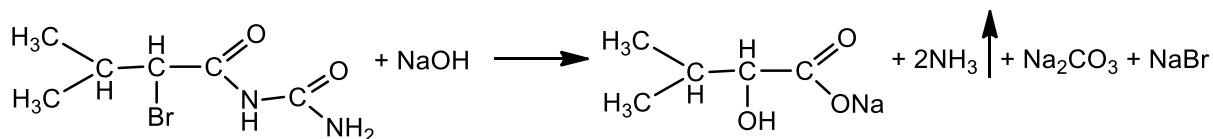
Temir (III) gidroksid cho'kmaga tushmasligi uchun nitrat kislota qo'shiladi.

Folgard usuli bo'yicha aniq tortma olinib, suvda eritib, nitrat kislota bilan nordonlashtirilgach, ortiqcha miqdorda 0,1 mol/l kumush nitrat eritmasidan qo'shiladi, so'ngra 1 ml temir ammoniy achchiqtosh eritmasidan qo'shib, to'q qizil rang hosil bo'lguniga qadar 0,1 mol/l ammoniy rodanid eritmasi bilan titrlanadi.



Bromizovalning miqdorini aniqlash

Bromizoval tarkibidagi bromni avval ion holiga o'tkazib, so'ng aniqlanadi:



0,3 g atrofida (aniq tortma) olib, 250 ml hajmli kolbaga solinib 20 ml 1 mol/l natriy gidroksid eritmasi qo'shiladi, sovitgichga o'rnatib, qaynab turgan suv hammomida 15 minut qizdiriladi, so'ngra sovutilib, suv bilan hajmi 50 ml ga yetkazilib, 15 ml nitrat kislota eritmasidan, 25 ml 0,1 mol/l kumush nitrat va bir necha tomchi temir ammiakli achchiqtosh eritmasidan qo'shib, eritma qizil rangga o'tguniga qadar 0,1 mol/l ammoniy rodonid bilan titrlanadi. Bir vaqtning o'zida nazorat tahlili ham olib boriladi.

E=M.m. 1 ml 0,1 mol/l kumush nitrat, 0,02031 g bromga mos keladi. Toza bromizovalning foiz miqdori quyidagi hisoblash formulasi bo'yicha topiladi:

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

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

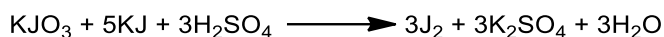
V_1 — aniqlanuvchi moddani titrlashda sarf bo'lgan 0,1 mol/l ammoniy rodanidning hajmi;

K — 0,1 mol/l ammoniy rodonidning tuzatish koeffitsienti;

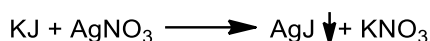
T — 0,1 mol kumush nitratga to'g'ri keladigan bromizovalning titri;

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.

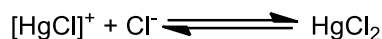
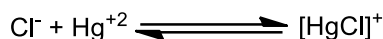
Eslatma: Koltgof usulida yodidlar tahlil qilinganida xloridlar halaqit bermaydi. Bromidlar aniqlanganida sulfat kislota qo'shishdan oldin 10% ammoniy karbonatining eritmasi qo'shiladi.

Argentometrik usulda ekvivalent nuqtani aniqlashda uskunaviy—potensiometrik usuldan ham foydalaniladi.

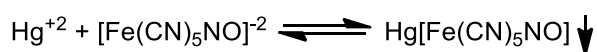
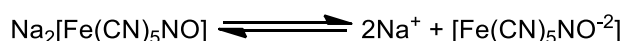
2. Merkurimetrik usul

Merkurimetrik usul yordamida asosan xloridlar va yodidlarning miqdori aniqlanadi. Titrant sifatida 0,1 mol/l simob (II) nitrat ($\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$) yoki 0,1 mol/l

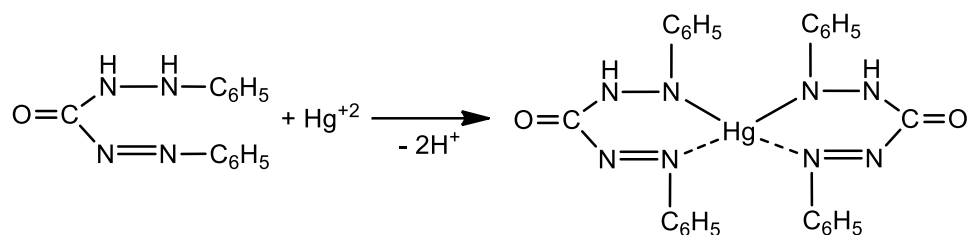
simob perxlorati ($\text{Hg}(\text{ClO}_4)_2$) olinadi. Indikator sifatida temir (III) tiotsianat, natriy nitroprussid yoki difenilkarbazon eritmalaridan foydalaniladi. Kimyoviy jarayon quyidagicha ifodalanadi:



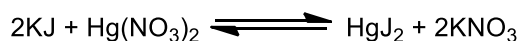
Indikator sifatida natriy nitroprussid olinganda ekvivalent nuqtada oq cho'kma hosil bo'ladi:



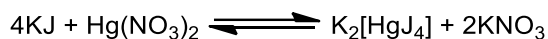
Indikator sifatida difenilkarbazon olinganida eritmaning rangi qizil-sariq rangdan binafsha rangga o'tadi:



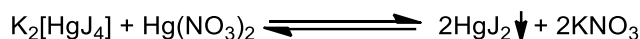
Yodidlarning miqdorini aniqlash jarayonida tetrayodmerkurat (K_2HgJ_4) hosil bo'ladi:



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 suyultirilgan nitrat kislotali 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'lmasligi kerak.