
FARMATSEVTIK KIMYO

(laboratoriya mashg'ulotlari uchun)

O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI OLIY VA O'RTA
MAXSUS TA'LIM VAZIRLIGI

Q. A. UBAYDULLAYEV, I. K. AZIZOV,
A. K. SAIDVALIYEV, V. N. ABDULLABEKOVA,
A. A. TO'LAGANOV, N. A. YUNUSXODJAYEVA

FARMATSEVTIK KIMYO

«FARMATSEVTIK KIMYO FANIDAN O'QUV
QO'LLANMASI»

(To'ldirilgan va qayta ishlangan ikkinchi nashri)

*O'zbekiston Respublikasi Oliy va o'rta maxsus ta'lim vazirligi
5510500 – «Farmatsiya turlari bo'yicha», 5111000 – «Kasb ta'limi»
(5510500 – «Farmatsiya»), 5510600 – «Sanoat farmatsiyasi» ta'lim
yo'naliishlarida, 5A510501 – «Farmatsevtik kimyo va farmakognoziya»
mutaxassisligida tuhsil olaiyotgan talabalari uchun o'quv qo'llanma
sifatida tavsiya etgan*

Professor A.N. Yunusxo'jayevning umumiy tahriri ostida



TOSHKENT
«YANGI NASHR»
2015

UO'K: 821. 222. 8 – 1

84(50')

Q83

Q.A.Ubaydullayev

Farmatsevtik kimyo. Q.A.Ubaydullayev va boshqalar.
Farmatsevtik kimyo fanidan o'quv qo'llanmasi. A. N.
Yunusxo'jayevning umumiy tahriri ostida. — T.: 2015. —
480 b.

KBK 84(50')

ISBN-978-9943-22-224-3

Tuqrizchilar:

O.A.SHABILOLOV – Analitik, anorganik va fizik kolloid kimyo kafedrasi professori, kimyo fanlari doktori.

A.F.DOSMATOV – Dori vositalari va tibbiy texnika sifatini nazorat qilish Bosh boshqarmasi qoshidagi farmakopeya qo'mitasining raisi, farmatsevtika fanlari doktori.

Usbu o'quv qo'llanma dori vositalarining sifatini aniqlashning zamonaviy farmakopeyaviy usullari yuzasidan nazariy bilim va amaliy ko'nikmalarni o'z ichiga olgan bo'lib 2006-yili chop etilib 2007-yilning eng yaxshi o'quv adabiyotining g'olib deb topilgan «farmatsevtik kimyo» o'quv qo'llanmasining gayta ishlaniib, to'ldirilgan ikkinchi nashridir.

O'quv qo'llanmasini nashrga tayyorlashda mutaxassislar tomonidan bildirilgan taklif va muloxazalar, shuningdek, farmatsevtik kimyo sohasidagi keyingi o'n yildagi yangiliklar, yutuq va me'yoriy hujjatlarda keltirilgan usulblar ham e'tiborga olindi.

Amaliy qo'llanma farmatsevtika institutining bakalavriatura va magistratura talabalari, dori vositalari sifatini nazorat qilish bo'yicha labaratoriyalarning xodimlari, dori vositalari uchun sifat standartlarini tuzish bilan shug'ullanuvchi ilmiy izlanuvchilar va katta ilmiy xodimlarga mo'ljalangan.

ISBN-978-9943-22-224-3

© «Yangi nashr», 2015

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.

O'quv qo'llanmasi farmatsevtik kimyo va unga turdosh bo'lgan fanlar (Dori vositalarining zamonaviy tahlil usullari, dori vositalarining standartlash, dori vositalarining sifatini ta'minlash, dori vositalarining fizikaviy tahlil usullari va ishlab chiqish jarayonini validatsiyalash) uchun yozilgan bo'lib, besh bo'lim hamda ilovalardan iborat.

Birinchi bo'limda dori vositalarining chinligini aniqlashning umumiy usullari, ikkinchi bo'limda ularning ba'zi bir fizikaviy konstantalarini aniqlash usullari, uchinchi bo'limda dori moddalarining tozaligini aniqlash usullari, to'rtinchi bo'limda dori vositalari miqdorini aniqlashning kimyoviy usullari va beshinchi bo'limda dori vositalari tahlilining fizikaviy-kimyoviy usullari bayon etilgan. O'zbekiston Respublikasida dori vositalarini ishlab chiqaruvchi korxonalarning jadal suratlar bilan rivojlanib borayotganligi, farmatsevtik kimyo fanining rivojlanishiga turtki bo'lmoqda.

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

moddalarini spektrofotometrik usul bilan tahlil qilish shartlari, ularning yutilish maksimumlari va solishtirma yutilish ko'rsatkichlari hamda dorixonada tayyorlangan dori turlari umumiyl massadagi va ayrim ingrediyentlar massasidagi chetlanishlar me'yori ilova tarzida keltirilgan.

O'quv qo'llanma talabalarga yuqorida ko'rsatib o'tilgan fanlarni puxta o'zlashtirishlari va yetarli darajada amaliy ko'nikmalar hosil qilishlari uchun yordam beradi, degan sikrdamiz.

Ushbu o'quv 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, farmatsevtik kimyo va unga turdosh fanlar bo'yicha mavjud bo'lgan ma'umotlarni umumlashtirib, ma'lum tizimga solib tahlil qilish orqali o'zbek tilida yozilgan birinchi o'quv qo'llanmasining 2-nashri bo'lganligi uchun, ba'zi juziy kamchiliklardan xoli bo'imasligi mumkin. Shuning uchun bu boradagi barcha taklif, mulohaza va e'tirozlarni mamnuniyat bilan qabul qilmiz.

Mualliflar

I BO'LIM

DORI MODDALARI CHINLIGINI ANIQLASHNING UMUMIY USULLARI

1.1. ANORGANIK IONLARNING SIFAT REARSIYALARI

1.1.1. Kationlarga bajariladigan umumiy sifat reaksiyaları

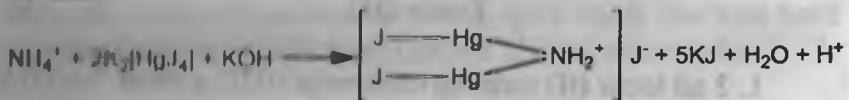
Ammoniy ioni

1. 1 ml ammoniy tuzining eritmasiga (0,002–0,006 g ammoniy ioni 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:



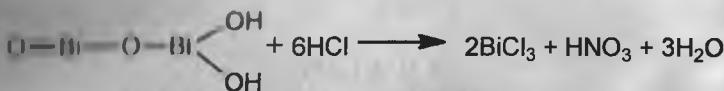
2. 0,01 – 0,02 g ammoniy tuzi 1 tomchi suvda eritilib, 1 tomchi Nessler reaktivi tomizilsa, qora – qo'ng'ir rang hosil bo'ladi



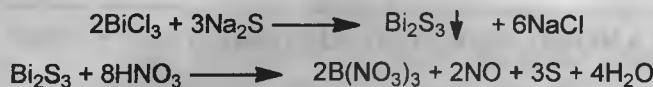
Vismut

1. Vismut saqlagan dori modda (0,05 g vismut ioni) 3 ml suyultirilgan xlorid kislota bilan chayqatiladi va filtrlanadi.

Filtratga 1 ml natriy sulfid eritmasi yoki vodorod sulfid eritmasi qo'shsa, qora – qo'ng'ir rangli cho'kma hosil bo'ladi. Hosil bo'lgan cho'kma teng hajmdagi suyultirilgan nitrat kislota erilmasida eriydi:

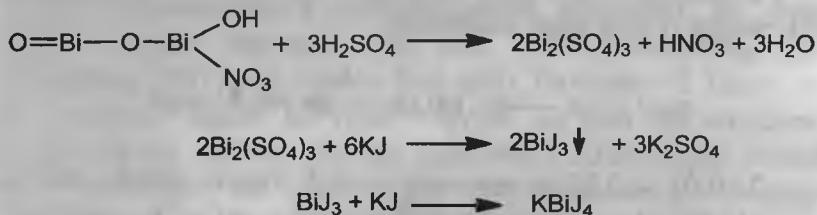


Vismutning asosli nitrati



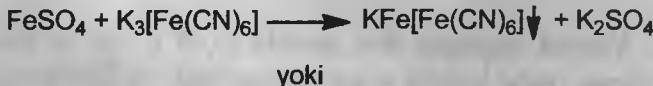
2. Vismut saqlagan dori modda (0,05 g vismut ioni) 5 ml suyultirilgan sulfat kislotosi bilan chayqatilib filtranadi. Filtratga 2 ml kaliy yodid eritmasi qo'shilsa, qo'ng'ir rangli cho'kma hosil bo'ladi.

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:



yoki



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:

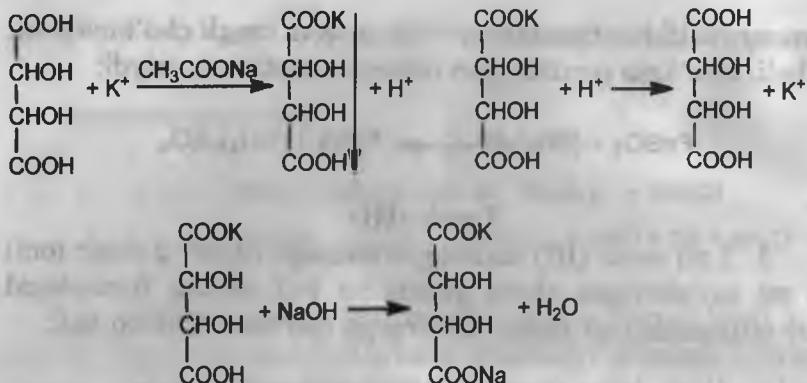


3. Temir (III) tuzining eritmasiga (0,001 g temir ioni) ammoniy sulfid eritmasidan qo'shilsa, qora rangli cho'kma hosil bo'ladi. Cho'kma suyultirilgan mineral kislotalarda eriydi:



Kaliy

1. 2 ml kaliy tuzining eritmasiga (0,01–0,02 g kaliy ioni) 1 ml vino kislotasi, 1 ml natriy atsetat eritmasi, 0,5 ml 95% spirit qo'shib chayqatilsa, sekin - asta oq kristall 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 ioni) 0,5 ml suyultirilgan sirka kislota va 0,5 ml natriy kobaltonitrit eritmasi qo'shilsa, sariq – kristall 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'rindi.

Kalsiy

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



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

Magniy

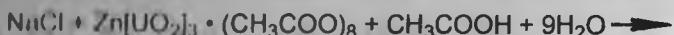
1 ml magniy tuzining eritmasiga (0,02–0,05 g magniy ioni) 1 ml ammoniy xlorid eritmasi, 1 ml ammiak eritmasi va 0,5 ml natriy gidrofosfat eritmasi qo'shilsa, oq kristall cho'kma hosil bo'ladi.

Cho'kma suyultirilgan mineral kislotalar va sirkal kislotalarda eriydi



Natriy

1. 1 ml natriy tuzining eritmasi (0,01–0,03 g natriy ioni) suyultirilgan sirkal kislota bilan nordonlashtiriladi, lozim bo'lsa diltilinadi va 0,5 ml rux-uranil atsetat eritmasidan qo'shilsa, urug rangli kristall cho'kma hosil bo'ladi:



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

Simob (II)

1. 2 ml simob (II) tuzining eritmasiga (0,05 g simob ioni) 0,5 ml natriy hidroksid 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 kislotada eritmasida eriydi:



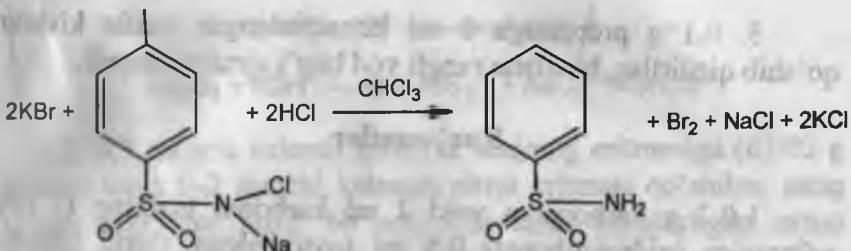
2. 2 ml rux tuzining eritmasiga (0,005–0,02 g rux ioni) 0,5 ml kaliy ferrotsianid eritmasi qo'shilsa, oq rangli cho'kma hosil bo'ladi. Cho'kma suyultirilgan xlorid kislotada erimaydi:



1.1.2. Anionlarga bajariladigan umumiy sifat reaksiyalari

Bromidlar

1. 1 ml bromid ioni saqlagan eritmaga (0,002–0,03 g bromid ioni) 1 ml suyultirilgan xlorid kislotasi, 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 ionı saqlagan eritmaga (0,002–0,02 g bromid ionı) 0,5 ml suyultirilgan nitrat kislota 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 ionı saqlagan eritmaga (0,003–0,02 g yodid ionı) 0,2 ml suyultirilgan sulfat kislota, 0,2 ml natriy nitrit eritmasi yoki temir (III) xlorid eritmasi, 2 ml xloroform qo'shib chayqatilsa, xloroform qatlami binafsha rangga bo'yaladi:



yoki



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



3. 0,1 g preparatga 1 ml konsentrangan 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:



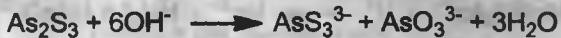
2. 2 ml karbonat tuzining (1:10) eritmasiga 5 tomchi magniy sulfatning to'yingan eritmasidan qo'shilsa, oq cho'kma hosil bo'ladi (gidrokarbonatlar qaynatilganda cho'kma hosil qiladi):



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 ioni) 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 konsentrangan xlorid kislotada erimaydi, ammiak eritmasida eriydi:

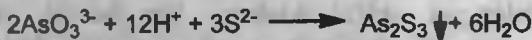


2. 0,3 ml uch valentli mishyak tuzining eritmasiga (0,003 g arsenit ioni) 1–2 tomchi kumush nitrat eritmasi qo'shilsa, sariq rangli cho'kma hosil bo'ladi. Cho'kma suyultirilgan nitrat kislotada va ammiak eritmasida eriydi:



Arsenatlar

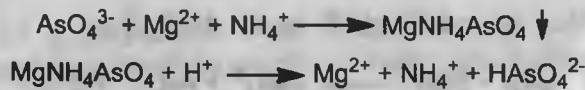
1. 0,3 ml arsenat tuzining eritmasiga (0,03 g arsenat ioni) 0,5 ml suyultirilgan xlorid kislotasi, 2 tomchi natriy sulfid eritmasi (vodorod sulfid) qo'shilib isitsa, sariq cho'kma hosil qiladi, cho'kma konsentrangan xlorid kislotasi va ammiak eritmasida erimaydi:



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 kislotada va ammiak eritmasida eriydi:

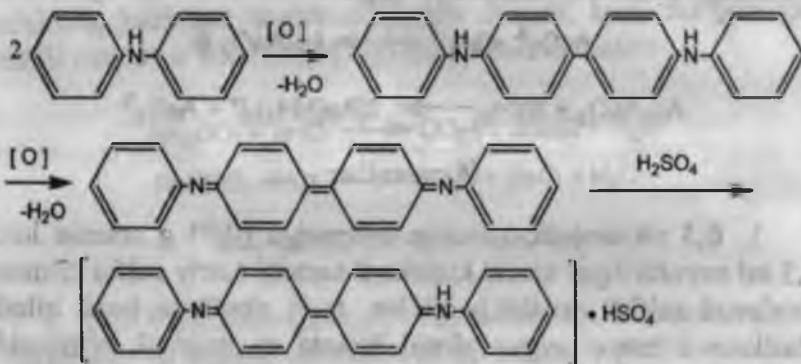


3. 0,3 ml arsenat tuzining eritmasiga (0,001 g arsenat ioni) 1 ml dan ammoniy xlorid, ammiak va magniy sulfat eritmalaridan qo'shilsa, oq kristall cho'kma hosil bo'ladi, cho'kma suyultirilgan xlorid kislotada eriydi (arsenitlardan farqi):

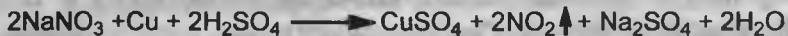


Nitratlar

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



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



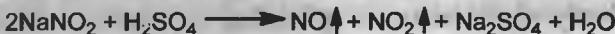
3. Nitrat tuzi eritmasiga (0,002 g nitrat ioni) kaliy permanganat eritmasi va suyultirilgan sulfat kislota eritmasi qo'shilsa, aralashmaning binafsha rangi yo'qolmaydi (nitritlardan farqi).

4. Temir (II) sulfatning to'yigan eritmasiga 2–3 tomchi nitrat tuzining eritmasi qo'shib chayqatilgach, ehtiyyotlik bilan probirkaning devorlari bo'ylab 5–6 tomchi konsentrangan sulfat kislota tomizilsa, ikki qatlama oralig'ida qo'ng'ir halqa hosil bo'ladi:

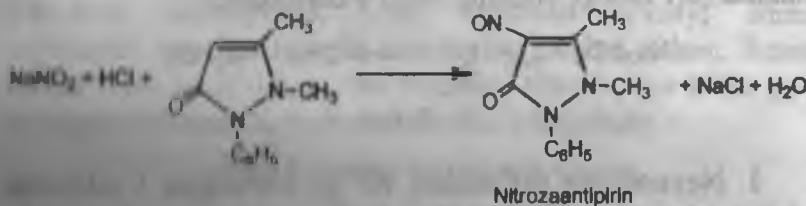


Nitritlar

1. Nitrit tuziga (0,001 g nitrit ioni) 2 tomchi difenilamin eritmasi qo'shilsa, ko'k rang hosil bo'ladi.
2. Nitrit tuziga (0,03 g nitrit ioni) 1 ml suyultirilgan sulfat kislota qo'shilsa, sariq - qo'ng'ir rangli bug' ajralib chiqadi (nitratlardan farqi):



3. Bir nechta antipirin zarrachalarini chinni idishga solib, 2 tomchi suyultirilgan xlorid kislota, 2 tomchi nitrit tuzining eritmasidan qo'shilsa (0,001 g nitrit ioni) 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, utulashmaning binafsha rangi yo'qoladi:



Sulfatlar

- 2 ml sulfat tuzining eritmasiga (0,005–0,05 g sulfat ioni) 0,5 ml buriy 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 ionı) 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 (0,002–0,02 g sulfat ionı)–0,5 ml bariy xlorid eritmasi qo'shilsa, oq cho'kma hosil bo'ladi, cho'kma suyultirilgan xlorid kislotada 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 pH muhiti 7,0 ga keltirilgan 1 ml fosfat tuzining eritmasiga (0,01–0,03 g fosfat ionı) bir necha omchi kumush nitrat eritmasidan qo'shilsa, sariq cho'kma hosil bo'ladi, cho'kma suyultirilgan nitrat kislota va ammiak eritmasida eriydi:

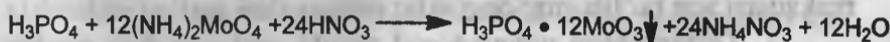


2. 1 ml fosfat tuzining eritmasiga (0,01–0,03 g fosfat ionı) I ml ammoniy xlorid, 1 ml ammiak va 0,5 ml magniy sulfat

eritmalaridan qo'shilsa, oq kristall 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 ioni) 2 ml ammoniy molibdat eritmasi qo'shib qizdirilsa, sariq rangli kristall cho'kma hosil bo'ladi, cho'kma ammiak eritmasida eriydi:



Xloridlar

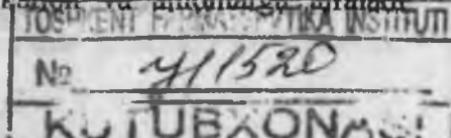
1. 1 ml xlorid tuzining eritmasiga (0,002–0,01 g xlorid ioni) 0,5 ml suyultirilgan nitrat kislota va 0,5 ml kumush nitrat eritmasi qo'shilsa, oq qatiqsimon cho'kma hosil bo'ladi. Cho'kma suyultirilgan nitrat kislotada erimay, ammiak eritmasida eriydi. Organik asoslarning tuzlari uchun, kumush xlorid bilan hosil qilgan cho'kmaning filtrlab, suv bilan yuvib, so'ngra cho'kmaning eruvchanligi sinab ko'rildi:



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 eritmalarida osonlik bilan kataliz qilinadi (dissotsiatsiyalanadi).

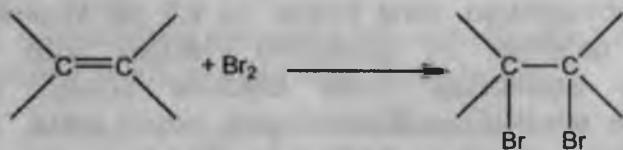


Organik birikmalardagi kimyoviy bog'lar asosan qutbsiz kovalent yoki kuchsiz qutbli kovalent bog'lardan iborat bo'lganligi sababli, ularni aniqlash uchun tanlangan sifat reaksiyalari, odatda, moddaning asosi (skeleti) ga va bir qator funksional guruhlarga bajariladigan reaksiyalardan iborat bo'ladi.

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:

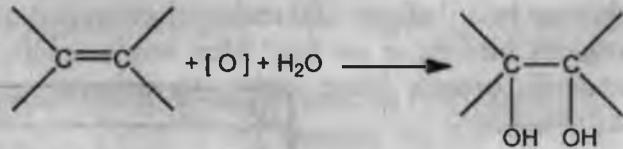


To'yinmagan uglerod atomiga bromning birikish reaksiya suvsiz sharoitda olib borilganda bir xil yo'nalishda boradi.

Aniqlash tartibi:

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

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



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

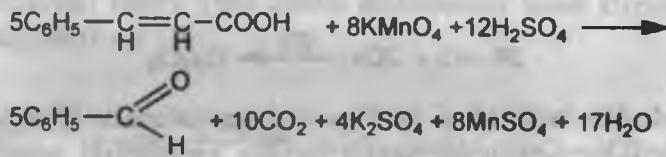


Ushbu reaksiya yordamida sinamoilkokainni kokain gidroxloriddan farqlash mumkin. Rux undetseonat va korich kislotalari uchun sifat reaksiyasi hisobida ushbu reaksiya tavsiya etilgan.

Aniqlash tartibi:

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

2. 0,1 g korich kislotasiga 0,1 g kaliy permanganat va 5 ml 1 mol/l li sulfat kislotasi eritmasi qo'shib qizdirilsa, benzaldegid hidi seziladi:



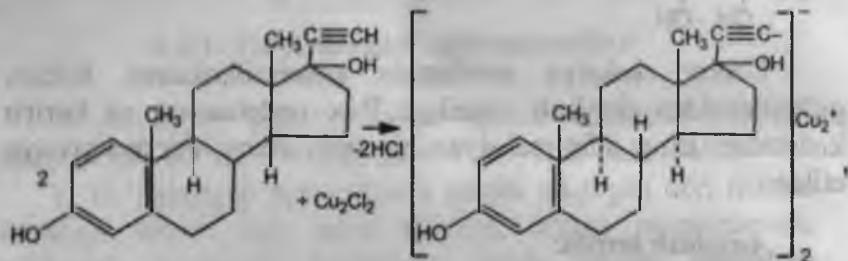
3. To'yinmagan uglevodorodlarning π bog'i og'ir metallar tuzlari, masalan stibiy xlorid bilan kompleks birikma hosil bo'lishida ishtirok ctishi mumkin.

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, ergokalsiferol esa qizil-sariq rang hosil qiladi. Bu reaksiya atsetilxloridning 2% li eritmasi ishtirokida olib boriladi.

3. 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, metall oksidlari) ham alangani yashil rangga kiritganligi sababli, bu usul yordamida doimo ishonarli natija olish qiyin.

2. Organik birikma molekulasida galogen kovalent holda bog'langanligi 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 spirtda eritib, 1 ml natriy gidroksid eritmasi, 0,3 g rux kukuni qo'shib, 1–2 daqiqa qizdiriladi. Aralashmani sovitib, 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 qizdirilib, xiniofon suyultirilgan nitrat kislota bilan, bilignost, yodognost esa konsentrlangan sulfat kislota bilan qizdirish orqali minerallanadi.

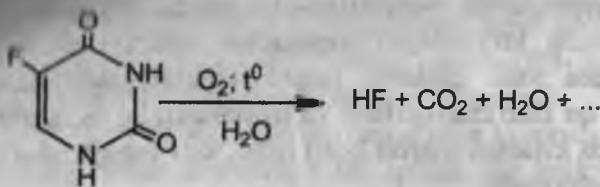
4. Ftororganik birikmalardagi ftoni minerallash uchun uni metall holidagi natriy yoki Eshka aralashmasi bilan kuydiriladi (ftorotan, ftorafur):



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



Ftoruratsil tarkibidagi ftor kislород оқимидада куйдирив минералланади:



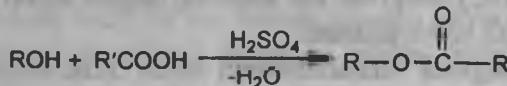
Minerallash mahsuloti filtrlanib, filtratda fтор ioniga temir rodanid eritmasi qо'shish orqali sifat reaksiyasi qilinadi (eritmaning qizil ranggi yo'qoladi):



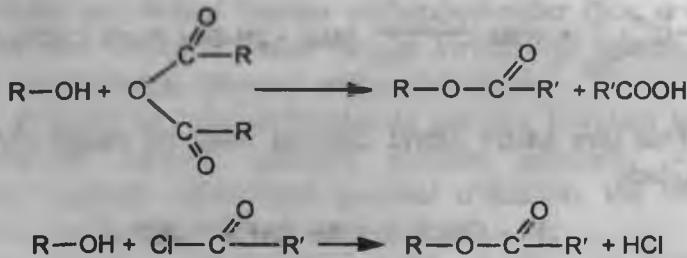
1.2.3. Spirit gidroksili

1. Efir hosil bo'lish reaksiyasi

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



Efir hosil bo'lish reaksiyasi kislota angidridlari va xlorangidridlari ta'sirida yanada osonroq ketadi:



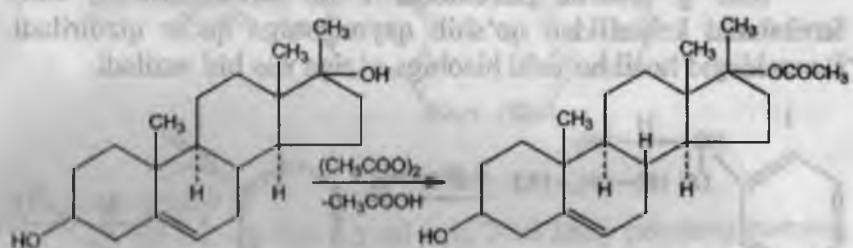
Reaksiya mahsulotlari hidi yoki suyuqlanish haroratiga ko'ra aniqlanadi (identifikatsiyalanadi).

Aniqlash tartibi:

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

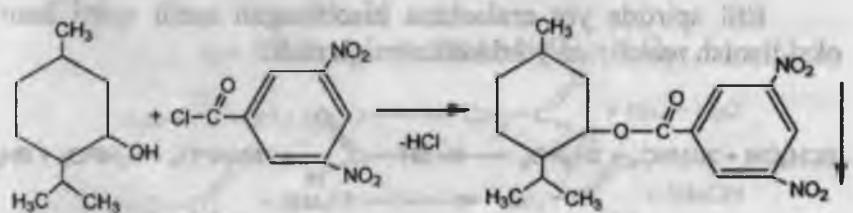
b) 0,1 g metilandrostendiolga 0,6 ml sirka angidridi, 4,5 ml suvsiz piridin qo'shiladi va vertikal holdagi sovitkich bilan tutashtirilib, suv hammomida 50–60°C haroratda 3 soat qizdiriladi. Eritma sovitilib, 30 ml suv bilan suyultiriladi, 30 daqiqaga qoldirilgach, hosil bo'lgan cho'kma filtrlanadi.

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

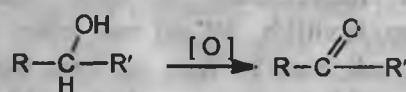
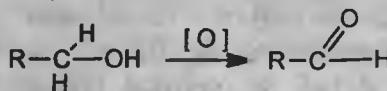


d) 0,2 g mentol 0,5 ml suvsiz piridinda eritilib 3 ml 15% li 3,5-dinitrobenzoy kislota xlorangidridining suvsiz piridindagi eritmasidan qo'shib suv hammomida 10 daqqa qaynatiladi va xona haroratigacha sovitilib, 7 ml suv solib, 30 daqiqaga qoldiriladi.

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

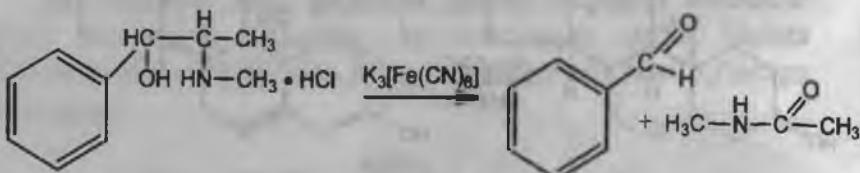


Aminotarning chinligini aniqlashda ularning oksidlash reaksiyalaridan ham keng foydalaniladi. Bunda o'ziga xos hidga ega bo'lgan aldegid yoki ketonlar hosil bo'ldi:



Aniqlash tartibi:

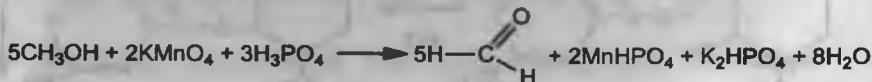
0,05 g efedrin hidroksilidini suvda eritilib, kaliy ferritsianid kristallidan qo'shib qaynaguniga qadar qizdiriladi. Benzaldegid hosil bo'lishi hisobiga o'ziga xos hid seziladi.

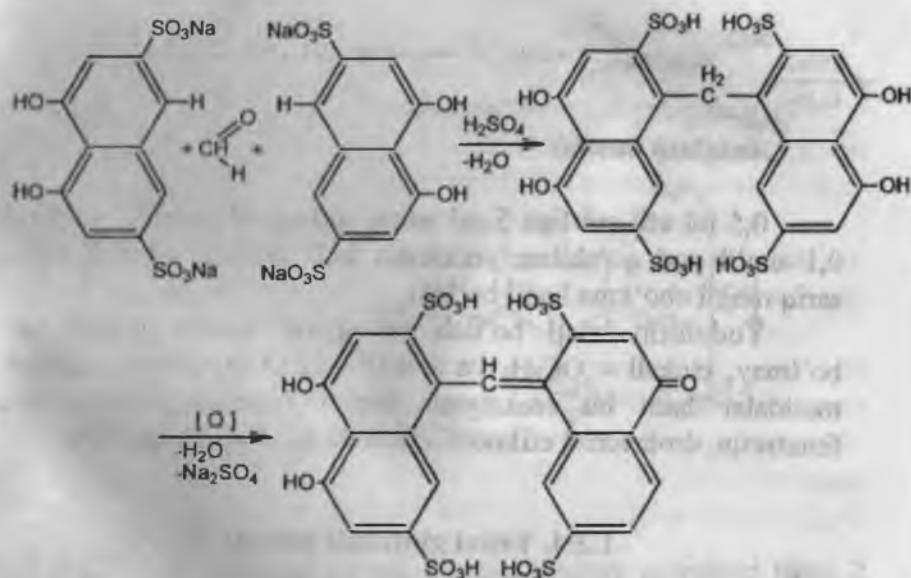


0,1 ml benzil spirtiga 5 ml 3% li kaliy permanganat eritmasi va 1 ml 1 mol/l sulfat kislota qo'shilsa, benzaldegidga xos bo'lgan hid seziladi.



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



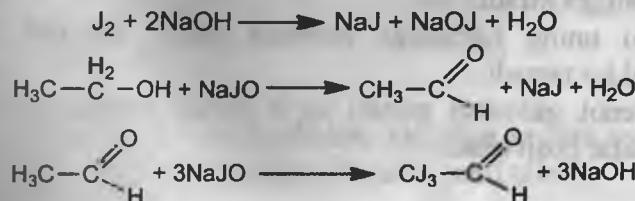


Aniqlash tartibi:

0,5 ml etil spirtiga 4,5 ml suv, 2 ml kaliy permanganatning fosfat kislotadagi eritmasi qo'shib chayqatilgach, 10 daqiqadan 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 konsentrangan sulfat kislotasi qo'shib aralashtirilganda binafsha rang hosil bo'lishi metil spirtining borligini ko'rsatadi.

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





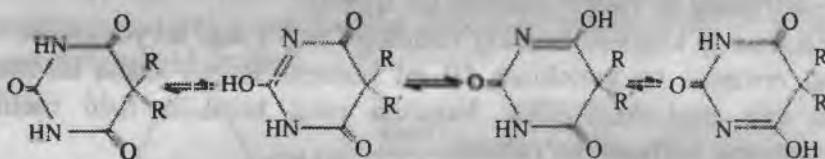
Aniqlash tartibi:

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

Yodoform hosil bo'lish reaksiyasi spirtlar uchun xos bo'lmay, etoksil — OC_2H_5 va atsetil — COCH_3 , guruh saqlagan moddalar ham bu reaksiyani beradi (atseton, xloralgidrat, fenatsetin, drotaverin, etilmorfin, formaldegid va boshqalar).

1.2.4. Yenol gidroksil guruhi

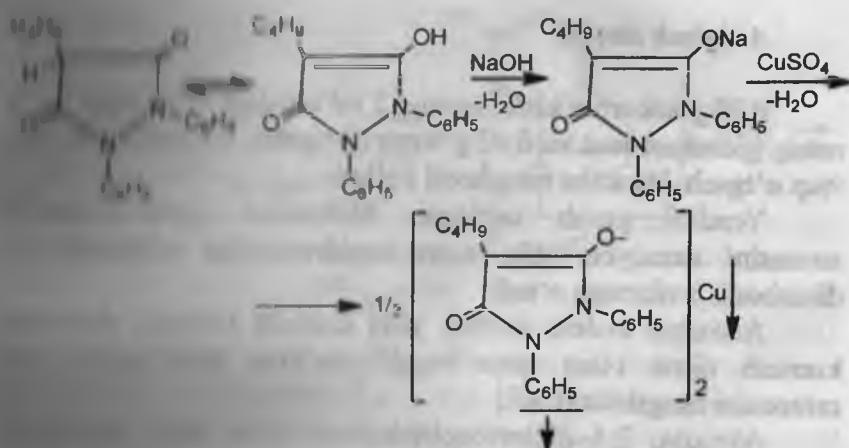
Yenol gidroksil guruhi keto - yenol tautomeriya natijasida hosil bo'lib, fenollar singari kuchsiz kislotali xossa namoyon qiladi. Barbituratlarda iminimidazol tautomeriya natijasida ularning kislotali xossasi namoyon bo'ladi:



Fenobarbital eritmasi 1 tomchi metil qizili ta'sirida qizil - pushti rangga kiradi.

Bu uning barbitalga nisbatan kuchli kislotali xossaga egaligini ko'rsatadi.

Yenol gidroksil guruhi og'ir metall tuzlari bilan rangli cho'kmalar hosil qiladi:

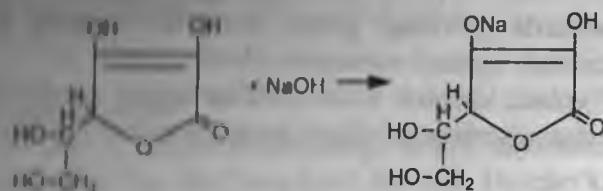


(Antyplash tartibi):

0,05 g butadiyon 1,5 ml 0,1 mol/l natriy gidroksid bilan 2 miniga chayqatilib filtrlanadi. Filtratga 0,5 ml mis sulfat qo'shilishda qo'shib, kul rang cho'kma hosil bo'ladi.

1.2.5. Yendiol guruhi

Yendiol guruhingan dori moddalarning xarakterli vakili yendiol kislota (vitamind), u natty gidroksid eritmasi ta'sirida tuz qilinadi.



1. Yendiollar, shu jumladan, askorbin kislota og'ir metall bilan rangli kompleks birikmalar hosil qiladi.

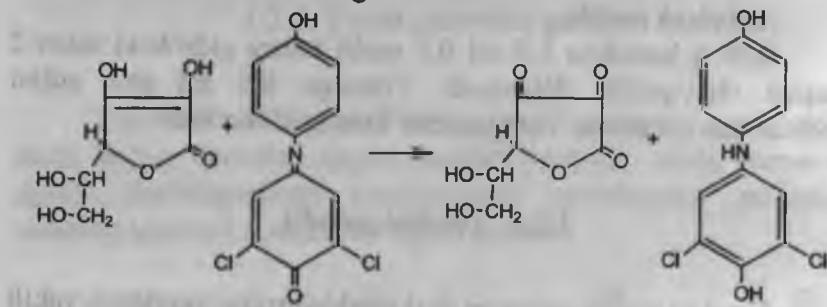
Aniqlash tartibi:

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, binafscha rang hosil bo'ladi.

Yendiol guruhi 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 eritmalari ham 2,6-dixlorfenolindofenolni rangsizlantiradi:



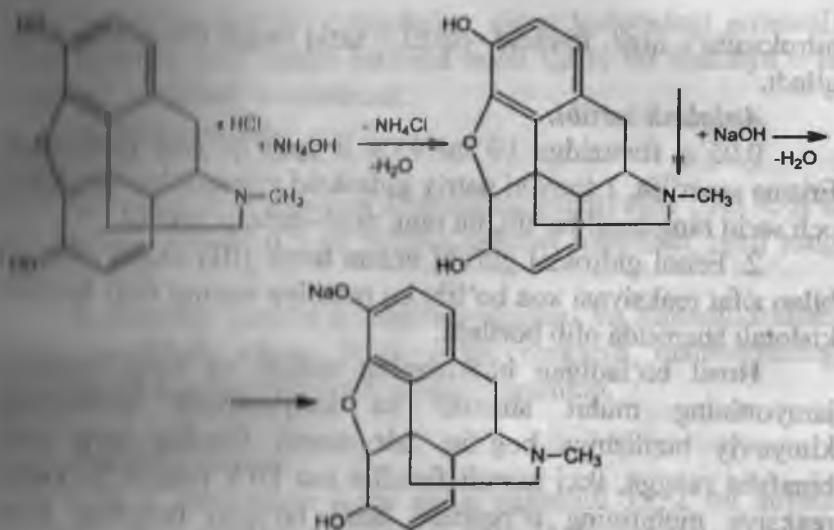
1.2.6. Fenollarga xos bo'lgan sifat reaksiyalari

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

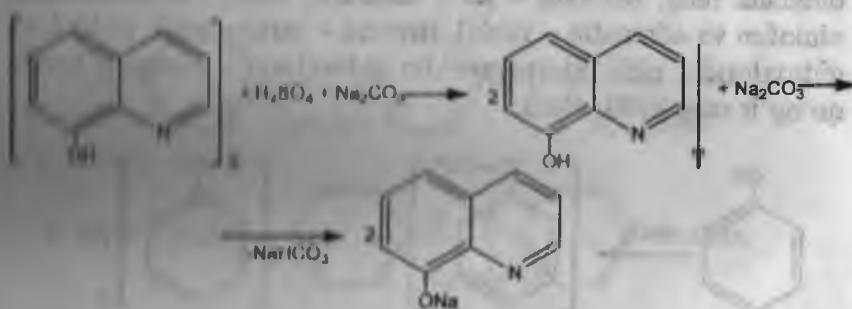
1. Kuchsiz kislotali xossa fenollar uchun xarakterli bo'lib, bu xossasidan ularning chinligini aniqlash uchun foydalaniлади.

Aniqlash tartibi:

5 ml 2% li morfin gidroxlorid 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 etib reaksiyalar ham ularning kuchsiz kislotali xossasiga misblang'an:



Antiglash tartibi:

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

Hosil bo'lgan fenolyatlar moddaning kimyoviy tuzilishiga qarub turli rangda bo'lishi mumkin. Masalan, rutin – sariq,

nitroksolin – qizil, ftivazid – qizil – sariq rangli fenolyatlar hosil qiladi.

Aniqlash tartibi:

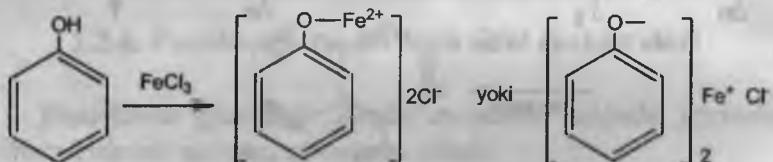
0,05 g ftivazidga 10 ml 95% li spirt qo'shib qizdiriladi. Eritma sovitilib, 1 tomchi natriy gidroksid eritmasidan qo'shilsa, och sariq rang hosil bo'lib, bu rang qizil–sariqqa o'tadi.

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 sharoiti va aniqlanuvchi moddaning kimyoviy tuzilishiga bog'liq. Bir atomli fenollar ko'k yoki binafsha rangga, ikki atomli fenollar esa ko'k rangga bo'yalib, 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, xlortetratsiklin gidroxlorid – qizilga o'tuvchi qo'ng'ir rang hosil qiladi:



Aniqlash tartibi:

0,05 g tetratsiklinga 2 ml konsetrlangan sulfat kislota 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.

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

Aniqlash turʼibi:

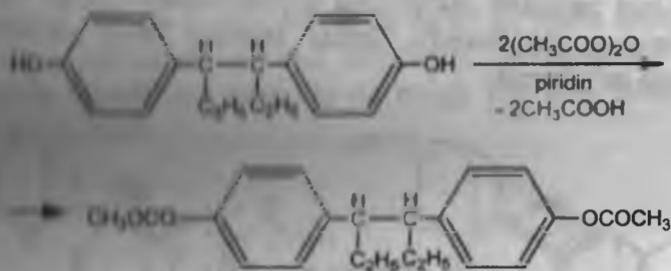
0,1 g 4-gidroksibenzoy kislotaning benzil efiri 2 ml 95% li etil spirtida eritilib, 0,5 ml millon reaktivi tomizilsa, qizil rang bosil boʼladi.

4. Fenollar karbon kislota angidridlari va xlorangidridlari bilan munakkab efirlar hosil qilib, reaksiya mahsulotining yugʼusishini harorati boʼyicha aniqlash mumkin.

Aniqlash turʼibi:

0,15 g sinestrolga 1 ml sirka angidridi va 2 ml suvsiz pirozinil qoʼshilib, vertikal sovitkichga ulab 15 daqiqa qaynatilgach, suv haroratigacha sovitilib, 50 ml suv solinadi. Choʼkma quritilib, suv bilan yuvilib, 100–105°C da quritilgach, suvniqanli harorati aniqlanadi.

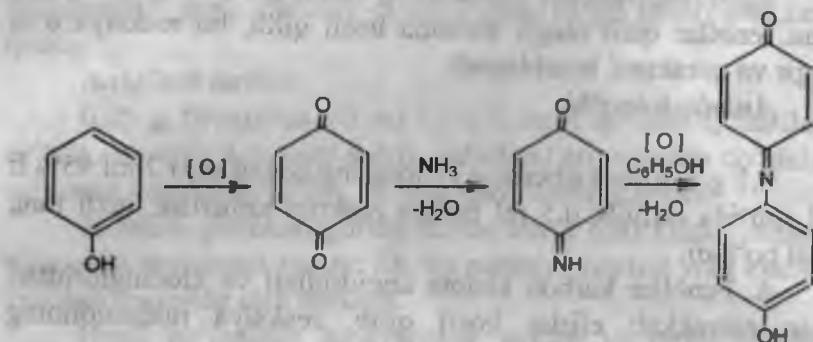
Duisiat sinestrolning suyuqlanish harorati – 137–139°C.



5. Fenollar oson oksidlanib, rangli birikmalar hosil qiladi.

Bir nechta apomorfin gidroxlorid kristallariga 1 tomchi nitrit kislota tomizilsa, qizil rang hosil boʼladi.

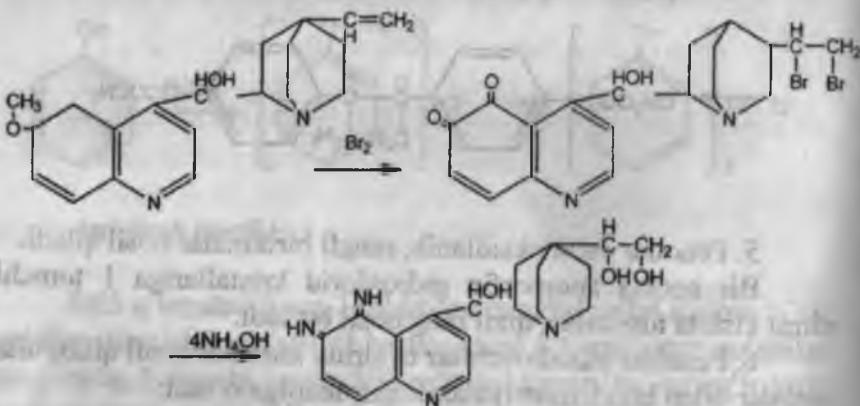
6. Fenollar oksidlovchilar taʼsirida xinonlar hosil qilib, ular mohʼinlar bilan kondensatsiyalanib indofenolga oʼtadi:



Aniqlash tartibi:

0,05 g aniqlanuvchi moddaga 0,5 ml ammiak, 3 – 4 tomchi xloramin eritmasi (xlorli ohak, natriy gipoxchlorid, 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 kislota 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:



Turqilash tartibi:

1 ml 0,1% li xinin gidroxlorid eritmasiga 2–3 tomchi 1 DNV va 1 ml ammiak tomizilsa, yashil rang hosil bo‘ladi.

Reaksiyasi fenollarni natriy nitrit va sulfat kislota ta’sirida oksidlab, indofenol hosil etib bo‘ladi.



Turqilash tartibi:

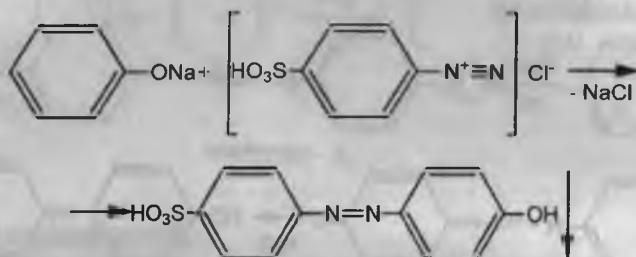
Azinilamuvelli moddadidan bir necha kristall olib, buyum yoki o‘rt oynasida 2–3 tomchi 1% li natriy nitrit va sulfat kislota tomizilganda rangli birikma hosil etiladi.

Aromatik halqdagi hidroksil guruhi birinchi tur holatlarda o‘rinbosarlar bo‘lmagan halqdagi benzol halqasini ta’sir ko’rsatib undagi orto-va para - holqdagi vodorod atomlarini faollashtiradi. Bunga fozilning benzol xiru ta’siridi oq rangli cho’kma hosil qilishi xosil bo‘ladi:

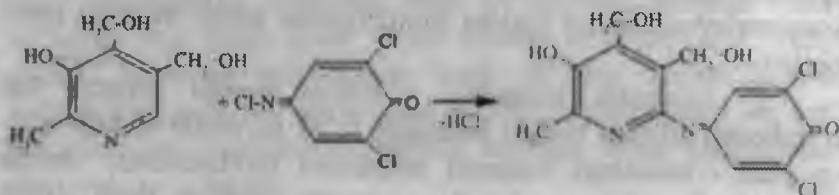


Para - yoki orta - holatlarda o‘rinbosarlar bo‘lmagan halqdagi hidroksil guruhi birinchi tur holatlarda o‘rinbosarlar bo‘lmagan halqdagi benzol halqasini ta’sir ko’rsatib undagi orto-va para - holqdagi vodorod atomlarini faollashtiradi. Bunda uvvat sulfanil kislota, natriy nitrit va xlorid

kislota tu'sirida diazoniy 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'miga boshqa aromatik amin hosilalaridan foydalanish ham mumkin.



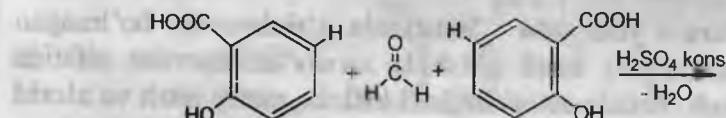
9. Para-holatida o'rribosar bo'lмаган феноллар 2,6-dixlorxinonxlorimid bilan kondensatsiyalanish reaksiyasiga kirishadi:

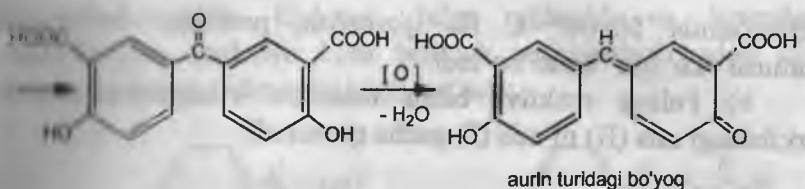


Aniqlash tartibi:

0,01 g piridoksin gidroxolrid 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 reaksiyasini ham xos bo'lib, bu reaksiya Marki reaktiv bilan olib boriladi:





Aniqlash tartibi:

0,03 g salitsil kislotaga 5 ml konsentrangan sulfat kislotasi 2 tomchi formaldegid eritmasi qo'shib, aralashma qizdirilsa, qizil rang hosil bo'ladi.

Bu reaksiyani buyum oynasida, aniqlanuvchi moddaning bir nechta kristalliga

3. Uomchi Marki reaktiv qo'shish bilan bajarish ham mumkin.

1.2.7. Aldegid va ketonlar

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

1. Oksidlanish reaksiyaları

Aldegidlarni oksidlash uchun kumush, mis va simob tozlaridan loydulaniadi

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

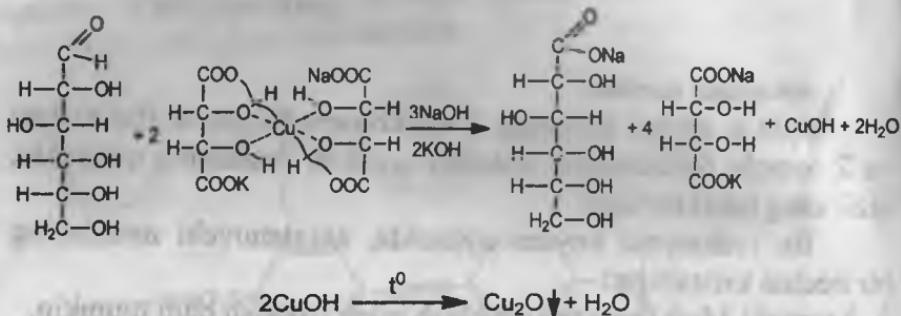


Aniqlash tartibi:

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:

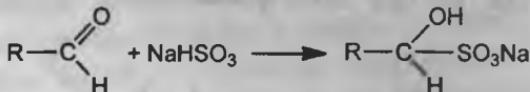
0,2 g glukoza 5 ml suvda eritilib, 10 ml Feling reaktivi qo‘shib qizdirilganda qizil rangli cho‘kma hosil bo‘ladi.

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

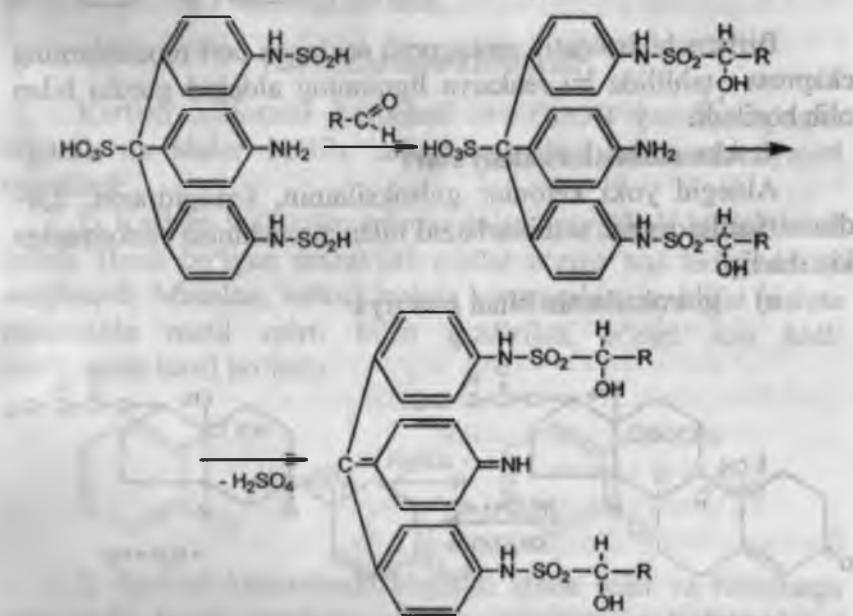
Birikish reaksiyalari orasida natriy bisulfit bilan boradigan reaksiya xarakterli bo‘lib, aldegid va ketonlarning bisulfitli birikmalari kristall holida ajraladi:



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

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

Fuksinsulfat kislotasi bilan aldegid va ketonlarga bajariladigan reaksiya ham birikish reaksiyalari turiga kirib, hunda qizil–binafsha rang hosil bo‘ladi:

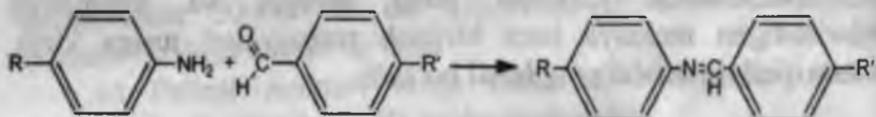


Glukozaning past konsentratsiyali eritmalarida aldegid holidagi izomeri juda kam bo‘lganligi uchun bu reaksiya bormaydi.

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 farmaldegid) yoki gidroliz mahsulotlarini (geksamidin, metazid, nikodin) aniqlash uchun foydalaniлади.

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

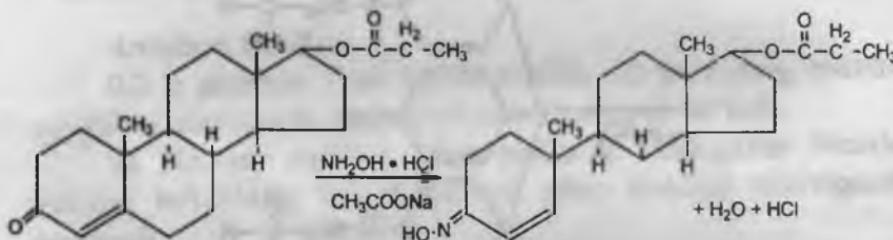


Birlamchi aromatik aminguruh saqlagan dori moddalarning ekspress—tahlilida bu reaksiya ligninning aldegid guruhi bilan olib boriladi.

4. Almashinish reaksiyalari

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

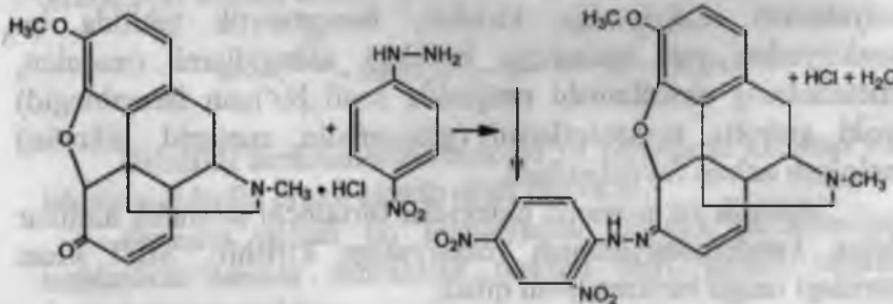
a) gidroksilamin bilan reaksiya



Aniqlash tartibi:

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

b) 2,4-dinitrofenilgidrazin bilan reaksiya



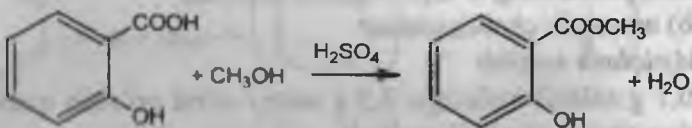
Aniqlash tartibi:

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

1.2.8. Karbon kislotalar

Karbon kislotalar karboksil — COOH guruhi saqlagan organik moddalar bo'lib, ularga quyidagi sifat reaksiyalarini bajariladi:

1. Karbon kislotalar spirtlar bilan murakkab efirlar hosil qiladi. Hosil bo'lgan murakkab efirlar o'ziga xos hidiga ko'ra aniqlanadi. Masalan, salitsil kislota konsentrangan sulfat kislota 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 guruhlarning turiga qarab rangli eritmalar yoki cho'kmalar hosil bo'ladi.

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

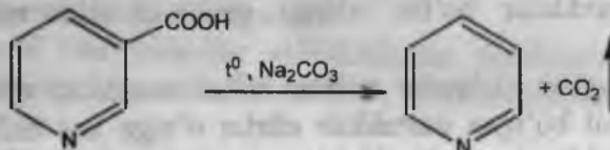
Karbon kislotalarga sifat reaksiyasi aksariyat hollarda Cu^{+2} , Fe^{+3} Co^{+2} tuzlari bilan, ba'zi hollarda Ag^+ va Pb^{+2} tuzlari bilan o'tkaziladi.

Odatda avval aniqlanuvchi karbon kislota 0,1 mol natriy gidroksid bilan fenolftalein ishtirokida neytrallanib, eritma uch qismiga bo'lingach, biriga temir (III) xlorid, ikkinchisiga kobalt (II) xlorid yoki kobalt (II) nitrat, uchinchisiga esa mis (II) sulfat

eritmalar solinsa, rangli eritma yoki rangli cho'kma hosil bo'ladi.

3. Aromatik yoki geterosiklik tuzilishga ega bo'lgan karbon kislotalar $150\text{--}160^{\circ}\text{C}$ da qizdirilsa, dekarboksillanib, o'ziga xos hidga ega bo'lgan parchalanish mahsulotlari hosil bo'ladi.

a) piridin karbon kislotalar:



Aniqlash tartibi:

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

b) aromatik oksikislotalar:

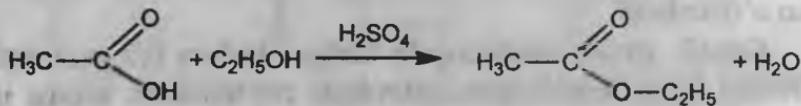
Aniqlash tartibi:

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.

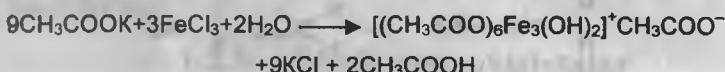
Atsetatlar

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



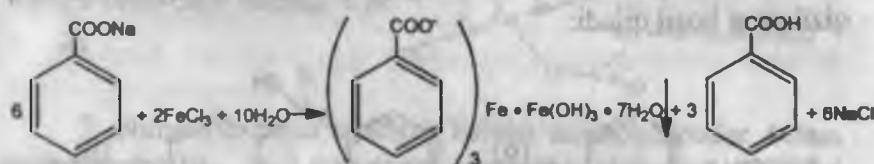
2. 2 ml neytrallangan atsetat eritmasiga (0,02—0,06 g atsetat ioni) 0,2 ml temir (III) xlorid eritmasidan qo'shilsa, qizil-

qo'ng'ir rang hosil bo'ladi. Suyultirilgan mineral kislota qo'shilsa, rang o'chadi:



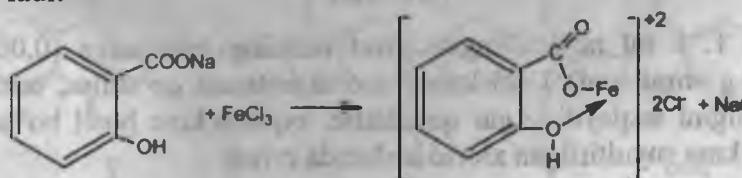
Benzoatlar

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 efirda eriydi:



Salitsilatlar

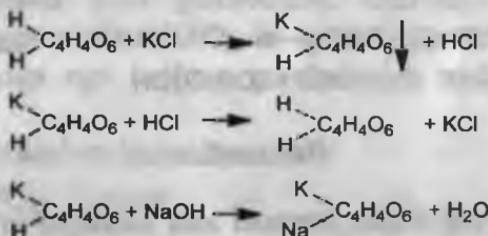
2 ml neytrallangan salitsilat tuzining eritmasiga (0,002–0,01 g salitsilat ioni) 2 tomchi temir (III) xlorid eritmasi qo'shilsa, ko'k-binafsha yoki qizil-binafsha rang hosil bo'ladi. Suyultirilgan sirkal kislotada rang o'zgarmay, suyultirilgan xlorid kislotada rangi o'chadi va oq kristall holdagi cho'kma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



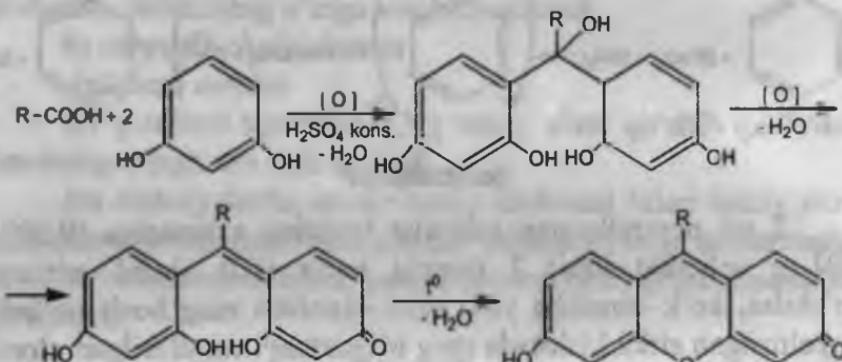
Tartratlar

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 kristall cho'kma hosil bo'ladi. Cho'kma suyultirilgan mineral kislotalarda va ishqor eritmalarida eriydi:

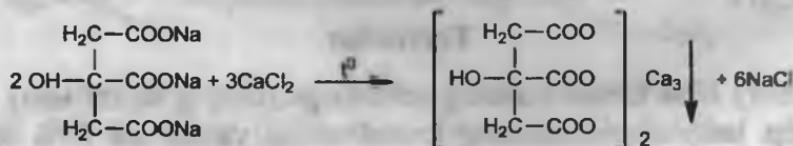


2. 0,25 ml tarrat tuzining eritmasiga (0,005 g tarrat ioni) 1 ml konsentrangan sulfat kislota qo'shib qizdirilib, bir necha dona rezorsin kristali qo'shiladi, 15–30 soniya davomida to'q qizil rang hosil qiladi:



Sitratlar

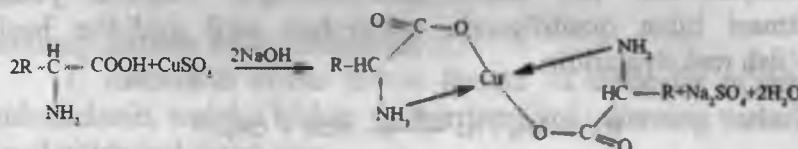
1. 1 ml neytrallangan sitrat tuzining eritmasiga (0,002–0,01 g sitrat ioni) 1 ml kalsiy xlorid eritmasi qo'shilsa, eritma tiniqligini saqlaydi. Agar qaynatilsa, oq cho'kma hosil bo'ladi. Cho'kma suyultirilgan xlorid kislotalarda eriydi:



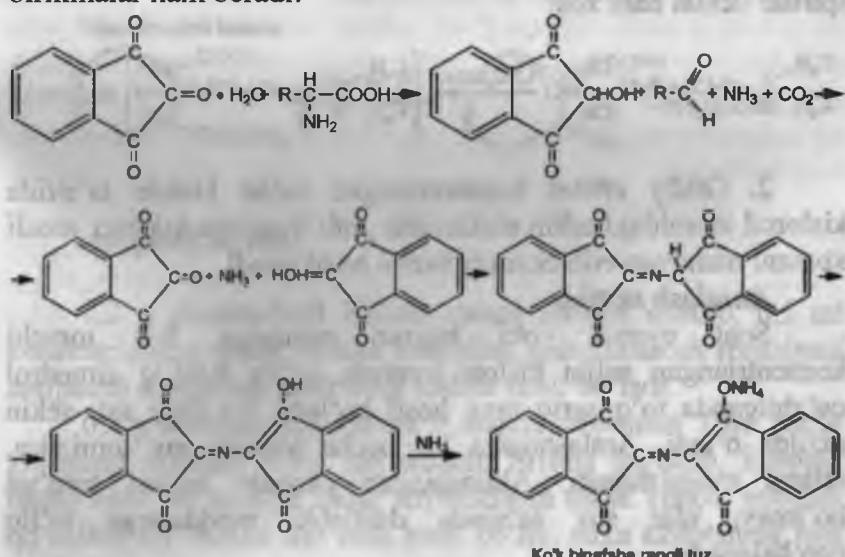
2. Preparatga (0,001–0,002 g sitrat ioni) 0,5 ml sirkun angidridi qo'shib isitiladi. Natijada 20–40 soniya davomida qizil rang hosil bo'ladi.

1.2.9. Alifatik aminokislotalar

Aminokislotalar uchun xos bo'lgan reaksiyalardan biri Cu¹² tuzlari bilan kompleks birkma hosil bo'lish reaksiyasi bo'lib, bunda to'q-ko'k yoki ko'k-yashil rangli eritmalar hosil bo'ladi. Reaksiya aminokislotaning 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:



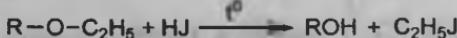
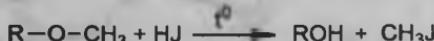
Aniqlash tartibi:

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.

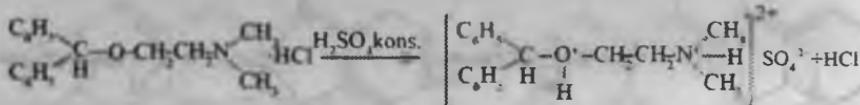
1.2.10. Oddiy efirlar

Oddiy efirlar R—O—R' umumiyligi formulaga ega bo'lib, kimyoviy jihatdan nisbatan barqaror birikmalardir.

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



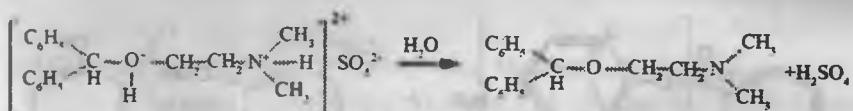
Ajralib chiqqan alkilyodidlar qaynash haroratiga ko'ra aniqlanadi. Bu reaksiya faqat oddiy efirlar uchun emas, balki spirtlar uchun ham xos:



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

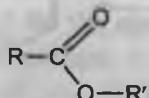
Aniqlash tartibi:

Soat oynasi yoki buyum oynasiga 3–4 tomchi konsentrangan 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:



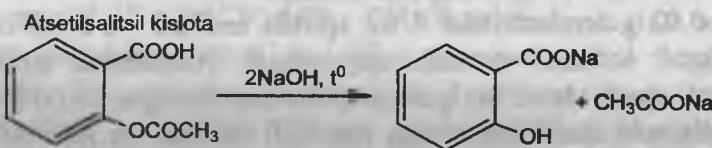
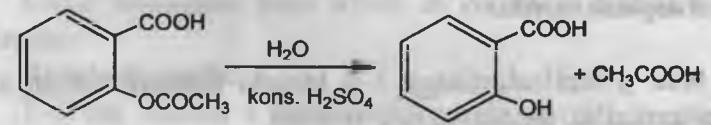
1.2.11. Murakkab efirlar

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:



Aniqlash tartibi:

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

0,5 g atsetilsalitsil kislota 3 daqiqa davomida 5 ml natriy gidroksid eritmasi bilan qaynatiladi. Eritma sovitilib, kislotali muhit hosil bo'lguniga qadar suyultirilgan sulfat kislota eritmasi qo'shilsa, oq kristall cho'kma hosil bo'lib, sirka kislotaning hidi seziladi:

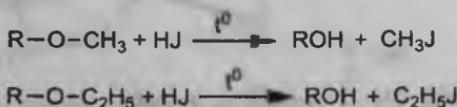
Aniqlash tartibi:

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.

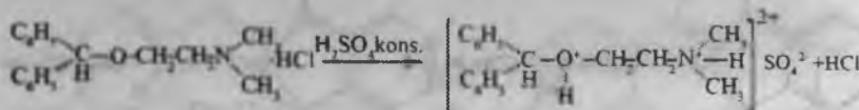
1.2.10. Oddiy efirlar

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 konsentrangan vodorod yodid eritmasi bilan qizdirilganda uchuvchan alkil yodidlar hosil bo'lish reaksiyalaridir:



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



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

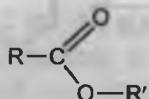
Aniqlash tartibi:

Soat oynasi yoki buyum oynasiga 3–4 tomchi konsentrangan 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:



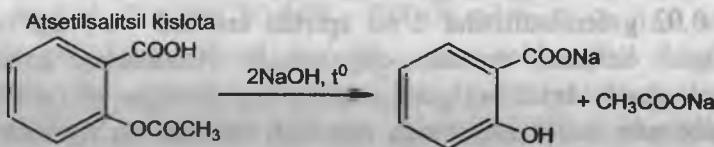
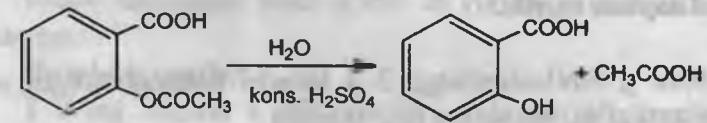
1.2.11. Murakkab efirlar

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



umumiy formula bilan ifodalandi.

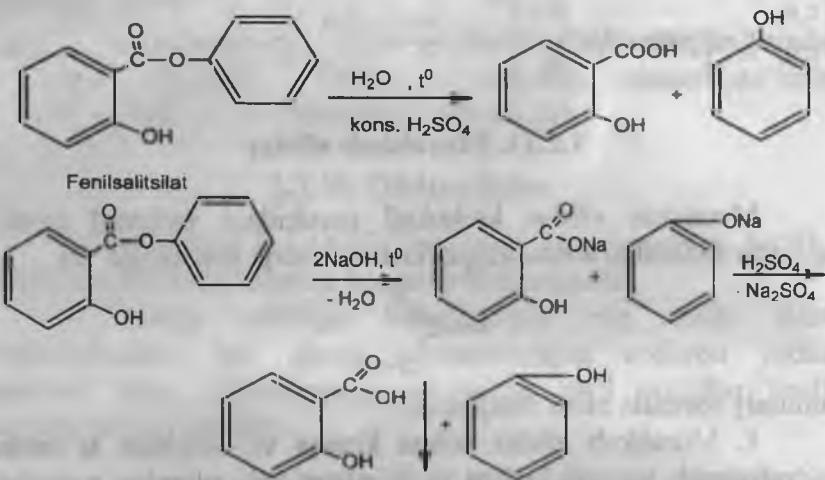
1. Murakkab efirlar uchun kislota va ishqorlar ta'sirida gidrolizlanib, tegishli kislota va spirlarni yoki ularning tuzlarini hosil qilish reaksiyasi xos:



Aniqlash tartibi:

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

0,5 g atsetilsalitsil kislota 3 daqiqa davomida 5 ml natriy gidroksid eritmasi bilan qaynatiladi. Eritma sovitilib, kislotali muhit hosil bo'lguniga qadar suyultirilgan sulfat kislota eritmasi qo'shilsa, oq kristall cho'kma hosil bo'lib, sirka kislotaning hidi seziladi:

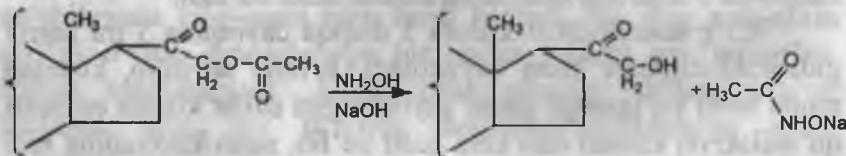


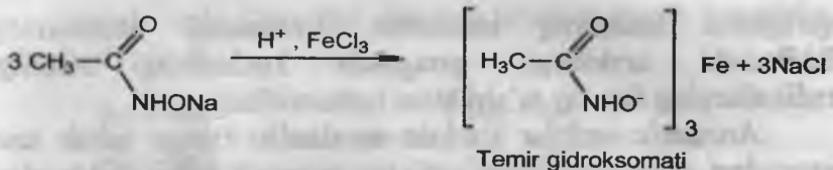
Aniqlash tartibi:

0,02 g fenilsalitsilatga 3–4 tomchi konsentrangan sulfat kislotasi tomizilsa, fenolning hidi seziladi.

0,02 g fenilsalitsilat 2 ml spirtda eritiladi va 5 ml natriy gidroksid eritmasi qo'shib qaynatiladi. Aralashma sovitilib, kislotali sharoit hosil bo'lguniga qadar suyultirilgan sulfat kislotasi 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 bo'ladi. 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 gidroksilaminning ishqoriy eritmasi qo'shib, 3–5 daqiqa davomida chayqatilgach, 2 ml suyultirilgan xlorid kislota va 0,5 ml 10% li temir (III) xloridning 0,1 mol/l xlorid kislotadagi eritmasi qo'shsa, to'q-qizil rang hosil bo'ladi.

Bu reaksiya ketonlar va β -laktamidlar uchun ham xos.

3. Laktonlar murakkab efirlarning ichki molekular siklik efirlari bo'lib, kimyoiy 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 spirtda 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'shsa, asta-sekin qizil rang hosil bo'ladi. Bu reaksiya kardenolidlar guruhiга kirgan yurak glikozidlari va lakton halqasi saqlagan alkaloid-piloskarpin hidroxlorid uchun xos.

1.2.12. Aminlar

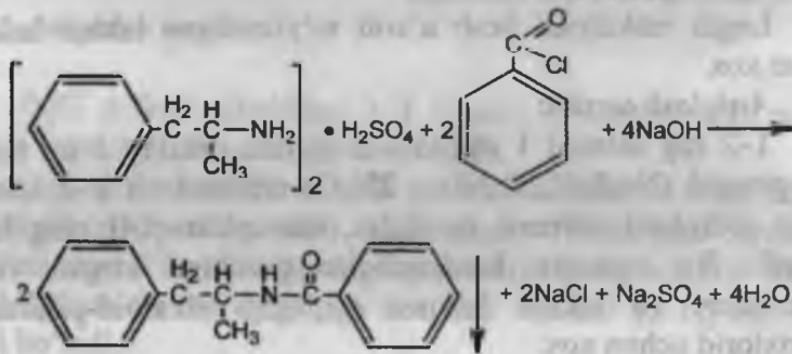
Aminlar bir yoki bir necha vodorod atomi radikalga almashingan ammiak hosilalari bo'lib, tarkibidagi radikallarning soniga qarab birlamchi, ikkilamchi va uchlamchi aminlarga bo'linadi. Shuningdek, aminlardagi radikal turiga ko'ra ular alifatik yoki aromatik aminlar bo'lishi mumkin.

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 sirkal angidridi, atsetilxlorid, benzoilxlorid va boshqa kislotalarning xlorangidridlaridan foydalaniлади. Reaksiya mahsulotlari suyuqlanish haroratiga ko'ra aniqlanadi. Uchlamchi aminlar atsillanish reaksiyasiga kirishmaydi:



Aniqlash tartibi:

1. 1 g fenamin 50 ml suvda eritilib, 10 ml natriy hidroksid eritmasi qo'shib, 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 spirtda 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.

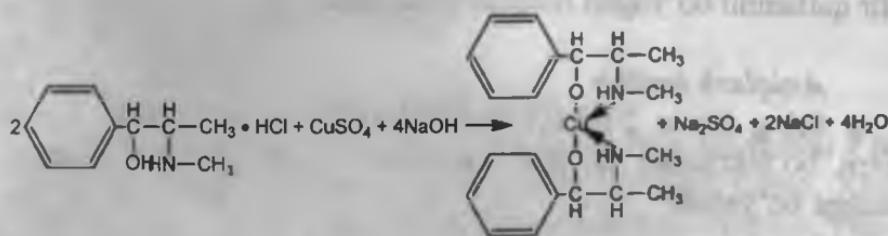


Bu reaksiya aminokislolar uchun ham xos.

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 gidroxlorid 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 kislottedagi eritmasi qo'shilsa, diazobirikmalar hosil bo'ladi. Aromatik aminlarning diazobirikmalar esa tezda parchalanib, azotning rangsiz gaz pufakchalar holida ajralib chiqishi kuzatiladi.



Aniqlash tartibi:

0,1 g meksilen gidroxlorid [(RS-1-metil-2(2,6-ksiloksi)-etilamin gidroxlorid] 3 ml 0,02 mol/l xlorid kislota eritmasida erilib, natriy nitrit kristallari solib, aralashtirilsa, rangsiz gaz pufakchalari ajralib chiqadi.

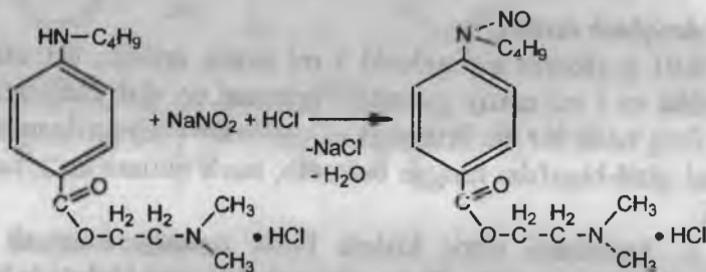
Ikkilamchi aminlar nitrit kislota bilan nitrozaminlar hosil qiladi:



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

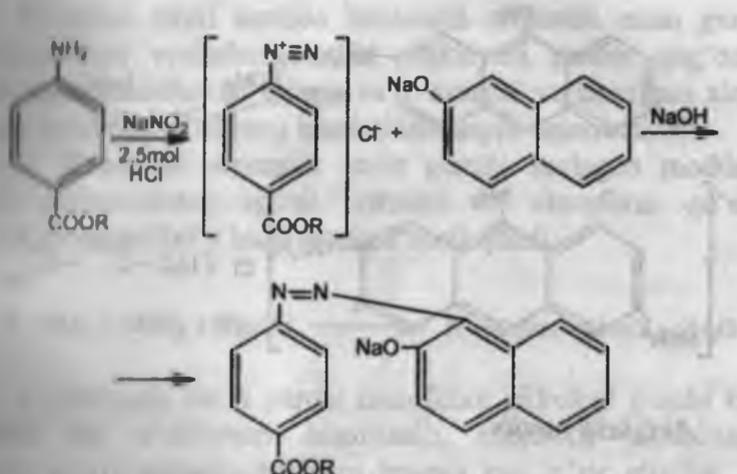
Aniqlash tartibi:

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



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

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



Qizil rangli azobo'yoq

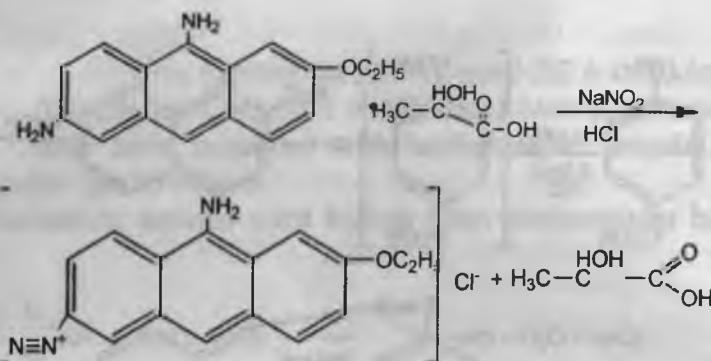
Azobo'yoq hosil bo'lishi reaksiyasini bajarish uchun 1 mol aromatik aminga 2,5 mol xlorid kislota qo'shish lozim. Xlorid kislotaning 1 moli natriy nitritni nitrit kislotaga o'tishiga, yana 1 moli diazoniy tuzi hosil bo'lishiga va 0,5 moli diazoniy tuzining turg'ulningi tu'minlashga sarflanadi.

Azobo'yoq hosil bo'lishi uchun diazoniy tuzi eritmasi (3-naftolning yoki boshqa bir fenolning ishqoriy eritmasiga qo'shilish), reaksiya urulishimasi ishqoriy muhitga ega bo'lishi lozim. Aks holda (3-naftol yoki boshqa bir fenol yoki ularning o'shatilganli) urusulotlari cho'kmaga tushib, azobo'yoq hosil bo'lmaydi.

Aniqlash tartibi:

0,02 g anestezin 2 ml suvda eritilib, 5 tomchi suyultirilgan xlorid kislota, 3 tomchi 0,1 mol/l natriy nitrit eritmasi solib urulushtiriladi va eritmaning 1–2 tomchisi 3 ml (3-naftolning ishqoriy eritmasiga qo'shilsa, qizil rangli cho'kma - azobo'yoq hosil bo'ladi).

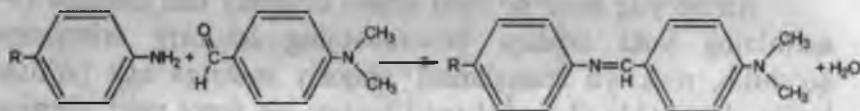
Bu'zi diazoniy tuzlari rangli eritmalar hosil qilib, azobo'yoq hosil bo'lish reaksiyasini o'tkazishga hojat qolmaydi.



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'shsa, qizil rang hosil bo'ladi.

4. Birlamchi aromatik aminlar kislotali sharoitda alifatik yoki aromatik aldegidlar (n-dimetilaminobenzaldegid, ligninning aldegid guruhi, vanilin va boshqalar) ta'sirida sariq yoki pushti rangli Schiff asosini hosil qiladi.

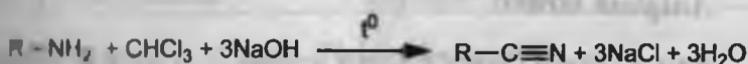


Aniqlash tartibi:

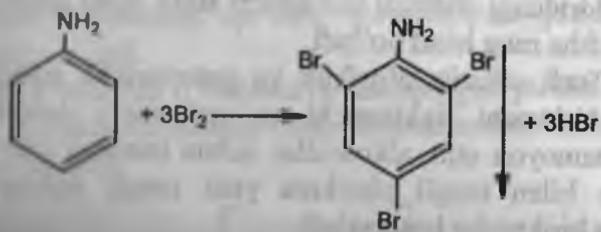
1 ml 0,1% noradrenalin gidrotartrat eritmasiga 1% li 2,5-dietok - sitetrogidrofuranning muz holidagi sirka kislotadagi eritmasidan 1 ml qo'shib 80°C haroratda suv hammomida 2 daqiqa qizdirib, muz bilan sovitiladi. So'ng 2% li 4-dimetilaminobenzaldegidning 1 hajm xlorid va 19 hajm muz holidagi sirka kislotadagi 2% li eritmasidan 3 ml qo'shib, 2 daqiqa davomida chayqatilganda, to'q kul rangli eritma hosil bo'ladi.

Ekspres tahlil usulida birlamchi aromatik amin guruhi saqlagan dori vositalariga sifat reaksiyasi gazeta qog'oziga 1 tomchi tek shiriluvchi eritma va 1 tomchi suyultirilgan xlorid hulata tonizilib, qizil rang hosil qilish orqali bajariladi.

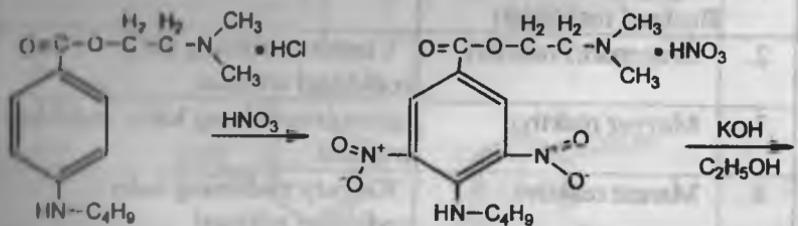
5. Birlamchi aromatik amin guruhi saqlagan moddalar natriy gidroksidning spirtli eritmasi va xloroform qo'shib qidirliganda badbo'y hidli izonitril hosil qiladi:

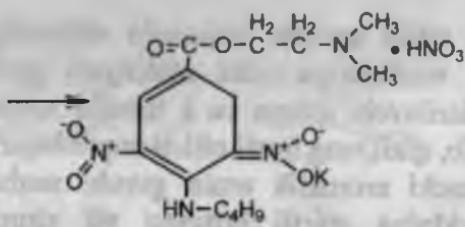


6. Aromatik amin guruhi ham fenol gidroksil guruhi kabi birlamchi tur o'rinosari hisoblanib, elektrofil almashinish qidirligida kirishadi. Anilinga bromli suv ta'sir ettirilsa, oq cho'kma holida 2, 4, 6-uchbromanilin hosil bo'ladi:



7. Aromatik amindalar koncentrlangan nitrat kislota ta'sirida oq nitroanalitik reaksiyogni kirishib, kaliy gidroksidning spirtli eritmasi qo'shilganda Vituli-Moren reaksiyasi singari nitro-nitro-imutomerlanadi. Natijada rangli birikma hosil bo'ladi:





Aniqlash tartibi:

0,01 g dikain chinni idishga solinib, 2–3 tomchi konsentrangan nitrat kislota qo'shib, suv hammomida quritilgach, sovitiladi va bir necha tomchi 0,5 m kaliy gidroksidning spirlti eritmasi tomizilsa, 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, alkloidlar uchun umumiy cho'ktiruvchi reaktivlar bilan rangli cho'kma yoki rangli eritma holidagi kompleks birikmalar hosil qiladi.

Alkaloidlar uchun umumiy cho'ktiruvchi reaktivlar

Nº	Nomi	Tarkibi
1.	Lyugol, Vagner, Bushard reaktivlari	Yodning kaliy yodiddagi eritmasi
2.	Dragendorf reaktivi	Vismut yodidning kaliy yodiddagi eritmasi
3.	Mayyer reaktivi	Simob yodidning kaliy yodiddagi eritmasi
4.	Marme reaktivi	Kadmiy yodidning kaliy yodiddagi eritmasi

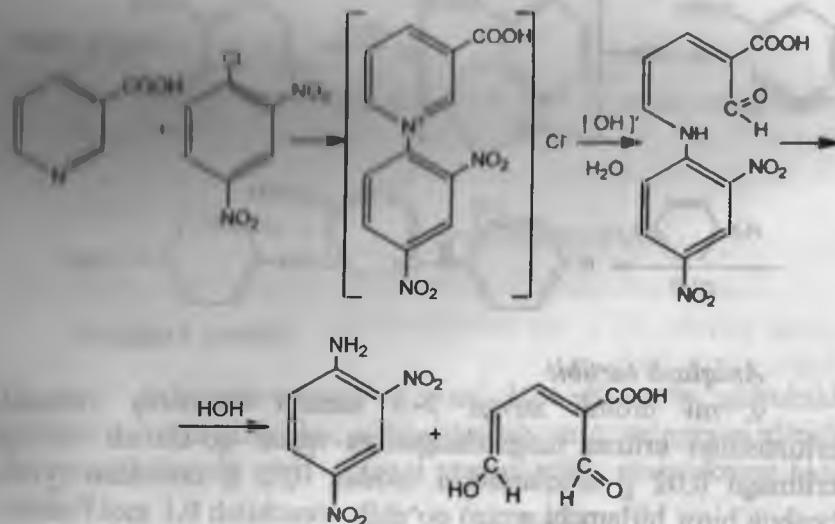
1	Zomenshucyn reaktivi	Fosformolibden kislotasi $H_3PO_4 \cdot 12MoO_3 \cdot 2H_2O$
2	Sheybler reaktivi	Fosforvolfram kislotasi $H_3PO_4 \cdot 12WO_3 \cdot 2H_2O$
3	Bortran reaktivi	Kremniy volfram kislotasi $SiO_2 \cdot 12WO_3 \cdot 4H_2O$
4	Lamn 5% li	Yangi tayyorlangan eritma
5	Pikrin kislotasi	Toyingan eritma

1.2.13. Piridin halqasi

Kimyoiy tuzilishga ko'ra piridin geterotsiklik skeleti naylonning dorji moddalarga sifat reaksiyasi o'tkazilganda piridin halqasiga xos bo'lgan reaksiyalar ham bajariladi.

1. Piridin halqasiga eng oddiy sifat reaksiyasi pirolitik reaktsiyasi bo'lib, nikotin kislotasi, uning tuzlari va nikotinamid suvsi zatriy karbonat qo'shib qizdirilganda piridinga xos bo'lgan hid sezildi.

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



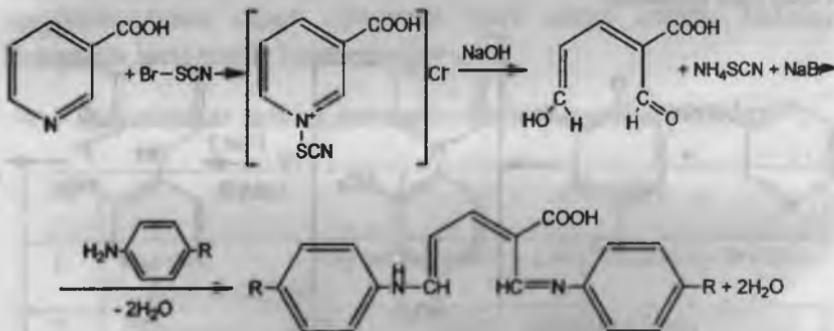
Aniqlash tartibi:

0,01 – 0,02 g nikotin kislotaga 0,05 g 2, 4-dinitrox-lorbenzol, 3 ml 95% li etil spirti qo'shib, 1 daqiqa qaynatilsa, piridiniy tuzi hosil bo'ladi.

Reaksiya aralashmasiga 2 tomchi 10% li natriy gidroksid qo'shilsa, piridiniy halqasi ochilib, polimetin asosi — glutakon aldegidi hosil bo'lishi hisobiga qizil-qo'ng'ir rang hosil bo'ladi. Keyinchalik glutakon aldegidining izomerlanishi oqibatida eritma asta-sekin rangsizlanadi.

Piridin hosilalariga brom tiotsianat (rodanbromid reaktiv), xlor tiotsianat, brom sianid, xloroform, xloralgidrat singari reagentlar ishqoriy sharoitda ta'sir ettirilganda ham piridiniy halqasi ochilib, glutakon aldegidi 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:

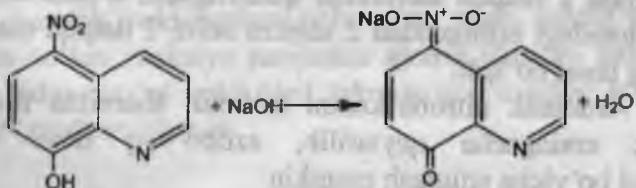
2 ml bromli suvga 2–3 tomchi ammoniy rodanid eritmasidan eritma rangsizlanguniga qadar qo'shiladi. So'ng eritmaga 0,02 g aniqlanuvchi modda 0,02 g novokain (yoki boshqa biror birlamchi amin) qo'shib, tomchilab 0,1 mol/l natriy

gidroksid eritmasidan neytral muhitgacha solinsa, eritma sariq rangga bo'yaladi.

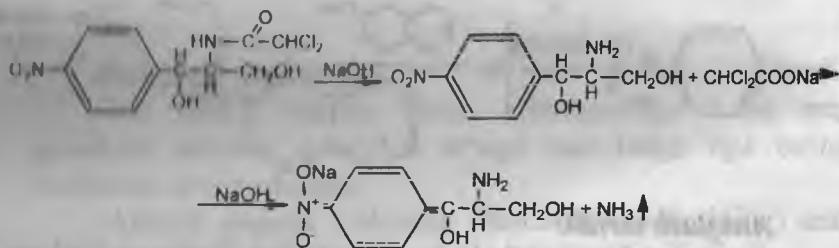
1.2.14. Nitroguruuh

1. Aromatik nitrobirikmalar sariq yoki och sariq kristall birikmalar bo'lib, nitroguruuhga 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, nitroksolina natriy gidroksid eritmasi ta'sirida hosil bo'lgan atsinitrobirikmaning rangi pushti-qizil bo'ladi:



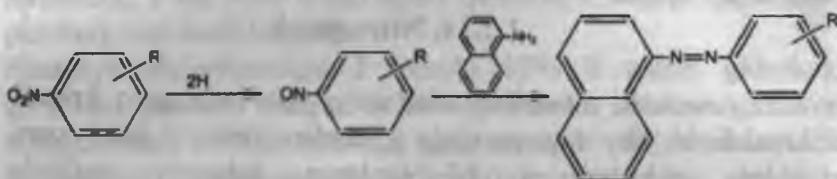
Levomitsetinga natriy gidroksid eritmasi ta'sir ettirilganda ham yuqorida ko'rsatilganiga o'xshash jarayon ketadi:



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.

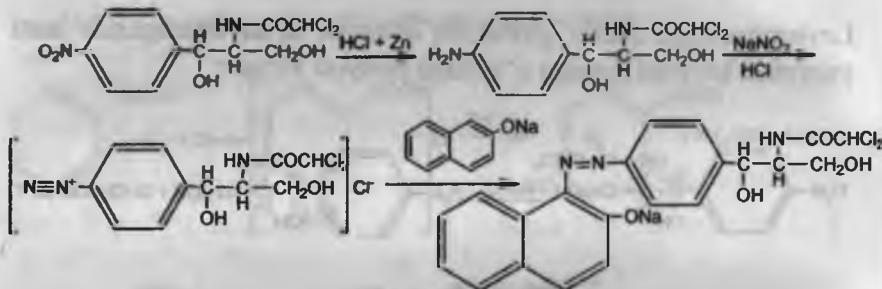
2. Aromatik nitroguruh saqlagan birikmalar uchun xos bo‘lgan reaksiyalardan biri – qaytarilish reaksiyasidir:



Aniqlash tartibi:

3. Bir necha milligramm aromatik nitrobirkmaga 2 tomchi 10%li xlорид kislota eritmasi va rux kukuni qо'shib suv hammomida 2 daqqa davomida qizdirilgach, α -naftilaminning sırka kislotadagi eritmasidan 2 tomchi solib 2 daqqa qizdirilsa, qizil rang hosil bo'ladi.

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



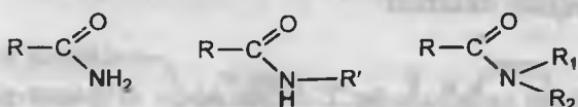
Aniqlash tartibi:

Levomitsetinning bir necha zarrachasiga 2 ml suyultirilgan xlорид kislota, 0,1 g rux kukuni qо'shib, suv hammomida 2—3 daqqa qizdiriladi.

Eritma sovitilib, 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 qо'shilsa, qizil rang hosil bo'ladi.

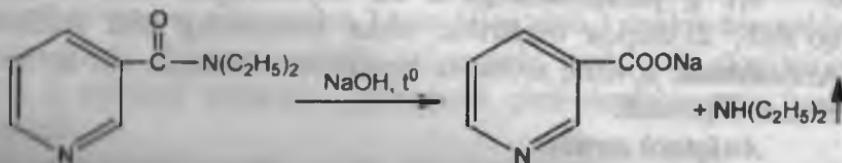
1.2.15. Amidlar

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



Uretan va ureidlar ham amidlar guruhiga kiradi.

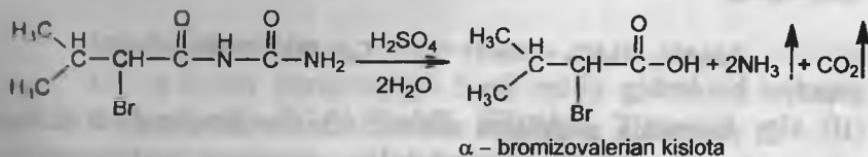
Amidlar uchun xos bo'lgan sifat reaksiyalari kislotalar yoki ishqorlar ishtirokida boradigan gidrolizlanish reaksiyasidir. Agar amid ammiak yoki boshqa uchuvchan amin qoldig'idan tarkib topgan bo'lsa, reaksiya natijasida ajralib chiqqan ammiak yoki amin hidiga ko'ra yoki qizil lakmus qog'ozining ko'k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



Antplash tartibi:

2-3 tomachi nikotin kislota dietilamidiga 3 ml natriy gidroksid eritmasi qo'shsilsa, o'ziga xos hidga ega bo'lgan dietilamin ajralib chiqadi.

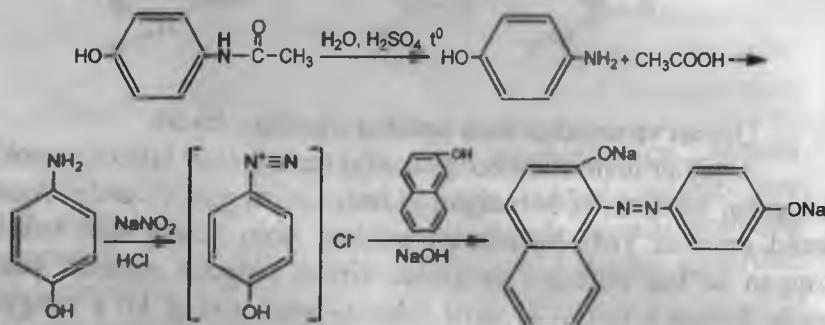
Alifatik organik kislotalar (dastlabki vakillarining) amidi kislotali gidroliz natijasida dastlabki kislotani hosil qiladi:



Aniqlash tartibi:

0,2 g bromizovalga 3 ml suv va 2 ml konsentrlangan sulfat kislota qo'shib qizdirilsa, o'ziga xos hidga ega bo'lgan α-brom izovalerian kislota ajralib chiqadi.

Kislotali gidroliz yordamida amidlarning amin qismini ham aniqlash mumkin:

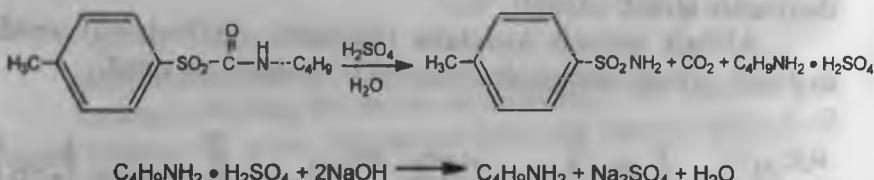


Aniqlash tartibi:

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

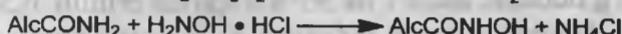
Aniqlash tartibi:

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



2. Aromatik amidlarni alifatik amidlardan farqlash uchun ular vodorod peroksid eritmasi bilan gidroksom kislotasigacha

oksidlanadi. Alifatik amidlarni gidroksom kislotusiga o'tkazish uchun ularga gidroksilamin gidroxloridning suvli yoki spirtli eritmasi ta'sir ettiriladi:



Aniqlash tartibi:

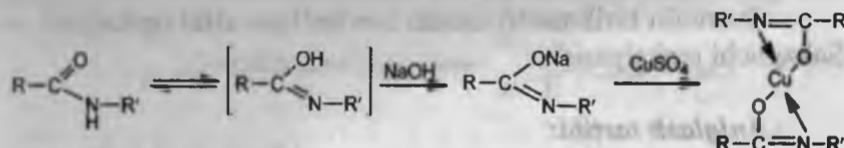
a) 50 mg aromatik amidning 2–3 ml suv bilan hosil qilgan suspenziyasiga 4–5 tomchi 6% li vodorod peroksid eritmasi qo'shib qaynaguniga qadar qizdiriladi.

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 daqiqa 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 subabli og'ir metall tuzlari bilan kompleks birikma hosil qiladi:



Aniqlash tartibi:

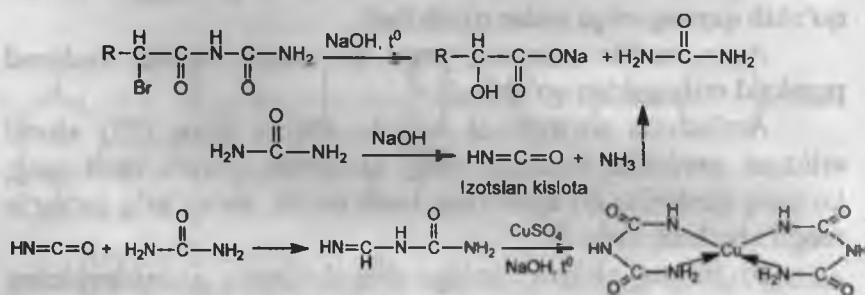
0,05 g kalsiy pangomatga 5 ml natriy gidroksid eritmasi qo'shib chayqatilgach filtrlanadi. Filtratga 3 tomchi mis (II) sulfat eritmasi tomizilsa, ko'k rang hosil bo'ladi.

Amidlarga kobalt tuzlari eritmasi bilan ham sifat reaksiyasini bajarish mumkin.

Aniqlash tartibi:

0,1 g lidokain asosi 1 ml 95% li spirtda 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 holdagi 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.

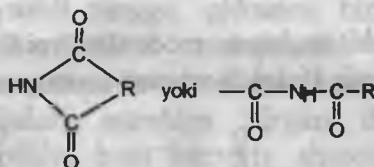
Guanidin birikmalari uchun xos bo'lgan sifat reaksiyasi — Sakaguchi reaksiyasidir.

Aniqlash tartibi:

5 ml 0,5% li streptomitsin sulfat eritmasiga 2-naftolning 40% li spirtdagi 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.

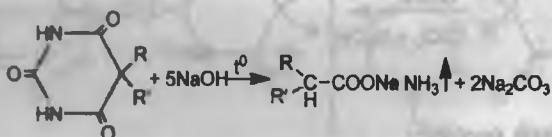
1.2.16. Imidlar

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 kislota ta'sir ettirilsa, rangsiz pufakchalar holida CO_2 va o'ziga xos hidga ega bo'lgan sirka kislotasi hosilalari ajralib chiqadi:

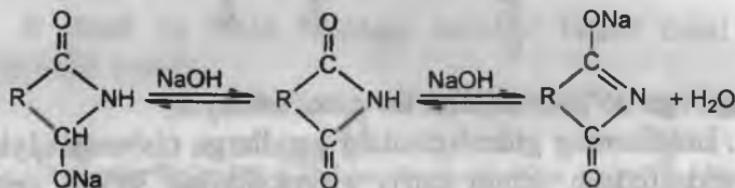


Aniqlash tartibi:

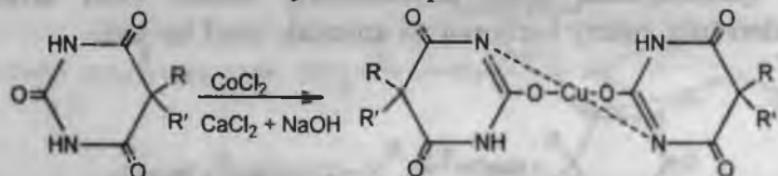
0,5 g barbamilga 2 ml 30% li natriy gidroksid eritmasidan qo'shib, qotishma hosil bo'lguniga qadar qizdiriladi. Ajralib chiqqan ammiakni o'ziga xos hidiga ko'ra yoki ho'llangan qizil lakmus qog'ozining ko'k rangga kirishi bilan aniqlanadi.

Qotishma sovitilib, 5 ml suvda eritilgach, kislotali muhit hosil bo‘lguniga qadar suyultirilgan xlorid kislota qo‘silsa, rangsiz pufakchalar ajralib chiqib, etil izoamil sirka kislotasining o‘ziga xos hidi seziladi.

2. Imid guruhi saqlagan moddalar imid-imidol tuatome-riyaga 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 kislota shakli 2 ml 95% li spirtda eritilib, 1 tomchi kalsiy xlorid, 2 tomchi kobalt nitrat va 2 tomchi natriy gidroksid eritmalaridan qo‘silsa, ko‘k-binafsha rang hosil bo‘ladi.

Barbituratlar kaliy gidrokarbonat va kaliy karbonat eritmalarini ta’sirida mis (II) sulfat eritmasi bilan ham rangli cho‘kma holidagi kompleks birikmalar hosil qiladi.

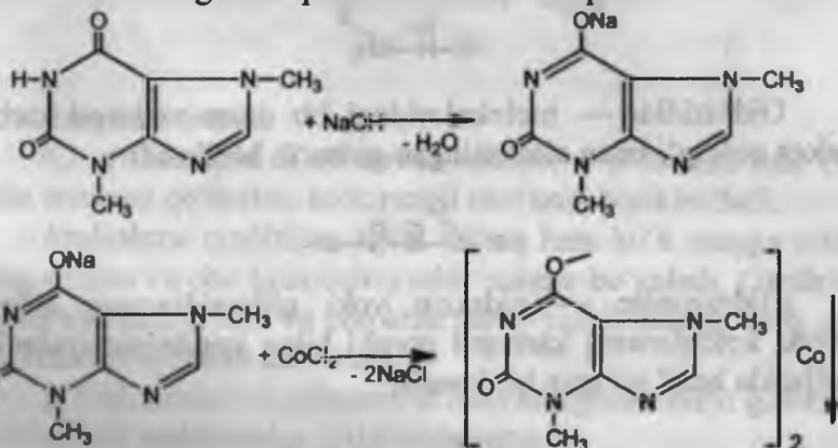
Aniqlash tartibi:

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

Ko‘pincha imidlarning chinligini 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 hidroksid eritmasi qo'shib, 2–3 daqiqa davomida chayqatib filtrlanadi. Filtratga 3 tomchi kobalt xloridning 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.

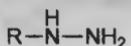
Aniqlash tartibi:

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

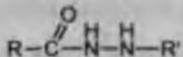
b) Riboflavinning bir necha zarrachalariga 3–4 tomchi kumush nitrat eritmasi tomizilsa, qizil-pushti rangli kompleks birikma hosil bo‘ladi.

1.2.17. Gidrazin, gidrazid va gidrozonlar

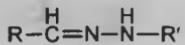
Gidrazinlar — molekulasidagi bir atom vodorod alkil yoki aril radikali bilan almashingan gidrazin hosilalaridir:



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:

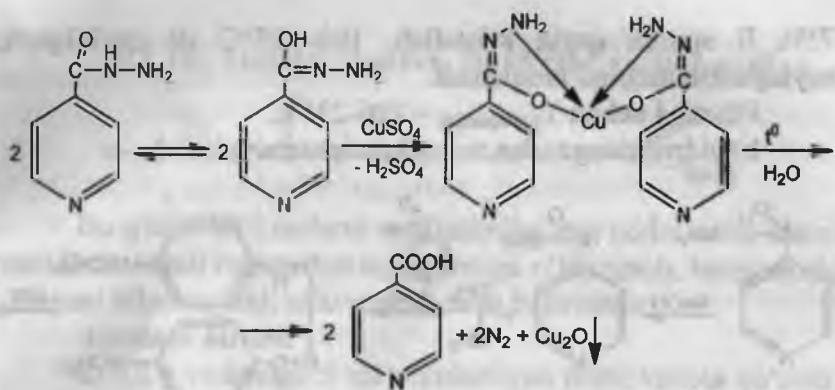


Gidrazin, gidrazon va gidrozidlar qaytaruvchilar sifatida oksidlanish-qaytarilish reaksiyasiga kirishadi.

Aniqlash tartibi:

0,1 g fenelzin (fenitilgidrazin gidrosulfat) 5 ml suvda eritilib, 5 mol/l li natriy gidroksid eritmasidan bir necha tomchi va 1 ml Felling reaktivи 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 metall yoki metall oksidi cho‘kmaga tushadi:



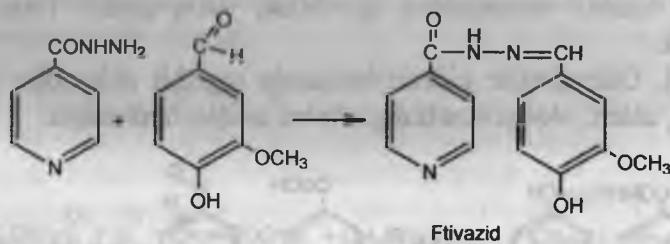
Aniqlash tartibi:

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.



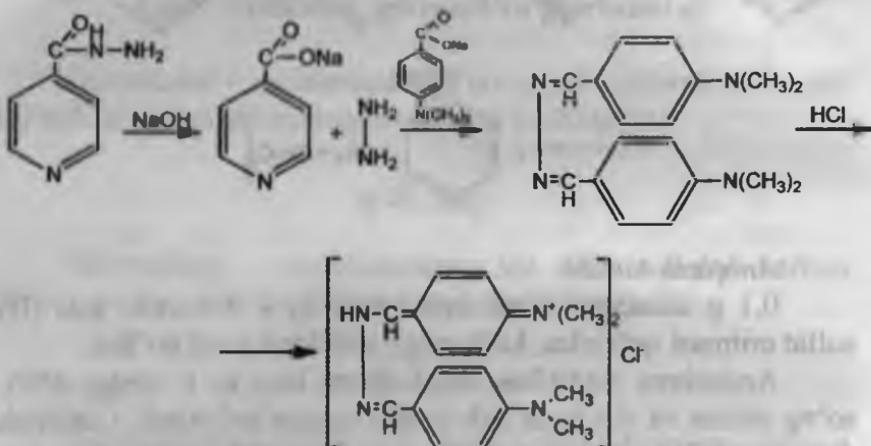
Aniqlash tartibi:

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 spirtda qayta kristallab, 100–105°C da quritilgach, suyuqlanish harorati aniqlanadi.

Ftivazid uchun $T_{\text{suyuqlanish}}$ – 226–231°C.

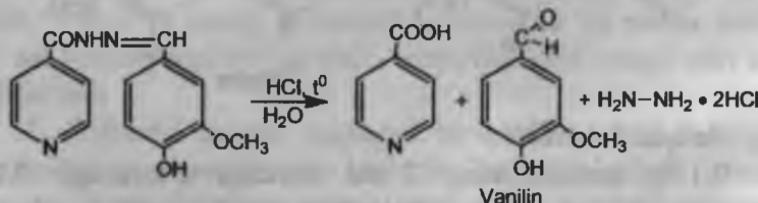
b) gidrolizlangandan so'ng kondensatsiyalanish.



Aniqlash tartibi:

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

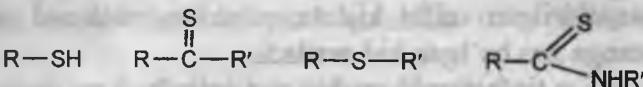
4. Gidrozonlar gidrolizlanganda tegishli aldegidlar ajralib chiqib, ularni o'ziga xos hidiga ko'ra aniqlash mumkin:



Aniqlash tartibi:

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

1.2.18. Tiollar, tionlar, tioefirlar va tioamidlar



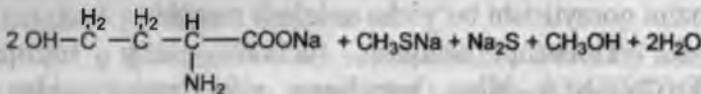
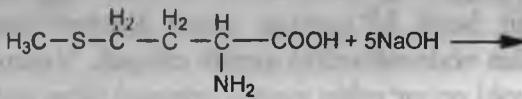
Bu guruh birikmalarni aniqlashning eng oddiy usuli ularni oksidlash orqali minerallab sulfat ioniga o'tkazgach, bariy xlorid eritmasi bilan tegishli sifat reaksiyasini bajarishdir.

Aniqlash tartibi:

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

b) 20 mg propiltouratsilga 8 ml bromli suv qo'shib, eritma rangsizlanguniga qadar qaynatilgach, sovitilib, 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:



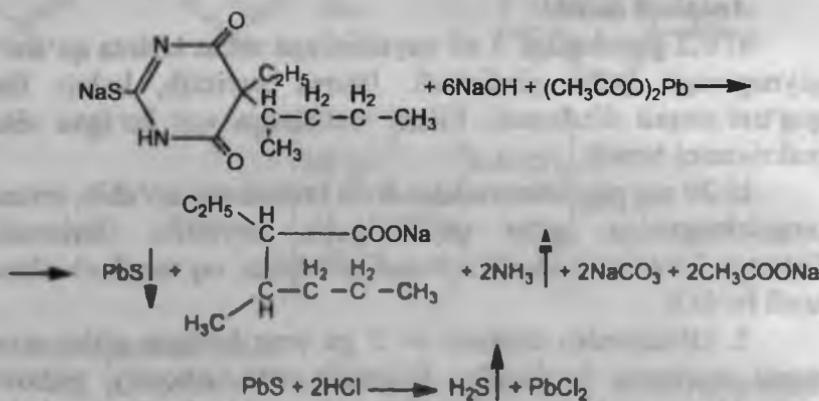
Aniqlash tartibi:

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'ozni bilan

bekitilsa, qog'ozda qizil-binafsha rang hosil bo'ladi. Qotishma sovitilib 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 tiofosfamid 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 thiopental-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 sovitib, kislotali muhit hosil bo'lguniga qadar konsentrangan xlorid kislota 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;

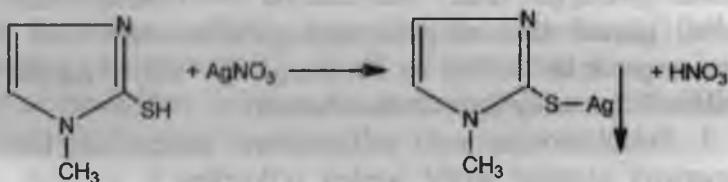
b) 0,02 g merkazolil 1 ml suvda eritilib, 1 ml natriy gidroksid eritmasi qo'shib, chayqatiladi. Aralashmaga 3 tomchi natriy nitroprussid eritmasi qo'shilsa, bir necha daqiqadan so'ng yashilga o'tuvchi sariq rang hosil bo'ladi. Unga 1 ml sirka kislota solinsa, och-ko'k rangga o'tadi.

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

Aniqlash tartibi:

Probirkaga 10 mg tioguanidin va 10 mg natriy formiat solinib, ehtiyyotlik bilan suyuqlanguniga qadar qizdiriladi. Qo'rg'oshin atsetat bilan ho'llangan qog'ozdan qora rangga kirituvchi gaz ajralib chiqadi.

4. Tiollar spirtlar kabi kuchsiz kislotali xossani namoyon etib, og'ir metall tuzlari bilan kompleks birikmalar hosil qiladi. Tioamidlar ham bu reaksiyani berib, kompleks hosil bo'lishida oltingugurt atomining erkin just 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-etylpiridin-4-karbotiamid)ning 5 ml metanololdagi 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 bergen birikmasiga ko'ra ham aniqlash mumkin.

Aniqlash tartibi:

a) 0,1 ml dimerkaptolning [(R, S)-2, 3-dimer-kaptopropanol] 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 eritlganda sariq-qo'ng'ir rang hosil bo'ladi.

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

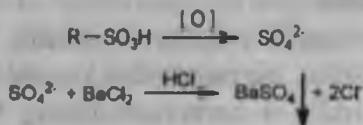
Aniqlash tartibi:

5 mg karbimizol (etyl-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

Sulfakislotalar umumiyligi formulasi $R-SO_3H$ bo'lgan birikmalar bo'lib, kimyoiy xossalari ko'ra kuchli organik kislotalar guruhi kiradi. Sulfamidlar — sulfokislotalardagi gidroksil guruhi ammiak yoki aminga almashinishidan hosil bo'lgan organik birikmalar bo'lib, ularga $R-SO_2NH_2$ yoki $R-SO_2NH-R'$ umumiyligi formula mos keladi.

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



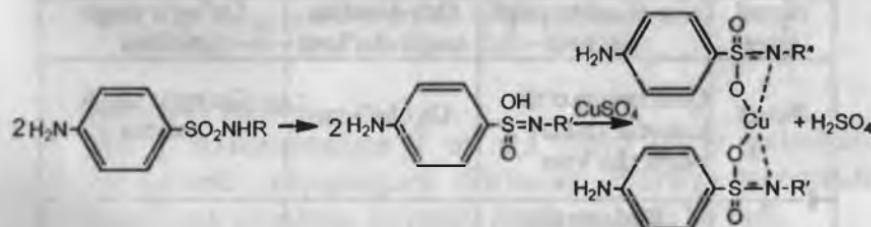
2. Sulfokislotalar yoki ularning amidlari kislotali xossani namoyon etganligi sababli og'ir metallarning tuzlari ta'sirida rangli kompleks birikmalar hosil qiladi.

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 kislota qo'shilganda eriydi.

Aksariyat dori moddalar tarkibida sulfamidlar, para aminobenzolsulfamid (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:

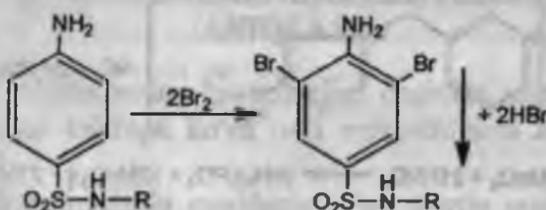
0,1 g sulfanilamid guruhiga kirgan dori moddasiga 3 ml 0,1 mol/l li natriy gidroksid eritmasi solib chayqatilgach filtrlanadi. Filtrat 3 qismga bo'linib, birinchisiga — temir (III) xlorid, ikkinchisiga — kobalt (II) xlorid va uchinchisiga — mis (II) sulfat eritmalaridan 2–3 tomchi tomizilganda, rangli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

Sulfanilamid preparatlarining og'ir metall tuzlari bilan hosil qiladigan rangli birikmalari

Preparatning nomi	Reaktivlar va reaksivaning natijasi		
	Mis (II) sulfat eritmasi	Kobalt xlorid eritmasi	Vodorod peroksid va temir (III) xlorid eritmasi
Streplotsid	Och-yashil va bir oz havo rangli cho'kma	Ko'kimtir havo rangli cho'kma	Qo'ng'ir cho'kmaga o'tuvchi to'q-qizil rangli modda

Uroksin		—	—
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	Xira 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 xira 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
Sulfamono metoksin	Yashil rangli cho'kma	Pushti rangli cho'kma	Sarg'imlir-pushti rangli birikma
Sulfadimetoksin	Yashil cho'kma	Och-binafsha rangli cho'kma	Och jigar rangli birikma
Sulfalen	Yashil-havo rangga o'tib ketuvchi xira yashilroq cho'kma	Oq-cho'kma	Qo'ng'ir rangli birikma
Salazodimotoksin	Yashil sarg'imir cho'kma	—	—

3. Sulfanilamidlardagi amin guruhi birinchi tur o'rinxbosari 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.

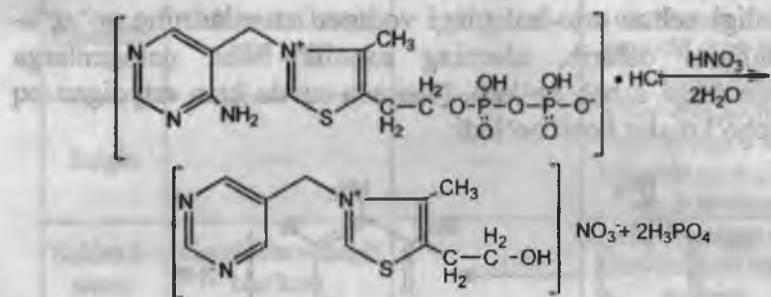
4. Sulfanilamid guruh dori moddalarning chinligini termik parchalanish reaksiyasi orqali ham aniqlash mumkin. Dori modda quruq probirkaga solib qizdirilsa, rangli qotishma hosil bo'lib, o'ziga xos hidga ega bo'lgan ammiak, vodorod sulfid, anilin kabi moddalar ham ajralib chiqadi.

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 minerallash orqali fosfat ioniga o'tkazilgandan so'ng aniqlanadi. Fosfotiamin suyultirilgan nitrat kislotada eritilgach, kokarbaksilaza esa konsentrangan nitrat kislotasi bilan 5 daqiqa davomida qaynatilgach, ammoniy molibdat eritmasi bilan fosfat ioniga reaksiya qilinadi:



II BO'LIM

DORI VOSITALARI TAHLLILIDA

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 daqiqa davomida chayqatiladi. Bunda modda dastlab maydalab olingan bo'lishi ham mumkin.

Erishti uchun 10 daqiqadan ko‘p vaqt kerak bo‘ladigan, sekin eriydigan moddalar uchun 30°C gacha suv hammomida isitishga yo‘l qo‘yiladi. Bunda eritmani $20\pm2^{\circ}\text{C}$ gacha sovitib, 1–2 daqiqa 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	Qay- noq suv	etanol	efir	Xloro- form	natriy gidrok- sid eritmasi	suyulti- rilgan xlorid kislota
Atsetilsalitsil kislotasi	100–1000		1–10	1–30	1–30	1–30	
Benzoy kislotasi	100–1000	10–30	1–10	1–10	1–10		
Salitsil kislotasi	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 siford			100–1000				
Ximik hidroxolrid	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 etalonini bilan solishtiriladi. Solishtirish 40 W li elektr chirog'i yorug'ligida, qora fonda, nuring to'g'ri tushish holatida amalga oshiriladi.

Eritmalarning loyqalik darajasini aniqlash uchun loyqalik etalonlaridan foydalaniladi.

2.2.1. 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 soat qoldiriladi. Ishchi etalon og'zi mahkam berkitiladigan idishlarda saqlanadi. Yaroqlilik muddati — 2 oy.

4. Asosiy etalonni tayyorlash: 15 ml ishchi eritma o'lchov kolbasida 1 l gacha suv bilan suyultiriladi. Asosiy etalonning yaroqlilik muddati — 24 soat.

5. Etalon eritmalarini tayyorlash: I, II, III, IV sonli etalon eritmalarini tayyorlash uchun pipetka yoki byuretka yordamida 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga jadvalda ko'rsatilgan miqdordagi asosiy etalon o'lchab olinib, belgisigacha suv bilan suyultiriladi. Bu etalonlar yangi tayyorlangan holda ishlataladi.

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

	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 tekshiriluvchi eritmaning rangini tegishli etalon eritmasining rangi bilan solishtirish orqali amalga oshiriladi.

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

2.3.1. Ranglilik etalonlarini tayyorlash

Ranglilik etalonlari uch bosqichda tayyorlanadi.

1. Ishchi eritmalarini 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'lcov 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'lcov 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'lcov 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'lcov kolbasida 0,1 mol/l li sulfat kislotada eritilib, belgisigacha suyultiriladi.

Ishchi eritmalarining yaroqlilik muddati 1 yil.

2. Asosiy eritmalarini tayyorlash:

Asosiy eritmalar ishchi eritmalarini quyidagi ko'rsatilgan nisbatda aralashtirish orqali tayyorlanadi:

A NORIV eritmalarini jumlasi	A eritma, ml	B eritma, ml	D eritma, ml	E eritma, ml	0,1 mol/l li sulfat kislota eritmasi
I	15,00	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

Asosiy eritmalarining saqlanish muddati — 1 yil.

2.3.2. Ranglilik etalonlari

Ranglilik etalonlari asosiy eritmalarini 0,1 mol/l li sulfat kislota eritmasi bilan suyultirish orqali tayyorlanadi. Etalonlar 5 ml hajmli probirkalarda og'zi mahkam berkitilgan holda yoki

umpulalarda yorug'lik nuridan ehtiyotlagan holda saqlanadi.

1, 2, 3, 4-sonli ranglilik etalonlarining saqlanish muddati — 4 kun, 5, 6, 7-sonli etalonlarni esa ishlatalish oldidan tayyorlanadi.

Tekshiriluvchi eritma bilan ranglilik etalonini solishtirilganda etalon eritmaning soni va shkalasi ko'rsatiladi.

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

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

2.3.3. Eritmalarning ranglilik darajasini aniqlash

Rossiya farmakopeyasining XII nashri va Yevropa farmakopeyasi talabiga ko'ra eritmalarning rangsizligi va ranglilik darjasini quydagicha aniqlanadi.

Axromatizm yoki rangning bo'lmasligi – bu tekshiriluvchi eritmaning ko'rinaligan nur sohasida absorbsiya hodisasini yo'qligini anglatadi. Eritmaning rangini vizual baholashda, uning ranglar intensivligiga bog'liq holda maqolada ko'rsatilgan ikki

unidan biri foydalilanadi. Agar eritmalar rangi suvning rangidan farqlanmasa, demak bu eritma rangsiz hisoblanadi yoki etalon B 9 ga nisbatan ham tekshiriladi.

Bunda eritma rang intensivligi etalon B 9 ga nisbatan oshimasiagi kerak.

1-usul

Tajriba bir xil probirkalarda olib boriladi. Probirkalar rangsiz, tiniq neytral shishadan yasalgan bo'lib, ichki diametri 12 mm atrofida bo'lishi zarur.

Tekshiriluvchi eritma suv, erituvchi yoki solishtiriluvchi etalon eritmalar 2,0 ml dan bir xil hajmda maqolada keltirilgandek olinadi. Eritmalar rangi quyosh nurida, oq fonda gorizontal holatda solishtiriladi (1–3 etalonlar).

2-usul

Tajriba bir xil probirkalarda olib boriladi. Probirkalar rangsiz, tiniq neytral shishadan yasalgan bo'lib, ichki diametri 12–25 mm bo'lishi zarur. Tekshiriluvchi eritma – suv, erituvchi yoki solishtiriluvchi etalon eritma 40 mm balandlikda solinadi. Eritmalar rangi quyosh nurida, oq fonda probirkalar o'qi bo'yab vertikal holatda solishtiriladi(4–9 etalonlar).

2.3.4. Ishchi eritmalarining tayyorlanishi

1. Sariq rangli eritma. 46 g (aniq tortim) temir (III) xlorid ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; Mm 270,30) 1000 ml hajmli o'chov kolbasida 900 ml aralashmada eritiladi. Aralashma 25 ml konts. xlorid kislota va 975 ml suvda tayyorlanadi. Eritma hajmi shu aralashma bilan belgisigacha yetkaziladi. 1 ml dagi temir (III) xloridning miqdori aniqlanadi. Bunda temir (III) xloridning miqdori 1 ml da 45,0 mg tashkil qilishi kerak.

Eritma yorug'likdan saqlangan joyda saqlanadi. Miqdoriy tahlil: 10.0 ml temir xlorid eritmasidan 250 ml li konus ko'baga solinadi, unga 15 ml suv, 5 ml konsentrangan xlorid kislota va 4 g kaliy yodid qo'shiladi, chayqatiladi, probka yordamida yopiladi va 15 daqiqaga qorong'i joyga qo'yiladi, so'ngra 100 ml

muv qo'shilindi. Ajralib chiqqan yod 0,1M natriy tiosulfat eritmasi bilan titrlanadi.

Titrlash jarayonning oxirida indikator sifatida kraxmal eritmasi solinadi.

1ml 0,1M li natriy tiosulfat eritmasiga 27,03 ml temir (III) xlorid eritmasi to'g'ri keladi ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).

2. Qizil rangli eritma. 60 g (aniq tortim) maydalangan kobalt (II) xlorid ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; M.m 237,93) 900 ml aralashmada eritiladi. Aralashma 25 ml konsentrangan xlorid kislota va 975 ml suvdan 1000 ml hajmli kolbada tayyorlanadi va aralashma yordamida eritma hajmi belgisigacha yetkaziladi. Kobalt xlorid eritmasining hajmi shu aralashma bilan suyultiriladi. Bunda 1ml eritmada kobalt xloridning miqdorini 59,5 mg ni tashkil qilishi kerak.

Miqdoriy tahlil. 5,0 ml kobalt xlorid eritmasi 250 ml hajmli shisha probkali konik kolbaga joylashtiriladi, unga 5 ml 3% vodorod peroksid eritmasi va 30 ml 10% natriy gidroksid eritmasi qo'shiladi. Aralashma teskari muzlatkich yordamida 10 daqiqa qaynatiladi, so'ngra xona haroratigacha sovitiladi va 60 ml 1M sulfat kislota eritmasi va 2 g kaliy yodid qo'shiladi. Kolba berkitiladi va sekin aralashtirib turib cho'kma eritiladi. Ajralib chiqqan yod 0,1M natriy tiosulfat eritmasi bilan och pushti ranggacha titrlanadi, indikator sifatida titrlashning oxirida 0,5 ml kraxmal eritmasi qo'shiladi.

2) bir vaqtning o'zida nazorat tajribasi ham o'tkaziladi.

1 ml 0,1M natriy tiosulfat eritmasi 23,79 mg kobalt (II) xloridga to'g'ri keladi ($\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).

3. Ko'k rangli eritma. 63 g (aniq tortim) mis (II) sulfat $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$; M.m 249,68) 900 ml aralashmada 25 ml konsentrangan xlorid kislota va 975 ml suvdan iborat bo'lgan aralashma bilan 1000 ml hajmli kolbada eritiladi va eritma hajmi kolba belgisigacha shu aralashma bilan yetkaziladi. 1 ml eritmadagi mis sulfat miqdori tahlil qilinadi. Bunda 1 ml eritmadagi mis sulfat miqdori 62,4 mg ni tashkil etishi zarur.

Miqdoriy tahlil. 10,0 ml mis sulfat eritmasi 250 ml hajmli shisha tiginli kolbaga solinadi, unga 50 ml suv, 12 ml 2M chumoli kislota eritmasi va 3 g kaliy yodid qo'shiladi. Aralashma chayqatiladi va ajralib chiqqan yod 0,1 M natriy tiosulfat eritmasi bilan och jigarranggacha titrlanadi, titrlash oxirida indikator sifatida 0,5 ml kraxmal eritmasi ishlatiladi.

1 ml 0,1 M natriy tiosulfat eritmasining 24,97 mg mis (II) sulfatga to'g'ri keladi ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) tayyorlangan boshlang'ich va standart eritmalar probkali idishda quruq joyda (20 ± 3) haroratda saqlanadi. Boshlang'ich va standart eritmalarni saqlanishi muddati 1 yil.

Boshlang'ich va standart eritmalarni saqlash jarayonida foydalanishdan avval ularda cho'kma loyqalanishning yo'qliliga ishonch hosil qilish zarur. Agar bu kamchiliklar borligi aniqlansa, eritmalar yangi tayyorlangan eritmалarga almashtiriladi.

2.3.5. Standart eritmalarini tayyorlash

Standart eritmalar, ya'ni temir xlorid, kobalt xlorid va mis sulfatning 1 % li xlorid kislotosi bilan bo'lgan aralashmasidan olingan eritmalar 16.1-jadvalda keltirilgan.

16.1- jadval

Standart eritmalar

Standart eritmalar	Boshlang'ich sariq rangli eritma, ml	Boshlang'ich qizil rangli eritma, ml	Boshlag'ich havorangli eritma, ml	1% li xlorid kislota eritmasi, ml
B (jigarrang)	30	30	24	16
BY(sariq-jigar rang)	24	10	4	62
Y(sariq)	24	6	0	70
GY (sariq-yashil)	96	2	2	0
R (qizil)	10	20	0	70

2.3.6. Etalonlarni tayyorlanishi

Etalonlar 5 ta standart eritmadan, ularning 1% li xlорид kislotasi bilan suyultirish yordamida tayyorlanadi.

Boshlang'ich va standart eritmalarning shkalalarini tayyorlashda o'lchab olish uchun, 0,02 ml aniqlikkacha kalibrlangan pipetkalar yoki byuretkalar ishlataladi.

Suyuqliklarning ranglilik darajasini 1-usul bo'yicha aniqlash etalonlari 12 sm diametrli rangsiz shisha ampulalarida qorong'u joyda 1 yil davomida saqlanadi. Suyuqliklarni ranglilik darajasini 2-usul bo'yicha aniqlash etalonlari foydalanishdan oldin tegishli standart eritmalaridan o'z vaqtida tayyorlanadi.

Ranglilik etalonlarini tayyorlash uchun komponentlar miqdori 16.2–16.6- jadvallarida keltirilgan.

16.2 - jadval

Jigarrangli etalon eritmalar (B shkala)

B shkala etalonlari	B standart eritma, ml	1% xlорид kislotasi eritmasi, ml
B1	75,0	25,0
B2	50,0	50,0
B3	37,5	62,5
B4	25,0	75,0
B5	12,5	87,5
B6	5,0	95,0
B7	2,5	97,5
B8	1,5	98,5
B9	1,0	99,0

16.3 - jadval

Jigarrang sariq rangli etalon eritmalar (BY shkala)

BY shkala etalonlari	BY standart eritma, ml	1% li xlорид kislotasi eritmasi, ml.
BY1	100,0	0,0
BY2	75,0	25,0
BY3	50,0	50,0
BY4	25,0	75,0
BY5	12,5	87,5
BY6	5,0	95,0
BY7	2,5	97,5

16.4 -jadval

Sariq rangli etalon eritmalar (Y shkala)

Y shkala etalonlari	Y standart eritma, ml	1% li xlorid kislota eritmasi, ml.
Y1	100,0	0,0
Y2	75,0	25,0
Y3	50,0	50,0
Y4	25,0	75,0
Y5	12,5	87,5
Y6	5,0	95,0
Y7	2,5	97,5

16.5 -jadval

Yashil -sariq rangli eritmalar (GY shkala)

GY shkala etalonlari	GY standart eritma, ml	1% li xlorid kislota eritmasi, ml.
GY1	25,0	75,0
GY2	15,0	85,0
GY3	8,5	91,5
GY4	5,0	95,0
GY5	3,0	97,0
GY6	1,5	98,5
GY7	0,75	99,25

16.6-jadval

Qizil rangli etalon eritmalar (R shkala)

R shkala etalonlari	R standart eritma, ml	1% li xlorid kislota eritmasi, ml.
R1	100,0	0,0
R2	75,0	25,0
R3	50,0	50,0
R4	37,5	62,5
R5	25,0	75,0
R6	12,5	87,5
R7	5,0	95,0

Eritmalarning ranglilik darajasini (B, BY, Y, GY, R) bo'yicha aniqlashda 1-usul bo'yicha olib boriladi; B 4-9, (BY, Y, GY, R) 4-7 eritmalarini qo'llaganda 2- usuldan foydalaniladi. Tekshiriluvchi eritmaning rang intensivligi tegishli etalon eritmasidan oshmasligi kerak.

Tekshiriluvchi eritmaning rangi tegishli etalon eritmasiga maksimal darajada yaqin bo'lishi kerak.

Tekshiriluvchi eritmani tegishli etalon bilan solishtirganda, etalonning sonidan tashqari shkala harfi ko'rsatiladi. Masalan, eritmaning rangi etalon B7 oshmasin.

Zarur hollarda boshqa etalonlar ishlatalishi mumkin, rangli shkalalarning standart eritmalarini aniq ko'rsatilgan hajmlarda aralashtirish yo'li bilan tekshiriluvchi eritma ranggiga yaqinlashguncha etalon eritma tayyorlanadi.

Eritmalarning rangini aniqlashda spektrofotometrik usuldan foydalanish mumkin, buning uchun: kuzatiladigan ko'rinvchi soha to'lqin uzunligidagi maksimum nur yutish ko'rsatkichi, kyuveta qalinligi va ruxsat etilgan chetlanishlari bilan keltirilgan optik zichlik xususiy farmakopeya maqolasida ko'rsatilgan bo'lishi kerak.

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'imasligi talab etiladi.

Suyuqlanishning boshlanish harorati yoki tugashi harorati noaniq bo‘lgan taqdirda, suyuqlanishning boshlanish yoki tugash 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 maydalananadigan qattiq moddalar uchun.

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

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

1- 1 a - va 2 - usullar bilan suyuqlanish harorati ikki turdag'i uskunalar yordamida aniqlanadi.

Birinchi turdag'i 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‘rnataladigan moslama;
- 5) kapillarlar o‘rnataladigan moslama;
- 6) 0,5°C dan graduirlangan qisqartirilgan termometr;
- 7) elektr qizdirgichdan iborat qizdirish manbayi;
- 8) uzunligi 20 sm li kapillarlar.

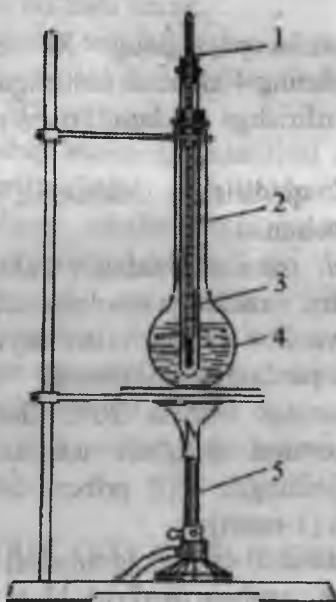
Ikkinci turdag'i uskuna quyidagi qismlardan iborat:

1) haroratga chidamli shishadan yasalgan, hajmni 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

yetmydigan, diametri 2,0 – 2,5 sm, haroratga chidamli shishadan tayyorlangan probirka;

- 3) 0,5°C dan graduirlangan shisha termometr;
- 4) qizdirish manbayi (elektr qizdirgich yoki gaz gorelkasi);
- 5) kapillarlar.



1-rasm. Suyuqlanish haroratini o'chashga mo'ljallangan qurilma: 1-simobli termometr; 2-haroratga chidanli shishadan yasalgan probirka; 3-aniqlanuvchi modda solinjan kapillar; 4-yumaloq tubli kolba; 5-sindirish manbayi.

Kolba yumaloq qismining $\frac{3}{4}$ hajmiga suyuqlik bilan to'ldirilib, bu suyuqliklar quyidagilar bo'lishi mumkin:

1. Vazelin moyi yoki siyiq silikonlar.
2. Suyuqlanish harorati 80°C dan 260°C gacha bo'lgan moddalar uchun – konsentrangan sulfat kislota.
3. Suyuqlanish harorati 260°C dan yuqori moddalar uchun

– 3 qism kaliy sulfat va 7 qism konsentrangan 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, $100\text{--}105^{\circ}\text{C}$ da 2 soat quritiladi yoki sulfat kislota solingan eksikatrodga 24 soat saqlanib quritilgach, bir uchi berkitilgan, diametri $0,9\text{ -- }1,0$ mm, shishaning qalinligi $0,1$ mm dan $0,15$ mm gacha bo‘lgan kapillarga solinadi.

Bu kapillarlarning uzunligi PTP uskunasida aniqlash uchun 20 sm, ikkinchi uskunada aniqlash uchun esa $6\text{ -- }8$ 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 qatlaming balandligi 3 mm bo‘lib, modda solingan kapillar aniqlashdan avval eksikatorda saqlanadi.

Ikkinci usulda ichki probirkasining tubidan 1 sm masofaga termometr joylashtiriladi.

Ikkala uskunada ham dastlab yuqori tezlikda, suyuqlanishga 10°C qolganidan boshlab esa sekinlik bilan qizdiriladi. Moddaning mo‘ljallanayotgan suyuqlanish haroratiga 10°C qolganda uskunaga aniqlanuvchi modda solingan kapillarlar o‘rnataladi. Kapillarlar tubi termometrdagi simob sharchaning o‘rtasida turadigan qilib joylashtiriladi.

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

1a-usulda qizdirish tezligi daqqaiga $2,5\text{ -- }3^{\circ}\text{C}$ etib belgilangan. Bir necha marta aniqlash natijasida olingan (bir-

biridan 1°C dan ko‘pga farqlanmaydigan) qiymatlarning o‘rtacha urismetigi moddalarning suyuqlanish harorati deb belgilanadi.

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.

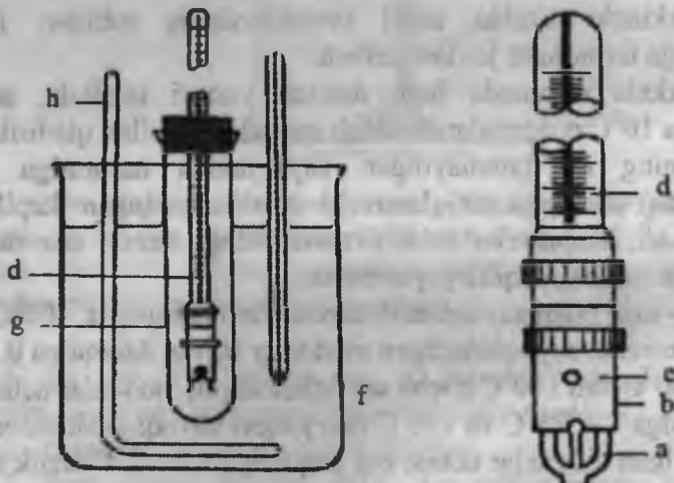
b) qattiq moddalar uchun: aniqlanuvchi modda iloji boricha past haroratda suv hammomida suyultirilgach, kapillarga olinib, 0°C haroratda 2 soatga qoldiriladi.

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 foydalaniлади (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 o'rnatilgach, termometrning simob sharchasi moddaga o'rnashishi natijasida aniqlanuvchi moddaning ortiqchasi gilza tirqishdan chiqib ketadi. Gilza yaxshilab artilgach, uzunligi 19–21 sm, diametri 4–4,5 sm bo'lgan probirkaning tubidan 2,5 sm yuqoriga o'rnatiladi. Probirka 2/3 qism suv bilan to'latilgan 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 daqiqasiga 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 o'tishidagi qisqa vaqt oralig'idagi doimiy, eng yuqori harorat *qotish harorati* deyiladi.

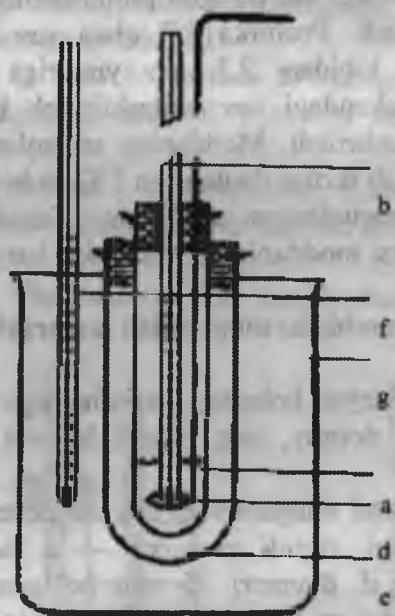
Qotish harorati aniqlanuvchi uskuna devorlari qalin, ichki diametri 20 ± 1 mm, tinqinli probirka — a, termometr — b, aralashtirgich — d, diametri 35 mm bo'lgan devorlari qalin tashqi probirka — e va 1000 ml hajmli stakan — f dan iborat (3-rasm).

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'rtaida turadigan qilib termometr o'rnatiladi. So'ngra probirka modda bilan birgalikda tashqi probirkaga

moddani, harorati kutilayotgan qotish haroratidan 5°C ga jori suyuqlik solingen stakanga joylashtiriladi. Aniqlanuvchi moddani aralashtirib turilib, har 30 soniyada harorat kuzatib boriladi.

Dastlab, haroratning sekinlik bilan pasayishi qattiq faza hosil bo'lgach, ma'lum muddatga doimiy qolishi, so'ng yana pasayishi kuzatiladi. Moddaning qotishi boshlangan dastlabki harorat aniqlanib, qotish harorati deb belgilanadi.



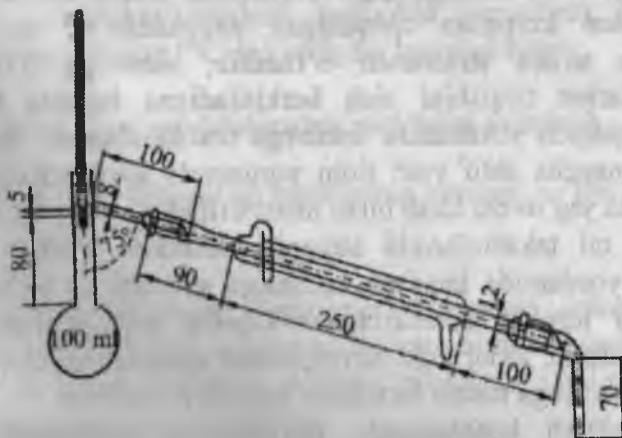
3-rasm. Qotish haroratini aniqlash uskunasi. a—devorlari qalin shishadan yasalgan ichki probirkab—termometr; d—aralashtirgich; e—tashqi probirka; g—stakan; f—stakandagi suyuqlikning haroratini o'chaydigan termometr.

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

2.4.3. Moddaning qaynash haroratini aniqlash

Qaynash harorati – moddaning normal bosim ostida 101,325 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):



4-rasm. Qaynash haroratini aniqlovchi uskuna

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

2. Haroratga chidamli shishadan tayyorlangan sovitkich. Sovitkichdan chiqqan naycha yig‘uvchi kolbaga tushirish uchun qayrilgan bo‘lishi yoki sovitkich 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. U, °C dan graduriangan termometr.

5. O'rnatida diametri 2 – 3 sm tirkishli bo'lgan 12x12 sm
■ Ichchiali, qalinligi 3 mm asbest karton.

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

7. Haydash kolbasi va sovitkichni mahkamlash uchun
ikkita shtativ.

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 tirkishini zinch berkitiladigan holatda haydash
kolbasi qisqich yordamida shtativga mahkamlanadi. Kolbadan
chiqqan naycha shlif yoki tiqin yordamida sovitkich esa alonj
yordamida yig'uvchi idish bilan tutashtiriladi.

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

Qizdirish boshlangach, qaynashning boshlanish holati
belgilab olinadi va qizdirish daqiqasiga 3 – 4 ml suyuqlik
haydaladigan qilib moslanadi. Olingan suyuqliknинг 95%
haydalgach, qaynashning tugash harorati aniqlanadi.

Kuzatilgan qaynash harorati formula yordamida normal
atmosfera bosimiga qayta hisoblanadi:

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

bunda:

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, $^{\circ}\text{C}$	K ning qiymati
0°C dan past	0,04
100°C dan 140°C gacha	0,045
141°C dan 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,

$$p = m/V$$

formula bilan ifodalanadi. Agar modda massasi grammlarda, 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, tinqin bilan berkitilgach, harorati 20°C bo'lgan termostatda 20 daqiqaga qoldiriladi. Piknometrдagi ortiqcha suv pipetka yoki filtr qog'oz yordamida belgisigacha keltirilib tinqin bilan berkitilgach, yana 10 daqiqaga termostatga qo'yilib, filtr qog'oz bilan yaxshilab artilgach tortiladi.

Piknometrдagi suv to'kilib, bo'sh piknometr avval spirt, so'ng efir bilan chayilib quritiladi. Piknometri qizdirish orqali quritish tavsiya etilmaydi.

No'ng piknometrga tekshiriluvchi suyuqlik quyilib, yuqorida ko'rsatilgan ishlar bajarilgach tortiladi.

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

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

bunda:

m – bo'sh piknometrning grammlardagi massasi;

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

m_2 – tekshiriluvchi suyuqlik solingan piknometrning massasi;

$0,9973 - 20^\circ\text{C}$ dagi suvning zichligi;

$0,0012 - 20^\circ\text{C}$ haroratda $101,3 \text{ kPa}$ (760 mm sim. ust.) barometrik bosimdagagi havoning zichligi.

2-usul. Bu usulda suyuqliklarning zichligini $0,01$ aniqlikda o'lhash 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'lhash $3-4$ daqiqadan so'ng bajarilib, qiymat suyuqlikning pastki meniskidan hisoblanadi.

Uchuvchan eritmalarining 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 1/3 qismigacha hajmni egallaydigan miqdorda solinadi. Bir songra tizqisiz issiq suv hammomiga qo'yiladi va 20°C gacha sovitilib 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.

$$\rho_{20} = \frac{(m_2 - m) \cdot 0.9973}{(m_1 + m) - (m + m_3)} + 0,0012$$

bunda:

m – bo'sh piknometming grammgardagi massasi;

m_1 – tozalangan suv bilan to'dirilgan piknometning grammardagi massasi;

m_2 – piknometming undagi yog' yoki mum bilan birlgilikda grammardagi massasi;

m_3 – piknometming yog' (mum) va suv bilan grammardagi massasi.

2.4.5. Uchuvchan moddalar va suvni aniqlash Quritish usuli

Moddaning aniq miqdorini avvaldan quritilgan va tortib olingen 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 amalgalash oshirilsa, qopqog'i ochiq holda byuks eksikatorga solinib, 50 daqiqa 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 holidagi yig‘uvchi idish va sovitkichdan 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 sovitkichda yig‘ilib qolmaydigan darajada, 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:

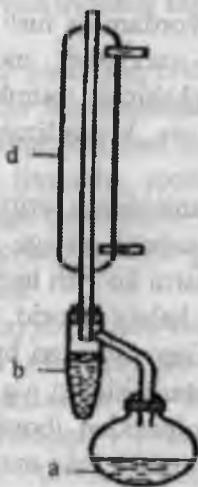
$$x = \frac{V \cdot 100}{a},$$

bunda:

x — aniqlanuvchi moddadagi suvning % miqdori;

V — yig‘uvchi idishdagi suvning hajmi;

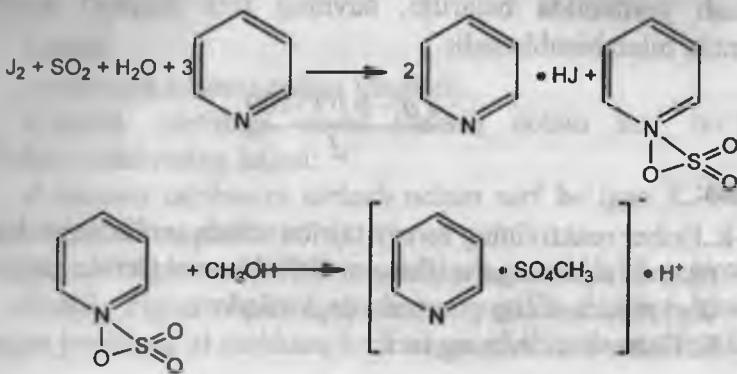
a — aniqlanuvchi moddaning tortib olingan miqdori.



5-rasm. Distilyatsiya usuli bilan dori moddalar tarkibidagi suvni aniqlash uskunasi. *a*—yumaloq tubli kolba; *b*—haydalgan suvni yig'uvchi idish; *d*—sovitkich.

Karl Fisher reaktivi bilan titrlash usuli

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



K. Fisher reaktivи 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 foydalaniadigan erituvchi va reaktivlar o'ta gigroskopik bo'lganligi sababli ularga havo tarkibidagi namlik ta'sir qilmaydigan choralarни ko'rish lozim.

Titrlash uskunasi kalsiy xlorid yoki silikagel solingan quritish naychasi bilan himoyalangan byuretka, reaktiv quyilgan idish, byuretka 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 daqiqa davomida chayqatilib, K. Fisher reaktivи 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:

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

bunda:

- a*—K. Fisher reaktivining asosiy tajriba uchun sarf bo'lgan hajmi;
- b*—nazorat tajribasiga sarflangan K. Fisher reaktivining hajmi;
- d*—dori moddasining grammardagi miqdori;
- T*—K. Fisher reaktivining titri.

K.Fisher reaktivining tayyorlanishi

125 g yod 200 ml piridinda eritilib, 300 ml metil spirti qo'shib, muz solingen 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 ishlatalishidan avval uning titri aniqlanadi.

K.Fisher reaktivi tayyor holda ham chiqarilib, ikki ayrim eritmalaridan iborat (№1 va №2). Bu eritmalar ishlatalishidan 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 ishlatalish ham mumkin.

Reaktivning titrini aniqlash

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

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

bunda:

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 sovitib 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 berkiliadigan 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'rniqa N,N-dimetilformamid ishlataladi.

2.4.6. Dori vositalari tarkibidagi spirtni aniqlash

Dori vositalari tarkibidagi spirtning miqdorini haydash orqali qaynash haroratiga ko'ra va refrektometrik 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.

Kolba suyuqlikning bir tekisda qaynashi uchun kapillarlar, pemza yoki chinni bo'lagi solinadi. Qaynash davomida kuchli ravishda ko'pirish kuzatilsa, 2—3 ml fosfat kislota, sulfat kislota 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 sovuq suv saqlagan idishga solinadi. Haydash jarayonida 48 ml suyuqlik yig'uvchi kolba o'tgach 20°C haroratga keltirilib, o'lchov kolbasining belgisigacha suv solinadi. Yig'uvchi kolba haydalgan suyuqlik tiniq yoki loyqaroq bo'lishi mumkin.

Haydalgan suyuqlikning zichligi piknometr yordamida o'lchangach, alkagolometrik jadvaldan spin hajmining foizlardagi miqdori topiladi. Preparatdagи spinning hajmiy foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

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

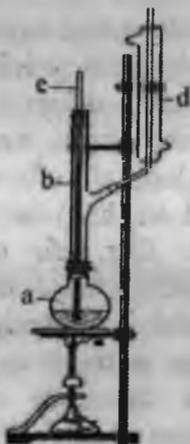
bunda 50 —o'lchov kolbasidagi suyuqlikning millilitrlardagi hajmi; α —spirtning alkogolometrik jadvaldan aniqlangan hajmiy foiz miqdori; d —haydash uchun olingan preparatning millilitrlardagi hajmi. Tekshiriluvchi suyuqlik oson uchuvchan moddalar (efir, efir moylari, xloroform, kamfora, uchuvchan kislota 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 daqiqa 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

chinyqatiladi va suvli pastki qatlam haydash kolbasidagi suyuqlik bilan birlashtirilib haydaladi. Uchuvchan birikmalar saqlagan suyuqlik tarkibidagi spirit 30% dan kam bo'lsa, natriy xloridning to'yingan eritmasi o'miga 10 g quruq natriy xlorid qo'shish mumkin. Uchuvchan kislotalar ishqor eritmasi bilan, uchuvchi asoslar esa fosfat yoki sulfat kislota bilan neytrallanadi.

Yod saqlagan spirtli eritmalar haydashdan avval rux kukuni yoki stexiometik miqdordagi quruq natriy tiosulfat bilan rangsizlantiriladi. Uchuvchan sulfit birikmalari bir necha tomchi natriy gidroksid eritmasi bilan bog'lab olinadi.

Spirtli ajratmalar tarkibidagi spirit miqdorini qaynash harorati bo'yicha aniqlash

Spirtli ajratmalardagi spirit miqdorini aniqlash uskunasi qaynatish kolbasi – *a*, sovitkich bilan tutashtiriladigan shisha naycha – *b* va $0,1^{\circ}\text{C}$ darajadagi sovitkich – *d*, $50\text{--}100^{\circ}\text{C}$ oralig'ida shkalalangan simobli termometrdan – *e* iborat (6-rasm).



6-rasm. Spirli eritmalar tarkibidagi spirit miqdorini aniqlash uskunasi. *a*—qaynatish kolbasi; *b*—sovitkich bilan tutashtiriluvchi naycha; *c*—sovutgich; *d*—termometr.

Qaynatish kolbasiga 40 ml spirtli ajratma, kapillarlar, pemza yoki chinni bo‘lagi solib, usku - naga simob sharchasi kolbadagi suyuqlik yuzasidan 2—3 sm yuqori holatda termometr o‘rnataladi. So‘ngra quvvati 200 W elektr qizdirgich yoki gaz gorelkasi yordamida qizdiriladi. Kolbadagi suyuqlik qaynagach, reostat yordamida qizdirish plitkasiga kelayotgan kuchlanish teng yarmiga kamaytiriladi. Qaynash boshlanganidan 5 daqiqa o‘tgach, harorat doimiy holga kelishi bilan termometrdagi ko‘rsatkich belgilanib, olingan qiymat normal bosimga hisoblanadi.

Barometming 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 $0,04^{\circ}\text{C}$. Normal bosimdan past bosim uchun tuzatish qiymati aniqlangan haroratga qo‘silib, yuqori bosim uchun ayriladi.

Spiritli ajratmaning qaynash harorati $80,4^{\circ}\text{C}$, atmosfera bosimi 100 kPa (752 mm sim. ust)ga teng bo‘lsin. Bosimdagи farq $101,3 - 100 = 1,3$ kPa ($760 - 752 = 8$ mm sim. ust.). Tuzatish $0,04 \times 8 = 0,32^{\circ}\text{C}$. Tuzatilgan qaynash harorati esa $80,9 + 0,32 = 81,22^{\circ}\text{C}$ va jadvaldan topilgan bu qiymatga mos keladigan spirit miqdori 66% bo‘ladi.

Suvli–spiritli aralashmalarda spirit konsentratsiyasini qaynash harorati bo‘yicha 1013 kPa (760 mm sim. ust.) aniqlash

Qaynash harorati, $^{\circ}\text{C}$	Hajm bo‘yicha spirit foizi	Qaynash harorati, $^{\circ}\text{C}$	Hajm bo‘yicha spirit foizi	Qaynash harorati, $^{\circ}\text{C}$	Hajm bo‘yicha spirit 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:

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

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 (EYuK)ni o'lchash orqali bajariladi.

pH qiymati 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 koefitsiyentiga 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:

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

bunda, b=kuchli asosning gramm-ekvivalent miqdori.

Quyidagi jadvalda ba'zi bir bufer eritmalarining tayyorlanishi ko'rsatilgan. pH 1,2 dan 10 gacha oraliqda bo'lgan va bir-biridan 0,2 pH ga farqlanuvchi bufer eritmalarini, 0,2 mol/l ishchi eritmalarini 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 eritmalarini tayyorlash

50 ml 0,2 mol/l kaliy xloridiga 0,2 mol/l xlorid kislotanining 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 eritmalarini 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 eritmalarini 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 eritmalarini tayyorlash

50 ml 0,2 mol/l kaliydigidrofosfatga 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 eritmalarini 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 haroratdag'i eritma pH-i								
	0°	10°	20°	25°	30°	40°	50°	60°	95°
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 haroratdag'i eritma pH-i								
	0°	10°	20°	25°	30°	40°	50°	60°	95°
Kaliy digidrofosfat, 0,025 mol eritmasi natriy gidrofosfat 0,025 mol eritmasi	6,98	6,92	6,88	6,86	6,84	6,84	6,83	6,84	6,89
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				12,45	12,30	11,9	11,70	11,45	

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

Kolorimetrik usul

Eritmalar pH ini kolorimetrik usul yordamida aniqlash indikatorlarning ma'lum bir pH oralig'iда, 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-i 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-i 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 eritmalarini standart va tekshiriluvchi eritmalariga teng miqdorda qo'shiladi.

Aniqlash tartibi:

Glukozaning 5%, 10%, 25% va 40% li inyeksiya eritmalarida pH 3,0 – 4,0 oralig'iда 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-i 3,2; 3,4; 3,6; 3,8; 4,0; 4,2 kattaligida bo'ladi. 7-probirkaga 10 ml glukozaning inyeksiyon eritmasi solinib, barcha probirkalarga 2 tomchidan metil oranj indikatori 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'lhashga asoslangan.

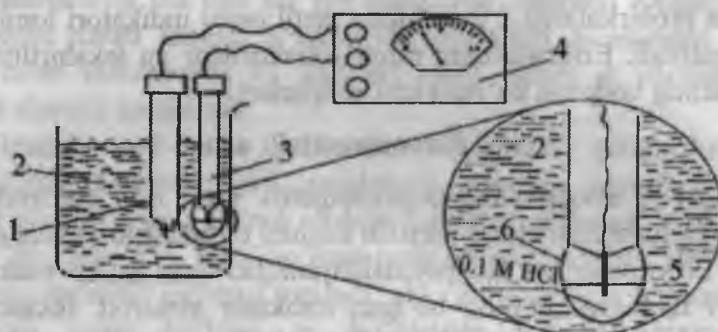
Elektrodlardan biri potensiali aniqlanuvchi muhit vodorod ionlari faolligiga bog'liq bo'lgan indikator elektrod, ikkinchisi esa potensiali aniq kattalikdan iborat bo'lgan standart elektrod bo'lib, u solishtiriluvchi elektrod deyiladi.

Solishtiriluvchi elektrod sifatida kalomel va kumush xlorid elektrodlaridan foydalaniлади.

Indikator elektrod sifatida esa vodorod, xingidron va shisha elektrodlardan foydalaniлади. pH ni aniqlash uchun tuzilishi turlicha bo'lgan pH-metrlar qo'llanilib, ularda to'g'ridan-to'g'ri aniqlanayotgan pH qiymatini o'lhash 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 potensiometrik usul bilan aniqlangan pH xatoligi 0,04 dan oshmasligi lozim. Tekshiriluvchi eritmalarining pH-i aniqlanganda, uskunaning ko'rsatkichi turg'un holatga kelguniga qadar ko'tarilib, bu vaqt eritmaning bufer xossalari va haroratga bog'liq bo'lgan holda 2 daqiqadan ko'p bo'lmaydi. Kuchli kislota va kuchli ishqor eritmalarining pH-i 0°C ga yaqin bo'lgan haroratda aniqlanganda yoki bufer hajmi kam bo'lgan eritmalarining pH-i aniqlanganda (masalan, tozalangan suv) aniqlash vaqt 2 daqiqadan ko'p bo'lishi ham mumkin.

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



7-rasm. Shisha elektrodlı potensiometrning tuzilish chizmasi:
 1—standart elektrod; 2—pH aniqlanuvchi eritma; 3—shisha elektrod;
 4—pH- qiymatini o'lchanishga moslangan yuqori omli potensiometr;
 5—kumush xlorid surkalgan kumush plastinka; 6—shisha membrana.

2.4.8. QOVUSHQOQLIKNI ANIQLASH

Viskozimetriya – fizikaviy usul bo'lib qovushqoqlikni aniqlashga asoslangan.

Suyuklikning laminar oqimida uning hamma qavatlari harakatlanadi. Parallel, yo'nalish bo'yicha devordan markazga, tezlik bilan, birinchi qavatdan ikkinchi qavatgacha o'sib borish tartibida. L, m masofada joylashgan ikki qatlarning tezligi biri ikkinchisidan m masofada joylashgan bo'lsa, u holda ularning tezligi V_1 va V_2 ($M \cdot C^{-1}$), teng bo'ladi, bunda qavatdan qavatga o'tishda tezlik $(V_2 - V_1)/L$ ga o'zgaradi.

Ishqalanish kuchi F , H shu kattalikka va qatlamlarning S yuza kattaligiga (M^2) propartsional:

$$F = \eta \frac{(\nu_1 - \nu_2)}{1} C$$

Proporsionallik koeffitsiyenti muhitning qovushqoqligini ifodalaydi.

$$\lambda / H \cdot C \cdot M^2$$

Xalqaro sistemada dinamik qovushqoqlik $P \cdot S$ da belgilanadi.

Dinamik qovushqoqlikning suyuqlik zichligi ρ bo‘lgan nisbati kinematik qovushqoqlik ko‘rsatkichi $V, M \cdot C^{-1}$ deyiladi:

$$\vartheta = \frac{t}{\rho} - C$$

Qovushqoqlikni aniqlashda ko‘pincha bitta eritmaning qovushqoqligi η boshqa erituvchiga η_0 nisbatan, ya’ni solishtirma qovushqoqlik η_{nis} topiladi:

$$\eta_{nis} = \frac{\eta}{\eta_0} \text{ yoki } \eta_{nis} = \frac{t\rho}{t_0\rho_0}.$$

Bunda t_0 va ρ_0 erituvchining tugash vaqt va uning zichligi turli suyuqlikda xos bo‘lgan parametrlar.

Eynshteyn, η_{nis} faqat o‘lchamni emas, balki makromolekulalarning shaklini ham aniqlaydigan funksiya ekanligini asosladi va u quyidagi tenglama bo‘yicha topiladi:

$$\eta_{nis} = \alpha F + \beta F^2 + \dots,$$

bunda:

α – makromdekula shakliga bog‘liq konstanta.

F – molekulalar bilan band bo‘lagan suyuqlik hajmining bo‘lagi.

β – molekula o‘lchamiga bog‘liq konstanta.

Bu tenglikni C konsentratsiyani hisobga olgan holda va malekulaning hajmiga makromolekulalarni konsentratsiyasi C va bitta molekulaning solishtirma hajmi orqali yozish mumkin, $F = VC$. Shunday qilib:

$$\eta_{nis} = 1 + \alpha VC + \beta V^2 C^2 + \dots$$

Nisbiy yopishqoqlik natijalariga ko'ra solishtirma qovushqoqlik miqdori aniqlanadi, bu ko'rsatkich eritmaning qovushqoqligi, ya'ni eritmadi moddaning erigan qismini bildiradi:

$$N_m = \frac{h - h_0}{h} = \frac{h}{h_0} - 1 = h_{nis} - 1;$$

Solishtirma qovushqoqlikni konsentratsiya C ning birligiga bo'lgan munosabati "kiritilgan qovushqoqlik" deyiladi:

$$\eta_{kelm} = \frac{\eta_m}{C}.$$

Ta'rifdan ko'rinish turibdiki, η_{kel} teskari konsentratsiyaga teng bo'lgan o'lchovga ega. Yuqorida keltirilgan qovushqoqlikni ifodalaydigan usullar molekulalararo ta'sir orqali erigan moddalar molekulasi ko'rsatkichlarini aniqlaydi. Bu savolga javob topish uchun sistemanini juda ham past konsentratsiyada aniqlash kerak. Buning uchun $[\eta]$ degan tushuncha kiritilgan.

$$[\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} \frac{\eta}{c} \cong \lim \eta_{kel} = \lim_{c \rightarrow 0} \alpha V + V^2 C + \dots = \alpha V$$

Tajribada shuni ko'rsatadiki, $[\eta]$ ni aniqlash uchun η_m ni bir nechta konsentratsiyada o'lchanadi va η_m / C ning C ga nisbatan grafigi tuziladi, bunda C=O ga ekstrapolirlanadi. O'ziga xos qovushqoqlik konsentratsiya birliklariga qarama – qarshi hajm birliklarida o'lchanadi.

Eksperimental va nazariyadan o'ziga xos qovushqoqlik miqdori va $\eta_m / C = F(c)$ birinchi navbatda eritilgan moddaning molekular massasi va erituvchining termodinamik xossalariiga bog'liq bo'ladi. Juda suyultirilgan eritmalarda, masalan izolirlangan makromolekulalar o'zlarining konfiguratsiyasini o'zgartirishiga moyilligi tufayli kalavasifat formaga ega bo'lishadi. Kalavasifat molekulalar aylanishi, ya'ni harakatlanishi oqibatida erigan qismlari va erituvchi molekulalari

o‘rtasida “ishqalanish” yuzaga keladi va shu bilan birga eritma-ning yopishqoqligi ortadi.

Kalavaning hajmi erituvchiga bog‘liq bo‘ladi. Erituvchi-ning makromolekulaga “yaqinligi” qanchalik katta bo‘lsa, uning qovushqoqligi [η] shunchalik ortadi. Shuning uchun viskozimetriya usuli bilan molekular massa o‘lchanganda o‘r-tacha viskozmetrik molekular massa hisoblanadi.

Molekular massa M ni hisoblash uchun emperik bog‘liqlikdan foydalaniлади:

$$[\eta] = KM^\alpha$$

K va α makromolekula erituvchi sistema uchun konstanta.

Reologiya nuqtayi nazaridan eritmalar qovushqoqligi konsentratsiya va haroratga bog‘liq bo‘lganida bunday suyuqliklar nyuton suyuqligi deyiladi, qolgan hamma suyuqliklar esa – nonyuton suyuqligi deyiladi.

Viskozmetriyadan asosan yuqori molekular birikmalar (molekular massasi 5000–10000 gacha va bir necha miliongacha) ni o‘rganish uchun foydalaniлади. Bu moddalar tabiiy (oqsil, polisaxaridlar, tabiiy kauchuk) bo‘lishi bilan birga sintetik (sintetik kauchuk, polisilosan, polimerlar) ham bo‘lishi mumkin. Bu birikmalar juda foydali, ulardan ilm-fan va texnika, tibbiyot sohalarida foydalaniлади.

Suyuq sistemaning qovushqoqligini o‘lchash texnikasi

Qovushqoqlikni o‘lchash uchun har xil asboblar mavjud.

Qovushqoqlik haroratga bog‘liq ekanligini eslab o‘tish lozim. Bu holatda dreyf 1° darajada 2 % ni tashkil etadi. Bu qovushqoqlikni aniqlashning asosiy xossasini aniqlaydi harorat rejimining eng aniq harorati (sublimatsiya) (+0,01°C). Bunday jarayon ultratermostatlar yordamida amalga oshiriladi.

Ostvald va Ubbelode kapillar viskozimetri.

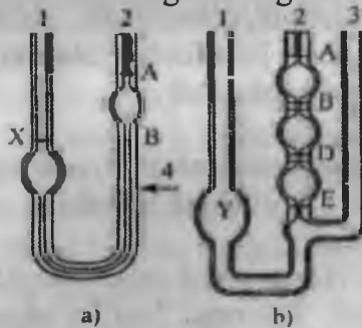
Bu viskozimetrda qovushqoqlikni aniqlash prinsipi quyidagicha: suyuqlik meniski ρ ga teng zinchlik bilan radiusi r va uzunligi L ga teng bo‘lgan kapillarda N ga teng masofani bosib o‘tishi kerak. Shunda og‘irlik kuchi (g – gravitatsion konstanta) ta’sirida V hajmli suyuqlikdan o‘tadi va qovushqoqlik quyidagicha belgilanadi:

$$\eta = \frac{\pi Hgr^4 \rho \tau}{8LV} = k \rho \tau$$

K – asbob konstantasi.

Har bir konkret holat uchun K va V ni inobatga olib kapillar viskozimetrlar ishlataladi. τ ning o‘lchov 5–7 marta olinadi va eng yuqori va eng past τ orasida 0,3% farq bo‘lishi kerak. Nisbatan qovushqoqlikni aniqlash orqali H , R , L ning aniq qiymatini aniqlamaslik mumkin.

Ubbelode kapillar viskozimetrining Ostvaldnikidan farqi shundaki, unda 3 ta o‘lchov rezevuari mavjud. Kapillar viskozimetri arzon, o‘lchash usuli oddiy hisoblanadi. Shu bilan birga uning kamchiliklari ham mavjud. Bu birinchi navbatda o‘lchanadigan suyuqlikning tozaligiga rioya qilish zarur, aks holda kapillarning kirlanishi o‘zgarishlarga olib keladi.



8-rasm. Ostvald va Ubbelode turidagi kapillar viskozimetr.

1-viskozimetri to‘ldirish uchun tirkish X; 2- eritmani belgidan yuqori darajaga so‘ruvchi tirkish; 3-viskozimetr hajmini bo‘shatuvchi tirkish;

4- kapillar naycha.

Kuetta va Zimma – Krozers rotatsion viskozimetri

Kuetta viskozimetri o'rtasi ingichka to'siq bilan bo'lingan 2 ta konsentrik silindr dan (konus yoki disklar) tuzilgan. 1 ta silindr harakatsiz qotirilgan, ikkinchisi esa – harakatlana oladi; harakatga ega bo'limgan suyuqlik uchun harakat belgisi 0 ga teng bo'ladi; aylanib turadigan silindr uchun esa bu aylanish tezligi deyiladi.

Qismlar orasida qarshilik kuchi f hosil bo'ladi, va u qismlar yuzi A va ular orasidagi tezlik gradiyentiga proporsional bo'ladi:

$$f = \eta A \frac{dv}{dy}.$$

Bundan $\eta = \frac{f}{A} \left(\frac{dv}{dy} \right)^{-1} \frac{f}{A} = F$ siljish kuchi.

Rotatsion viskozimetrnning ishlash sharoiti bo'yicha:

$$F = \frac{T}{2pR^2h},$$

bunda

h – silindr balandligi;

T – aylanish momenti u orqali k radiusli silindrning aylanishi hisoblanadi.

$\frac{dv}{dy} = G$ – siljish (tezligi). Bu ko'rsatkich rotatsion viskozimetr

uchun quyidagicha hisoblanadi:

$$G \approx \frac{\pi RS}{30 d}$$

bunda:

S – aylanish tezligi;

D – silindrler orasidigi masofa.

Shunday qilib, tajriba orqali suyuqlikning qovushqoqligini aniqlash mumkin:

$$\eta = \frac{15Td}{\pi^2 R^3 hs}.$$

Lekin shuni inobatga olish kerakki, o'lchashdagi qiyinchiliklarni viskozimetning ikki oxirgi kuchlar farqi keltirib chiqaradi: suyuqlikning yuzasi kapillar kuchlar ta'siriga uchraydi, pastda esa suyuqlik harakatsiz va aylanadigan yuzalar oralig'ida joylashgan bo'ladi. Kuetta viskozimetri yordamida bunday ta'sirlarni kamaytirish mumkin.

Zimma – Krozars rotatsion viskozimetri Kuetta viskozimetring modifikatsiyasi sifatida ko'rish mumkin. Bu usulda suyuqlik tashqi harakatsiz silindr va suyuqlik ichida joylashgan aylanishga moyil silindr oralig'iga joylashtiriladi. Ichki silindrda qo'rg'oshin plastinalari joylashgan bo'ladi. Tashqi silindrning yuzasida aylanadigan magnitlar bo'lib, ular ichki silindrning aylanishini ta'minlaydi.

Bu asbob qovushqoqlikni standart (suv) ga nisbatan vaqt birligida aniqlaydi.

Tushuvchi sharchali Geppler viskozimetri. Bu viskozimetrlar yuqori va pastki belgilari (metkalari) orasidagi masofani bosib o'tishiga asoslangan. Sharchaning masofani bosib o'tishi 5–7 martadan kam bo'lmasligi kerak. Bunda eng yuqori va eng kichik vaqt oralig'idagi farq 0,3% dan ko'p bo'lmasligi lozim.

Suyuqlikning yopishqoqligi η quyidagi formula asosida hisoblanadi:

$$\eta = k(\rho_{sh} - \rho_s)\tau$$

bunda:

K – viskozimetrik konstantasi;

ρ_{sh}, ρ_s – sharcha va suyuqlik zichligi; τ – o‘rtacha vaqt.

Viskozimetrik konstantasi k formula bo‘yicha standart (graduirlangan) suyuqlik orqali aniqlanadi:

$$k = \frac{\eta_s}{(\rho_{sh} - \rho_s)\tau}$$

$\eta_s \rho_s$ standart suyuqlikning qovushqoqligi va zichligi.

Viskozimetrik konstantalari sharchalarning soniga bog‘liq bo‘ladi. Ularning zichligi quyidagi formula orqali aniqlanadi:

$$\rho_{sh} = \frac{6m}{\pi D^3},$$

bunda: m – sharcha massasi, D – uning diametri.

Masalalar

1. Viskozimetrdan 2% li tuxum albumininining oqib chiqish vaqtini aniqlang ($\rho = 1,02 \cdot 10^3 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$) 293; uning keltirilgan qovushqoqligi 0,1 ga teng xuddi shu harakatda oqib chiqish vaqt 20 sek. teng.

Javobi: $T = 23,5$ sek

2. 1,5% li polimer eritmasining viskozimetrdan oqib chiqish vaqtini suvnikadan 2,5 marta ko‘p 293 Kda ($\rho = 1,1 \cdot 10^3 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$). Bu eritmaning qovushqoqligini toping.

Javobi: $\eta_{sol} = 2,75$; $\eta_m = 1,75$; $\eta_{kelt} = 1,17$.

3. Dori vositasining tajribada olingan qovushqoqligi.

C%	0,33	0,66	1,00	1,33	1,66	2,00
	1,066	1,073	1,270	1,399	1,664	1,840

Grafik yordamida o'ziga xos qovushqoqliklarni aniqlang.

$$\text{Javobi: } \eta = 0,13$$

4. Polistioldan tayyorlangan qadoqllovchi materialning molekular massasini aniqlang, uning o'ziga xos qovushqoqligi (eritmaning toluoldagi qovushqoqligi) 0,1 ga teng; konstanta k va l esa $1,3 \cdot 10^{-4}$ va 0,75 ga teng.

$$\text{Javobi: } M = 1,7 \cdot 10^4 \text{ kg} \cdot \text{kmol}^{-1}$$

Laboratoriya ishlari

1-ish. Yuqori molekulalni birikmalar eritmasining qovushqoqligini haroratga bog'liqligini aniqlash.

Ishni bajarish usullari:

№ 1 2 % li jelatinning suvdagi eritmasi.

№ 2 Agar – agarning suvdagi 0,5 % li eritmasi.

Ishni bajarish:

1. Viskozimetr xrom aralashmasi, distillangan suvda yuvilib, quritish shkafida quritiladi, so'ng uni vertikal holatda joylashtirish kerak: uning ichki qismi termostatlanishi kerak bo'lgan suyuqlikka tegib turishi zarur.

2. Viskozimetri 10 daqiqaga termostatga joylashtiriladi, so'ng suyuqlikning oqib chiqish vaqtini aniqlanadi.

3. Xona harorati τ_0 aniqlanadi, so'ng suyuqlikning oqib chiqish vaqtini τ belgilanadi. Kamida 5 marta qilinib, o'rtacha qiymati olinadi.

4. Termostatni 40, 50, 60, 70° C ga qo'yib, har bir haroratda o'lchanadi.

Tajriba natijalari jadvalga qayd etiladi.

Suyuqlik	Oqib chiqish vaqtı τ , sek							
Erituvchi	1	2	3	4	5	τ		
Eritma								

5. Tajribada nisbiy va solishtirma qovushqoqlik aniqlanadi.

6. Grafik tuziladi: $\eta_m = f(\tau)$ bog'liq.

2 – ish. Jelatin eritmasining konsentratsiyasi uning qovushqoqligiga ta'siri.

Ishni bajarish:

1. 1-ishda ko'rsatilgandek, viskozimetrik ish uchun tayyorlanadi.

2. Avvalgi jelatin eritmasini suyultirish orqali 5 ta har xil konsetratsiyali jelatin eritmasi tayyorlanadi 0,5–5% gacha.

3. Eng kichik konsentratsiyadan boshlab avvalgi konsetratsiyagacha bo'lgan suyuqlikni oqib chiqish vaqtini belgilanadi.

4. Jadval to'ldiriladi.

C%	Oqib chiqish vaqtı						η_{niz}	η_m
	1	2	3	4	5	τ		

5. Ish oxirida asbob erituvchi bilan yuviladi va tekshirish uchun uning oqib chiqish vaqtini aniqlanadi.

6. Aniqlash miqdorining me'yoriy yopishqoqligi aniqlanadi, konsentratsiyaga bog'liq bo'lgan grafik tuziladi.

3-ish. Eritmaning pH ni oqsil eritmasining qovushqoqligini ta'siri.

Ishni bajarish:

1. Jadvalda ko'rsatilgandek bufer eritmasi tayyorlanadi. Har bir aralashmaning hajmi bir xil bo'lganligi uchun, hamma probirkadagi aralashmalar konsetratsiyasi bir xil bo'ladi.

2. Layyorlangan eritmalarining pH aniqlanadi ("potensiometriya").

3. Eng kichik pH dan boshlab eritmaning oqib chiqish vaqtini aniqlanadi (1–3).

Harorat har bir tajribada aniqlanadi.

Jadval to'ldiriladi.

№	Eritma pH	Oqib chiqish vaqtini						η_{nis}	η_{sol}
		1	2	3	4	5	η		
H ₂ O								—	—

4. Har xil pH li eritmalarining nisbiy va solishtirma qovushqoqligi aniqlanadi.

5. $\eta_{sol} = f(pH)$ grafik tuziladi va oqsilning izoelektrik nuqtasi belgilanadi.

4 – ish. Yuqori molekulalni birikmaning molekular massasini aniqlash.

Ishni bajarish:

1. 2 – ishning 1–5 bandlari bo'yicha qilinadi.

2. har bir konsentratsiyali polimer eritma uchun keltirilgan qovushqoqlik hisoblanadi va $\eta_{kelt} = f(C)$ ga bog'liq grafik tuziladi.

3. Grafik orqali o'ziga xos qovushqoqlik aniqlanadi.

4. $[\eta]_u = a_x + b$ orqali hisoblanadi.

u – keltirilgan qovushqoqlik η_{kelt}

$$[\eta] = \frac{\sum_{i=1}^n c_i^2 \sum_{i=1}^n \eta_{kelt,i} - \sum_{i=1}^n (c_i \eta_{kelt,i}) \sum_{i=1}^n c_i}{n \sum_{i=1}^n C_i^2 - \left| \sum_{i=1}^n C_i \right|^2}$$

5. $[\eta] = KM^2$ orqali polimer eritmasining molekular massasi hisoblanadi. K va L koeffitsiyentlari jadvaldan olinadi.

Vaziyatli masalalar

1. Polistirol, polimetilmekrilat, polivinil spirt, karboksimetil-lseluloza eritmalarini tayyorlanadi. Quyidagi kiritilgan eritmardan qaysi biri ishlatiladi: suv, toluol, benzol. Javobni ifodalang.

2. Ayrim ko‘z uchun plyonkalar poliakrilamidning 3 % li suvli eritmasida tayyorlanadi. Yuqori molekulalari birikmalar xossalari bilgan holda javobni ifodalang: dori vositasi nima uchun bu eritmada tayyorlanadi.

3. Surtma tayyorlashda metilselulozaning 3 % va 5 % li suv eritmalaridan foydalaniladi. Bunda yuqori molekulalari birikmalarning qanday xossalardan foydalaniladi?

4. Qovushqoqlik har xil tuzlar ta’sirida oshadi. Bu $\eta_{nls} > 1$ ga teng deyiladi. Lekin ayrim suyultirilgan eritmalar uchun $\eta_{nls} < 1$ ga teng. Javobni ifodalang.

5. Quyidagi usul bo‘yicha viskozimetrik o‘lchamlarni toping.

Viskozimetri termostatda shunday joylashtirish kerakki, bunda, u vertikal holatda suyuqlikka tegib turishi kerak. Viskoziometr suyuqlikka to‘ldirib 10 daqiqaga qoldiriladi. Xo‘qna yordamida suyuqlik belgidan yuqoriga chiqariladi, xo‘qna olib tashlanib pastki belgigacha suyuqlikning oqib tushish vaqtini aniqlanadi. Kamida 3 marta aniqlanib o‘rtacha son olinadi. Viskoziometr termostatdan chiqarilib eritma to‘kiladi va o‘rniga yuqori konsentratsiyali polimer eritmasi quyiladi. 10 daqiqadan keyin berilgan eritmaning oqib tushish vaqtini aniqlanadi. Keyin boshqa eritmalarining oqib tushish vaqtini belgilanadi. Ish oxirida asbob yaxshilab yuviladi.

Qovushqoqlik (ichki ishqalanish) – oquvchi jismlarning bir

qonuniga ikkinchi qismiga nisbatan harakatlanishiga ko'rsatadigan qurshiligidir.

Suyuqliklar uchun asosiy kinematik o'zgaruvchilar ularning deformatsiyasi va tezligidir.

Shuning uchun suyuqlikning reologik tavsifini o'rganish uchun uning kinematik o'lchamlari bilan qo'yilgan tashqi yuklama orasidagi bog'liqliknini belgilash lozim bo'ladi.

Qovushqoqligi surilish kuchlanishiga bog'liq bo'lmay ma'lum konsentratsiya va haroratda Nyuton qonuniga ko'ra doimiy bo'lgan suyuqliklar Nyuton suyuqliklari deb ataladi. Suyuqlik Nyuton suyuqligi bo'lmasa Nyuton qonuniga bo'ysunmaydi va uning qovushqoqligi surilish kuchlanishiga bog'liq bo'ladi.

Suyuqliklar qovushqoqligining dinamik, kinetik, nisbiy, solishtirma, keltirilgan va tavsiflangan turlari mavjud. Nyuton suyuqliklari uchun asosan tuzilish qovushqoqligi xos. Tuzilish qovushqoqligi (samarali qovushqoqlik) – suyuqlikning ma'lum surilish kuchlanishidagi qovushqoqligidir.

Dinamik qovushqoqlik yoki qovushqoqlik koefitsiyenti (η – eta) – yuza birligiga tushadigan tangensial tenglama bo'lib, surilish kuchlanish ham deb atalib (τ), paskallarda ifodalanadi (Pa).

Dinamik qovushqoqlik qatlama maydoni 1 m^2 bo'lgan suyuqlikni parallel harakatlanish yuzasida soniyasiga 1 metr ($\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$) tezlik bilan ikkinchi qatlama nisbatan 1 metr masofaga siljitishtirish uchun kerak bo'ladigan surilish kuchlanishidir:

$$\eta = \frac{T}{D},$$

bunda:

D – siljish tezligi.

Dinamik qovushqoqlik (η), odatda, puazlarda yoki santipuazlarda ifodalanadi ($1 \text{ spz} = 0,01 \text{ pz}$).

Agar siljish kuchlanishi 1 din/sm^2 bo'lib, 1 s^{-1} siljish tezligini hosil qilsa, uning qovushqoqligi 1 pz bo'ladi. SI

sistemasiда dinamik, qovushqoqlik paskal–soniyalar ($\text{Pa} \times \text{S}$) yoki millipuskal – soniyalar ($\text{Pa} \times \text{S}$) bilan ifodalanadi.

Kinematik qovushqoqlik metr kvadrat–soniyalar bilan ifodalunib dinamik qovushqoqlikni suyuqlikning kg/m^3 bilan ifodalungan zichligiga nisbati orqali hisoblanadi:

$$\nu = \frac{\eta}{\rho}$$

Kinematik qovushqoqlik, odatda, stoks yoki santistokslar bilan ifodalanadi. SI sistemasida esa m^2/s yoki mm^2/s larda o'chanadi:

$$1 \text{ st} = 10^{-4} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}.$$

Ba'zan bir suyuqlik qovushqoqligini ikkinchi suyuqlik qovushqoqligiga nisbatan – nisbiy qovushqoqligini aniqlashga to'g'ri keladi (η_{nisbiy}).

Solishtirma qovushqoqlik eritma qovushqoqligining qaysi qismi unda erigan moddaga bog'liqligini ifodelaydi:

$$\eta_{sol} = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} = \frac{\eta}{\eta_0} - 1 = \eta_{nisbiy} - 1$$

bunda:

η – eritmaning qovushqoqligi;

η_0 – erituvchining qovushqoqligi.

Solishtirma qovushqoqlikning eritma konsentratsiyasiga nisbati – *keltirilgan qovushqoqlik* deyiladi:

$$\eta_{kel} = \frac{\eta_{sol}}{C}.$$

Polimer moddalarning kimyoviy tuzilish tavsifini aniqlashda keltirilgan qovushqoqlik nol konsentratsiya uchun hisoblanib, tavsifiy qovushqoqlik tushunchasi bilan ifodalanadi $[\eta]$:

$$[\eta] = \lim_{C \rightarrow 0} \eta_{kel} = \lim \frac{\eta_{sol}}{C}$$

Tavsiy qovushqoqlik eritma konsentratsiyasiga teskari bo'lgan birliklarda ifodalanadi. Qovushqoqlik kapillar, rotatsion va tushuvchi sharli viskozimetrlarda aniqlanadi.

Nyuton suyuqliklarining qovushqoligini aniqlashda kapillar viskozimetrlardan foydalaniladi.

Rotatsion viskozimetrlar bilan Nyuton eritmasi bo'lmagan eritmalarining reologik xosslarini siljish tezligini keng diapazonda ham aniqlash mumkin.

Tushuvchi sharikli viskozimetrlar yordamida (Gepple viskozimetri) tiniq nyuton eritmalarining qovushqoqligi aniqlanadi.

Yuqori molekular birikmalar eritmasi qovushqoqligining haroratga bog'liqligini aniqlash.

Ishni bajarish variantlari

1. 2 % li jelatina eritmasi
2. 0,5 % li agar – agarning suvli eritmasi

Ishni bajarish tartibi

1. Viskozimetr xromli aralashma, so'ng tozalangan suv bilan yuvilib, quritish javonida quritiladi.

2. 10 daqiqa davomida viskozimetr termostatda doimiy haroratda ushlab turiladi.

3. Xona haroratida erituvchining T_0 , tekshiriluvchi eritmaning T yana erituvchining viskozimetrlarda oqish tezligi o'lchanadi. O'lchanish 5 marta bajariladi.

4. Termostat 40, 50, 60, 70°C haroratga qo'yilib, har gal yuqorida ko'rsatilgan tartibda o'lchanadi. Olingan qiymatlar va natijalar jadvalda qayd qilinadi.

Tekshiriluvchi eritma	t°C	Suyuqliklarning oqish vaqtি T,s					$\tau_{inisbiy}$	H _{sot}
		1	2	3	4	5		
Erituvchi								
Eritma								

5. Tajriba qiymatlari asosida nisbiy va solishtirma qovushqoqliklar hisoblanadi.

2-ish. Eritmalarning qovushqoqligini ularning konsentratsiyasiga bog'liqligi.

Ish bajarish tartibi.

1. Viskozimetrik ishlash uchun tayyorlanadi.
2. Jelatinaning 0,5 % dan 5 % gacha oraliqdagi 5 ta konsentratsiyadagi eritmasi tayyorlanadi.
3. Viskozimetrda erituvchi va eritmaning oqish tezliklari o'chanadi (5 martadan turli konsentratsiyalarda).
4. Olingan qiymatlар va natijalar jadvalda qayd qilinadi.

C	Suyuqliklarning oqish vaqtি T, s					η_{nisbiy}	H_{sol}
	1	2	3	4	5		

5. Viskozimetrik erituvchi bilan yaxshilab yuviladi va yana uning oqish tezligi aniqlanadi.

6. Eritmalarning solishtirma qovushqoqliklari aniqlanib, uning eritma konsentratsiyasiga bog'liqlik garafigi chiziladi.

3-ish. Eritmaning pH ni oqsil eritmasining qovushqoqligiga ta'siri.

Ishni bajarish ketma-ketligi:

1. Jadvalda ko'rsatilgandek alohida probirkalarda jelatin – buferli eritmasi tayyorlanadi.

Tarkibiy qismalar. sm^{-3}	probirka raqamlari								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,1 mol x dm^{-3} CH_3COONa	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
0,1 mol x dm^{-3} CH_3COOH	0,12	0,25	0,5 0	1,0	2,0	4,0	–	–	–
1 mol x dm^{-3} CH_3COOH							0,8	1,0	1,2
H_2O	3,88	3,75	3,5	3,0	2,0	–	3,2	3,0	2,8
1% jelatina eritmasi	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0

~~1~~ 1. Bir aralashmami hujmi bir xil bo'lganligi uchun, ~~2~~ probirkadagi aralashmalar konsetratsiyasi bir xil bo'ladi.

~~2~~ Tayyorlangan eritmalarining pH aniqlanadi ("potensiometriyu").

3. Eng kichik pH dan boshlab eritmaning oqib chiqish vaqtini aniqlanadi. (1-3).

Harorat har bir tajribada aniqlanadi. Jadval to'ldiriladi.

№	Eritma pH	Oqib chiqish vaqtini						η_{nis}	η_{sol}
		1	2	3	4	5	η		
H ₂ O								-	-

4. har xil pH li eritmalarining nisbiy va solishtirma qovushqoqligi aniqlanadi.

5. $\eta_{sol} = f(pH)$ grafik tuziladi va oqsilning izoelektrik nuqtasi belgilanadi.

4 – ish. Yuqori molekulalni birikmaning molekular massasini aniqlash.

Ishni bajarish:

№	polimer	erituvchi	K	α
1	polistirol	benzol	$1,23 \cdot 10^{-4}$	0,72
2	polistirol	toluol	$1,34 \cdot 10^{-4}$	0,71
3	polimetilmekatrilikrat	atseton	$7,5 \cdot 10^{-5}$	0,70
4	polimetilmekatrilikrat	xloroform	$4,8 \cdot 10^{-5}$	0,80
5	polimetilmekatrilikrat	toluol	$7,0 \cdot 10^{-5}$	0,72
6	polimetilmekatrilikrat	benzol	$0,94 \cdot 10^{-4}$	0,76
7	poliakrilonitril	dimetilformamid	$2,33 \cdot 10^{-4}$	0,75
8	polivinilxlorid	siklogeksanon	$2,04 \cdot 10^{-3}$	0,56
9	polivinilatsetat	atseton	$1,02 \cdot 10^{-4}$	0,72
10	karboksimetilsellyuloza	suv	$1,23 \cdot 10^{-4}$	0,70

1. 2 - ishning 1–5-bandlari bo‘yicha bajariladi.

2. Har bir konsentratsiyali polimer eritma uchun keltirilgan qovushqoqlik hisoblanadi va $\eta_{kelt} = f(C)$ bog‘liq grafik tuziladi.

3. Grafik orqali o‘ziga xos qovushqoqlik aniqlanadi.

4. $y = ax + b$ formula orqali keltirilgan qovushqoqlikdan foydalaniib, $[\eta]$ ning qiymati aniqlanadi:

$$U = \eta_{kelt}$$

$$[\eta] = \frac{\sum_{i=1}^n c_i \sum_{i=1}^n \eta_{kelt,i} i - \sum_{i=1}^n (c_i \eta_{kelt,i}) \sum_{i=1}^n c_i}{n \sum_{i=1}^n C_i^2 - \left| \sum_{i=1}^n C_i \right|^2}$$

5. $[\eta] = KM^\alpha$ orqali polimer eritmasining molekular massasi hisoblanadi. K va α koeffitsiyentlari jadvaldan olinadi.

2.5. ELEKTROFOREZ

Elektr toki ta’sir ettirilganda makromolekulalarning erituvchida harakatlanishi *elektroforez hodisasi* deyiladi. Agar zaryadli q zarra tok o’tkazmaydigan muhitda E elektr maydonida joylashgan bo‘lsa u doimiy tezlik v bilan harakatlanadi va quyidagicha aniqlaniladi, elektr kuchi Eq va qovushqoq muhitning fv – qarshiligining nisbati bilan ifodalanadi; bunda f – ishqalanish koeffitsiyenti ya’ni $Eq=fv$ bo‘ladi.

Moddaning muhim xarakteristikasidan biri uning elektroforetik harakatchanligidir. Elektroforetik harakatlanuvchanlik absolyut va nisbiy bo‘ladi.

Absolyut elektroforetik harakatlanish $U=v/E=q/f$ bilan belgilaniib $\text{sm}^2 \cdot \text{B}^{-1} \cdot \text{c}^{-1}$ larda ifodalanadi.

Nisbiy elektroforetik harakatlanish deb tekshiriluvchi moddaning absolyut harakatlanishini standart moddaning

harakatlanish nisbatiga aytildi. Ammo harakatlanish sodir bo‘ladigan muhit elektrolitdan iborat bo‘lganligi sababli eletroforez chizmasini ifodalashda qo‘srimcha qiyinchiliklarni tug‘diradi.

Shuning bilan elektrolitdagi zaryadlangan zarracha ionlarni tortib oladi va ion atmosferasi bilan o‘ralib olingan bo‘ladi. Bu esa uning elektr maydonidan ajratib olib, muhit va maydonning orasidagi harakatga xalaqit beradi.

Elektroforezda zarralarning harakatlanishi bir necha omillarga bog‘liq bo‘lib asosan elektr maydonning kuchlanishiga elektr zaryadning kattaligiga, tezlik va zaryadning kattaligiga qovushqoqlik, pH, eritmaning ion kuchiga, muhit haroratiga, hamda elektroforezning davomiyligiga bog‘liq.

Elektroforezda tashuvchilar qattiq bo‘lsa, harakatlanishga va bo‘linish samaradorligiga, effektivligiga quyidagi omillar ta’sir etadi: adsorbsiya, tashuvchining bir xil emasligi va uning ion almashinish xususiyati, elektroosmos va kapillyarlar ta’siri.

Elektroforez usuli moddalarni preparativ ajratish va tahlil qilish maqsadlarida qo‘llaniladi. Analistik usul moddaning tozaligini nazarat qilish, aralashmadagi tarkibiy qismlar miqdorini va ularning nisbatini aniqlashda qo‘llaniladi.

Farmatsevtik tahlilda asosan elektrofarezning ikkinchi usuli qo‘llaniladi.

Bu usul 3 turdan iborat: harakatchan, zonal va uzuksiz chegara turlari.

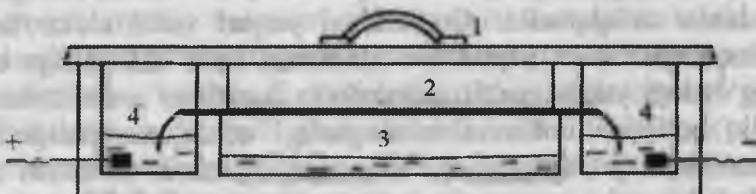
Harakatchan chegarali elektroforez usuli ishlataladi, uzuksiz elektroforez esa amaliy preparativ usul hisoblanadi. Shuning uchun zonal elektroforez usuliga to‘xtalib o‘tamiz.

Zonal elektroforezda yarim qattiq yoki gelga o‘xshash moddalarga joylashtirilgan eritmalarini dog‘i yoki qatlami, elektr maydoniga joylashtiriladi, natijada zarralar tashuvchi materialning usti yoki orasidan o‘tadi. Namuna zona shaklida joylashtirilgani sababli, to‘liq bo‘linishi uchun undan oz miqdorda ishlatalish kifoya qiladi.

Tashuvchining asosiy vazifasi mexanik ta'sir va konveksiyadan asrash bo'lib, bu hodisalar haroratning o'zgarishi hamda konsentrangan eritmalar zichligining yuqoriligi sababli kelib chiqadi. Tashuvchining ayrim hollarda zarrachalarni adsorbsiyalashi yoki molekular elak holida xromatografik ta'sirni vujudga keltiradi va bu moddalarning bo'linishini yaxshilanishiga yoki yomonlashishga olib kelishi mumkin.

2.5.1. Zonal elektroforez usuli

Qog'ozdagи elektroforez. Qog'ozdagи elektroforezning ikki turi mavjud: past voltli ($20V \cdot sm^{-1}$) va yuqori voltli ($200V \cdot sm^{-1}$)-elektroforez.



9-rasm Qog'ozdagи past voltli elektroforez uskunasi:
1 – bandli qopqoq; 2 – qog'oz; 3 – namlikni saqlash uchun suv;
4 – bufer eritma;

Past voltli elektroforezda qog'oz bo'lagi bufer eritmasiga so'ng maxsus kameraga solinadi. Namunani dog' ko'rinishida yoki chiziq ko'rinishida tomiziladi. Bo'linish tugagandan so'ng qog'ozni olib, quriladi.

Agar namuna yetarlicha miqdorda modda saqlasa, uni rang bo'yicha, fluoressensiyalanishi, rang hosil qiluvchi reaktiv orqali, yoki elyuatsiya qilib so'ng fizikaviy kimyoviy usullar yordamida aniqlash mumkin. Xromatografik usulda bo'linishi qiyin bo'lgan oqsillar moddalar aralashmasi tahlilida qog'ozdagи past voltli elektroforez usulidan foydalilaniladi.



10-rasm Qog'ozdag'i yuqori voltli elektroforez uskunasi:

1—qog'oz; 2—sovutuvchi plastinalar; 3—bufer; 4—filit; 5—havo bilan to'lgan kenglik.

Yuqori voltli elektroforezda yuqori gradiyentli potentsial ishlatalishiga ko'ra, bo'linish tezligi oshadi. Yuqori bosim katta tok kuchini berishi bilan tushuntiriladi. Elektroforez jarayoni tugagach, qog'oz quritiladi va past voltli elektroforezdagidek moddalar aniqlanadi. Qog'ozdag'i yuqori voltli elektroforez aminokislotalar va peptidlarni ajratishda katta ahamiyatga ega. Qog'ozdag'i yuqori voltli elektroforez har doim aralashmalarni to'liq bo'linish imkonini bermaganligi uchun, xromatografiya bilan birga qo'llaniladi. Bu usul ikki o'lchamli bo'linish deb ataladi. Avval namuna elektroforezga yuboriladi, keyin to'g'ri burchak ostida xromatografiyalanadi (yoki aksincha).

Sellyuloza atsetatdagi elektroforez. Ko'pgina biologik faol makromalekulalar sellyulozaga (qog'ozda) sellyulozaning gidroksil guruhlari hisobiga adsorbsiyalanadi. Dog'larni tortishi hisobiga, adsorbsiya zarralarning harakatiga xalaqit beradi, bu esa moddalarning bo'linishini qiyinlashtiradi. Agar qog'oz o'rniga sellyuloza atsetat membranasi ishlatsa bu holat xalaqit bermasligiga erishiladi. Bunda ko'pgina gidroksil guruhlari adsorbsiyalanmaydigan atsetatga o'tkaziladi. Ajralish yaxshilanadi va tezlashadi, bu esa pastroq bosimda ishlatalish imkonini beradi. Bundan tashqari ma'lum zonada moddalar konsentratsiyasini oshirilishi sababli, usulning sezgirligini oshiradi.

Sellyuloza atsetat mustahkamligi moddalarni spektral usullarda aniqlash hamda turli xil erituvchilarda yaxshi eruv-

chanligi analizdagi obyektni oson elyuatsiya qilish imkonini beradi. Ko'rsatilgan usul oddiy va yuqori bo'linish darajasi bilan farqlanadi. Ammo yuqori darajada bo'linishi kerak bo'lган holatlarda gel-elektroforez usulini qo'llash tavsiya etiladi.

Gel-elektroforez usuli

Zonal elektroforezning bu variantida tashuvchi sifatida kraxmal geli, poliakrilamid ishlataladi.

Kraxmal geli (gidrolizlangan kraxmal) gel elektroforezda dastlab qo'llanilgan.

Hozirgi vaqtida poliakrilamid geli qulay bo'lgani uchun, kraxmal geli kam ishlataladi. Poliakrilamid geli (gidrolizlangan kraxmal) (PAG) akrilamidni sopolimerizatsiyalangan sintetik mahsuloti bo'lib, ko'proq N, N – metilenbisakrilamid ko'rinishida bo'ladi. Tabiiy poliamid kraxmal geliga ko'ra sintetik gel tiniqroq, kimyoviy barqaror, pH o'zgarish me'yori va haroratga chidamli, ko'pgina erituvchilarda erimaydi. Unda elektroosmos va adsorbsiya bo'lmaydi. Poliakrilamid gel elektroforezi gelli kolonkalarda yoki gelli plastinkalarda olib boriladi. Oxirgi vaqtida plastinkalarga katta ahamiyat berilayapti, shu sababi bir vaqtida ko'p sonli namunalarni aniqlash mumkin.

Poliakrilamid gel elektrofarez usulining 2 xil varianti yaratilgan: DSN-gel – elektroforez va nuklein kislotalardagi elektroforez poliakrilamid va poliakrilamid –agar gelidagi elektroforez.

Masalan, ko'pchilik oqsillarning M molekular massasini dodetsilsulfat natriy (DSN) detergent saqlovchi poliakrilamid gelidagi harakati bo'yicha aniqlash mumkin.

Bu holatda harakatlanish faqat molekular elak hosil qiluvchi gelning xossasi va molekular massasiga bog'liq bo'ladi.

Bunda zarra tomonlari bosib o'tilgan yo'lga IgM ga teskariproportsionaldir.

O'z navbatida noma'lum molekular massaga ega bo'lган oqsil, ikkita aniq molekular massaga ega bo'lган oqsil bilan elektrofarez qilinganda, noaniq molekular massa o'zining

kuttaliklari bo'yicha oson aniqlanadi. Noaniq molekular massa o'zining qiymatlari bo'yicha, aniq qiymatlar orasida joylashgan bo'lса, u holda yuqori aniqlikka erishiladi.

DSN-gel-elektroforezning miqdoriy ko'rsatkichlari bo'lib, migratsiyaning nisbiy masofasi va tekshiriluvchi aralashma tashkiliy qismlari egallagan nisbiy maydon bilan xarakterlanadi.

Birinchi o'lcham logarifmlar va ularning molekular massaluri orqali aniqlanadi ($\lg M_1, \dots, \lg M_i$) va $\lg M_i / \lg M_1$ ga teng bo'ladi, ikkinchisi esa M_i dan tashqari komponentlarning miqdoriga, u yoki bu molekular massaga (n_1, \dots, n_i) bo'lib, quyidagi formula bilan aniqlanadi $n_i M_i / n_1 M_1$.

Nuklein kislotalarning elektroforezida bo'linishning asosiy ko'rsatkichi, molekular elak ta'siri hisoblanadi, chunki zaryad/massa munosabati hamma polinukleotidlar uchun deyarli bir xil bo'ladi. Nuklein kislotalarning tabiiy malekulalari juda katta bo'lgani uchun, gelning g'ovak o'lchamlari ham katta bo'lishi kerak. Katta malekulalarning gelga mustahkamlik berish uchun, asosan bo'linishida ($M > 5 \cdot 10^6$), ularga agarzoza qo'shiladi (katta g'ovakli polisaxarid). Elektroforez kolonkalarda yoki gel plastinkalarda o'tkaziladi.

Disk – elektroforez usuli

Tarkibiy qismlarning maksimal darajada bo'linishi uchun disk – elektroforez – PAG dagi modifikatsiyalangan elektroforez usulidan foydalанилди.

Bu usulning mohiyati shundan iboratki, namunaning birinchi yupqa qatlami (1–2 mm) juda yupqa start chizig'iga shimdiriladi (1–100 mkm). Gel vertikal kolonkaga joylashtirilgan uchta qismdan iborat bo'ladi: yuqori yoki aniqlanuvchi namuna qismi, o'rta namuna o'tuvchi qism va bo'lувчи geldan iborat pastki qismlar. Namuna qismi va gel-o'tkazma qismlari konsentratsiyasi (katta o'lchamli g'ovak) bo'lувчи gelga nisbatan kichik bo'ladi, ularni tayyorlash uchun pH qiymati har xil, ion kuchi kam bo'lgan buferlardan foydalанилди.

Gelning yuqori qismidagi g'ovaklarning katta bo'lishi molekulalarning ushlanishini kamaytiradi, lekin harakatlanish tezligi pastki qismlariga qaraganda katta bo'ladi. Bundan tashqari, ion kuchining past bo'lishi elektr kuchlanishni yuqori bo'lishiga sabab bo'ladi, shuning uchun yuqori gelda elektr maydoni ($V \cdot sm^{-1}$) katta va molekulalarning harakati tezroq bo'ladi. Gelning yuqori qismidagi harakatning tez bo'lishi moddaning o'tkazma va bo'luvchi gel chegarasida yig'ilishiga olib keladi.

Molekulalarning bo'luvchi geldagi harakati natijasida aralashma komponentlari tegishli qimlarga bo'linishiga olib keladi.

Bo'linish tugallangandan so'ng gelni olib tashlanadi va zonalardagi moddalar (qismlar) identifikasiyalanishi (radioaktivligini o'chash yoki optik zichligini aniqlash orqali).

Disk – elektroforez usuli oqsillarning tozaligini aniqlashda va aralashma tarkibidagi komponentlarni bir-biridan ajratishda qo'llaniladi.

Ammo bitta zona, bu tozalik kriterysi deb hisoblanmaydi, chunki yot moddalar tanlangan buferda va berilgan pH da bo'linmasligi mumkin. Shuning uchun ham tahlilning aniqligi yuqori bo'lishi uchun bir nechta buferlar va har xil pH qiymatlaridan foydalaniladi.

Izoelektrik fokuslash usuli. Aralashmadagi ayrim komponentlari amfolit xossasiga ega bo'lishi mumkin, ya'ni ham musbat ham manfiy zaryadlangan guruhlardan iborat bo'lishi mumkin.

Amfolitlarning zaryadi pH qiymatiga bog'liq bo'ladi: pH qiymati kichik bo'lsa musbat, yuqori bo'lsa manfiy zaryadlangan bo'ladi.

Har bir amfolit uchun shunday pH qiymati borki, o'sha qiymatda u zaryadlanmagan bo'ladi. Bu qiymat – izoelektrik nuqta rI deyiladi. Izoelektrik nuqtada amfolit elektr maydonida harakatlanmaydi.

Amfolit molekulalari pH diapazonida harakatlanishi $pH = rI$

bu qadur bo'ladi. Keyin ular harakatlanishni to'xtatadi. RI qiyati har xil bo'lib ko'p komponentli amfoltarning har bir komponentini individual zanada ushlanishi kuzatiladi.

Bu elektroforetik tahlilning bu usulida komponentlarning RI bilan farqlanishi izoelektrik fokusirovka deyiladi.

pHning stabil gradiyentlar usulini ishlab chiqishda past molekulali sintetik (m.o.300–600) poliamfolitlardan foydalaniladi, ular o'z navbatida izoelektrik nuqtalarni keng diapazonini qoplaydilar (pH 1–11). Bu tizimlar alifatik poliaminokarbon kislotalar aralashmasidan iborat bo'ladi.

Elektr maydonidagi pH ning o'rtacha qiyati tizimning barcha qismida eritma amfoltlari uchun bir xil bo'ladi. Elektr maydonda poliamfolitlarni harakati boshlanadi, bu esa tor zonadagi o'z izoelektrik nuqtalarini konsentrishiga olib keladi.

Bu zonalarda poliamfolitlarni xususiy bufer hajmlari hisobiga RI qiyati bo'yicha, pH qiyatlari belgilanadi.

Shunday qilib tizimda pH ning gradiyent qiyati vujudga keladi. Aniqlanayotgan eritmaning elektroforezida har bir komponentning RI qiyatiga to'g'ri keladigan pH da aniqlanadi. Elektrodlardagi kuchlanish bir nechta yuz voltga teng bo'ladi.

Izoelektrik fokusirovkali elektroforez usuli bir qancha afzalliklarga ega. Bu usullardan boshqa usullarda aniqlash imkonи bo'lмаган hollarda foydalanish mumkin. Modda komponentlarini RI i 0,02 gacha farq qilganda, ham miqdoriy tahlil qilish mumkin bo'ladi. Usulda adsorbsiyalanish hodisasi kuzatilmaydi, chunki muhit sifatida suyuqlik ishlatiladi. Bu o'z navbatida elekroforezdan keyin fraktsiyalardagi moddalarni aniqlash va miqdoriy baholash imkonini beradi.

Usulda moddalar zonalarda konsentratsiyalangani sababli identifikatsiyalash ancha oson kechadi. Shu bilan birga kamchiliklaridan biri bu tajribani davomiyligi uzoqligidir (tizimdagи barqarorlikni ta'minlash uchun 24–72 soat kerak bo'ladi).

III BO'LIM

DORI MODDALARINING TOZALIGINI VA ARALASHMALARNING RUXSAT ETILGAN MIQDORINI ANIQLASH

3.1. DORI MODDALAR TARKIBIDAGI UMUMIY YOT ARALASHAMALARNI 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'rildi. Yot aralashmalar ikki turga bo'linib, ularning bиринчи тuri 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 mahsulotlarining yetarli darajada tozalanmaganligi;
- dori moddasining olinishi jarayonida ishlatiladigan uskunalar tarkibidan metall kationlarining dori modda tarkibiga qo'shilib qolishi;
- sintez jarayonida ko'zda tutilmagan qo'shimcha aralashmalarning hosil bo'lishi;
- dorivor o'simlik xomashyosi yoki hayvonlar a'zolaridan dori modda olinishi jarayonining reglamentga ko'ra olib borilmaganligi;
- dastlabki mahsulot tarkibidagi begona moddalar tarkibidagi birikmalarning ekstraksiyalanishi;

— saqlash jarayonida dori moddasining o‘zgarishi.

Dori moddalarning tozaligini aniqlash uchun qo‘l-laniladigan 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.

Ikkinci 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‘silsa, yuzaga kelgan o‘zgarishni kolorimetrik, nefelometrik yoki boshqa usullar bilan solishtirish orqali aniqlanadi.

Dori moddalarning tozaligi tekshirilganda farmakopeyada keltirilgan umumiy ko‘rsatmalarga qat’iy rioxha qilinib, bunda suv va boshqa foydalanilgan reaktivlarda aniqlanishi lozim bo‘lgan ionlarning bo‘lmasligi, probirkalar rangi va o‘lchamlarining bir xilligi, aniqlanuvchi modda 0,001 g aniqlikda tortib olinishi, tekshiriluvchi va etalon eritmalariga reaktivlarning bir vaqtda va teng miqdorda qo‘silishi 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, eritma teng ikkiga bo'linadi va bir qismiga asosiy reaktiv qo'shish orqali amalga oshiriladi. Bunda eritmaning ikkala qismida ham o'zgarish kuzatilmasligi lozim. Ba'zi hollarda reaktivni qo'shish tezligi, tartibi va reaktiv qo'shilgandan so'ng ma'lum vaqt o'tishiga ham ahamiyat beriladi.

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

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

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

bunda:

C — aniqlanuvchi ionning etalon eritmadiagi foiz miqdori;

a — dori moddaning tortib olingan miqdori;

V — dori modda eritmasining hajmi;

V_1 — dori modda eritmasining tahlil uchun olingan hajmi.

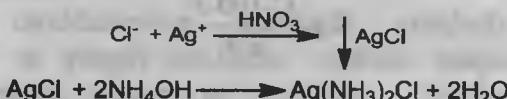
Ruxsat etilgan yet aralashmalarni aniqlash maqsadida ishlataladigan etalon eritmalar

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_2SO_4	0,01	0,001	BaCl	0,003
NH_4^+	NH_4Cl	0,002	0,0002	Nessler reaktiv	0,0003
Ca^{+2}	CaCO_3	0,03	0,003	$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$	0,0035
Fe^{+3}	$\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	0,003	0,0003	Sulfosalitsil kislotasi	0,00005
Zn^{+2}	ZnO	0,005	0,0005	$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	0,001
Pb^{+2}	$\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	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'ichov 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 kislotasi 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 kislota eritmasi va 0,5 ml kumush nitrat eritmasidan solinadi, 5 daqiqadan 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 kislota ishtirokida oq rangli cho'kma hosil qilishiga asoslangan:



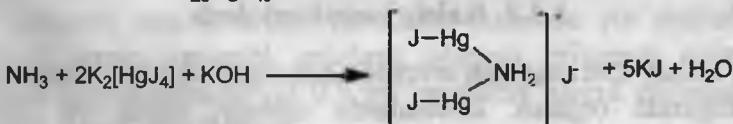
Aniqlash tartibi:

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.

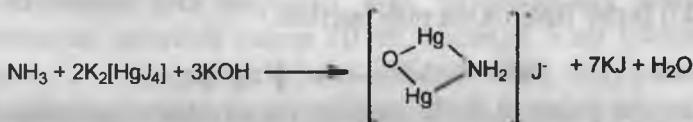
3.1.3. Ammoniy ionini aniqlash

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

$K_2[HgJ_4] + KOH$ - Nessler reaktivi



yoki



Aniqlash tartibi:

Farmakopeya maqolasi talabi bo'yicha tayyorlangan eritmaning 10 ml iga 0,15 ml Nessler reaktivi qo'shiladi va 5 daqiqadan 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 ioni 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 holidagi

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 aralashtirilgach, 0,15 ml Nessler reaktiv qo'shib, yuqorida ko'rsatilgani bo'yicha aniqlanadi.

3.1.4. Kalsiy ionini aniqlash

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

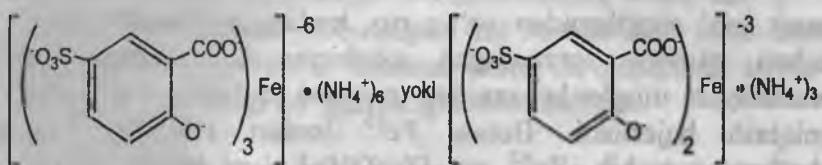


Aniqlash tartibi:

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 daqiqadan 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 sulfosalitsil 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 daqiqa 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 yet aralashma holidagi temir ionlarini aniqlash olingan eritmaga ammiak eritmasi qo'shishdan avval 0,5 ml ammoniy xlorid eritmasidan qo'shish orqali olib boriladi.

Ammoniy ioni saqlagan dori moddalardagi temir yet 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 konsentrangan 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, konsentrangan 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 yet aralashma holidagi rux ionlarini aniqlash uchun ham asos qilib olingan.

Agar reaksiya natijasida ko‘k rang hosil bo‘lsa, eritmadaqи temir ionи ajratilgandan so‘ng rux ionлari aniqlanadi. Buning uchun qizdirib qaynatilgan tekshiriluvchi eritmaga, hidi seziladigan miqdorda ammiak eritmasи qo‘shib, filtrlangach, aniqlash bajariladi. Bunda Fe³⁺ ionлари Fe(OH)₃ holida cho‘kmaga tushib, Zn⁺² esa [Zn(OH)₄]⁻, ionи holida eritmada qoladi:



Aniqlash tartibi:

10 ml dori modda eritmasiga 2 ml suyultirilgan xlorid kislota va 5 tomchi kaly ferrotsianid eritmasidan solib, 10 daqiqadan 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 metall ionлари natriy sulfid eritmasи 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 ionи saqlagan eritma olinadi:



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

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

Aniqlash tartibi:

Ikkita bir xil hajmli va bir xil shishadan tayyorlangan probirka olinib, biriga 10 ml tekshiriluvchi eritma, ikkinchisiga

1 ml og'ir metallarga B etalon olinib, 9 ml suv qo'shib suyultiriladi. Ikkala probirkaga 1 ml suyultirilgan sirka kislota, 2 tomchi natriy sulfid eritmasi solib, 1 daqiqadan keyin bu probirkalarda hosil bo'lган ranglar solishtiriladi.

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

Sulfat kislota qo'shib kuydirilgan 1 g organik moddaning kul qoldig'iga 1 ml ammoniy atsetatning to'yangan va neytrallangan eritmasi va 3 ml suv qo'shib chayqatiladi. So'ngra 1% li sirka kislota 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 kislota solib 2 ml ammoniy atsetatning to'yangan va neytrallangan eritmasi qo'shib, qizdiriladi. Eritma sovitilib filtrlanadi. Tigel va filtr 3 ml suv bilan yuvilib, 2 ml og'ir metallarga B etalon qo'shiladi.

Ammoniy atsetatning to'yangan va neytrallangan eritmasini tayyorlash uchun ammoniy atsetatning to'yangan 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'yangan eritmasidan qo'shish orqali neytrallanadi.

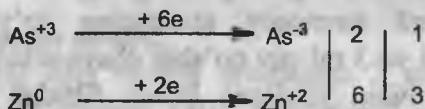
Kul qoldig'i tarkibidagi og'ir metallarni aniqlash uchun temir ioni xalaqit bermaydi.

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 foydalaniлади:

1-usul. Arsen ionlari xlorid kislota yoki sulfat kislota 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.



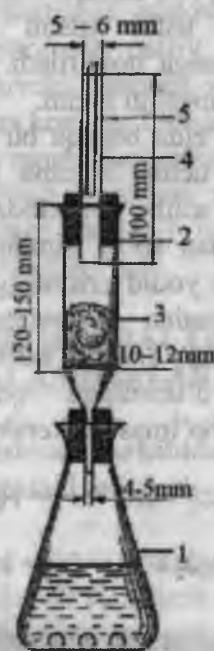
Dori modda tarkibidagi arsenni aniqlash uchun dastlab quyidagi ishlar bajariladi.

Dori modda anorganik tuzilishga ega bo'lsa:

a) Nitrat kislota, nitrit va nitratlar saqlamaydigan va aniqlash jarayonida galogenlar, vodorod sulfid, sulfit angidridi va fosfmlar ajralib chiqmaydigan moddalar uchun, aniqlanuvchi moddaning tortib olingan miqdori arsenni aniqlash uskunasidagi kolbaga solinib 20 ml suyultirilgan xlorid kislota qo'shiladi.

b) Nitrat kislota, nitratlar, nitritlar saqlagan va tekshirish jarayonida galogenlar, vodorod sulfid, sulfit angidridi hamda fosfinlar ajraladigan moddalar uchun ularning tortib olingan miqdorini uskunadagi kolbaga solingach, 10 ml konsentrlangan sulfat kislotasi qo'shib 40 daqiqa qaynatiladi, qaynoq eritmaga

kolbaning devorlari bo‘ylab 4 ml pergidrol qo‘shiladi. So‘ng 10—15 daqiqa qaynatilib sovitilgach, 20 ml suv solib, aniqlash davom ettiriladi.



II-rasm. Arsenni aniqlash uskunasi: 1 – kolba; 2 – shisha trubka; 3 – qo‘rg‘oshin atsetati bilan ho‘llangan paxta tomponi; 4 – shisha trubka; 5 – simob (II) xloridi bilan ho‘llangan qog‘oz tasmasi

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

Aniqlash tartibi:

1-usul. Tegishli tarzda tayyorlab olingen aniqlanuvchi modda eritmasi solingen 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 kaly yodid eritmasiga tushirilib, 10 daqiqadan 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:

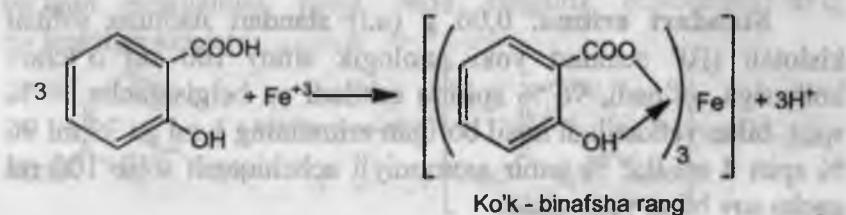
Dori moddaning tortib olingan miqdori me'yoriy texnik hujjatda ko'rsatilganidek dastlabki ishlov berilib, probirkaga solinadi va unga 5 ml gipofosfit natriy qo'shilib 15 daqqa qizdiriladi. Bunda tekshiriluvchi eritmada sezilarli qo'ng'ir rang yoki qo'ng'ir rangli cho'kma hosil bo'lmasligi lozim.

Agar eritma qo'ng'ir rangga bo'yalsa yoki qo'ng'ir rangli cho'kma hosil bo'lsa, sovitilib 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 kislotasi tarkibidagi erkin salitsil kislotasini aniqlash

0,3 g dori modda 5 ml spirtda eritilib, 25 ml suv qo'shiladi (tekshiriiluvchi eritma). Ikkita 50 ml hajmli silindr olib, biriga 15 ml tekshiriiluvchi eritma, ikkinchisiga 5 ml tekshiriiluvchi eritma, salitsil kislotaning 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, tekshiriiluvchi eritmaning rangi etalon eritma rangidan to'q bo'lmasligi kerak (dori modda tarkibida 0,05% dan kam) :



Tekshiriluvchi eritmadiagi atsetilsalitsil kislota miqdori quyidagicha hisoblanadi:

0,3 g — 30

0,15 g — 15

Etalon eritmadiagi salitsil kislotasi quyidagicha hisoblanadi:

0,3 — 30 ml 100 — 0,05

0,05 — 5 ml 0,05 — x

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

100 ml — 0,01 g

0,5 ml — 0,00005 g

Etalon eritmadiagi salitsil kislota miqdori $0,00005 + 0,000025 = 0,000075$ g bo'ladi. Atsetilsalitsil kislota tarkibidagi salitsil kislotasi quyidagicha hisoblanadi:

0,15 g — 0,000075

100 g — x

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

Asetilsalitsil kislotasi tarkibidagi erkin salitsil kislotani aniqlash (2-usul)

Salitsil kislota. Tekshiriluvchi eritma 0,3 g substansiyani (a.t) 25 ml o'lchov kolbasiga solib, 10 ml 96 % spirt, 1 ml 0,2 % temir ammoniyili achchiqtosh qo'shiladi va belgisigacha suv bilan yetkaziladi va aralashtiriladi.

Standart eritma. 0,06 g (a.t) standart namuna salitsil kislotali (BP standart yoki analogik sifat) 100 ml o'lchov kolbasiga solinadi, 96 % spirtda eritiladi va belgisigacha 96 % spirt bilan yetkaziladi hosil bo'lgan eritmaning 1 ml ga 39 ml 96 % spirt 4 ml 0,2 % temir ammoniyili achchiqtosh solib 100 ml gacha suv bilan yetkaziladi.

Yangi tayyorlangan eritmalar ishlatiladi. Tekshiriluvchi va standart eritmaning optik zichligi spektrofotometrda max 520 nm to'lqin uzunligida 50 mm qalnlikdagi kyuvetada o'lchanadi. Substansiyadagi erkin salitsil kislotaning % miqdori (X) quydagi formula bo'yicha topiladi:

$$X = A_I \cdot a_0 \cdot 0,25 / A_0 \cdot a_I$$

bunda: A_I – tekshiriluvchi eritmaning optik zichligi;

A_0 – standart eritmaning optik zichligi;

a_I – substansiya tortmasi;

a_0 – salitsil kislotaning standart namunadagi miqdori g. da.

Erkin salitsil kislotasi miqdori 0,05% dan ko'p bo'lmasligi kerak.

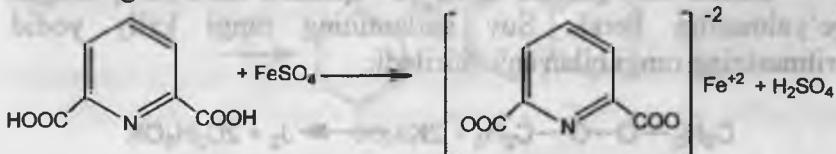
3.2.2. Xlorid kislotasi eritmasi tarkibidagi sulfit kislotani aniqlash

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 kislotasi eritmasi qo'shilsa, 0,5 daqiqa davomida eritma rangsizlanmasligi kerak.



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

0,1 g nikotin kislotasi 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. Etamininal-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 etamininal 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 moddadagi miqdori 0,5% dan ko'p bo'lmasligi kerak:

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

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

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.

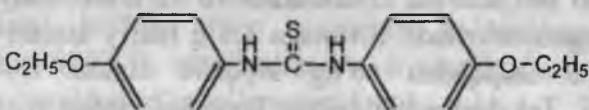
Bunda efir qatlami ham, suv qatlami ham sariq rangga bo'yalmasligi kerak. Suv qatlaming rangi kaliy yodid eritmasining rangi bilan solishtiriladi:



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 soniya davomida chayqatilib, 1 daqiqaga qoldiriladi. Eritmaning loyqalanishi yoki rangining o'zgarishi kuzatilmasligi kerak—bilinmas loyqalanish bo'lishiga ruxsat etiladi).

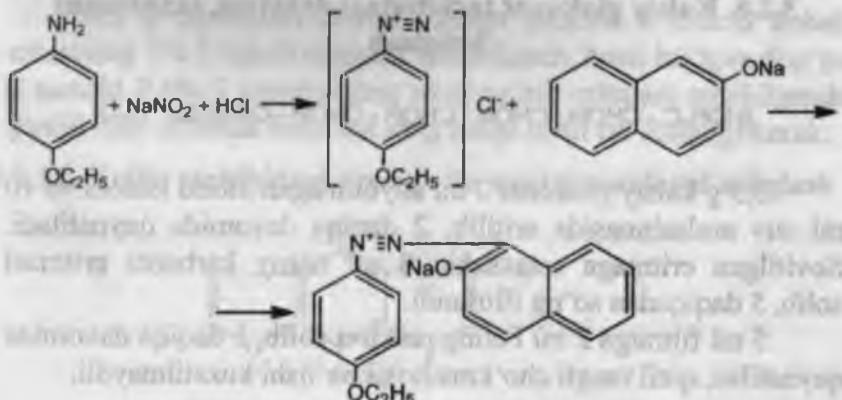
Eritmaning rangi o'zgargan yoki loyqalanish kuzatilgan taqdirda, 50 ml dietil efiri 35°C haroratda haydalib, haydalgan suyuqlikda aniqlash qaytariladi.

3.2.6. Etoksid tarkibidagi p-fenitidin xlorgidratni aniqlash

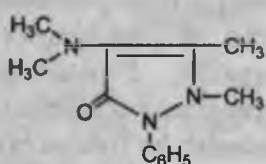


Etoksid, N,N' - [di(n - entoksifenil) - tiomochevina]

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 β -naftolning yangi tayyorlangan eritmalari qo'shilganda qizil-pushti rang hosil bo'lmasligi kerak :

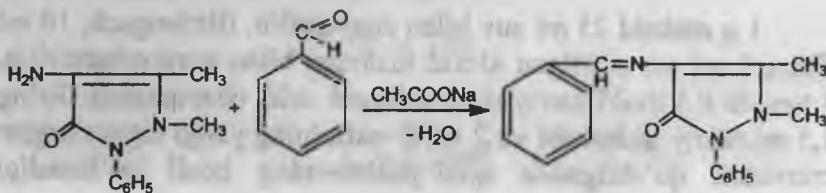


3.2.7. Amidopirin tarkibidagi 4-aminoantipirinni aniqlash



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

1 g amidopirin 1 daqiqa davomida 5 ml iliq suv bilan chayqatilgach, sovitilib filtrlanadi. Filtr 2 ml suv bilan yuvilib, filtratga qo'shiladi. Filtratga bir kecha-kunduz davomida to'yintirilgan benzaldegid eritmasidan 10 ml solib, chayqatiladi va 5 daqiqaga qoldiriladi. Eritmaga 1,5 g natriy atsetat qo'shib chayqatib, 5 daqiqadan so'ng loyqalik etalonini №4 bilan solishtiriladi. Tekshiriluvchi eritma loyqaligi etalon eritmasidan ko'p bo'lmasligi kerak:



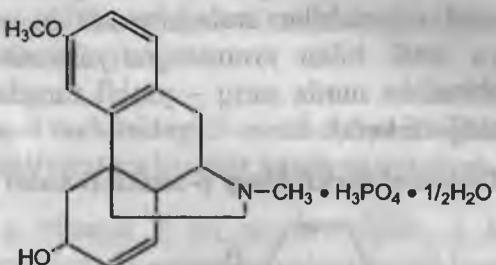
3.2.8. Kalsiy glukonat tarkibidagi dekstrin, saxarozani aniqlash



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

5 ml filtratga 2 ml Feling reaktivini solib, 1 daqiqa davomida qaynatilsa, qizil rangli cho'kma hosil bo'lishi kuzatilmaydi.

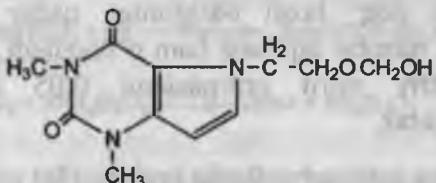
3.2.9. Kodein fosfat tarkibidagi morfinni aniqlash



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

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

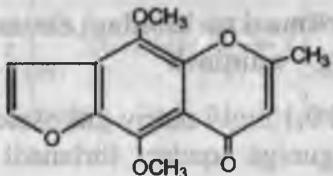
3.2.10. Diprofillin tarkibidagi teofillinni aniqlash



Diprofillin, 7 - (2 - 3 - dioksipropil) - 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'lmasligi kerak.

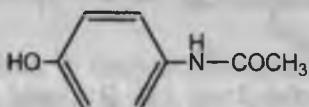
3.2.11. Kellin tarkibidagi boshqa furanoxromonlarni aniqlash



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

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

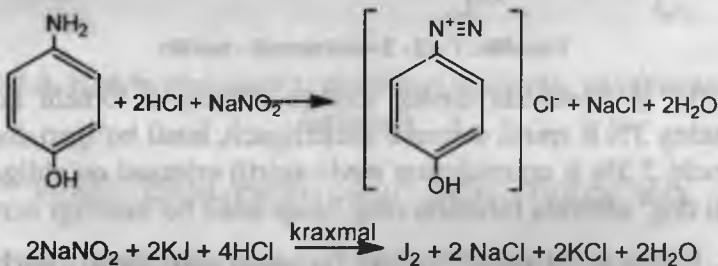
3.2.12. Paratsetamol tarkibidagi p-aminofenolni aniqlash



Paratsetamol, p - atsetaminofenol

2 g paratsetamol 2 daqiqa 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‘lguiga 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‘lguiga qadar titrlanadi (indikator – fenolftalein).

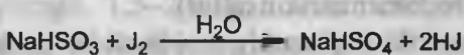
1 ml 0,1 mol/l natriy gidroksid eritmasi 0,0046 g chumoli kislotasiga mos kelib, uning dori moddadagi miqdori 0,2 % dan ortmasligi kerak.

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 tomizilganda eritma loyqalanmasligi kerak.

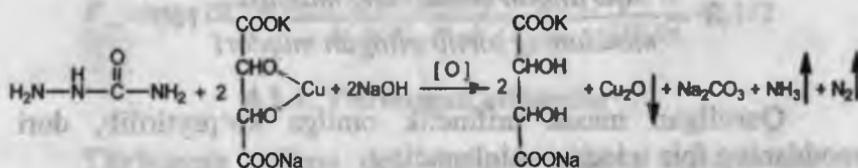
2. 1 g vikasol 30 ml suvda eritilib, unga 20 ml 0,1 mol/l sulfat kislota va 30 ml 0,1 mol/l yod eritmasi qo'shib, chayqatilgach, yodning ortiqchasi 1 mol/l natriy tiosulfat eritmasi bilan titrlanadi (indikator — kraxmal).

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'lmasligi kerak:



IV BO'LIM

DORI VOSITALARI MIQDORINI ANIQLASHNING KIMYOVIY 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‘irlilikka kelgunicha quritib, so‘ngra tortib, aniqlangan massa asosida moddaning miqdori topiladi.

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

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

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

bunda:

Moddaning foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

a — aniqlanuvchi moddaning molekula massasi;

b — cho'ktirib quritilgan moddaning molekula massasi.

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

Aniqlash tartibi:

Xinin gidroxloridning 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 xinin 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'irlilikka kelguniga qadar quritilib tortiladi. Tortma massasi gravimetrik omil — 1,112 ga ko'paytiriladi va moddaning foiz miqdori hisoblanadi. Xinin gidroxloridning foiz miqdori 99,0% dan kam bo'imasligi lozim.



$$F - xinin \bullet HCl = \frac{M.M.(C_{20}H_{24}N_2O_2 \bullet HCl)}{M.M.C_{20}H_{24}N_2O_2} = \frac{396,92}{350,94} = 1,112$$

4.1.1. Titrlangan eritmalar

Titrlangan eritma deb, hajmiy tahlilda titrlash uchun qo'llaniladigan, aniq konsentratsiyaga ega bo'lgan eritmalariga aytildi. Titrlangan eritmalarning (titrantni) konsentratsiyasi

mol/l da ifodalanib, aniq moddalarga nisbatan titr bilan belgilanadi. Molyarli eritma konsentratsiyasi bir litr eritmadiagi erigan moddaning mol miqdori bilan ifodalanadi (mol/l).

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

1 ml titrantga ekvivalent bo'lgan aniqlanuvchi moddaning grammilar 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, titrllovchi 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:

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

bunda:

a — eritmaning titrini aniqlash uchun olingan moddaning gramm miqdori;

E — modda ekvivalent massasining g/mol miqdori;

V — moddani titplash uchun sarf bo‘lgan titrant hajmi, ml.

2. Titri aniqlanayotgan titrant bilan titri aniq bo‘lgan eritmani titplash orqali aniqlanadi:

$$M_0 \cdot V_0 = M \cdot V, \quad M = \frac{M_0 \cdot V_0}{V},$$

bunda:

M — titri aniq bo‘lgan eritmaning molyarligi;

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

V_0 — titri aniq bo‘lgan eritmaning hajmi.

Titrlangan eritmalar uchun ularni shartli molyarligiga bo‘lgan tuzatish koeffitsiyenti — K hisoblanadi:

$$K = \frac{M}{M_0},$$

bunda: M_0 — titrlangan eritmaning talab etilgan shartli molyarligi;

M — titrlangan eritmaning shartli molyarligi.

Aytaylik, $M_0 = 0,1$ 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 eritmalarning tuzatish koeffitsiyenti 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 svuning hajmi quyidagi formula bilan hisoblanadi:

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

bunda: K — titrlangan eritmaning aniqlangan tuzatish koeffitsiyenti.

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

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

bunda: 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

$$X_{\%} = \frac{V \cdot K \cdot T \cdot 100}{a} \text{ yoki } X_{\%} = \frac{V \cdot K \cdot T \cdot P}{a},$$

b) qayta titrlanganda

$$X_{\%} = \frac{(V_1 \cdot K_1 - V_2 \cdot K_2) \cdot T \cdot 100}{a}$$

yoki

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

d) nazorat tajribasi o'tkazilganda

$$X_{\%} = \frac{(V_1 - V_n) \cdot T \cdot K \cdot 100}{a} \text{ yoki } X_{\%} = \frac{(V_n - V_1) \cdot T \cdot K \cdot P}{a}.$$

Bunda: V — titplash 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 koeffitsiyentlari;

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 tartibi:

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:

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

bunda:

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

K — tuzatish koefitsiyenti;

T — xlorid kislotasining titri, 0,03646 g;

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

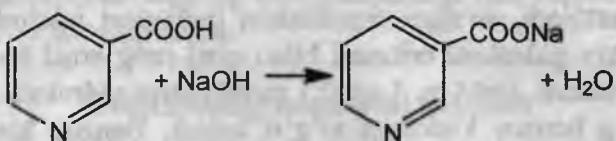
Indikatorning rang o‘zgartirish pH oralig‘i

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 00	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, sovitilgan 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'lmasligi kerak. Nikotin kislotasining foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblab topiladi:

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

bunda:

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

K – tuzatish koeffitsiyenti;

T – nikotin kislotaning titri, 0,01231.

Benzoy kislotaning miqdorini aniqlash

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

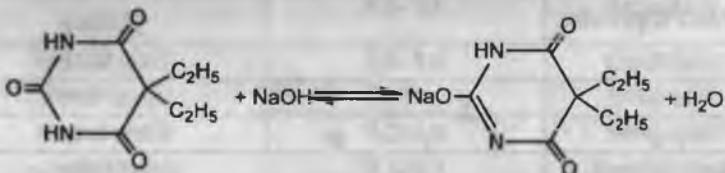


Aniqlash tartibi:

0,2 g atrofidagi (aniq tortma) benzoy kislota 100 ml hajmli kolbaga solib, 20 ml fenolftalein ishtirokida neytrallangan spirt qo'shib eritiladi, so'ngra fenolftalein indikatori 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 benzoy kislotaga to'g'ri keladi. Benzoy 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 pH=9,3–10,5 atrofida bo'lib, shu sharoitda indikator timolftalein o'z rangini o'zgartiradi.

Aniqlash tartibi:

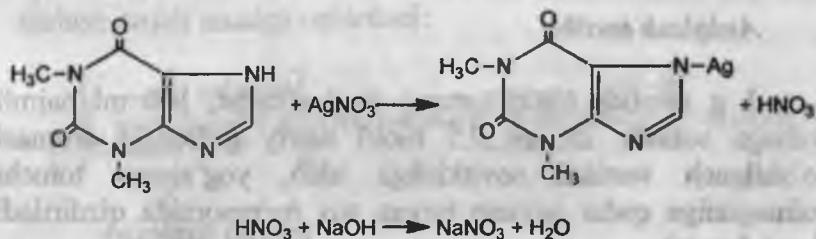
Ikkita bir xil 100 ml hajmli kolbaga 10 ml dan 0,1 mol/l natriy gidroksid eritmasi bilan timolftalein bo'yicha neytrallangan spirt solinadi. Birinchi kolbaga 0,5 g atrofida (aniq

tortma) barbital, ikkinchi kolbaga esa 20 ml yangi haydalib, sovitilgan 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.

Teofillinning miqdorini aniqlash

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

Teofillinning 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:

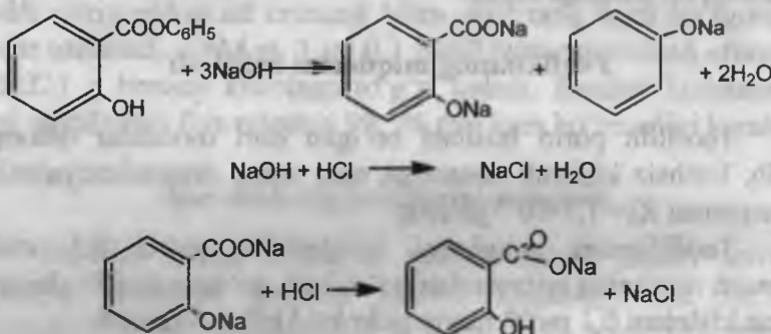


Aniqlash tartibi:

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, qizilbinafsha 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 ($\text{pH}=5,5-6,8$) olinadi:



Aniqlash tartibi:

1 g atrofida (aniq tortma) fenilsalitsilat, 100 ml hajmli kolbaga solinib, 25 ml 0,5 mol/l natriy gidroksid eritmasi qo'shilgach vertikal sovitkichga 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.

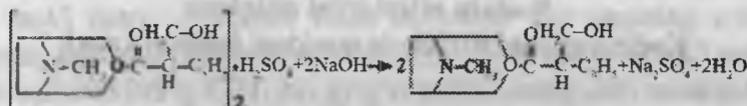
Bir vaqtning o'zida nazorat tahlili olib boriladi. E=M.m. 1 ml 0,5 mol/l natriy gidroksid 0,01071 g fenilsalitsilatga to'g'ri keladi. Fenilsalit-silatning dori moddasidagi foiz miqdori 99,0% dan kam bo'lmasligi kerak.

4.2.3. Kuchli kislota 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.k.) 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 aralashmasi ishtirokida, ishqor eritmasi bilan titrlash orqali amalga oshiriladi:

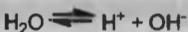


Aniqlash tartibi:

0,5 g atrofida (aniq tortma) atropin sulfat 100 ml hajmli kolbaga solinib, 10 ml fenolftalein 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 moddadagi foiz miqdori 99,3% dan kam bo‘lmasligi kerak. Uning foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblab topiladi:

bo'limagan organik dori moddalar va ularning tuzlari aniqlanadi.

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



D. Brensted va T. Louri nazariyasi bo'yicha neytrallash jarayoni, kislotadan 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 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 erituvchilarining N.A.Izmaylov aproton (aprot) va protolit guruhlarga bo'ladi.

Aproto erituvchilar neytral xossali moddalar bo'lib ionlashmaydi. Proton olish yoki berish xossasiga ega emas, erigan moddalar bilan o'zaro reaksiyaga kirishmaydi. Aproto 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 protofl (asos xossasiga ega) erituvchilarga bo'linadi.

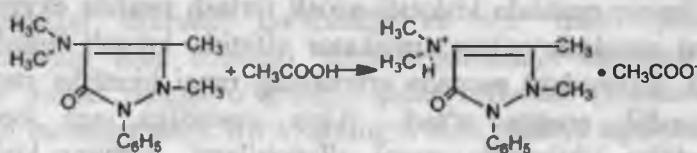
Protogen erituvchilarga chumoli, sirka, propion, moy kislotalari kiradi. Bu guruh moddalarida proton olish xossasidan ko'ra berish xossasi kuchli.

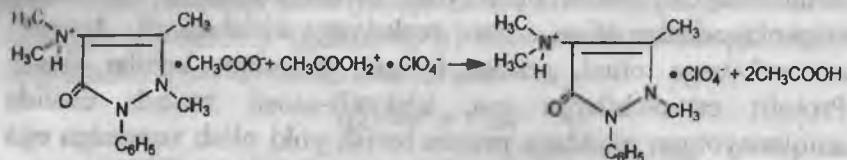
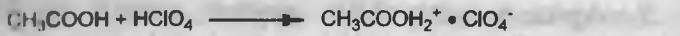
Kislotalar va asoslarning dissotsiyalanish konstantasi quyidagicha ifodalanadi:

$$K_{\text{diss}} = \frac{[H_3O^+][A^-]}{[HA]}, \quad K_{\text{ass}} = \frac{[BH^+][OH^-]}{[B]}$$

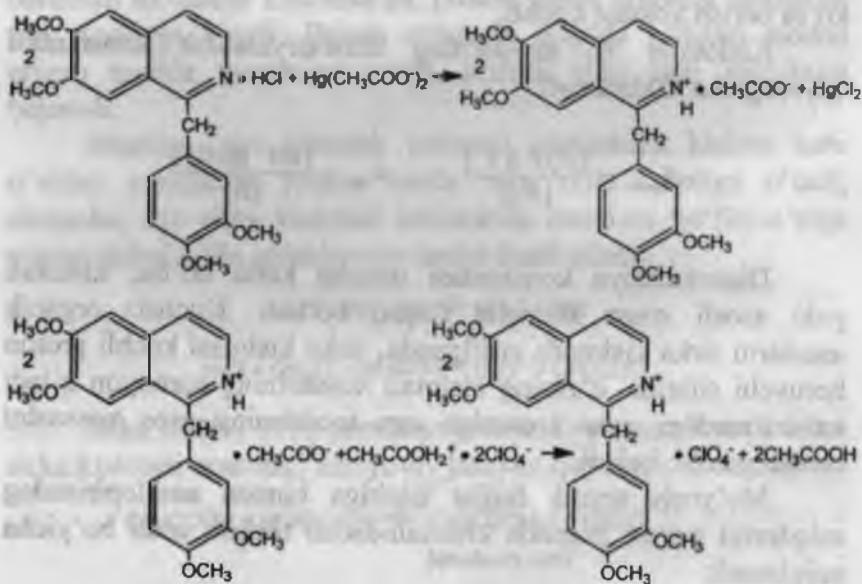
Dissotsiatsiya konstantasi qancha katta bo'lsa, kislotali yoki asosli xossa shuncha yuqori bo'ladi. Kuchsiz organik asoslarni sirka kislotada eritilganda, sirka kislotasi kuchli proton beruvchi sifatida, o'zining kislotali xossasining namoyon qiladi va eritmadiagi asos xossasiga ega moddaning asos xossasini oshishiga olib keladi.

Me'yoriy texnik hujjat talabiga binoan amidopirinning miqdorini suvsiz muhitda kislotali-asosli titrlash usuli bo'yicha aniqlanadi:



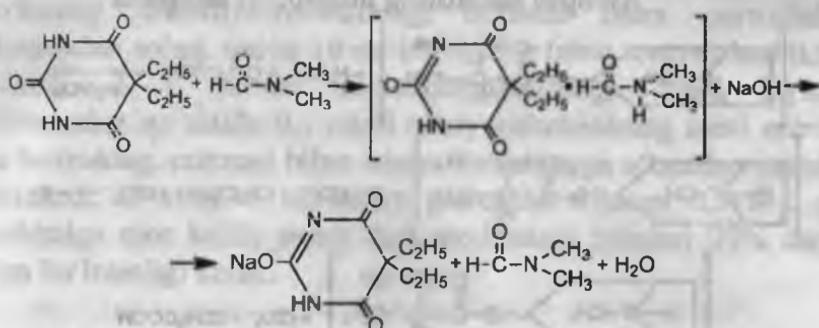


Organik moddalar galogen vodorodli tuz holida bo'lsa, u holda galogenlarni kam dissotsiatsiyalanadigan tuzlarga o'tkazib olinadi. Buning uchun simob atsetatning 5% eritmasi qo'shiladi. Buni papaverin gidroxloridi misolida ko'rish mumkin:



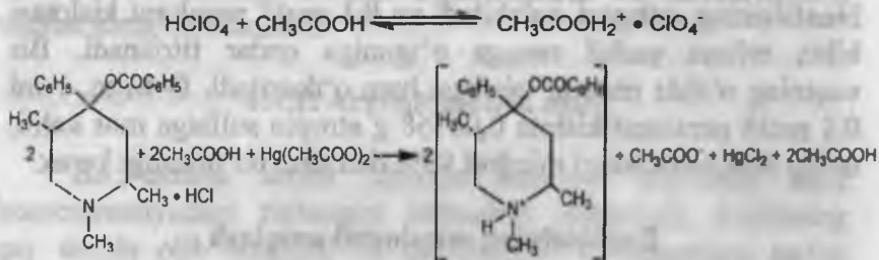
Suvziz muhitda kislotali-asosli titrlash usulida ekvivalent nuqtani aniqlash uchun, indikator sifatida kristall binafshasi olinadi. Ekvivalent nuqtada eritmaning rangi binafsha rangdan sariq-yashil rangga o'tadi. Asos xossasiga ega bo'lgan erituvchilar ishtirokida ayrim alkaloidlarni, barbitur kislotosi hosilolaridan – benzonal, fenobarbital, sulfanilamid pre-

paratlaridan – 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:

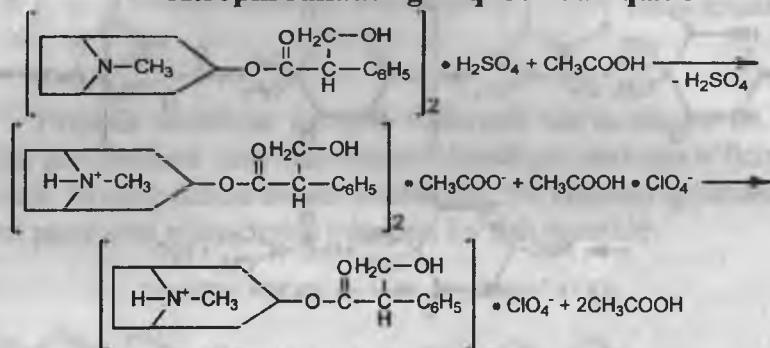


Aniqlash tartibi:

0,3 g (aniq tortma) promedol 20 ml muz holidagi sirka kislotasida erilib, 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 — kristall 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.

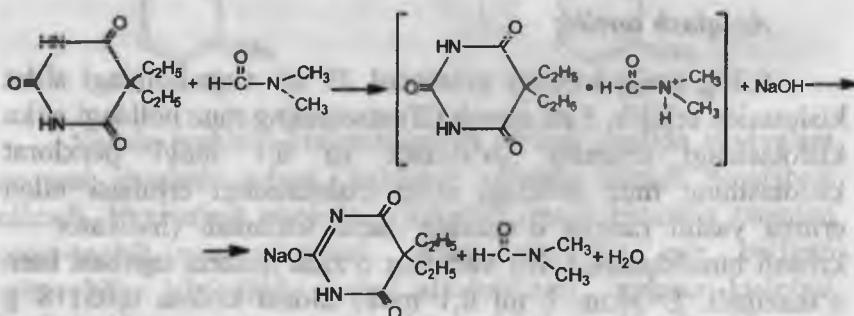
Atropin sulfatning miqdorini aniqlash



Aniqlash tartibi:

0,5 g (aniq tortma) 100—105°C da doimiy og‘irlikkacha quritilgan atropin sulfat 10 ml muz holidagi sirkal kislotasida suv hammomida qizdirish orqali eritib sovitlgach, 3 tomchi kristall 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 moddadagi miqdori 99% dan kam bo’lmasligi kerak.

Barbitalning miqdorini aniqlash



Aniqlash tartibi:

Dimetilformamid va benzol aralashmasi (1:3) timol ko'kingin dimetil-formamiddagi 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 moddadagi 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 dissotsiyalanadigan 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 eritmalarini ishlataladi. 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 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:



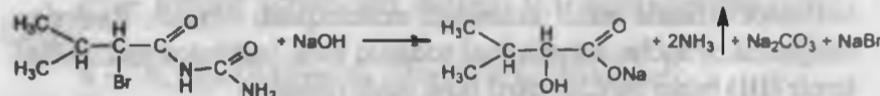
Temir (III) gidroksid cho'kmaga tushmasligi uchun nitrat kislota qo'shiladi.

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, sovitkichga o'rnatib, qaynab turgan suv hammomida 15 daqiqa qizdiriladi, so'ngra sovitilib, 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 achchiktosh 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:

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

bunda:

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 koeffitsiyenti;

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 yodidlari ishtirokida ko'k rangda bo'lib, yodidlari 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 xalaqit bermaydi. Bromidlar aniqlanganida sulfat kislota qo'shishdan oldin 10% ammoniy karbonatining eritmasi qo'shiladi.

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

4.4.2. Merkurimetrik usul

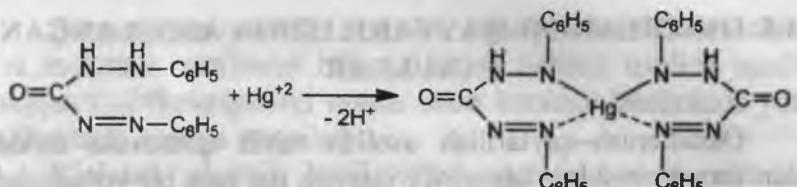
Merkurimetrik usul yordamida asosan xloridar va yodidlarning miqdori aniqlanadi. Titrant sifatida 0,1 mol/l simob (II) nitrat ($Hg(NO_3)_2$) yoki 0,1 mol/l simob perxlorati ($Hg(ClO_4)_2$) olinadi. Indikator sifatida temir (III) tiotsianat, natriy nitroprussid yoki difenilkarbazon eritmalaridan foydalaniladi. Kimyoviy jarayon quyidagicha ifodalananadi:



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 xalaqit beradigan ionlar bu usulda xalaqit bermaydi.
3. Simob (II) nitrat kumush nitratga nisbatan arzon.
4. Hosil bo‘lgan simob (II) birikmalari oson qaytariladi.

Aniqlash tartibi:

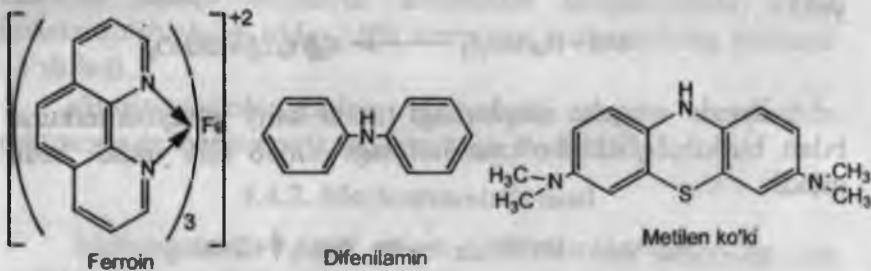
0,1 g (aniq tortma) natriy bromid 20 ml suvda eritilib, 1 tomchi suyultirilgan nitrat kislotasi va 2–3 tomchi difenilkarbazon eritmasidan qo‘shib, eritma ko‘k rangga o‘tguniga qadar 0,1 mol/l simob (II) nitrat bilan titrlanadi.

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

4.5. OKSIDLANISH-QAYTARILISHGA ASOSLANGAN USULLAR

Oksidlanish-qaytarilish usulida tahlil qilinuvchi modda bilan titrant orasidagi kimyoviy jarayon ma'lum bir yo'naliishda 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 foydalilanadi:



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

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

4.5.1. Permanganatometrik usul

Titrant sifatida 0,1 mol/l kaliy permanganatdan foydalilib, 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 potensiali $E^0 \text{ MnO}_4^-/\text{Mn}^{2+} = 1,5$ 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 iga 5 ml suyultirilgan sulfat kislota qo‘sib, 0,1 mol/l kaliy permanganat bilan och-qizil rang hosil bo‘lguniga qadar titrlanadi.

$E=M.m/2$, 1 ml 0,1 mol kaliy permanganat 0,001701 g vodorod peroksidga mos kelib, uning eritmadiagi miqdori 2,7—3,3% bo‘lishi kerak.

Hisoblash formulasi:

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

bunda:

$V = 0,1$ 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'lchov kolbasiga solinib, suvda eritlgach, 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 daqiqadan 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.

$E=M.m/2$, 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 forinulasi orqali hisoblanadi:

$$X = \frac{(V_n - V) \cdot K \cdot T \cdot 100 \cdot 100}{a_1 \cdot 10},$$

bunda:

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;

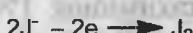
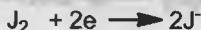
K — 0,1 mol/l natriy tiosulfatning tuzatish koeffitsiyenti;

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

a_1 — aniq tortma, g.

4.5.2. Yodometrik usul

Yodometrik usul yodid ionining qaytaruvchi va yodning oksidlovchi xossasiga asoslangan:



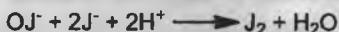
Bunda oksidlanish-qaytarilish potensiali, $E^0 J_2/2J^- = 0,54B$

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 eritmalari ishlataladi:



$S_4O_6^{2-}$ / $2S_2O_3^{2-}$ juftining normal oksidlanish-qaytarilish potensiali $E^0 = \pm 0,17$.

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 holidagi poliyodidlar hosil qiladi. Cho'kma ajratib olinib, filtratdagi ortiqcha yodni natriy tiosulfat eritmasi bilan titrlab, dori moddaning miqdorini aniqlash mumkin.

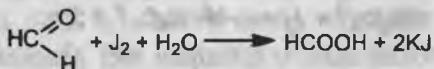
Oksidlovchi xossasiga ega bo'lgan moddalarga kislotali sharoitda kaliy yodid ta'sir ettirilsa, aniqlanuvchi moddaga ekvivalent miqdorda yod ajralib chiqib, uni natriy tiosulfatning 0,1 mol/l eritmasi bilan titplash mumkin:



Indikator sifatida kraxmalning 1% li eritmasidan foydalilib, u titplash oxirida qo'shiladi.

Formaldegid eritmasining miqdorini aniqlash

Neytral sharoitda formaldegidning chumoli kislotasigacha oksidlanishi qaytar jarayon bo'lganligi uchun aniqlash ishqoriy muhitda olib boriladi:



hosil 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'ichov 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 daqiqaga 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 eritmadiagi miqdori 36,5–37,5% bo'lishi kerak.

Formaldegidning foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{(V_1 \cdot K_1 - V_2 \cdot K_2) \cdot T \cdot 100 \cdot 100}{a \cdot 5},$$

bunda:

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

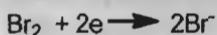
Usul kislotali sharoitda bromat ionining bromid ionigacha qaytarilishiga asoslangan:



$$E^0_{\text{BrO}_3^- / \text{Br}^-} = 1,48$$

KBrO₃ ning titrlangan eritmasiga kislotali sharoitda KBr ta'sir ettirilsa, erkin holdagi brom ajralib chiqadi.

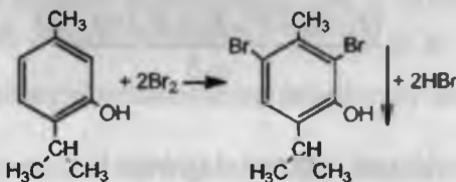
Brom elektrofil almashinish yoki oksidlanish-qaytarilish reaksiyasiga kirishadi:



$$E^0_{\text{Br}_2 / 2\text{Br}^-} = 1,065$$

Bromatometrik usulning bevosita va qayta titplash turlari mavjud.

Timolning miqdorini bromatometrik usul yordamida aniqlash bevosita titplash turiga kiradi:



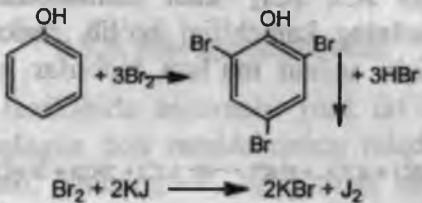
Aniqlash tartibi:

0,5 g timolni (aniq tortma) 100 ml hajmli o'lchov 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 kislota, 3 tomchi metiloranj eritmasi qo'shiladi va chayqatib turilgan holda 0,1 mol/l kaliy bromat bilan titrlanadi. Eritmaning rangsizlanishi titplash tugaganligini bildiradi.

$E=M.m/4$, 1 ml 0,1 mol/l kaliy bromat 0,003755 g timolga mos kelib, uning dori moddadagi miqdori 99% dan kam bo'imasligi kerak.

Fenolning miqdorini aniqlash

Fenolning miqdorini aniqlashda bromatometrik usulning teskari titrlash turidan foydalilaniladi:



Aniqlash tartibi:

0,5 g fenol (aniq tortma) 250 ml hajmli o'lchov 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 daqiqaga qoldiriladi. So'ng 20 ml kaliy yodid eritmasi qo'shib chayqatib, 20 daqiqa 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'imasligi 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:



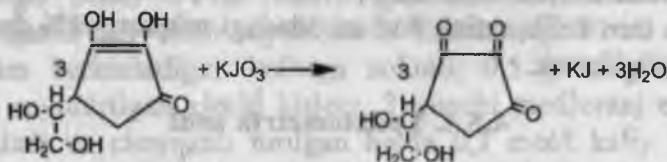
Eritmaning sharoiti o'ta kuchli kislotali bo'lsa, kimyoviy jarayon boshqa yo'nalishda ketib, kraxmal eritmasining rangini o'zgartirmaydigan JCl , JCl_2^- kabi mahsulotlar hosil bo'lishi mumkin. Bu usulning kamchiligi bo'lib, reaksiya ko'zlangan yo'nalishda ketishi uchun ma'lum tadbirlar ko'rishni taqozo etadi:



Kuchli kislotali sharoitda hosil bo'ladigan JC_1^- kraxmal indikatori 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, ftivazid, apressin kabilarning miqdori yodatometrik usul yordamida aniqlanadi.

Askorbin kislota miqdorini aniqlash



Aniqlash tartibi:

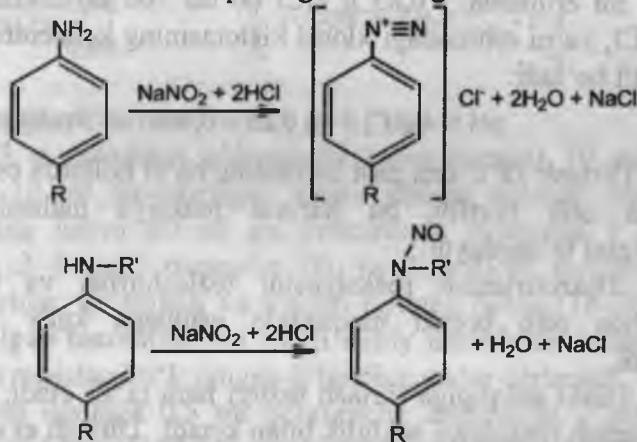
0,5 g (aniq tortma) askorbin kislotasi 50 ml hajmli o'lchov kolbasida eritilib, suv bilan belgisigacha suyultiriladi. 10 ml eritmaga 0,5 ml 1% li kaliy yodid, 1 ml 2% li xlorid kislotasi va 2 ml kraxmal eritmalaridan qo'shib, 0,1 mol/l kaliy yodat bilan turg'un ko'k rang hosil bo'lguniga qadar titrlanadi.

E=M.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'lmasligi kerak.

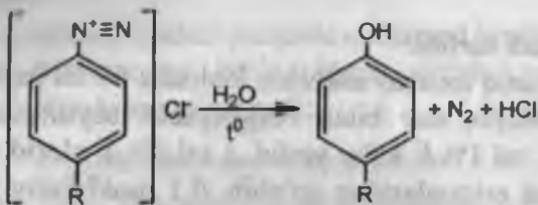
4.5.5. Nitritometrik usul

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 diazoniy tuzi hosil qilishi, ikkilamchi aminlarning esa nitrozo-birimlar hosil qilishiga asoslangan:



Reaksiya natijasida hosil bo'lgan diazoniy tuzi beqaror modda bo'lib, xona haroratidan yuqori haroratda tezda parchalanib ketadi:



Shuningdek, tahlil aniqligi titrlanuvchi aralashmaning muhit sharoiti, jarayonning bir xil yo'naliishda borishi, titrlash tezligi, ekvivalent nuqtani aniqlash usuli kabi bir qancha omillarga bog'liq.

1. Ko'pchilik hollarda moddaning 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 $+5^{\circ}\text{C}$ haroratda olib borilib, bu harorat reaksiya mahsulotining turg'unligini ta'minlaydi.

3. Diazotirlanish reaksiyasini tezlashtirish va bir xil yo'naliishda 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 qolguniga qadar daqiqasiga 2 ml dan, titrlash oxirida esa daqqaiga 1 tomchidan titrant qo'shish tezligida bajariladi.

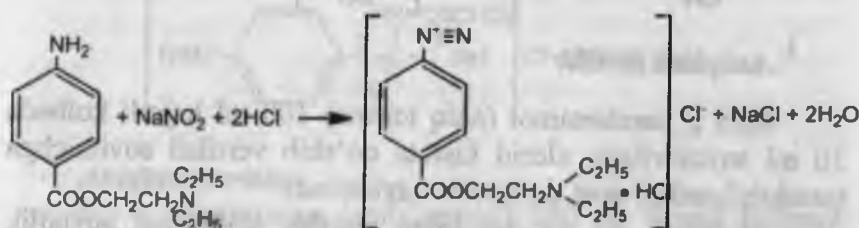
Titrlash tezligini tartibga solish uchun avvaldan titrant hajmini nazariy hisoblab olinadi.

5. Nitritometrik usulda tashqi va ichki indikatorlardan foydalaniib, 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 eritmalarini aralashmasi ishlataladi.

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:



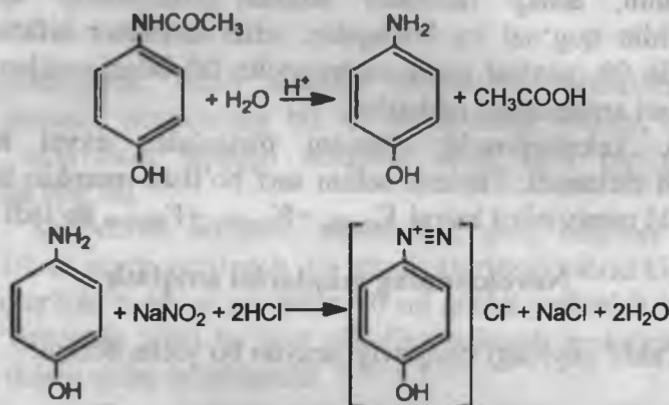
Aniqlash tartibi:

0,3 g novokain gidroxlorid (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 ($18-20^{\circ}\text{C}$ dan past bo‘lgan haroratda) 0,1 mol/l natriy nitrit bilan eritma qizlibinafsha rangdan ko‘k rangga o‘tguniga qadar titrlanadi. Titrlash ekvivalent nuqtaga 0,5 ml qolgunicha daqiqasiga 2 ml, so‘ng daqiqasiga 1 tomchi titrant qo‘sish 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.

Paracetamolning miqdorini aniqlash

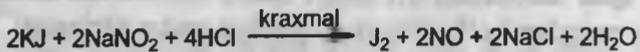
Dastlab ikkilamchi amin bo'lgan paracetamol kislotali sharoitda gidrolizlash orqali birlamchi aminga o'tkazib olinadi:



Aniqlash tartibi:

0,25 g paracetamol (aniq tortma) 100 ml hajmli kolbada 10 ml suyultirilgan xlorid kislota qo'shib vertikal sovitkichga tutashtirilgach, 1 soat davomida qaynatiladi.

Sovitkich 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'oziga bilan aniqlanadi. Reaksiyon aralashmadan shisha tayoqcha yordamida yod kraxmal qog'oziga 1 tomchi tomizilganda ko'k rang hosil bo'lishi titrlash tugaganligini bildiradi:

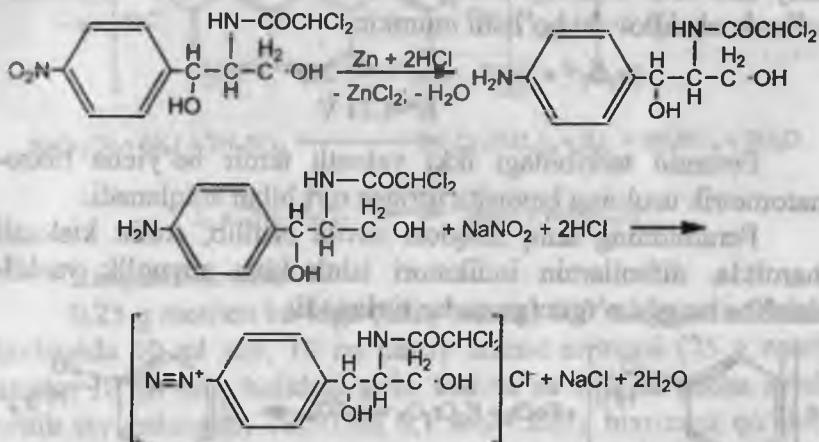


Bir vaqtning o'zida nazorat tajribasi ham o'tkaziladi.

$E=M.m.$ 1 ml 0,1 mol/l natriy nitrit 0,01512 g paracetamolga mos kelib, uning dori moddadagi miqdori 98,5% dan kam bo'lmasligi kerak.

Levomitsetinning miqdorini aniqlash

Dastlab levomitsetindagi aromatik nitroguruh rux kukuni va xlorid kislota eritmasida qaytarish orqali aromatik aminoguruhga o'tkazib olinadi:



Aniqlash tartibi:

0,5 g levomitsetin (aniq tortma) 250 ml hajmli kolbag'a solinib, 20 ml konsentrangan xlorid kislota qo'shilgach, bir necha marta bo'lib — bo'lib 5 g rux kukuni va yana 10 ml konsentrangan xlorid kislota qo'shiladi.

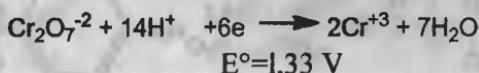
Qo'shilgan ruxning hammasi eritilgandan so'ng, eritma to'laligicha diazo-tirlash kolbasiga o'tkazilib, muz bilan sovitib turilgan holda 3 g kaliy bromid qo'shilgach, sekinlik bilan 0,1 mol/l natriy nitrit bilan titrlanadi (indikator — yodkraxmal qog'oz'i).

$$E=M.m. 1 \text{ ml } 0,1 \text{ mol natriy nitrit } 0,03231 \text{ g}$$

levomitsettinga mos kelib, uning dori moddadagi miqdori 98,5% dan kam bo'imasligi kerak.

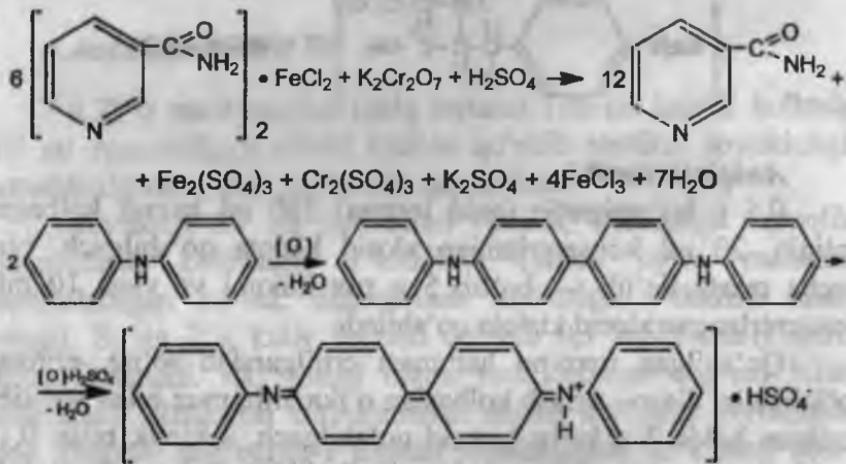
4.5.6. Bixromatometrik usul

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 holidagi kompleks birikma hosil qilsa, boshqa hollarda oksidlovchi bo'lishi mumkin:



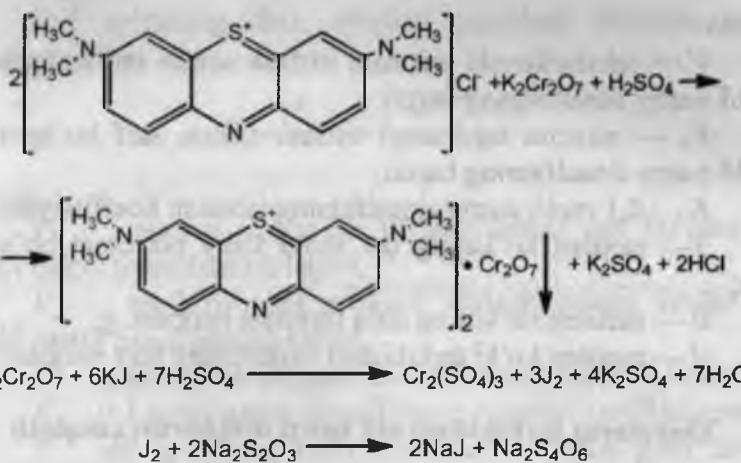
Feramid tarkibidagi ikki valentli temir bo'yicha bixromatometrik usulning bevosita titrlash turi bilan aniqlanadi.

Feramidning aniq miqdori suvda eritilib, sulfat kislotali sharoitda, difenilamin indikatori ishtirokida suyuqlik yashilbinafsha rangga o'tguniga qadar titrlanadi:



Metilen ko'kingining miqdorini aniqlash

Tahlil metilen ko'kingining kaliy bixromat bilan kompleks birikma holidagi cho'kma hosil qilishiga asoslangan. Kaliy bixromatning ortiqchasi yodometrik usul bilan aniqlanadi.



Aniqlash tartibi:

0,25 g metilen ko'kiga (aniq tortma) 100 ml hajmli o'lchov kolbasida 10 ml suv, 10 ml natriy atsetat eritmasi (25 g natriy atsetat 10 ml muz holida sirla kislota va 100 ml gacha suvda eritib tayyorlangan) va 50 ml 0,1 mol/l kaliy bixromat qo'shib, o'lchov kolbasining belgisigacha suv bilan suyultiriladi. Eritma chayqatilib, filtr qog'ozni orqali filtrlab, dastlabki 15 ml filtrat tashlab yuboriladi. 50 ml filtrat og'zi mahkam berkitiladigan 300 ml hajmli kolbaga solinib, 15 ml konsentrangan xlorid kislota va 30 ml kaliy yodid eritmasi qo'shilgach, kolba tiqin bilan berkitilib 5 daqiqaga qorong'i joyda qoldiriladi. Eritmaga 75 ml suv qo'shib suyultiriladi va 0,1 mol/l natriy tiosulfat bilan titrlanadi (indikator – kraxmal). Bir vaqtning o'zida nazorat tajribasi ham o'tkaziladi.

E=M.m./3. 1 ml 0,1 mol/l kaliy bixromat 0,01066 g metilen ko'kiga mos kelib, uning dori moddadagi miqdori 97% dan kam bo'lmasligi kerak. Metilen ko'kinining foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{(V_n - V) \cdot K \cdot T \cdot 100 \cdot 100 \cdot 100}{a(100 - d) \cdot 50},$$

bunda

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 koefitsiyenti;

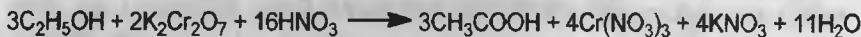
T — metilen ko‘kining 0,1 mol/l kaliy bixromat bo‘yicha titri;

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 kislotagacha 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 konsentrangan nitrat kislota qo‘shib muz solingan suvda sovitilib, 1 ml xloroform qo‘shilgach, vaqtı–vaqtı bilan chayqatib turilgan holda 5 daqiqaga qoldiriladi. So‘ng 100 ml suv, 5 ml kaliy yodid eritmasi solinib, 5 daqiqaga 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.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:

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

bunda:

V_n — nazorat tajribasini titrlash uchun sarf bo'lgan 0,1 mol/l natriy tiosulfatning hajmi;

V_1 — 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

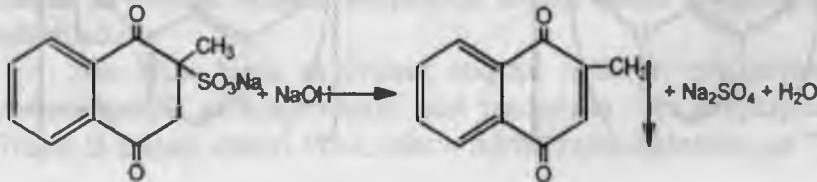
Usul kislotali sharoitda seriy (IV) – sulfatning seriy (III) sulfatgacha qaytarilishiga asoslangan. Titrant sifatida seriy (IV) sulfatning 0,1 mol/l yoki 0,01 mol/l eritmalari ishlatiladi.

$E^0 = +1,44$ 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.

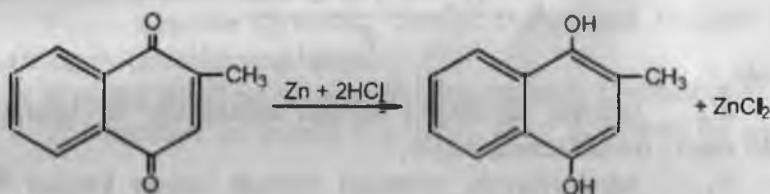
Vikasolning miqdorini aniqlash

Vikasolning miqdorini aniqlashda kimyoviy jarayon uch bosqichda boradi.

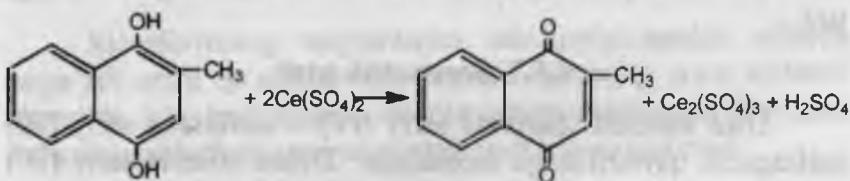
1. Vikasolga natriy gidroksid ta'sir ettirib, 2-metal-1,4-naftaxinon hosil qilish:



2,2-metil—1, 4-naftaxinonni 2-metil—1, 4-naftogidroxinon-nongacha qaytarish:

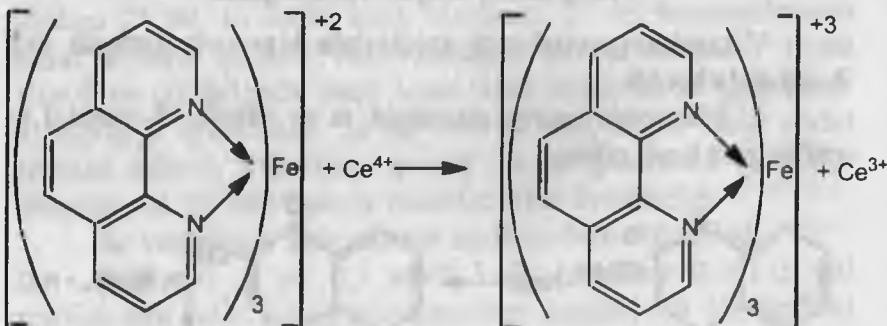


3. 2-metil—1, 4-naftogidroxinonni seriy (IV) sulfatning 0,1 mol/l eritmasi bilan 2-metil—1, 4-naftoxinongacha oksidlash:



Indikator – ferroin 0 — fenantrolinni temir (II) sulfatning 1,48% li suvli eritmasida eritib tayyorlanadi.

Ekvivalent nuqtada ferroin kompleksidagi Fe^{2+} oksidlilanib Fe^{3+} ga o'tishi natijasida eritma yashil rangga bo'yaladi:



Aniqlash tartibi:

0,3 g vikasol (aniq tortma) 20 ml suvda eritilib, ajratish voronkasiga 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 sirkə kislotada eritilib, 15 ml suyultirilgan xlorid kislotasi va 3 g rux kukuni solib 30 daqiqa 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.

$E=M.m/2$. 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 metall tuzlarining miqdori aniqlanadi. Bu usul metall 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 metall indikatorlar ishlataliladi.

Shu bilan birga ekvivalent nuqtani fizikaviy usullaridan potensiometrik va ampermetrik usul yordamida ham aniqlanadi. Trilon B metall ionlari bilan, ularni necha valentliginidan qat'iy

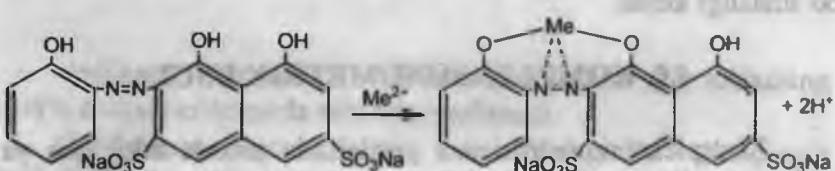
muzir, stexiometrik birikkan holda xelat kompleks birikma hosil qiladi.

Etilendiamintetrasirka kislotaning dinatriyli tuzi metall ionlari bilan hosil qilgan kompleks birikmaning barqarorligi, metall ionining zaryadiga va eritmaning pH muhitiga bog'liq bo'ladi. Titrlanadigan eritmaning pH ini kerakli bo'lgan pH muhitga keltirish uchun turli bufer eritmalardan foydalaniladi.

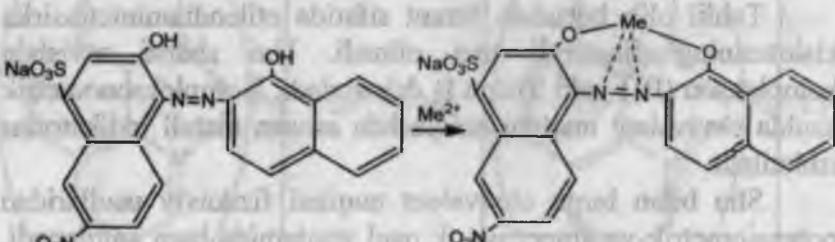
Uch, to'rt valentli metall ionlari, Trilon B bilan kislotali, ikki valentli va og'ir metall ionlari esa asosan ishqoriy yoki qisman kislotali muhitlarda kompleks birikma hosil qiladi.

Kompleksonometrik usulda ishlatiladigan indikatorlarni *metall indikatorlar* deb ataladi.

Bu indikatorlar o'zlarining kimyoviy tuzilishiga qaraq turli guruhlarga kiradi. Ular kislotali yoki ishqoriy muhitda metall ionlari bilan turli xil rangdagi kompleks tuzlarini hosil qiladi. Boradigan jarayonni quyidagi kimyoviy reaksiyalar bilan ifodalash mumkin:

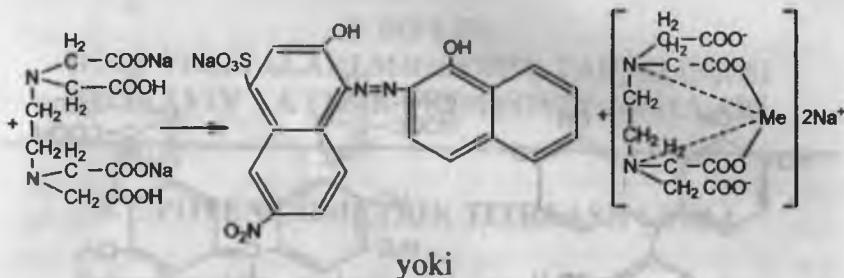


Kislotali xrom to'q ko'k. ko'k rangli. pH=9,5–10,0 Qizil rangli, pH=9,5—10,0 yoki



Kislotali xrom qora, pH= 9,5 - 10,0

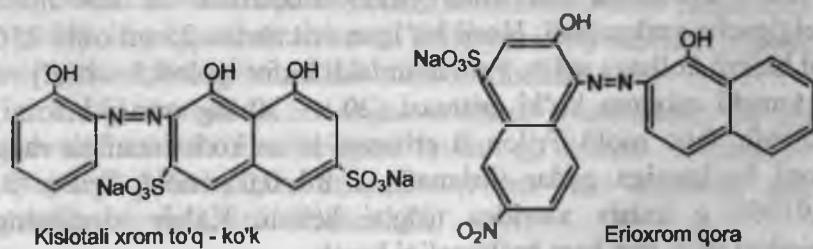
Qizil rangli pH= 9,5 - 10,0



Kompleksometrik 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 (erioxrom 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.

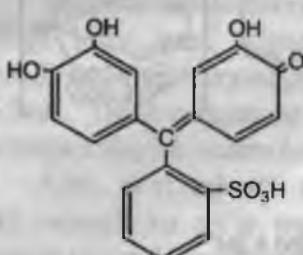
Qo'rg'oshin ionini aniqlashda esa sulfarsazen va ksilenol pushtisi, simob ionini aniqlashda erioxrom qora T olinadi.

Ba'zi bir metall indikatorlarining tuzilish formulasi:

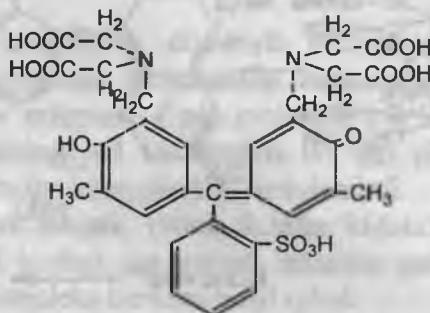


Kislotali xrom to'q - ko'k

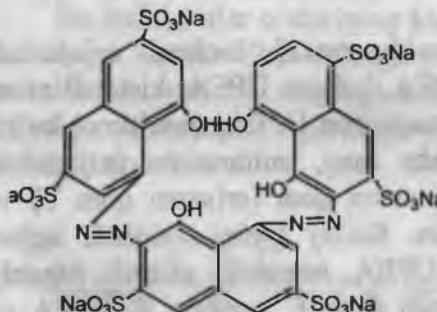
Erioxrom qora



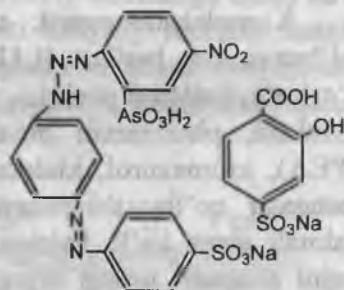
Pirokataxin binafshasi



Ksilol 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 eritmada 25 ml olib, 250 ml hajmli kolbaga solib, 5 ml ammiakli bufer ($\text{pH}=9,5—10,0$) 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 (EYuK) o'lchanash orqali titrantni ekvivalent hajmi aniqlanadi.

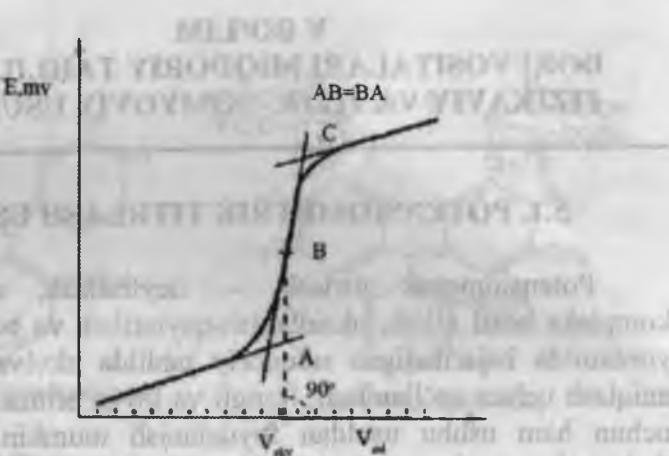
Elektrod juftligi taqqoslash elektrodi va indikator elektroddan iborat. Indikator elektrod potensiali titrlash jarayonida faol qatnashuvchi yoki hosil bo'lувчи ionlar konsentratsiyasi bilan bog'liq bo'lib, taqqoslash elektrodining potensiali doimiy qiymatini saqlab qoladi. Titrlanganda elektrod juftligi, 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 (12-rasm).

Suv siz sharoitda potensiometrik titrlash usulida elektrolitik ko'priq yoki taqqoslash elektrodi 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'shilib, har gal EYuK o'lchanadi.



12-rasm. Potensiometrik titrlash usulida ekvivalent nustani aniqlash.

Indikatorli elektrod va taqqoslash elektrodi orasidagi potensiallar farqidan paydo bo‘ladigan EYuK yuqori omli potensiometr yordamida(pH- metr bilan) o‘lchanadi. Ekvivalent nuqtaga yaqinlashgan sari EYuK qiymati keskin o‘zgarib, EYuK o‘zgarishi (ΔE) titrlovchi miqdorining o‘zgarishiga (ΔV) nisbatini mutloq qiymati bu nuqtada maksimal bo‘ladi.

Titrlash natijasini grafikda ifodalab, hosil bo‘lgan egrini chiziq yordamida 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 “Potensiometrik titrlash” umumiy maqolasida potensiometrik titrlash egrini 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.

Potensiometrik titrlash orqali fenazepam miqdorini aniqlash

0,3 g fenazepam (aniq tortma) 20 ml xloroformda eritildi, 20 ml sirkalangidridi qo'shiladi va 0,1 mol/l perxlorat kislotasi eritmasi bilan potensiometrik usulda titrlanadi. Indikator elektrcdi sifatida shisha elektrod qo'llanadi. Bir vaqtning o'zida nazorat tajribasi o'tkaziladi. 1 ml 0,1 mol/l perxlorat kislotasi eritmasi 0,03496 g fenazepamga mos keladi (preparatning miqdori 99,0% dan kam bo'lmasligi kerak).

Ampitsillining 250 – 500 mg jelatinli kapsulasi miqdoriy tahlili

Reaktivlar: suyultirilgan natriy gidroksid eritmasi (42 g/1) perxlorat kislotaning 1 mol/l (suvli) eritmasini tayyorlash uchun (8,6 ml 70% perxlorat kislotasi 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 daqiqa 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 elektrodlari ishtirotida) potensiometrik grafikda bokilishgacha (α – chiqim) titrlanadi.

1 ml 0,05 mol/l simob perxlorat eritmasi 0,01747 g suvsiz ampitsillinga mos keladi.

Ampitsillining 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 titplash uchun ketgan ml miqdori;

n — namuna og‘irligi, g.

Suv siz ampitsillining bitta jelatina kapsuladagi miqdori quyidagi formula bo‘yicha hisoblanadi:

$$P = (A - B) \cdot \frac{m}{d}$$

bunda: d — suvsiz ampitsillining ko‘rsatilgan gramm miqdori, g;

A — ampitsillining foiz miqdori;

B — parchalanish mahsulotlarining foiz miqdori;

m — bir jelatina kapsulaning o‘rtacha og‘irligi, g.

Parchalanish mahsulotlarini aniqlash

Reaktivlar: formamid — tahlil uchun toza namunasi;

atsetat bufer eritmasi ($\text{pH} = 4,8$);

0,05 mol/l simob perxlorat eritmasi.

Aniqlash tartibi:

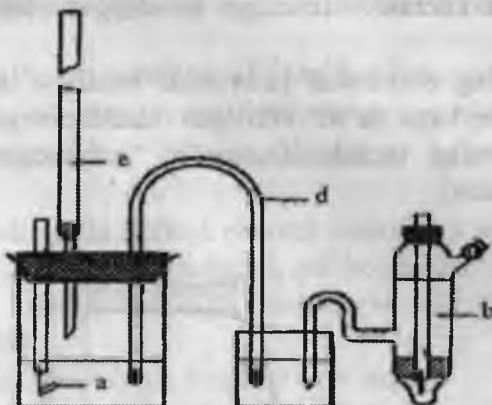
0,5 g (aniq tortma) suvsiz ampitsillinga mos keladigan maydalangan kukun tortib olinib, titplash kolbasiga o‘tkaziladi, so‘ngra 10 ml formamid va 10 ml suv qo‘shiladi. Aralashma 10 daqiqa davomida ultratovush hammomida tortma erib ketgunicha chayqatiladi. Keyin 20 ml bufer eritmasi qo‘shiladi va simob perxlorat eritmasi bilan suvsiz ampitsillin miqdorini aniqlashdagi kabi titrlanadi (b-chiqim).

Parchalanish mahsulotlarining foiz miqdori quyidagi formula bo‘yicha aniqlanadi:

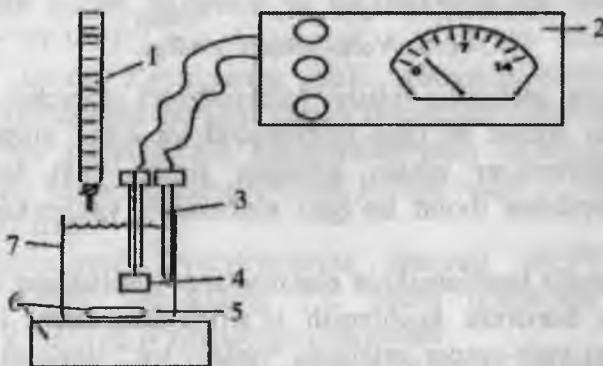
$$B = \frac{b \cdot 0,01747 \cdot 100}{n},$$

bunda: b — titrlash uchun sarflangan 0,05 mol/l simob perxlorat eritmasi miqdori;

n — ampitsillin kukunining aniq tortmasi, g.



13-rasm. Potensiometrik titrlashda elektrodlarning joylashish chizmasi: a—indikator elektrod; b—solishtiruvchi elektrod; d—elektrolitik ko‘pri; e—titrlash byuretkasi.

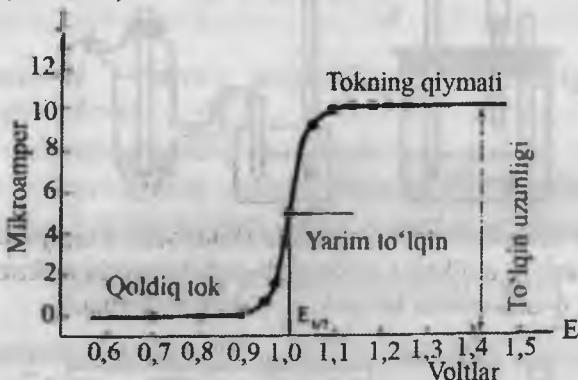


14-rasm. Potensiometrik titrlash uskunasi”
1—titrlash byuretkasi; 2—millivolt yoki pH ko‘rsatkichli potensiometr; 3—standart elektrod (solishtiriluvchi elektrod);
4—indikator elektrod; 6—elektromagnit aralashtirgich;
7—titrlash idishi.

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 yachevkaga ta’sir ettirilgan kuchlanishga bog‘liqligi volt–amper grafigi tarzida ifodalanib, “polyarografik to’lqin” deyiladi (15-rasm).



15-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 yachevkada olib boriladi.

Elektroliz boshlanishida elektrodlarga beriladigan sekinlik bilan ortib boruvchi kuchlanish ta’sirida tok kuchi juda oz o‘zgarib, bu volt–amper grafigida “qoldiq tok” deyiladi. Tahlil qilinayotgan moddaning qaytarilish potensiali 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 elektrad 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.

$$J_d = 607 \cdot n \cdot D^{1/2} \cdot m^{2/3} \cdot t^{1/6} \cdot c,$$

bunda:

J_d — o'rtacha diffuzion tokning mikroamperlardagi qiymati;

n — reaksiyada ishtirok etuvchi elektronlar soni;

D — diffuziya koeffitsiyenti, sm^2/sek larda;

m — kapillardan oqib tushadigan simobning mg/sek lardagi miqdori;

t — bitta tomchining hosil bo'lish vaqt;

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. Kapillarning ustki qismidan elektrolizerdagи 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 vaqt 3–5 soniya etib moslashtiriladi.

Polyarografik yacheyskaning 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 ($E_{1/2}$) polyarograflyalananuvchi 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 "fan" deb atalgan elektrolitdan 50–100 hissa ortiq qo'shiladi.

"Fon"ning qaytarilish potensiali volt-amper grafigida aniqlanuvchi modda potensialiga nisbatan manfiyoq 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 quylgach, polyarografik faol kislородни siqib chiqarish maqsadida 10—15 daqiqa davomida undan azot yoki vodorod o'tkaziladi. Faol kislородни natriy sulfit yoki metol-(n-metilaminooksifenol) qo'shish orqali ham bog'lash mumkin.

Tomchili simob elektrod tekshiriluvchi eritmaga joy-lashtirilgach, 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 foydalaniyganda standart namunaning turli konsentratsiyalardagi eritmalari tayyorlanib, polyarogrammalari olingach, to'lqinlarning balandligi o'lchanadi. Olingen qiymatlar

usosida 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 namunanadan 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:

$$C_x = \frac{C_{st} \cdot H_x}{H_{st}},$$

bunda:

C_x — tekshiriluvchi eritmaning konsentratsiyasi;

C_{st} — standart namuna eritmasining konsentarsiyasi;

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:

$$C_x = \frac{C_{st}}{\frac{V_x \cdot V_{st}}{V_{st}} \cdot \frac{H_{st}}{H_x}},$$

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‘rvuchi shkafga o‘rnatilgan bo‘lishi lozim. Tasodifan to‘kilgan simob yuqlari tezlik bilan yo‘qotilishi shart! Polyarografik usul yordamida kellinning substansiyadagi va tabletkadagi miqdori, foli kislotasining substansiyadagi va tabletkadagi miqdori, nikotinamidning inyeksiyon eritmasidagi miqdori, piridoksin gidroxloridning 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 spirtdagi eritmasidan solib aralashtirilgach, eritma harorati 25°C bo‘lgan polyarografning yacheykasiga joylashtiladi va 5 daqiqa davomida azot o‘tkazilib 0,6 V dan boshlab polyarogramma olinadi:

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

bunda:

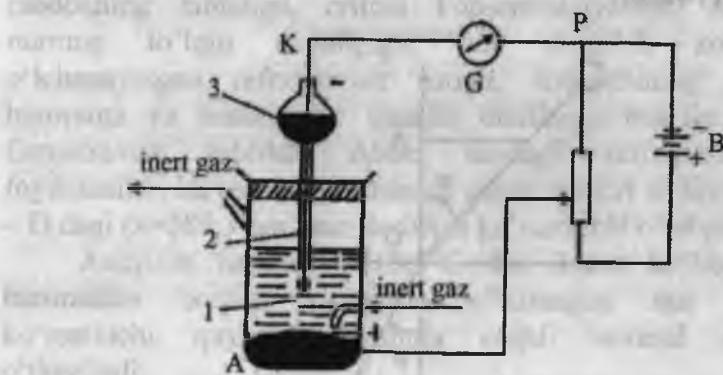
c — suvsiz foli kislotasining kalibrlangan grafik bo'yicha topilgan mg/ ml miqdori;

a — foli kislotasining grammgardagi 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% spirtdagi eritmasidan qo'shib, hosil bo'lgan eritmalar ayrim-ayrim, harorati 25°C bo'lgan polyarograf yacheysigaga joylashtiriladi va 0,6 V dan boshlab polyarogrammalari olinadi. To'lqin balandligiga mutanosib bo'lgan mikroamperlardagi tok kuchi ordinataga, foli kislotasi standart namunasining mg/ml dagi miqdori abssissaga qo'yilib, kalibrlangan grafik tuziladi.



16-rasm. Polyarografning tuzilish chizmasi:

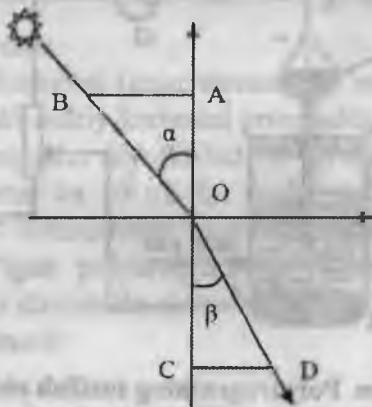
1—tekshiriluvchi eritma; 2—kapillar; 3—simob solingan idish; K—tomchi elektrod; A—makroelektrod; G—galvanometr; B—kuchlanish manbayi; P—simobning tomish tezligini tartibga soluvchi qurilma.

5.3. REFRAKTOMETRIK USUL

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

Zamonaviy refraktometrlar oddiy yorug'lik (ko'zga ko'rindigan nur, $=400\text{--}800 \text{ nm}$) 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'zgartiradi (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 (17-rasm).



17-rasm.

Nur sindirish ko'rsatkichi nurning havodagi tarqalish tezligining, uning tekshiriluvchi eritmadiagi tezligiga nisbati yoki tushish burchagi sinusining sinish burchagi sinusiga nisbati bilan ifodalananadi:

$$n = \frac{V_1}{V} = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta}; \quad \sin \alpha = \frac{BA}{BO}; \quad \sin \beta = \frac{CD}{DO}.$$

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 qiyatlari 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'lchanigan nur sindirish ko'rsatkichidan foydalaniadi.

Eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi aniqlanuvchi muddaning tabiatiga, eritma konsentratsiyasiga, sinayotgan nuring 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 foydalaniilib, bu uskuna yordamida natriy spektri to'lqin uzunligi – D dagi ($\lambda=589,3 \text{ nm}$) nur sindirish ko'rsatkichi o'lchanadi.

Aniqlash harorati $20 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ dan iborat bo'lib, normal haroratdan boshqa haroratda o'lchanigan nur sindirish ko'rsatkichi quyidagi 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. Refraktometri 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 quyidagi formula bilan hisoblanadi.

$$C = \frac{n - n_0}{F},$$

bunda: 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 moddadan iborat bo'lsa, nur sindirish ko'rsatkichi erituvchi va eritmadiagi moddalar nur sindirish ko'rsatkichlari yig'indisidan iborat bo'ladi.

$$n = n_0 + n_1 + n_2 + \dots + n_i \text{ yoki } n = n_0 + C_1 F_1 + C_2 F_2 + \dots + C_i F_i$$

Bir necha moddalardan iborat bo'lgan eritmadiagi moddalardan birining konsentratsiyasi quyidagi hisoblash formulasi yordamida aniqlanadi:

$$C_i = \frac{n - (n_0 + C_2 F_2 + \dots + C_i F_i)}{F_i},$$

bunda: n — murakkab tarkibli eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi;

n_0 — erituvchining nur sindirish ko'rsatkichi;

C_1, C_2, C_i — eritmada moddalarning foiz konsentratsiyasi;

F_1, F_2, F_i — refraktometrik omillar.

Nur sindirish ko'rsatkichining qiymati asosida aniqlanuvchi modda konsentratsiyasini refraktometrik jadvaldan foydalaniib 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 quyidagi teng.

$$n_D^{20} = 1,3474$$

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:

$$b = \frac{a \cdot \Delta C}{0,001} = \frac{0,0004 \cdot 0,3}{0,001} = 0,12\%,$$

bunda:

b — nur sindirish ko'rsatkichining butundan keyingi to'rtinchi xonasiga mos kelgan konsentratsiya;

a — nur sindirish ko'rsatkichining butundan keyingi to'rtinchи 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

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

$$X\% = C - b = 10,10 - 0,18 = 9,92\%$$

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

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

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

k —tuzatish koeffitsiyenti;

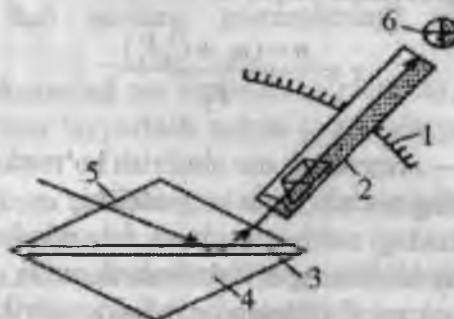
S —eritma konsentratsiyasi.

Glukozaning 5, 10, 25, 40% li inyeksiyon eritmalaridagi miqdorini aniqlash

Aniqlash tartibi:

Eritma 30 daqiqa davomida stakandagi harorati 20°C bo'lgan suvga solib qo'yiladi va refraktometr orqali 30 daqiqa 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 (18-rasm).



18-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 eritmadiagi glyukozaning gramm miqdori quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$X = \frac{n - n_0}{0,00142 \cdot 100}$$

bunda: X — 1 ml eritmadiagi 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. Inyeksion suv va eritmaning nur sindirish ko'rsatkichlari aniqlangach, aminokapron kislotaning miqdori quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$x = \frac{n - (n_0 + C_1 F_1)}{F_2},$$

bunda: n — eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi;

n_0 — suvning nur sindirish ko'rsatkichi;

C_1 — eritmadi natriy xloridning foiz miqdori;

F_1 — natriy xloridning refraktometrik omili;

F_2 — aminokapron kislotaning 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'chab 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:

$$X = \frac{n - (n_0 + C_1 F_1 + C_2 F_2) \cdot V \cdot P \cdot 100}{a \cdot F \cdot 100 \cdot (100 - \beta)},$$

bunda:

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

**Eritmalarning og‘irlik–hajm konsentratsiyalari bo‘yicha
nur sindirish ko‘rsatkichi va refraktometrik omillari**

Konsen-tratsiya, %	Amidopirin		Suvsiz glukoza		Kaliy yodid		Aminokapron kislola		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	1,3343	Hamma	1,3349	Hamma	1,3346	0,00160	1,3337	Hamma
2	1,3375	konsen –	1,3358	konsen –	1,3356	kon –	1,3367	kon –	1,3362	0,00160	1,3343	konsen –
3	1,3398	tratsiyalar	1,3373	tratsiya –	1,3369	sen –	1,3386	sen –	1,3378	0,00160	1,3350	Tratsiyalar
4	1,3420	uchun	1,3387	lar	1,3382	tratsiya –	1,3404	tratsiya –	1,3394	0,00159	1,3357	uchun
5	1,3442	0,00225	1,3401	uchun	1,3395	lar	1,3423	lar	1,3409	0,00159		0,00067
6			1,3415	0,00142	1,3408	uchun	1,3441	uchun	1,3425	0,00158		
7			1,3429		1,3421	0,00130	1,3460	0,00185	1,3441	0,00158		
8			1,3444		1,3434		1,3478		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 – tratsiyasi, %	Analgin H ₂ O		Barbital – natriy		Geksametilen-tetramin		Kaliy bromid		Kalsiy xlorid H 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			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		

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‘nalishda va kattalikda bo‘ladi. Agarda qutblangan nur sathi soat strelkasi bo‘yicha burilsa, modda o‘ngga 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 burchagini 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 burchagini $[\alpha]_D$ 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 $20^{\circ}C$ haroratda natriy ($589,3\text{ nm}$) 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

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

Bunda:

α — o'lchanan 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 eritmadiagi 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'lchanadi 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 bo'lishi lozim.

Bu jarayon uch marta 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 (a) ko'rsatadi (19-rasm).

Solishtirma burish burchagi orqali dori vositalarining sifati aniqlanadi.

Xinin gidroxloridning 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 spirtda eritilib, qalinligi 10 sm bo'lgan kyuvetaga solinib, polyarimetrda eritmaning burish burchagi aniqlanadi. Dori moddasidagi mentolning foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$C = \frac{\alpha \cdot 100 \cdot V}{[\alpha]_D \cdot l \cdot a},$$

bunda:

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 qatlama qalinligi — 1 dm;

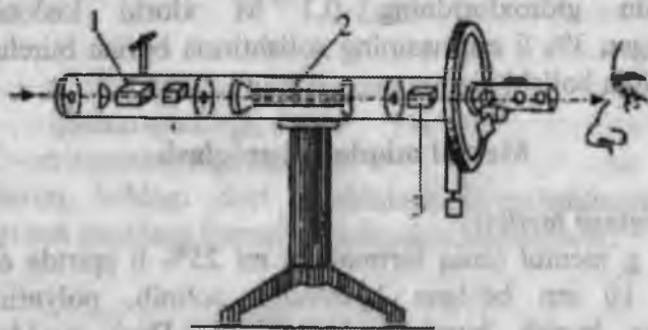
V — tekshiriluvchi eritmaning hajmi.

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 daqiqa o'tguniga qadar polyarimetorda burish burchagi aniqlanadi.

Riboflavinning solishtirma burish burchagi — 110^0 dan — 130^0 gacha bo'lishi lozim.



19-rasm. Polyarimeterning tuzilish chizmasi: 1—polyarizator prizmasi; 2—aniqlanuvchi eritma solingen kyuveta; 3—analizator prizmasi.

5.5. ELEKTROMAGNIT NURLANISHNING YUTILISHIGA ASOSLANGAN USULLAR

5.5.1. Tahsilning fotometrik usullari

Fotometrik usullarga tekshiriluvchi eritma tomonidan nurning yutilishi — absorbasiyasiga asoslangan fotoelektrokorimetrik 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'lqin va korpuskular xossalarga ega bo'lib, nurlanish va yutilish jarayonlari kvantlar tarzida amalga oshadi:

$$\Delta E = h\nu = h \cdot \frac{c}{\lambda},$$

bunda:

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'lqin uzunligi.

Tebranish soni gerslar bilan, to'lqin uzunligi esa sm, mkm (10^{-6} m), nm (10^{-9} m) va angestremlar ($1A = 10^{-10}$ m) bilan ifodalanadi.

Ba'zan nurlanish to'lqin soni bilan ham tavsiflanadi:

$$\nu' = \frac{1}{\lambda} = \frac{1}{c} \cdot v,$$

v' nuring 1 sm iga to'g'ri kelgan to'lqin soni bo'lib, sm^{-1} larda ifodalanadi. Monoxromatik nuring 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 nuring dastlabki intensivligini J_0 , kyuvetadan qaytgan nur intensivligini J_k , modda tomonidan yutilgan nur intensivligini J_{yu} va eritmada o'tgan nur intensivligini J bilan belgilasak, $J_0 = J_k + J_{yu} + J$ bo'ladi.

Fotometrik usullarda solishtiriluvchi va tekshiriluvchi eritmalar solingan kyuvetalar bir xil bo'lganligi uchun J_k ni e'tiborga olmasak, $J_0 = J_{yu} + J$ bo'lib, yutilgan nur intensivligi

Buger–Lambert–Ber qonuni orqali aniqlanadi:

$$\lg \frac{J_0}{J} = K \cdot C \cdot l, \quad \frac{\lg J_0}{J} = D, \quad D = K \cdot C \cdot l,$$

$$D = E_{1,sm}^{1\%} \cdot C \cdot l, \quad D = \varepsilon \cdot C \cdot l.$$

bunda:

J_0 — nuring dastlabki intensivligi;

J — eritmadan o‘tgan nur intensivligi;

k — yutilish ko‘rsatkichi;

D — eritmaning optik zichligi;

$E_{1,sm}^{1\%}$ — solishtirma yutilish ko‘rsatkichi;

ε — molyar yutilish ko‘rsatkichi yoki ekstinksiya koeffitsiyenti;

l — eritma qatlamining qalnligi;

c — eritmaning konsentratsiyasi.

Nur yutilishining birlashgan qonuni Buger–Lambert va Ber qonunlari asosida keltirib chiqariladi.

Buger–Lambert qonuni nuring yutilishini yutuvchi eritmaning qatlam qalnligiga bog‘liqligini ifodalaydi:

$$\frac{J}{J_0} = 10^{-k \cdot b}, \quad \lg \frac{J_0}{J} = k \cdot b$$

bunda: k — yutilish ko‘rsatkichi.

Ber qonuni esa nuring yutilishini eritma konsentratsiyasi bilan bog‘laydi.

$$k = \kappa \cdot c$$

κ — konsentratsiyasi birga teng bo‘lgan eritmaning yutilish ko‘rsatkichi.

$$\frac{J_0}{J} = 10^{-\kappa \cdot b}; \quad \frac{J_0}{J} = 10^{-\kappa \cdot c \cdot b} (\lg);$$

$$\lg \frac{J_0}{J} = -k \cdot C \cdot b \cdot \lg 10; \quad \lg 10 = 1$$

$$\lg \frac{J_0}{J} = -k \cdot C \cdot b(-1)$$

$$\lg \frac{J_0}{J} = -k \cdot C \cdot b; \quad \lg \frac{J_0}{J} = D$$

$$D = k \cdot C \cdot b.$$

Nur yutilishining birlashgan qonuniga ko'ra, eritmaning optik zichligi yutilish ko'rsatkichiga, eritma konsentratsiyasi va qatlam qalinligiga to'g'ri proporsional.

Fotokolorimetrik va spektrofotometrik usullarning o'xshashlik hamda farq qiladigan tomonlari quyidagilardan iborat:

O'xshashligi:

- Bu ikkala usul ham absorbsion, ya'ni nur yutilish usullari qatoriga kiradi.
- Bu ikkala usul ham elektron energiyani yutib to'yingan orbitaldan to'ymagan orbitalga o'tishiga asoslangan.

Farqi:

- Fotokolorimetrik usul rangli eritmalar tomonidan nomonoxromatik ko'zga ko'rindigan nurning yutilishiga, spektrofotometrik usul esa rangli va rangsiz eritmalar tomonidan ko'zga ko'rindigan va ultrabinafsha monoxromatik nurning yutilishiga asoslangan.

Fotokolorimetrik va spektrofotometrik usullardan dori vositalarning chinligini, tozaligini va miqdorini aniqlashda foydalanish mumkin.

Dori vositalarning chinligini aniqlashda spektrning ko'zga ko'rindigan va ultrabinafsha qismidagi spektrofotometrik usul qo'llanilganda ularning spektrdagи yutilish maksimumlariga asoslaniladi. Agar dori moddaning kimyoviy tuzilishidagi

komitor guruhlar o'xshash bo'lsa, ularning yutilish spektrlari ham o'xshash bo'ladi. Masalan, tuzilishida fenil radikalini saqlagan dori moddalar – efedrin, dimedrol, benzilpenitsillin, atropin va boshqalarning yutilish spektrida 251, 257 va 263 nm da uchta yutilish maksimumi kuzatilsa, fenol gidroksil guruhi saqlagan dori moddalarning UB-spektrida 280 nm da yutilish maksimumi bo'ladi (adrenalin, izadrin, morfin, estradiol va boshqalar). To'yinmagan yenol guruhi saqlagan steroid tuzilishga ega bo'lgan dori moddalarning UB-spektrida 238 nm da maksimum kuzatiladi (kortizon, hidrokortizon, prednizon, prednizolon va boshqalar). Ko'rsatilgan to'lqin uzunliklarida UB-spektrda yutilish maksimumining bo'lishi moddani to'laligicha tavsiflash uchun yetarli bo'lmasdan, umumiy tushuncha beradi, xolos. Lekin ko'pgina dori moddalarning UB-spektridagi u yoki bu yutilish maksimumidan, shu moddaning chinligini aniqlashda keng foydalaniadi.

Sefaleksinning 0,002% li suvli eritmasini UB-spektrida 260 ± 1 nm da yutilish maksimumi kuzatilsa, sulfapiridazinning 0,001% li 0,1 mol/l natriy hidroksid eritmasida olingan UB-spektrida 230 nm dan 400 nm gacha oraliqda 255 ± 2 nm da yutilish maksimumi kuzatiladi.

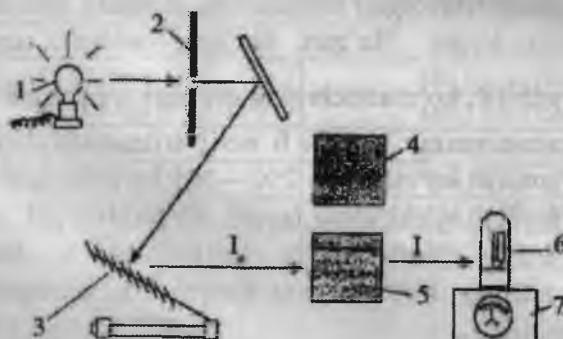
Sianokobalaminning chinligi uning 0,002% li eritmasini UB-spektrida 278 ± 1 nm, 361 ± 1 nm va 548 ± 2 nm dagi yutilish maksimumlari bilan aniqlanadi. Bunda 278 nm dagi maksimum benzimidazol halqasiga, 361 nm dagi maksimum korrin tuzilishdagi oltita to'yinmagan bog'larga, 548 nm dagi yutilish esa kobalt ioniga tegishli.

Ba'zi MTXlarda yutilish maksimumining UB-spektrdagи joyi bilan bir qatorda uning kattaligi ham ko'rsatiladi.

Piridoksin hidroxloridning 0,05% li pH=6,9 bo'lgan fosfat buferidagi eritmasining UB-spektrida 230 nm dan 350 nm oraliq'ida 254 nm va 324 nm da yutilish kattaligi (optik zichligi) 0,18 va 0,35 ga teng bolgan ikkita maksimum bo'lishi lozim.

Ba'zi hollarda dori moddasining chinligini aniqlashda ikki

xil to'lqin uzunligiga mos keladigan yutilish maksimumlarining nisbatidan foydalaniladi.



20-rasm. Spektrofotometrning tuzilish chizmasi:

1-nur manbasi; 2-tirqisli; 3-difraksiya setkasi; 4-solishtiriluvchi eritma; 5-tekshiriluvchi eritma; 6-fotoelement; 7-tok kuchini o'chovchi qurilma.

Masalan, natriy para-aminosalitsilat uchun uning 0,001% li eritmasida 265 nm – 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 vaqtida, bir xil sharoitda olinib solishtirilishi ko'zda tutiladi. Etinilestradiolning 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 muddaning chinligini aniqlashda eng ishonarli yo'l hisoblanadi. Ammo solishtirish tekshirilayotgan muddaning standart namunasi bilan olib borilishi kerak. Ba'zan ma'lum to'lqin uzunligidagi solishtirma yutilish ko'rsatkichining qiymati aniqlanadi – $E_{1sm}^{1\%}$.

Levomitsetinning 0,002% li suvli eritmasida 278 nm dagi solishtirma yutilish ko'rsatkichi 290—305 bo'lishi talab etiladi.

Agar yutilish spektrining tavsifi eritmaning pH iga bog'liq bo'ladigan bo'lsa (barbituratlar, sulfanilamidlar, fenollar va boshqalar), xususiy farmakopeya maqolasida eritmaning pH i ko'rsatiladi.

Spektrofotometrlar ultrabinafsha va ko'rinvchi sohadagi spektrlarni o'lchash uchun mo'ljallangan, optik sistemadan tarkib topgan bo'lib, 190 dan 780 nm gacha bo'lgan to'lqin uzunlik sohada monoxromatik nurni ajratib, uni namunadan o'tishini va optik zinchlikni o'lchovchi uskunada qayd etilishini ta'minlaydi.

Bu uskunalarning asosiy qismlari: nur manbayi, dispergirlovchi uskuna (prizma yoki panjara), to'lqin uzunligini ajratuvchi tirqish, namunalar uchun kyuveta, detektor, kiritilgan kuchaytirgich va o'lchov uskunalari.

5.5.2. To'lqin uzunligi shkalasini UB va ko'zga ko'rindigan nur sohasida tekshirish

Uskunaning kalibrovka aniqligi to'lqin uzunligi shkalasi spektral qatori bo'yicha jadvalda keltirilgan vodorod ($H \beta$) spektral chiziqlar yoki deyteriy ($D \beta$) razryadli lampada, simob bug'lari chizig'idan (Hg), kvarts-simobli yoyi lampa hamda golmiy perxlorat (Ho) eritmasining maksimum nur yutish ko'rsatkichi bo'yicha (spektrofotometri kalibrovkasi uchun tayyor reaktiv 4% li golmiy oksidini 1,4 M xlorid kislotadagi eritmasidan iborat) aniqlanadi. Ruxsat etilgan chetlanish ultrabinafshada ± 1 nm va ko'rinvchi sohada ± 3 nm ni tashkil etadi.

To'lqin uzunligi shkalasini tekshirish uchun spektral chiziqlar

241,15 nm (Ho)	404,66 nm (Hg)
253,7 nm (Hg)	435,83 nm (Hg)
287,15 nm (Ho)	486,0 nm (Dbeta)
302,25 nm (Hg)	486,1 nm (Hbeta)
313,16 nm (Hg)	536,3 nm (Ho)
334,15 nm (Hg)	546,07 nm (Hg)
361,5 nm (Ho)	576,96 nm (Hg)
365,48 nm (Hg)	579,07 nm (Hg)

To'lqin uzunligi shkalasi tegishli shisha filtr orqali kalibrovka qilingan bo'lishi kerak. Bular ultrabinafsha va ko'zga ko'rinnuvchi nur sohada qayd etiladigan nur yutish yo'llari spektrlaridan iborat bo'lib, ular standart shisha didim (prazeodim va neodim aralashmasidan) va golmiydan tashkil topgan shishadan iborat bo'lishi mumkin.

5.5.3. Optik zichlik shkalasini tekshirish

Optik zichlik shkalasini tekshirish uchun standart noorganik shisha filtrlari yoki kaliy bixromat eritmasining jadvalda keltirilgan to'lqin uzunligidan foydalilanadi, bunda har bir to'lqin uzunligiga mos ravishda solishtirma nur yutish ko'rsatkichlari $E_{1\text{sm}}^{1\%}$ hisoblanadi.

Kaliy bixromat eritmasini tayyorlash:

130°C haroratda doimiy og'irlikkacha quritilgan 57,0 dan 63,0 mg (a.t) kaliy bixromatni, 0,005 M sulfat kislotasi eritmasida eritiladi va 1000 ml gacha belgisigacha yetkaziladi.

Standart eritmaning turli xil to'lqin uzunliklaridagi solishtirma yutilish ko'rsatkichlari

To'lqin uzunliklar, nm	Nur yutish ko'rsatkichi $E_{1\text{sm}}^{1\%}$	Ruxsat etilgan chetlanishlar, $E_{1\text{sm}}^{1\%}$ uchun
235	124,5	122,9 dan 126,2 gacha
257	144,5	142,8 dan 146,2 gacha
313	48,6	47,0 dan 50,3 gacha
350	107,3	105,6 dan 109,0 gacha

Nurning me'yoriy darjasи. Sochiluvchan nur berilgan to'lqin uzunligida tegishli filtrlar yoki eritmalar ishtrokida aniqlanishi mumkin: masalan, 12 g/l kaliy xlorid eritmasining 1 sm qalinlikdagi kyuvetada 200 nm to'lqin uzunligida solishtiruvchi eritma sifatida suv ishlatalganda optik zichligi 2 ga teng bo'lishi kerak.

Aniqlay olish me'yori (chinligini aniqlash uchun). Xususiy maqolada ko'rsatma bo'lsa, spektrofotometrning ruxsat etilgan ko'rsatkichi quyidagicha aniqlanadi. toluolni geksandagi 0,02 % li spektr eritmasi yoziladi.

Optik zichlik nisbatining minimal ruxsat etilgan qiymati maksimal nur yutilishi 269 nm va minimal nur yutilishi 266 nm to'lqin uzunligida deb ko'rsatilgan. Spektral tirkishning kengligi (miqdoriy tahlil uchun). Spektrofotometri qo'llash vaqtida tanlab olingan to'lqin uzunligidagi spektral tirkish qalinligining o'zgaruvchanligi shu tirkishning qalinligiga bog'liq. Monoxromatik nurlanishning yuqori qiymatini olishda tirkishning qalinligi yutilish yo'lining yarim kengligiga nisbatan kichik bo'lishi, bir vaqtning o'zida yutilish yo'lini maksimal qiymatida katta bo'lishi zarur. Tirkishning kengligi shunday bo'lishi kerakki, uning keyingi o'zgarishlari o'lchanayotgan optik zichlikning qiymatiga ta'sir qilmasin.

Kyuvetalar. Foydalanilayotgan kyuveta qatlam qalinligining ruxsat etilgan chetlanishlari $+/- 0,005$ sm dan ortiq bo'lmasligi kerak.

Tekshiriluvchi va solishtiriluvchi eritmalar uchun kyuvetalar bitta eritma bilan to'ldirilganda bir xil o'tkazuvchanlikka (yoki optik zichlikka) ega bo'lishi kerak. Aks holda bu farqni inobatga olish kerak.

Erituvchilarga talablar. Ultrabinafsha va ko'zga ko'rindigan sohalarda nur yutilish intensivligini aniqlash uchun, tekshiriluvchi modda namunasi o'lhash olib borilayotgan to'lqin uzunligida "optik tiniq" bo'lib, yutilish bermasligi kerak.

Buning uchun bir nechta erituvchilardan foydalaniladi,

bular qatorida suv, spirtlar, xloroform, uglevodorodlar, efirlar hamda kuchli kislota va ishqorlarning suyultirilgan eritmalar bo‘lishi mumkin.

5.5.4. Spektrofotometrik usulning moddalar tozaligi va chinligini 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 zinchliklari 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 spirtdagi eritmasining 300; 311,5; 337; 360 nm dagi optik zinchliklari o‘lchanib, 300; 311,5; 337 va 360 nm lardagi optik zinchliklar qiymatining 326 nm dagi optik zinchlik 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 spirtdagi eritmasining optik zinchligi 375 nm va 362,5 nm larda o‘lchanib, so‘ng ularning nisbatlari hisoblanadi:

$$\frac{D_{375}}{D_{362,5}} = 0,879$$

bo‘lishi kerak.

Agar $\frac{D_{375}}{D_{362,5}} > 0,879$ bo'lsa, rutin tarkibidagi kversetinning foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

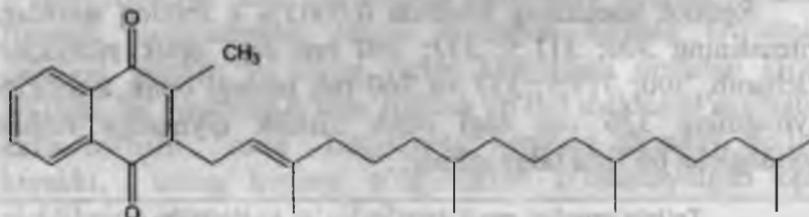
$$X = \frac{5,943 \cdot D_1 - 5,200 \cdot D_2}{a}$$

$$D_1 = D_{375}; \quad D_2 = D_{362,5}$$

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.

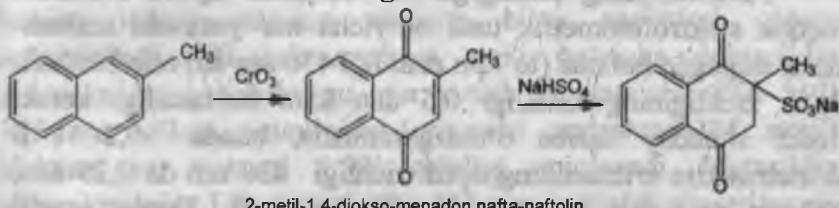
Naftoxinon hosilalari



Fitomenadion sifat tahlilini o'tkazishda UB-spek- trometriya usulidan keng foydalilanadi. Chinligi UB-spekri bo'yicha fitomenadionning geksandagi 0,001% li eritmasi yordamida tasdiqlanadi. 220–220 nm sohada 243, 248, 261, 270 nm maksimum yutish va 228, 246, 254, 266 nm da minimum yutish ko'rsatkichini nomoyon qiladi. Shuningdek, shu sharoitda 0,008% li eritma 325 nm da maksimum yutish ko'rsatkichini va 286 nm da minimum yutish ko'rsatkichini beradi.

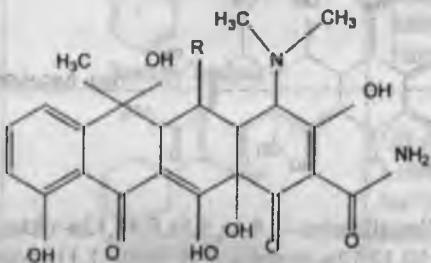
Geksan unumlarini saqlovchi eritmalar tarkibidagi qo'shimcha yod moddalar maksimumlar yutish (243, 248, 270 nm) va minimum yutish (228 va 254 nm) ko'rsatkichlarini solishtirish bo'yicha aniqlanadi.

K vitaminining sintetik o'rribosari



Menadion natriy bisulfitning suvdagi eritmasining 0,0005% li eritmasining UK-spektri 220–280 nm sohada 230 va 265 nm da maksimum va 248 nm da esa minimum nur yutish ko'rsatkichini beradi. 0,002% li eritmasining UK-spektri 280–340 nm sohada 305 nm to'lqin uzunligida maksimum beradi. Ko'rsatib o'tilgan tavsif bo'yicha biz chinligi va miqdoriy tahlilni aniqlash uchun qo'lashimiz mumkin.

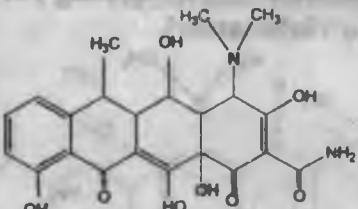
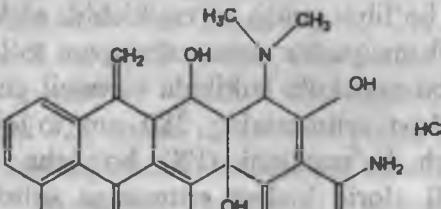
Tetasiklin qatori antibiotiklari va ularning yarimsintetik o'rribosarlari.



Tetasiklin

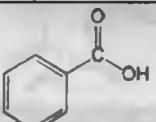
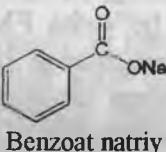
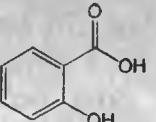
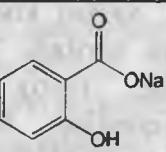
Tetasiklin va oksitetrasiklin molekulasi tarkibida ikkita qo'shbog' tutgan bo'lib u yutish ko'rsatkichida elektron jadvalda ko'rindi. Analitik maqsadlar uchun shu uzun to'lqinga alohida e'tibor beriladi, bu molekula tarkibida karbonil guruhi borligini bildiradi. Tetrasiklin eritmasining 380 nm to'lqin uzunligida solishtirma yutish ko'rsatkichi (FS) bo'yicha 380–419 nm (eritmani 0,1M li xlorid kislota eritmasiga solishtirilganda)ga teng. Oksitetrasiklinning chinligi 0,002 % li xlorid kislota eritmasining optik zinchligi (054–058) kattaligi boyicha 353 nm to'lqin uzunligida tasdiqlanadi.

Tetrasiklinning tozaligiga FM bo'yicha tajriba o'tkazish vaqtida sfektfotometrik usul bo'yicha nur yutuvchi aralashmalar saqlagan holatda (to'ljin uzunligi 430 nm da) olib boriladi. Optik zichligining kattaligi 0,5 dan kam bo'lmasligi kerak. Huddi shunday tajriba o'tkazganimizda, bunda 0,2 % li oksitetrasiklin eritmasining optik zichligi 430 nm da 0,25 dan, 490 nm da bo'lsa 0,2 ko'p bo'lmasligi kerak. Yupqa qavatlari xromatografiya usuli bo'yicha chinlik reaksiyalari o'tkaziladi, spetsifik yod moddalarni (4-epitetrasiklin gidroxlorid, angidro-tetasiklin, angidro 4-epitetrasiklin) chinlik reaksiyalari olib boriladi. FM da ko'rsatib o'tilgan aralashmalar yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi bo'yicha aniqlash tavsiya qilinadi. Gazli suyuqlik xromatografiyasi usulida qoldiq erituvchilar (metanol, izooktanol)ni qancha tutishi aniqlanadi.

Doxycycline Hydrochloride – Dioksisiklin gidroxlorid (Vibramitsin)	 4-dimetilamino-1,4,4a,5,5a,6,11,12a-oktagidro-3,5,10,12,12a-pentaoksi-6-metil-1,11-dokso-2-naftatsenkarboksamid hidroxlorid gemietanolat gemigidrat	Sariq rangli kristall kukun, kuchsiz etil spirti hidi keladi.
Methacyclin e Hydrochloride – Metatsiklin gidroxlorid	 4-dimetiamino-1,4,4a,5,5a,6,11,12a-oktagidro-3,5,10,12,12a-pentaoksi-6-metilen-1,11-diketonaftatsen-2-karboksamid hidroxlorid	Sariq rangli kukun, hidsiz, achchiq mazali

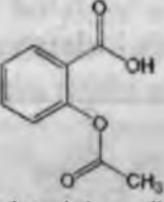
Dori moddasining chinligi IQ-spektri bo'yicha o'rnatiladi, buning uchun standart namuna bilan spektrlari o'zoro solishtiriladi. UB-spektrometriya usuli bo'yicha doksasiklin gidroxloridning solishtirma nur yutish ko'rsatkichi (280–310) 345 nm to'lqin uzunligida (erituvchi aralashma-1M xlorid kislotosi va metanol 1:99) chinligi aniqlanadi. Metasiklin gidroxloridning UB-spektri 220–400 nm da huddi shu erituvchi yordamida quyidagi 253 va 345 nm da maksimumga va 223 va 299 nm da minimumga ega bo'ladi. To'lqin uzunligi 345 nm bo'lganda standadrt eritma bilan aniqlanadi, bunda 96 dan 104 % oralig'ida chiqishi kerak.

Aromatik kislota va tuzlar

Acidum benzoicum – benzoy kislota	 Benzoy kislota	Rangsiz ignasimon kristall yoki oq mayda kristalik kukun. Erish harorati 122–124,5°C
Natrii benzoas – natriy benzoat	 Benzoat natriy	Oq rangli mayda kristallsimon kuun bo'lib hidsiz yoki juda kuchsiz hidga ega.
Acidum salicylicum – salitsil kislota	 o-oksibenzoy kislota	Oq rangli mayda ignasimon kristall yoki kristallsimon kukun bo'lib hidsiz. Erish harorati 158–161°C
Natrii salicylas – natriy salitsilat	 Natriy salitsilat	Oq rangli kristall kukun yoki mayda tangachasimon bo'lib hidsiz.

Natriy salitsilatning chinligi IQ-spektri bo'yicha 4000–400 sm⁻¹ (taxtakachlanib tayyorlangan kaliy bromid tabletka ko'rnishida) bo'yicha FM da berilgan spektrga mos kelishi kerak. Natriy benzoatning suvli eritmasining UB-spektri 220–300 nm chegarada maksimum yutilish 226 nm da bo'ladi. Salitsil kislotasining 0,5M sulfat kislotasidagi (0,001%) eritmasi ikkita maksimum beradi, birinchisi 235 nm va ikkinchisi 300 nm da kuzatiladi.

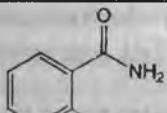
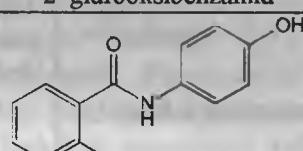
Salitsil kislotasining murakkab efiri

Acetylsalicylic acid – kislota Atsetilsalitsil kislotasi		Rangsiz kristall yoki oq kristallsimon kukunlar bo'lib hidsiz yoki kuchsiz hidga ega. Erish harorati 133–138°C
Sirka kislotasining salitsil efiri		

Natriy salitsilatning chinligi IQ-spektri bo'yicha 4000–400 sm⁻¹ (kaliy bromid diskida) bo'yicha FM da berilgan spektrga mos kelishi kerak. Natriy benzoatning xlarafommdagi 0,007% li eritmasi UB-spektri 260–350nm chegarada maksimum yutilish 278 nm da bo'ladi. Salitsil kislotasining 0,1M sulfat kislotasidagi 0,001% eritmasi 220–350 nm da ikkita maksimum beradi, birinchisi 228 nm va ikkinchisi 276 nm va bitta minimum 257 nm da kuzatiladi. Erkin salitsil kislotasini tozaligi uchun sinov o'tkazilganda (0,05% dan ortiq bo'limgan holda) fotokolorimetrik usul bo'yicha reaktiv sifatida temir ammoniyli kvartslar ishlatilib, to'lqin yutish jarayoni 520 nm to'lqin uzunligida o'lchab boriladi. Salitsil kislotasi bo'yicha hisob-kitoblar RSO bo'yicha olib boriladi. Shu jumladan organik moddalar va aralashmalar, natriy karbonat eritmasida erimaydigan moddalar aniqlaniladi. Ko'rsatib o'tilgan UB-spektrometrik usul bo'yicha atsetilsalitsil kislotasini aniqlash uning ishqoriy sharoitdagi gidroliz reaksiyasiga asoslangan

bo'lib, bunda vadorod peroksid ishtrokida natriy salitsilatgacha boradi. Vodorod peroksid gidroliz jarayonini tezlashtiradi, gidroliz 15 daqiqa ichida yakunlanadi. So'ngra eritmaning optik zichligi spektrofotometr yordamida 290 nm da maksimum yutish ko'rsatkichini beradi.

Salitsil kislota amidining hosilalari

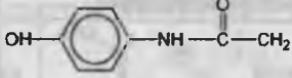
Salicylamide – salitsilamid	 2-gidrooksibenzamid	Oq kristallsimon kukun bo'lib erish harorati 140–142°C
Osalmid – oksalmid (Oksafenamid)	 2-gidroksi-N-(4-gidroksifenil)benzamid	Oq yoki binafsha rang kulrangsimon to'qlashgan bo'lib kukun mazasiz, erish harorati 175–178°C

Salitsilamid hosilalari va uning dori turlarini tarkibini IQ-spektroskopiya usuli bilan 3600–700 cm^{-1} da aniqlash mumkin. Salitsilamid va osalmidning chinligini "amid yutish tasmasi" orqali, shuningdek 3600–3200 cm^{-1} oraliqda hidroksil va amino guruh saqlashidan kelib chiqqan usul hisoblanadi (S.G.Tiraspol'skaya). FM bo'yicha salitsilamid va osalmidning miqdori yutish tasmalarining IQ-spektrlarini o'zaro solishtirish orqali 4000–400 cm^{-1} oraliq'ida FM da beriladigan spektr rasmlari orqali topiladi. Salitsilamid unumlarini aniqlashda shuningdek yana huddi shu ko'rsatkichlar bo'yicha UK-spektri orqali (to'lqin uzunligi maksimum va minimum nur yutishida) turli erituvchilarda olib boriladi. Shunday qilib, salitsilamidning 0,001% li suvli eritmasida maksimum yutish ko'rsatkichi 235 va 300 nm oraliq'ida joylashgan, osalmidning 0,002% natriy hidroksid 0,1M eritmasida 310–335 nm oraliq'ida bo'ladi. FM

bo'yicha salitsilamid eritmasining chinligini UB-spektr bo'yicha etanolning 0,0015% li va xlorid kislotasining 0,01M aralashmasi (1:49) yordamida olib boriladi. U 220–350 nm oraliqda ikkita maksimum (238–300) va minimum yutish ko'rsatkichiga ega bo'lishi kerak.

Osalmidlarning etanoldagi eritmasi 220–360 nm oralig'ida 298 nm maksimum yutishni berishi kerak. Slaitsilamid va osalmidning ko'rsatilgan maksimumlarda spektrofotometrik usulda miqdorini aniqlashning usullari bizga ma'lum.

Para-aminofenol hosilalari

Paracetamol – parasetamol	 p-Atsetoaminofenol	Oq yoki kremsimon oqish yoki qizg'ish rangli kristall kukun bo'lib hidsiz, erish harorati 168–172°С
---------------------------	---	---

Parasetamolning chinligi IQ-spektr (vazelin yog'ida olingan) 4200–400sm⁻¹ da olib boriladi, bunda yutish tasmalari FM ko'rsatib o'tilgan spektr berilgan rasm bilan to'liq mos tushishi kerak. Parasetamolning metanoldagi 0,0005% li eritmasi xlorid kislotasi yordamida oksidlab UB-spektr 220–350 nm oralig'ida 249 nm maksimum yutish ko'rsatkichini beradi. Suvli eritmasi 243 nm da maksimum yutishni beradi, 0,001M natriy gidroksid 257 va 273 nm da ikkita maksimumga ega bo'ladi.

Parasetamolning tarkibini sintezda hosil bo'ladigan oraliq mahsulot, aralashmalarga nazarat tekshirish olib boriladi. Aralashmalarni me'yoriy tarkibiy qismi p-xloratsetenil bilan yupqa qavatlari xromatografiya usuli yordamida "Silufol UB-254" yoki "Sorbfil" bilan SOVS ga nisbatan p-xloratsetelinid erituvchi aralashmalari xloroform atseton toluol (65:25:10) olinadi. Xromatografiyadagi dog'larni baholashda UB-yorug'ligida 254 nm to'lqin uzunligida olib boriladi. Shuningdek, aralashma tarkibidagi erkin p-aminofenol (0,005% dan ortiq bo'lmasin) miqdori (tarkibi) aniqlanadi. Tajriba

o'tkazish uchun kontrol paratsetamoli oldindan tayyorlanadi, uni tarkibida p-aminofenol saqlamagan bo'lishi kerak (suvdan qayta kristallangan). So'ng esa tekshiriluvchi va kontroldagi paratsetamol metanol va suvning (1:1) aralashmasida eritiladi. Reaktiv sifatida yangi tayyorlangan nitropursid natriyning eritmasi ishlataladi. Tajriba sinovidagi paratsetamol eritmasining rangi kontroldagi eritma rang intensivligidan to'qroq bo'lmasligi kerak. Dori turlari tarkibidagi paratsetamolni spektrofotometrik usul bo'yicha maksimum yutishi (157 nm da) erituvchi sifatida 0,1M natriy gidroksid eritmasidan foydalaniladi.

Tabletka shaklidagi paratsetmollar uchun spektrofotometrik usul ishlab chiqilgan, bu usul standart namuna sifatida dixromat kaliy (to'lqin uzunligi 243 nm) ishlatalishiga asoslangan usul hisoblanadi. Paratsetamol tahlilidagi kutilgan yaxshi natijalar hosilali (erkin) spektrofotometrik usulda olingan. Paratsetamolni aniqlashdagi yuqoriroq selektivlikka erishilgan usul gaz suyuqlik xromatografiyasi bo'ldi. Parasetamolni aniqlashdagi fotokalorimetrik usulda kuchli kislotali sharoitda molibden ammoniy bilan ta'sirlanishi va u bilan birikma hosil bo'lishiga asoslangan. Nur yutish to'lqin uzunligini 670 nm da o'lchanadi.

Meta-aminofenon hosilalari



Suvli eritmalarining turg'un emasligini hisobga olib, FM da 0,5% li neostegmin metilsulfatning 294 nm spektrofotometrida nur yutuvchi aralashmalar belgilab qo'yilgan. Optik zichligi 0,15 dan oshib ketmasligi kerak. Neostigmin metilsulfatning miqdoriy tahlili spektrofotometrik usul bilan yoki ekstraksion-fotometrik

usul bo'yicha reagent sifatida sulfoftalien bo'yog'i-bromtimol ko'ki va xloroform ekstragamenti ishlataladi. Optik zichligi 415 nm to'lqin uzunligida o'lchanadi.

Fenilsirka va fenilpropion kislotalarning hosilalari

Diclofenac Sodium – natriya diklofenak (Ortofen)	 2-[(2,6-dichlorophenyl)-amino]-phenyl propionic acid sodium salt	Oqdan tortib kremsimon ranggacha bo'lgan hidsiz kristall kukun
Ibuprofen – ibuprofen	 d,l-2-(4-isobutylphenyl)-propionic acid	Oq yoki deyarli oq kristall kukun bo'lib o'ziga xos hidga ega, erish harorati 75–77,5°C

Natriy diklofenak va ibuprofen FM da IQ-spektrlarning rasmlari berib o'tilgan bo'ladi, tekshirilayotgan dori vositasining IQ-spektri yutish tasmalarining ko'rsatkichi $4000-400\text{sm}^{-1}$ oraliqda butunlay mos tushishi kerak. Chinligi shuningdek UB-spektr yordamida aniqlanadi.

Ibuprofening 0,1M natriy gidroksiddagi eritmalari 240–350 nm oraliqda maksimum nur yutish 265, 273 da va yelka qismi 257 dan 261 nm oralig'ida bo'ladi, natriy diklofenak shuningdek erituvchisi maksimal yutishi 276 nm va 249 da minimum qiymatlarni nomoyon qiladi. Ibuprofening chinligini Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyası (piklarning umumiy yuzasini qiymatini, shartli yod moddalar, ibuprofen pik chiziq) va issiqlik qavati xromaotografiyası silikagelda olib borilib tekshirilayotgan eritma 100 mg/ml i 1mg/ml olib borilib dog'lar solishtiriladi.

Butirifenon hosilalari

Haloperido l-galope- ridol	<p>4-(p-fluorophenyl)-1-[3'-(p-chlorobenzoyl)-propyl]-1-piperidinol</p>	Oq biroz sarg'ish kristall kukun bo'lib hidsiz, erish harorati 149–153°C
----------------------------------	---	--

Aromatik aminokislotalar va ularning hosilalari

Benzocaine – benzokain (Anestezin)	<p>p-aminobenzoynoy kislatasining etil efiri (etyl-p-aminobenzoat)</p>	Oq rangli kristall kukun bo'lib hidsiz, erish harorati 89–92°C
Procaine Hydrochlo- ride – prokainagidr oklrid (Novokain)	<p>p-aminobenzoy kislota gidroxloridining β- dietilaninoetil efiri • HCl</p>	Rangsiz kristall yoki oq rangli kristallsimon kukun, hidsiz bo'lib erish harorati 154– 158°C
Tetracaine Hydrochlo- ride – tetrakain gidroxlorid (Dikain)	<p>p-butilaminobenzoy kislotasi gidroxloridining β-dimetilaminoetil efiri • HCl</p>	Oq rangli kristall kukun bo'lib hidsiz, erish harorati 147–150°C

Benzokoinning chinligi FM bo'yicha, prokoin va tetrakoin gidroxloridlarda IQ-spektrining $4000\text{--}400\text{sm}^{-1}$ oralig'ida va

taxtakachlangan kaliy brom tabletkalarida FM dagi spektrlari berilgan rasm orqali aniqlanadi va solishtiriladi. UB-spektri bo'yicha tekshirilayotgan dori vositalari FM da ko'rsatib o'tilgan xossalarga ega bo'lishi kerak.

Shunday qilib, benzokoinning xloroformdagi 0,005% li eritmasi 230–350 nm oraliqda 281 nm da maksimumga va 238 da esa minimum yutish ko'rsatkichiga ega bo'ladi. Porkoin gidroxloridning 0,001% suvdagi eritmasi 290 nm to'lqin uzunlikda maksimum beradi. Tetrasiklin gidroxloridning suvdagi eritmasi (fosfatli bufer saqlagan pH=6) 220–350 nm oralig'ida ikkita maksimum yutish ko'rsatkichini beradi, bunda birinchisi 227 va ikkinchisi esa 310 nm da, shuningdek 249 nm da minimum yutish ko'rsatkichini beradi.

p-aminobenzoy kislotasi hosilalarini aniqlashda (identifikatsiya qilishda) elektron tasmali yutish ko'rsatkichlari (ossilator kuchi, assimetriya omili va boshqa) va boshqa optik xususiyatlaridan foydalanilgan.

Tetrasiklin gidroxlorid fosforli kislotali sharoitda yodat kaliy bilan reaksiyasi natijasida qizdirsaq bunda binafsha rangli mahsulot hosil bo'ladi, 552 nm da maksimum beradi. Bu reaksiya spetsifik reaksiya(o'ziga xos reaksiya sanaladi). Benzokoin, prokoin va prokainamid gidroxloridi huddi shu sharoitda reaksiya bermaydi va rangli birikma hosil bo'lmaydi. Ushbu reaksiya yordamida tetrasiklin gidroxloridning identifikatsiya qilishda va fotokolorimetrik tahlil uchun qo'llaniladi.

FS da dori vositasining tarkibidagi yot moddalarning ruxsat etilgan miqdoriga, qisman p-aminobenzoy kislotasi va benzokoin konsentratsiyalari belgilab o'tiladi (sintez davrida hosil bo'ladigan oraliq mahsulotlar).

Tajribalar yupqa qavatli xromatografiya usulida silikagel F254 yoki Silufol UB-254 plastinkalarida olib boriladi. Xromatografiya tugagandan so'ng plastinkalar quritiladi va UB-nurida detektrylanadi, 254 nm da bajariladi.

Dori vositalari mikrobiologik tozaligi bo'yicha talablarga javob berishi kerak. p-aminobenzoy kislotasining murakkab efirlarining miqdoriy tahlili spektrofotometrik usulda quyidagi maksimum to'lqin yutishini beradi: benzokoin 292 nm (erituvchi sifatida etanol), yoki 285 nm (0,001M xlorid kislota eritmasi), tetrasiklin gidroxlorid 227 yoki 310 nm (suv). Kobaltning rodanitli kompleksini hosil bo'lish reaksiyasiga asoslangan holda differensial spektrofotometrik va ekstraksion fotometrik usullar ishlab chiqilgan.

Dimetilfenilsetamid hosilalari

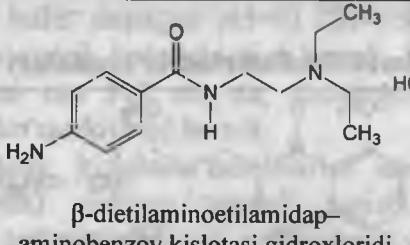
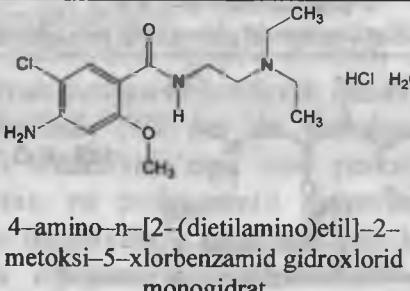
Trimecaine Hydrochloride – trimekain gidroxlorid	 2-(diethylamino)-n-2'-4'-6'-trimetilfenilsetamid hidroxlorid gemigidrat	Oq rangli biroz sariq dog'i bor kristallsimon kukun, qaynsh harorati 139–142°C
Lidocaine Hydrochloride – lidokain hidroxlorid	 2-diethylamino-2'-6'-asetoksilidagidroxlorid monogidrat	Oq yoki deyarli oq rangli kristallsimon kukun bo'lib, hidsiz. Qaynsh harorati 74–79°C
Bupivacaine Hydrochloride – bupivakain hidroxlorid	 1-butil-2'-6'-dimetilfenil-2-piperidinkarboksamid hidroxlorid monogidrat	Oq rangli kristall kukun bo'lib o'ziga xos spetsifik hidi bor, erish harorati 248°C (parchalanish bilan boradi)

Trimetikain hidroxloridning chinligini IQ-spektri bo'yicha vazelin moyi yordamida aniqlash mumkin. U 4000 dan 700 sm^{-1} oralig'ida yutish tasmasini(chizig'ini) huddi standart namuna

kubi hosil qilishi kerak. IQ-spektri bo'yicha buvikain gidroxloridning chinligi aniqlanadi. Trimekain gidroxlorid suv-spirli aralashmasi IQ-spektri, xlorid kislotasi bilan oksidlاب olinadi. 250–300nm oraliqda 262,5nm, 271nm da maksimum yutishni va 255nm da esa minimumni beradi.

Buvikain gidroxlorid eritmasining 0,1M xlorid kislotasidagi eritmasi 271nm da maksimum beradi.

Para-aminobenzoy kislotasining amidi hosilalari

Procainamid eHydrochloride – prokainamid gidroxlorid (Novokainamid)	 β -diethylaminoethylamido- aminobenzoy kislotasi gidroxloridi	Oq yoki biroz oqish kremsimon rangli kristall kukun bo'lib hidsiz. Gigroskopik, erish harorati 165–169°C
Metoclopramide Hydrochloride – metoklopramid gidroxlorid (Serukal)	 4-amino-n-[2-(diethylamino)etil]-2- metoksi-5-xlorobenzamid gidroxlorid monogidrat	Oq yoki oqimtir sarg'ish rangli kristll kukun bo'lib hidsiz yoki deyarli hidsiz

Prokainamid va metoklopromid gidroxloridning chinligi IQ-spektri bo'yicha, standart namuna bilan o'zaro solishtirish yo'li bilan aniqlanadi.

Metoklopromidning xlorid kislotasidagi eritmasining IQ-spektri 230–350 nm oraliqda aniqlash tavsiya qilinadi. Maksimum yutish ko'rsatkichi 273 va 309 nm da berilgan konsentratsiyada ma'lum bir optik zichlikka ega bo'lishi kerak.

Prokainamid gidroxloridning suvli eritmalari 278 nm da, 0,02M xlorid kislotasidagi eritmasi 275 nm da, 0,1M sulfat

kislotasidagi eritmasi 224 nm da maksimum yutish ko'rsatkichini beradi. FM ning talabiga muvofiq 0,001% li metaklopramid gidroxloridning spirtli eritmasi 220–350nm oraliqda 212, 276, 311nm maksimum yutishni va 252 va 291nm va yelka qismida 225–234 oraliqda minimumini beradi.

Gaz-suyuqlik xromatografiyasida prokainamid gidroxloridning biologik suyuqliklar tarkibida borligini tasdiqllovchi usul sifatida ishlatiladi. Prokainamid gidroxloridning dori tarkibidagi miqdorini UB-spektrofotometrik usulda aniqlanadi, erituvchi sifatida suv ishlatiladi. Shu bilan mos ravishda parallel holatda standart va tekshiriluvchi eritmalarini optik zichliklari aniqlanadi, to'lqin uzunligi 278 nm da olib boriladi.

p-aminosalitsil kislota hosilalari

Natriiparaamino-salicylas – natriy paraaminsalitsilat (PASK Na)	 p-aminosalitsil kislotasining natriyli tuzi	Oq yoki oqish-sarg'ish(pushtisimon) rangli mayda kristallsimon kukun. Erish harorati 122°C
---	---	--

Para-aminosalitsilatning chinligini aniqlashda tarkibidagi natriy ioniga reaksiya qilib topiladi. Suvdagagi eritmalarini IQ-spektrida ikkita maksimum yutishni beradi. 0,001% li suvli eritmasingin optik zichliklarning nisbatlari uzun to'lqin uzunligida 265 va 299 nm da 1,5–1,56 atrofida chiqadi, solishtirma yutish ko'rsatkichida 736 va 483 ga teng bo'ladi.

m-aminobenzoy kislotasi hosilalari

Amidotrizoic acid – amidotribenzoy kislota (Triombrin)	 5-diatsetilamino-2,4,6-triyodbenzoynaya kislota	Oq rangli kristall kukun bo'lib hidsiz, erish harorati 260°C (parchalanish bilan boradi)
--	---	--

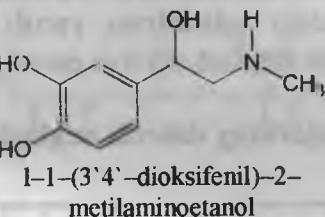
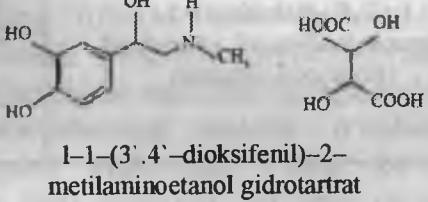
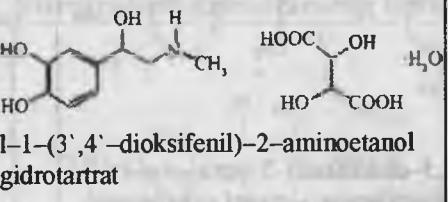
Triombrinning chinligini IQ-spektri yordamida (u tekshirilayotgan spektrga mos tushishi kerak) va UB-spektri bo'yicha 0,1M natriy ishqori eritmasi orqali topiladi. 220–280 nm oraliqda 238 nm to'lqin uzunligida maksimum yutishni (triombrast huddi shu sharoitda 237 nm da) beradi.

Fenilalkilaminlar hosilalari, alkaloidlar

Ephedrine Hydrochloride – efedrin gidroxlorid	 l-erito-2-metil-amino-1-fenilpropanol-1-gidroxlorid	Oq rangli kristall kukun bo'lib hidsiz, erish harorati 216–221°C. Solishtirma burish burchagi –33° dan –36° gacha (5%-suqli eritmasi)
Dephephrine – defedrin	 d-treо-2-metil-amino-1-fenilpropanol-1gidroxlorid	Rangsiz ignasimon kristall yoki oq kristall kukun bo'lib, kuchsiz o'ziga xos hidga ega, erish harorati 183–186°C. Solishtirma burish burchagi +61 dan +63° gacha (5%-li suvdagi eritmasi)

Efidrin gidroxlorid va defedrin chinligini spektrofotometrik usul yordamida tasdiqlanadi. Efidrin gidroxloridning 0,05% li suvdagi eritmasining UB-spektri 230–300 nm oralig'ida uchta maksimum (251, 257 va 263 nm) va ikkita minimum (253 va 261 nm) to'lqinni yutadi. Mos ravishda defedrin eritmasining UB-spektrida uchta maksimum (251, 257 va 263) beradi.

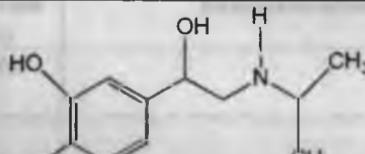
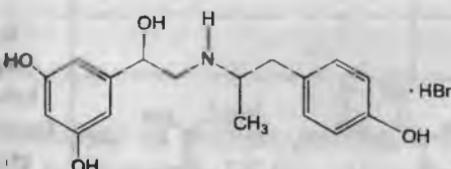
Katexolaminlar

Dopamine Hydrochloride – dopamin gidroxilorid (Dofamin)	 <p>2-(3,4-dioksifenil)-etilamin gidrokslorid</p>	Oq yoki oq kremsimon rangli kristallsimon kukun, hidsiz, erish harorati 245–250°C (parchalanish bilan boradi)
Epinephrine – epinefrin (Adrenalin)	 <p>1-1-(3',4'-dioksifenil)-2-metilaminoetanol</p>	Oq yoki kremsimon rangli mayda kristallsimon kukun bo'lib hidsiz. Havo ta'sirida va yorug'lik ta'sirida o'z rangini o'zgartiradi. Solishtirma burish burchagi -50 dan -54° gacha (4%-li, 1M xlorid kislotasidagi eritmasi)
Epinephrine Bitartrate – epinefrin bitartrat (Adrenalin gidrotartrat)	 <p>1-1-(3',4'-dioksifenil)-2-metilaminoetanol hidrotartrat</p>	Oq yoki oq kulrangsimon kristall kukun bo'lib hidsiz, erish harorati 147–152°C (parchalanish bilan boradi). Yorug'lik ta'sirida va havodagi kislorod bilan ta'sirlashib juda tez o'zgaradi.
Neropinephrine Bitartrate – norepinephrine bitartrat (Noradrenalin gidrotartrat)	 <p>1-1-(3',4'-dioksifenil)-2-aminoetanol hidrotartrat</p>	Oq yoki deyarli oq rangli kristallsimon kukun bo'lib hidsiz, taxir(achchiq) mazzali, erish harorati 100–106°C. Solishtirma burish burchagi -10 dan -12° gacha (2%-li suvdagi eritmasi)

Dofamin, epinefrin va norepinefrin bitartratning chinligini IQ-spektri $2000\text{--}400\text{sm}^{-1}$ bo'yicha kaliy bromid diskidan olingan na'muna orqali tasdiqlanadi. Yutish tasmalari butunlay FM da ko'rsatib o'tilgan rasmlarga mos kelishi kerak. 0,005% li dofamining 0,1M xlorid kislotasidagi UB-spektri 230–300 nm oralig'ida maksimum 280 nm ga va 250 nm da minimum yutish ko'rsatkichiga ega bo'ladi.

Epinefrin va norepinefrin bitartlar shu jumladan erituvchilari maksimum yutish ko'rsatkichini 279 nm da beradi. FM da chinligini tasdiqlash uchun solishtirma yutish ko'rsatkichini to'lqin uzunligi 279 nm da aniqlash tavsiya etiladi.

Katexolaminlarning sintetik analoglari

Izoprenaline Hydrochloride – izoprenalin gidrokslorid (Izadrin)	 1-(3',4'-dioksifenil)-2-izopropilaminoethanol hidrokslorid (izopropilnorefedrin)	Oq rangli kristallsimon kukun bo'lib hidsiz, erish harorati 166–172°C
Fenoterol Hydrobromide fenoterolagidrobromid (Berotek)	 L-(3,5-dioksifenil)-2-para-oksi-(α -metilfenetilamino)-etanol hidrobromid	Sochiluv-chan kristall-simon kukun

Salbutamol – salbutamol (Ventolin)	<p>2-tetrahydroxy-1-(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)-1-propanol</p>	Oq yoki deyarli oq mayda kristallsimon kukun bo'lib hidsiz. Qavatlanish holati ruxsat etiladi. Erish harorati 152–158°C
Verapamil Hydrochloride – verapamila gidroxolrid (Izoptin)	<p>H₃CO H₃CO</p> <p>HCl₂</p>	Oq yoki deyarli oq mayda kristallsimon kukun bo'lib hidsiz. Erish harorati 140–145°C

Chinligini aniqlashda shuningdek UB-spektrofotometriya usulidan ham foydalaniladi. Izoprenalin gidroxloridning 0,1M xlorid kislotasidagi eritmasida ikkita maksimum ko'rsatkichlari bo'lib, ular 223 va 279 nm ga teng. Salbutamol ham ushu eritmada bitta maksimum beradi, bu 276 nm ga teng. Fenoterol gidrobromidning 0,001M xlorid kislotasidagi 276 nm da maksimum beradi, verapomil gidroxlorid bo'lsa 229, 278 nm (huddi shu erituvchida) maksimumga ega bo'ladi.

Katexolominlarning sintetik o'rinosbosarlarini miqdori (konsentratsiyasi) maksimum yutish ko'rsatkichi bo'yicha eritmalarining optik zichliklari bo'yicha aniqlashni MF tavsiya qiladi.

Nitrofenilikilaminlarning hosilalari

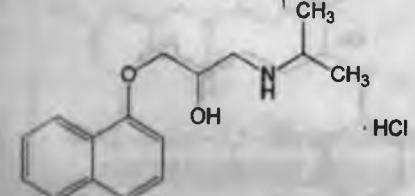
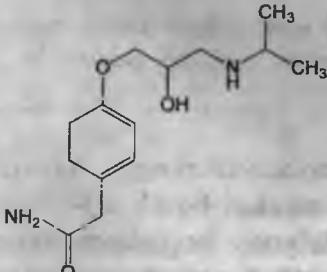
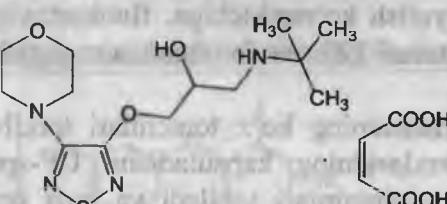
Chlorampheneni –col – xloramfenikol (Levomitsetin)		Oq yoki oqish-sarg'ish rangli kristallsimon kukun bo'lib biroz sarg'ish-yashil rangli bog'lari
--	--	--

	D-(–)-treo-1-p-nitrofenil-2-dixloratsetilaminopropandiol-1,3	bo‘ladi, hidsiz bo‘lib erish harorati 149–153°C. Solishtirma burish burchagi +18 dan 21° gacha (5%-etanoldagi ertimasi)
Chloramphenicol Stearate Xloramfenikol stearat	<p>D-(–)-treo-1-p-nitrofenil-2-dixloratsetilaminopropandiola-1,3 3-stearat</p>	Oq rangli sarg‘ish dog‘li kukun bo‘lib deyarli hidsiz va mazasiz bo‘lib, erish harorati 88–90°C. Solishtirma burchagi +15 dan +20° gacha (5%-li etanoldagi eritmasi)
Chloramphenicol Sodium Succinate – Xloramfenikol natriy suksinat (eruvchan)	<p>D-(–)-treo-1-p-nitrofenil-2-dixloratsetilaminopropandiol-1,3 3-suksinat natriya</p>	Oq rangli sarg‘ish dog‘li kukun bo‘lib o‘ziga xos kuchsiz hidli gigroskopik. Solishtirma burish ko‘rsatkichi +5 dan +8° gacha (5%-suvdagi eritmasi)

Xloramfenikolning 0,002% li suvdagi eritmasini chinligini UB-spektri bo‘yicha tasdiqlanadi, 220–400 nm oralig‘ida 278 nm maksimum va 237 nm da minimumga ega bo‘ladi. FM tavsiyasi bo‘yicha solishtirma nur yutish ko‘rsatkichini 278 nm to‘lqin uzunligida (290 dan 305 gacha) aniqlanadi.

Xloramfenikol natriy suksinatning 0,04% li suvli eritmasi 230–350 nm oralig‘ida 276 nm da bitta maksimum yutish ko‘rsatkichini beradi. Xloramfenikol va xloramfenikol natriy suksinatning aniqlash uchun UB-spektri yutish ko‘rsatkichi bo‘yicha ularning ikkinchi hosilalari qo‘llanildi, shu jumladan optik zichliklari nisbatlari maksimum va minimum yutishlar aniqlandi (erituvchilar suv, spirt).

Gidroksipropanolaminlarning hosilalari

<p>Propranolol Hydrochloride – propranolol gidroxlorid (Anaprilin)</p>	 <p>(\pm)–1-izopropilamin–3–(1-naftoksi)– 2– propanol gidroxlorid</p>	<p>Oq kristallsimon kukun bo‘lib hidsiz, erish harorati 161– 164°C</p>
<p>Atenolol – atenolol (Tenormin)</p>	 <p>4–(2–oksi–3–izopropil–aminoproi)fenil– atsetamidpoks</p>	<p>Oq yoki sarg‘ish kremsimon rangli kristall kukun bo‘lib hidsiz, erish harorati 152– 155°C</p>
<p>Timolol Maleate – timolol maleat</p>	 <p>$(-)$–1–tret–butilamin–3–(4–morpholin– 1,2,5–tiadiazolil–3–oksi)–2–propanol maleat</p>	<p>Oq yoki deyarli oq kristallsimon kukun bo‘lib hidsiz, solishtirma burish burchagi 11,7 dan –12,5° gacha (1M xlorid kislotasining 5% li eritmasi)</p>

<p>Fluoxetine Hydrochloride – fluoksetin gidroxlorid (Prozak)</p>	<p>$(\pm)-N\text{-methyl-3-fenil-3-(p-triflormetil)fenoksipropilamin gidroxlorid}$</p>	<p>Oq yoki deyarli oq kristallsimon kukun bo'lib hidsiz yoki biroz o'ziga xos hidi bor.</p>
--	---	---

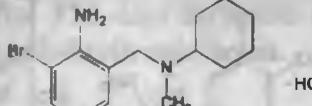
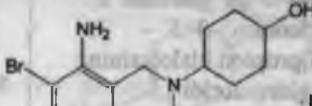
Gidroksipropanolaminlarning unumlarini chinligini aniqlashning asosiy usullari bo'lib IQ- va UB-spektrofotometriya hisoblanadi. Me'yoriy hujjatlarda keltirilgan rasmlarning spektrlariga yoki standart namuna spektrlariga IQ-spektrining intensiv yutish chizig'lari to'liq mos kelishi kerak.

Propanol gidroxloridning metanoldagi eritmasining UB-spektri 290, 306 va 319 nm da maksimum yutish ko'rsatkichiga, atenololning etanoldagi 0,01M xlorid kislotali eritmasi 295 nm da maksimum yutish ko'rsatkichiga, fluoksetin gidroxloridning metanoldagi eritmasi 227 nm da maksimum yutish ko'rsatkichiga ega bo'ladi.

Timolol maleatning ko'z tomchilarini tarkibida borligi va fluoksetin gidroxloridning kapsuladisini UF-spektri bo'yicha maksimum va minimumlari topiladi va mos kelgan spektrlarini bo'yicha mos kelgan ISN eritmalar olinadi.

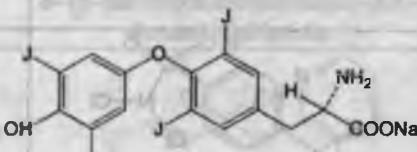
Ko'rsatib o'tilgan dori moddalarining identifikatsiyasi, shu jumladan, yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi usuli bo'yicha aniqlanadi(vaqtı-vaqtı bilan ushlab turiladi).

Aminobibromfenilalkilaminlar

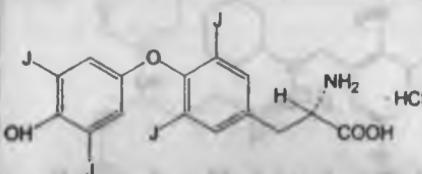
Bromhexine Hydrochloride - bromgeksin gidroxlorid	 N-(2-amino-3,5-dibrombenzyl)-N-metilsiklogeksilam gidroxlorid	Oq rangli kristallsimon kukun bolib hidsiz, erish harorati 234–239°C
Ambroxol Hydrochloride - ambroksol gidroxlorid	 trans-4-[(2-amino-3,5-dibrombenzyl)amino]siklogeksanol hidroxlorid	Oq rangli kristallsimon kukun bolib, hidsiz

Aminobibromfenilalkilaminlarning chinligini UB-spektri orqali yutish ko'rsatkichi bo'yicha aniqlanadi. Bromgeksin hidroxlorid 240 va 315 nm oralig'ida (erituvchi etanol) yorug'lik yutish bo'yicha maksimumlarni beradi, ambroksol hidroxlorid bo'lsa 245 va 307 nm oralig'ida (0,1M xlorid kislota eritmasi) topiladi. Bromgeksin hidroxloridning chinligini aniqlashda solishtirma nur yutish ko'rsatkichlaridan foydalaniladi va optik zichliklari nisbatlari birinchi va ikkinchi maksimumlaridan foydalaniladi, shu jumladan, spektrofotometriya usulidan ham foydalaniladi.

Yodlangan aminokislotalarning sintetik hosilalari

Levothyroxine Sodium – levotiroksin natriy (Tiroksin – natriy)	 L-2-amino-3-[3,5-diiod-4-(3',5'-diiod-4'-hidroksifenoksi)fenil]propion kislotasining natriyli tuzi	Deyarli oq yoki biroz sariq rangli kristallsimon kukun bo'lib hidsiz. Gigroskopik. Solishtirma burish burchagi +16 dan +20° gacha (xlorid kislota va etanol aralashmasining 5% li aralashmasi)
---	---	--

**Liothyronine
Hydrochloride**
– liotironin
gidroxlorid
(Triyodtironin
gidroxlorid)



**L-2-amino-3-[4-gidroksi-3-yodfenoksi)-3',5'-diyodfenil]propion kislotasining
gidroxloridi**

Rangsiz yoki biroz
sariq rangli
kristallsimon kukun
bo'lib erish harorati
202–203°C
(parchalanish bilan
boradi). Solishtirma
burish burchagi
+21,5° (xlorid
kislota va etanol
aralashmasining 5%
li aralashmasi)

Ikkala tabletka shaklidagi dori vositalarining chinligini
yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi usuli bo'yicha
aniqlanadi, bunda foydalanilayotgan va standart eritmalarning
asosiy piklarini ushlab turgan holatda vaqtlarini solishtirgan
holatda olib boriladi. Ular o'zaro ±2% aniqlikda mos tushishi
kerak.

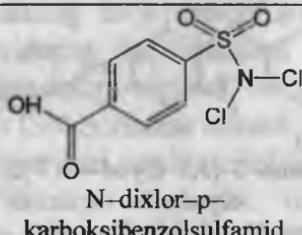
Benzosulfokislota amidining xlorli hosilalari

**Chloraminum B
– xloramin B**



Oq yoki biroz
sariq rangli
kristallar yoki
kristallsimon
kukun bo'lib
kuchsiz xlor hidi
keladi

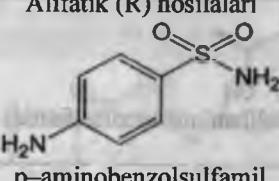
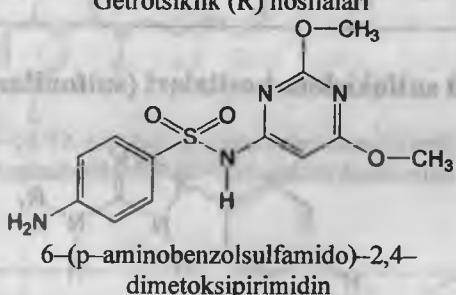
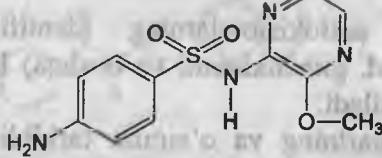
**Halazone –
galazon
(Pantotsid)**

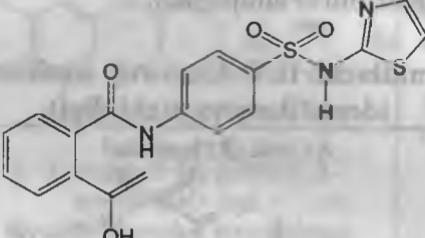
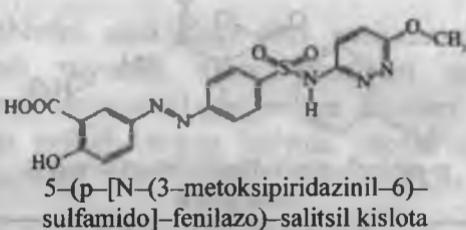


Oq rangli kukun
bo'lib kuchsiz
xlor hidi keladi

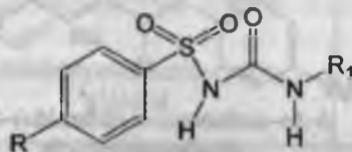
Galazonning chinligini shu preparatning IQ-spektr nur yutish chiziqlarini FM dagi ko'rsatib o'tilgan rasmdagi spektr bo'yicha o'zoro solishtirib aniqlanadi.

Sulfanilamidlarni fizik-kimyoviy usullar bo'yicha identifikatsiyasi(chinligi).

Sulfanilamide – sulfanilamid (Streptotsid)	Alifatik (R) hosilalari  p-aminobenzolsulfamil	Oq rangli kristallsimon kukun bo'lib hidsiz, erish harorati 164–167°C
Sulfacetamide Sodium – sulfatsetamid natriy (Sulfatsil – natriy)	 p-aminobenzolsulfonilatsetamid-natriy monogidrat	Oq rangli kristallsimon kukun bo'lib hidsiz.
Sulfadimethoxine – sulfadimetoksin	Getrotsiklik (R) hosilalari  6-(p-aminobenzolsulfamido)-2,4-dimetoksipirimidin	Oq yoki oqish kremsimon rangli kristallsimon kukun, erish harorati 198–204°C
Sulfalene – sulfalen	 2-(p-aminobenzolsulfamid)-3-metoksipirazin	Oq yoki oqish sarg'ishsimon rangli kukun bo'lib hidsiz, erish harorati 174–177°C

	Aromatik (R_1) va geterotsiklik (R) hosilalari	
Phtalysulfathiazole – ftilsulfatiazol (Ftalazol)	 <p>2-(p-fthalaminobenzolsulfamid)-tiazol</p>	Oq yoki oqish biroz sariq rangli kukun
Salazodine – salazodin (Salazopiridazin)	 <p>5-(p-[N-(3-metokspiridazinil-6)-sulfamido]-fenilazo)-salitsil kislota</p>	Kukun olovrangli rangda bo'lib hidsiz, erish harorati 202–210°C (parchalanish bilan boradi)

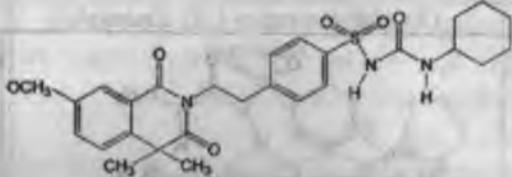
Alkilureid sulfokislota hosilalari (sulfonilmochevina)



Alkilureid sulfokislotalarning identifikatsiya qilishda (gliklozid, glipizid, glibenklamid va boshqa) IQ-spektroskopiya usulidan foydalaniildi.

Dori vositalarining va o'simlik tarkibli vazelin yog'lari IQ-spekttri bo'yicha $4000\text{--}650 \text{ sm}^{-1}$ oraliq'ida ro'yxatdan o'tadi. Ular standart namunaga to'liq mos kelishi kerak

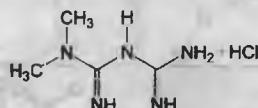
Carbutami de – karbutamid (Bukar- bon)	<p>N-(p-aminobenzolsulfonil)-N-butylmочевина</p>	Oq rangli kristallsi- mon kukun $162-166^{\circ}\text{C}$
Glibenzide – gliklazid (Preduin)	<p>(3-azabitsiklo[3,3,0]-oktil-3)-(p-tolilsulfonil)mочевина</p>	Oq yoki oqish kristallsim on kukun bo'lib kristall kukun bo'lib erish harorati $162-166^{\circ}\text{C}$
Glibencla mide – glibenk- lamid (Maninil)	<p>N-{4-[2-(5-xlor-2-metoksibenzamido)etil]benzolsulfonil}-N'-siklogeksil mочевина</p>	Oq rangli yoki ko'zga zo'rg'a ko'rindagi- gan kremsimon rangli mayda kristallsi- mon kukun bo'lib erish harorati $167-171^{\circ}\text{C}$
Glipizide – glipizid (Minidiab)	<p>1-siklogeksil-3-[para-2-(5-metilpirazinkarboksamid)etil]fenil)sulfonil]mочевина</p>	Oq rangli kristallsi- mon kukun

Gliquidone — glikvidon (Glyure-norm)		Oq rangli kristallsimon kukun
	1-siklogeksil-3-[p-[2-(3,4-digidro-7-metoksi-4,4-dimetil-1,3-diokso-2(1N)-izoxinolil)etil]fenil]-sulfanilmochevina	

Sulfanilmochevina hosilalarining chinligini spektrofotometriya usuli bo'yicha UB-sohadagi joylashgan maksimum yutish ko'rsatkichi va solishtirma yutish ko'rsatkichi bo'yicha aniqlash mumkin. Karbumid eritmasinining etanoldagi eritmasini maksimum ko'rsatkichi 269 nm da va 272 nm da bo'ladi, natriy gidroksidining 0,1M eritmasi 255 nm da beradi.

Glikozidning maksimum yutish ko'rsatkichi UB-spektr bo'yicha 228 nm, glibenklamidning metanoldagi eritmasi uchta maksimumuga (227, 273 va 293 nm), katta ahamiyatli bo'lib solishtirma yutish ko'rsatkichi (597) to'lqin uzunligi 227 nm da olib boriladi. Glipizidning chinligini UB-spektr standart dori vositasining namunasidan olib mos kelishi tekshirildi va tasdiqlanadi.

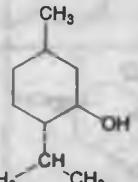
Guanidin hosilalari

Metformin — metformin (Gliformin)	 N,N' -dimetylbiguanida hidroxlorid	Mayda kristallsimon kukun bo'lib oq rangli hidsiz kukun, hidsiz va gigroskopik
--------------------------------------	---	--

Metformin kaliy brom ko'rinishida presslab ajratib olingan IQ-spektri $2000-400\text{sm}^{-1}$ va nisbatan intensivligi bo'yicha FM da ko'rsatib o'tilgan spektr rasmi bilan to'laligicha mos kelisi kerak.

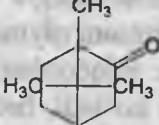
Metforminning chinligi va miqdorini aniqlashda UB-spektrofotometriya usulidan foydalaniladi. Suvli eritmasi 233 nm sohada maksimum yutish ko'rsatkichiga ega bo'lishi kerak. Mana shu maksimumda uning miqdoriy tahlili bajariladi. Hisobkitoblarni solishtirmanur yitish ko'rsatkichi bo'yicha aniqlanadi (782).

Monosiklik terpenlar

Mentholum – mentol	 1-2-isopropil-5-metilsiklogeksanol-1	Rangsiz kristallsimon modda bo'lib kuchli yalpiz va muzlatuvchi mazasi bor, erish haroati 41–44°C. Solishtirma burchagi –49 dan –51° (10% etanolli aralashma)
--------------------	---	---

Ratsemik mentolning chinligini 10% li tertra xlormetan IQ-spektri bo'yicha olingan $3600-870\text{cm}^{-1}$ sohada aniqlanadi, parafinli moyda $870-750\text{ cm}^{-1}$ da olib boriladi. FM da ko'rsatib o'tilgan rasmida berilgan spektri bo'yicha yutish chiziqlari mos kelishi kerak.

Bistiklik terpenlar

Camphora – kamfora	 1,7,7-trimetilbitsiklo[2.2.1]-heptan-2on	Oq kristallsimon bo'lakli yoki rangsiz kristallsimon kukun, ba'zida presslangan plitka ko'rinishida kristall tuzilishiga ega bo'lib pichoq bilan oson kesiladi va bo'lakchalar hosil qiladi.
--------------------	---	--

Bromcamphor a racemata – ratsemat bromkamfora	<p>d,l-3-bromo-1,7,7-trimethylbicyclo[2.2.1]heptan-2-one</p>	Rangsiz kristallar yoki oq kristallsimon kukun bo'lib kamfora hidi keladi, erish harorati 48–53°C. Solishtirma burish burchagi –1 dan +1° gacha (10% li etanoldag'i eritmasi)
Acidumsulfo- camphoratum –sulfokamfor kislota	<p>1,7,7-trimethylbicyclo[2.2.1]heptan-2-one-sulfonic acid monohydrate</p>	Oq yoki biroz sariq rangli kristallsimon kukun, erish harorati 194–198°C parchalanish bilan boradi-chapga buruvchi shakli ratsemat esa 196–202°C. Solishtirma burish burchagi –20° dan –24° – gacha, chapga buruvchi ratsemat shakli –1 dan +1° gacha (5% li suvli eritmasi)

Kamforaning chinligini aniqlash uchun 2,4-dinitrofenilgidrozon hosil qilish reaksiyasini va erish haroratini aniqlashni FM da tavsiyalar berib o'tilgan (44,3-jadval). 2,4-dinitrofenilgidrozon kamforaning etanoldag'i 0,006% li eritmasi 220–450 nm sohasida 231, 365 nm va yelka sohasida 255 dan 275 nmda maksimum qiymatga ega bo'ladi. Kamforaning chinligini erish harorati bo'yicha va UB-spektri bo'yicha kamforaning hosilalarini chinligi aniqlanadi. Kamforaning spirtli eritmalari va bromkamforaning identify-katsiya qilishning keng tarqalgan usullaridan bo'lib, UB-spektrofotometriya usuli hisoblanadi. Kamfora 231 va 361 nm da maksimum qiymatga, yelka sohasida esa 273 dan 277 nm da kichik miqdordagi solishtirma yutish ko'rsatkichiga (taxminan 2) ega bo'ladi, bromkamfora 306 nm da (solishtirma yutish ko'rsatkichi 4,34) teng bo'ladi.

Bromkamforaning chinligini IQ-spektrining mos kelishini solishtirish orqali FM dagi rasmdagi spektri bo'yicha 4000 dan 400 sm^{-1} sohasi bo'yicha tekshirib aniqlanadi.

Bu usulni miqdorini aniqlash uchun ham qo'llasak bo'ladi.

Statinlar

Lovastatin – lovastatin (Mevakor)		Oq yoki deyarli oq rangli kristallsimon kukun bo'lib, solishtirma burilish burchagi +325° dan +340°C gacha (0,5% li atsetonitrildagi eritmasi)
Simvastatin – simvastatin (Zokor)		Oq yoki deyarli oq rangli kristallsimon kukun. Solishtirma burilish burchagi +285° dan +300°C gacha (0,5% li atsetonitrildagi eritmasi)

Lovastatin va simvostatining IQ- va UB-spektrlari ularning standart yutish spektrlari chiziqlari bilan to'liq mos kelishi kerak. Lovatatinning spirtli eritmasining UB-spektri 230, 238, 246 nm da maksimumga va 233, 243 da minimumga ega bo'ladi.

Siklogeksen hosilalari

Retinol Aceta-te – re-tinol atsetat		trans-9,13-dimetil-7-(1,1,5-trimetilsiklogeksen-5-il-6)-nonatetraen-7,9,11,13-ola-15 atsetat	Oq yoki och sariq rangli kristallar bo'lib kuchsiz hidi bor. Erish harorati 54–58°C. Havo tarkibidagi kislород та'siriga chidamsiz, shu jumladan yorug'lik nuriga ham.
-------------------------------------	--	--	--

Retinol Palmito tere- tinol pal- mitat	<p>trans-9,13-dimethyl-7-(1,1,5-trimethylcyclohexen-5-yl)-nonatetraen-7,9,11,13-ola-15 palmitat</p>	<p>Xona haroratida amorf tuzilishli och sariq rangli hidsiz yoki kuchsiz o'ziga xos hidi bor. 28°C atrofida dig'ildiq yog'simon massa bo'lib och sariqdan to sariq ranggacha. Havo va yorug'lik ta'siriga chidamsiz birikma.</p>
---	---	---

Retinollarning hosilalarini chinligini, tozalik darajasi va miqdorini aniqlash uchun izovalerian spirti bilan hosil qilgan eritmalarining UB-spektri yordamida aniqlanadi. Ikkala retinollarning maksimum yutish ko'rsatkichlari 326 nm da joylashtirilgan. Solishtiruvchi eritma sifatida izopropil spirti xizmat qiladi. Solishtirma nur yutish ko'rsatkichi bo'yicha hisobkitoblar olib boriladi, retinol atsetatning solishtirma nur yutish ko'rsatkichi 1530 ga, retinol palmetatniki 956 ga teng. 1mg retinol atsetatning faolligi 2907ME ga, retinol palmetatniki esa 1817ME ga teng. Shuningdek, eritmalarni spektrofotometrik usul bo'yicha qo'shimcha nur yutuvchi aralashmalarani aniqlash uchun ham qo'llaniladi. Ularning optik zichliklari 300, 310, 320, 326, 330, 340 va 350 nm da o'lchanadi, so'ng har birining optik zichligi 326 nm ga bo'lib chiqiladi.

Olingen nisbatlar $\pm 0,03$ dan ortiq bo'lmasligi kerak, bu nisbatlar FM da berilgani bo'yicha olib boriladi. Yupqa qavatli xromatografiya usulida Sulifol plastinkasida va UB-spektrofotometriya usuli yordamida retinol palmetat tarkibidagi aralashmalar aniqlanadi, retinolning miqdori (3% dan ortiq bo'lmasin) aniqlanadi. Elyuatning optik zichligini o'lashni, retinolning miqdorini 326 nm to'lqin uzunligida aniqlanadi.

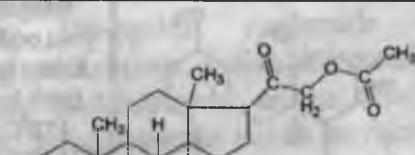
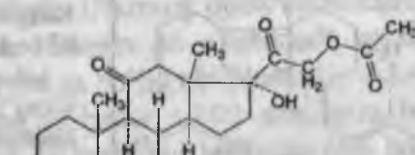
Siklogeksanoletilengidrindanov vitaminlari (kaltsiferollar)

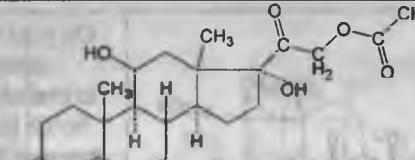
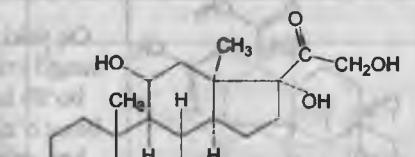
Ergocalifer ol – ergokalsifero l (Vitamin D ₂)	<p>24-metil-9,10-sekoxolesta-5,7,10(19),22-tetraen-3β-ol</p>	<p>Oq rangli kristallsimon kukunlar bo‘lib hidsiz. Havo tarkibidagi kislorod ta’siriga chidamsiz, yorug‘lik ta’sirida parchalanadi. Erish harorati 115–118°C. Solishtirma burish burchagi +103 dan +108° gacha (Absalyut spirtdagi 15%li eritmasi)</p>
Dihydrota chystenol – digidrotaxisterol	<p>(5E,7E,22E)-(3S,10S)-9,10-sekoergosta-5,7,22-trien-3β-ol</p>	<p>Rangsiz kristallar yoki oq kristallsimon kukun bo‘lib hidsiz. Erish harorati 125–132°C yoki 112–114°C. Solishtirma burish burchagi +100 dan +103° gacha (2% li etanolndagi eritmasi)</p>
Alfacalcidol alfakalsidol (Oksidevit)	<p>9,10-sekoxolestatrien-5Z,7E,10(19)-diol-1α,3β</p>	<p>Rangsiz kristallar yoki oq kristallsimon kukun bo‘lib yorug‘lik va havo kislarodi ta’siriga chidamsiz, erish harorati 137–144°C</p>

Ergokaltsiferolning chinligini GSO ni qo‘llagan holatda IQ-spektri bo‘yicha 3500–700 sm⁻¹ sohada aniqlanadi.

Digidroxolesterolning IQ-spektri 2000–800 sm⁻¹ dan 3600–2700 sm⁻¹ sohada FM dagi spektrlarning rasmlari bilan to‘liq mos kelishi kerak. Chinligini tekshirish bo‘yicha tajribalarni MF va Farmokopeya maqolasi bo‘yicha UB-yutish spektrlarini o‘lchash orqali 230–300 nm sohada olib boriladi. Ergokaltsiferol va alfakaltsiferollar 265nm da maksimum ga, digidrotaxisterol uchta maksimum yutish ko‘rsatkichiga 242,5; 251 va 260,5 ga ega bo‘ladi. UB-spektrofotometriya usulini ergokaltsiferolning miqdorini aniqlash uchun (265 nm da), digidroxolesterolniki (251 nm da), alfakaltsiferolniki (265 nm) (erituvchi etanol) olib boriladi. Tarkibi bo‘yicha hisob kitobni GSO ga nisbatan aniqlanadi. Bir mg ergokaltsiferol 40000ME ga to‘g‘ri keladi.

Kortikosteroidlar va ularning hosilalari

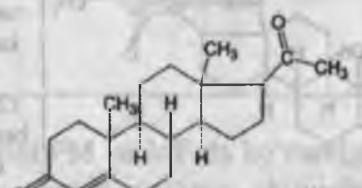
Desoxyco rtone Acetate – dezoksiko rtton atsetat	 <p>21-acetoxypregn-4-en-3,20-dione</p>	<p>Oq yoki oqish kremsimon rangli kristallsimon kukun bo‘lib hidsiz. Erish harorati 155–160°C. Solishtirma burish burchagi +179 dan +185° gacha (1% li xloroformdagi eritmasi)</p>
Sortisone Acetate – kortizon atsetat	 <p>17α,21-dihydroxy-11,20-dihydro-9,11,20-trihydroxy-17,20-dihydroxy-1,4-pregnadiene-3,20-dione</p>	<p>Oqish yoki oqish– sarg‘ish rangli kristallsimon kukun bo‘lib erish harorati 238–243°C (parchalanish bilan boradi). Solishtirma burish burchagi +178 dan +194° gacha (0,5% li atsetondagi eritmasi)</p>

Hydrocortisone Acetate – gidrokartizon atsetat	 $11\beta,17\alpha,21\text{-trigidroksipregn-4-en-3,20-diona } 21\text{-atsetat}$	Oq yoki oqish sarg'ish rangli kristallsimon kukun bo'lib erish harorati $218\text{--}222^\circ\text{C}$. Solishtirma burish burchagi $+158$ do $+167^\circ$ (1% li dioksandagi eritmasi)
Prednisolone – prednizolon	 $11\beta,17\alpha,21\text{-trigidroksipregna-1,4-dien-3,20-dion}$	Oq yoki oqish-sarg'ish rangli kristallsimon kukun bo'lib erish harorati $227\text{--}232^\circ\text{C}$ (parchalanish bilan boradi). Soishtirma burish burchagi $+96$ dan $+104^\circ$ gacha (1%li dioksandigi eritmasi) yoki $+112$ dan $+120^\circ$ (1% li etanoldagi eritmasi)

Chinligini aniqlash va aralashmalarning bog'lanishini tekshirish uchun FM da tavsiya etilgan IQ-spektroskopiya va yupqa qavatli xromatografiya usullaridan foydalaniladi.

Shunday qilib, prednizolonning chinligini aniqlashda vazelin yog'idagi IQ-spektri 3700 dan 400 sm^{-1} sohada FM da ko'rsatib o'tilgan spektr rasmi bilan o'zoro solishtirib aniqlanadi.

Gestogen gormonlar va ularning yarim sintetik o'rribosarlari

Progesterone – progesteron	 $\text{pregnen-4-dion-3,20}$	Oq yoki kuchsiz sariq rangli kristallsimon kukun bo'lib erish harorati $127\text{--}131^\circ\text{C}$. Solishtirma burish burchagi $+186^\circ$ dan $+196^\circ$ gacha (0,5% li etanoldagi eritmasi)
-------------------------------	---	--

Norethisterone – noretisteron (Norkolut)		Oq yoki kremsimon sariq rangli kristallsimon kukun bo'lib hidsiz, erish harorati 201–206°C. Solishtirma burish burchagi –23° dan –27° gacha (1% li xloraformdag'i eritmasi)
Medroxiprogesterone Acetate – medroksiprogesteronaatsetat (Provera)		Oq yoki deyarli oq rangli kristall kukun bo'lib hidsiz yoki biroz o'ziga xos hidibor, erish harorati taxminan 204°C. Solishtirma burish burchagi +45° dan +51° gacha (1% li dioksandagi eritmasi)

UB-spektrofotometrik usuli optik zichligini 241 nm (maksimum nur yutish ko'rsatkichi) o'lchashga asoslangan usul bo'lib, proesteronni aniqlash maqsadida ishlataladi. Noretisteonni mx dagi maksimum yutishi 240 nm ga teng. Erituvchi sifatida etanol ishlataladi.

Androgen gormonlar va ularning sintetik o'rinnbosarlari

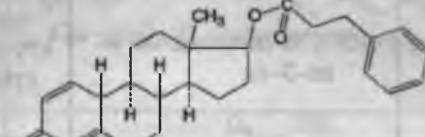
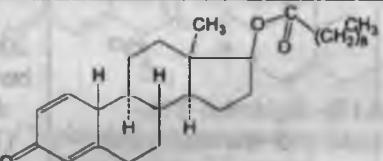
Testosterone Propionate – testosteron propionat		Oq yoki och sariq rangli kristallsimon kukun bo'lib erish harorati 118–123°C. Solishtirma burish burchagi +83 dan +90° gacha (1%li etanoldagi eritmasi)
---	--	---

Methyl-testos-terone – metiltestosteron	<p>17β-gidroksi-17α-metilandrost-4-en-3-on</p>	Oq yoki och sariq rangli kristallsimon kukun bo'lib biroz gigroskopik. Erish harorati 162–168°C. Solishtirma burish burchagi +79 dan +85° gacha (1%li etanoldagi eritmasi)
Methandriol e – metandriol (Metiladrostenediol)	<p>3β,17β-digidroksi-17α-metilandrost-5-ena monogidrat</p>	Oq yoki och sariq rangli kristallsimon kukun bo'lib erish harorati 199–206°C. Solishtirma burish burchagi –70 dan –77° gacha (1%li etanoldagi eritmasi)
Metandienone – metandienon (Metandrost enolon)	<p>17β-gidroksi-17α-metilandrost-1,4-dien-3-on</p>	Oq yoki och sariq rangli kristallsimon kukun bo'lib erish harorati 163–170°C. Solishtirma burish burchagi 0 dan ± 5° gacha (1% li xloroformdag i eritmasi) yoki +7 dan +13° gacha (2% li etanoldagi eritmasi)

Dori vositalarini FM va MF da ko'rsatilgan IQ-spektroskopiya usuli bo'yicha yanada aniqroq chinligini aniqlash mumkin. Ishlatilayotgan dori vositasining vazelin moyidan olingan IQ-

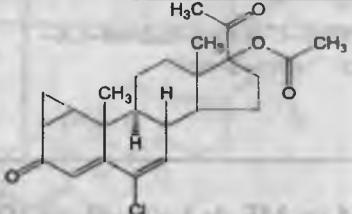
spektri $3700-400\text{ sm}^{-1}$ sohada GSO spektr yutish ko'rsatkichi yoki FM da berilgan spektr rasmlari bo'yicha to'liq mos tushgan holatda aniqlanadi.

Sintetik anabolik dori vositalari, 19-nortestosteronning hosilalari

Nandronole Phenylpropionate – nandrolon fenilpropionat (Fenobolin)		17 β -oxi-19-nor-4-androsten-3-on-17 β -fenilpropionat (fenilpropionat 19-nortestrona)	Oq yoki oq kremsimon kristall kukun bo'lib o'ziga xos rangga ega, erish harorati +52 dan +58 $^{\circ}\text{C}$ gacha (2% li xloroformdagi eritmasi)
Nandrolone Decanoate – nandrolona dekanoat (Retabolil)		19-nortestron-17 β -decanoat	Oq kristallsimon kukun yoki rangsiz kristallar, erish harorati taxminan 35 $^{\circ}\text{C}$

Nandron fenilpropionatning (FS) chinligi IK spektri bo'yicha 5% li xloroformdagi eritmasi bo'yicha aniqlanadi. O'ziga xos chastotalarni 3005, 2940, 2870(SN); 1727(S=O efir.); 1665(S=O); 1620(S=S) sohada tekshiriluvchi modda spektri FM dagi spektr rasmlariga to'liqligicha mos kelishi kerak.

Androstan atsetoksi hosilalarining sintetik vakillari

Cyproteron e Acetate – siproteron atsetat (Androkur)		6-xlor-1 β ,2 β -digidro-17-gidroksi-3'N-siklo-propa[1,2]pregna-1,4,6-trien-3,20-diona atsetat	Oq yoki deyarli oq rangli kristallsimon modda bo'lib erish harorati 210 $^{\circ}\text{C}$. Solishtirma burish burchagi +152 $^{\circ}\text{C}$ dan +157 $^{\circ}\text{C}$ gacha.
--	---	--	---

Pipecuroni um Bromide – pipekuroni ya – bromid (Arduan)		Oq rangli kristall kukun bo'lib deyarli oq rangli modda
$2\beta,16\beta\text{-bis-(4-dimethyl-1'-piperazino)-} \\ 3\alpha,17\beta\text{-dihydroxy-5}\alpha\text{-androstane} \\ \text{dibromid}$		

Yevropa farmokopeyasi bo'yicha siproteron atsetatning chinligini uning IQ-spektri bo'yicha va tarkibidagi atsetil molekulasi radikali va xlor atomiga (natriy karbonat bilan mineralizatsiyadan so'ng) shuningdek konsentrangan sulfat kislota bilan (qizil rangga bo'yaladi) rangli reaksiyalari asosida aniqlanadi. Miqdoriy tahlili UB-spektrofotometriya usuli bo'yicha 282 nm (erituvchi metanol) to'lqin uzunligida aniqlanadi. Siproteron atsetat miqdoroy tarkibini solishtirma ko'rsatkich (414) bo'yicha aniqlanadi.

Estrogen garmonlar va ularning yarim sintetik o'rnbosarlari

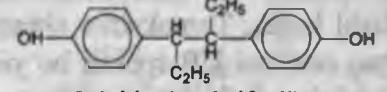
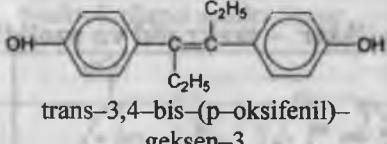
Ethinyles tra-diol – etinilestr adiol		Oq rangdan tortib kremsimondan to och kremsimon rangacha bo'lgan mayda kristallsimon kukun bo'lib erish harorati $181\text{--}186^{\circ}\text{C}$. Solishtirma burish burchagi -27 dan -31° gacha (0,4%oli piridindagi eritmasi)
--	--	--

Mestranol – mestranol	<p>Estradiol Dipropionate – estradiol dipropionate</p>	<p>Oq kristallsimon kukun bo'lib hidsiz, erish harorati 104– 108°C. Solishtirma burish burchagi +37 dan +41° gacha (1% li dioksindagi eritmasi)</p>

Etinilestradiolning etanol va natriy gidroksiddagi eritmasining UB-spektri 220–330 nm sohada maksimumga va 241, 299 nm da esa minimum yutish ko'rsatkichiga ega bo'ladi, shuningdek etanolning maksimum yutish ko'rsatkichi 280 nm ga teng. Etinilestradiolni 0,005% li spirtdagi eritmasini 280 nm to'lqin uzunligida solishtirma ko'rsatkichi bo'yicha aniqlash mumkin, bunda bu ko'rsatkich 65–69 ga teng bo'lishi kerak. Estradiol dipropionatning 0,01% li etanoldagi eritmasi UB-spektri bo'yicha 220–350 nm sohada ikkita yutish maksimumiga (269 va 276 nm) ega bo'ladi.

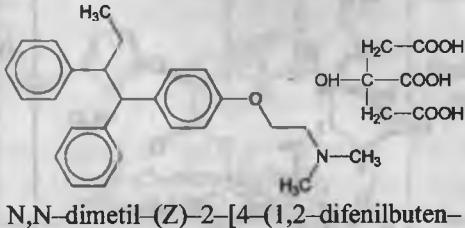
Mestranol (0,005% li spirit yoki metanoldagi eritmasi) 279 nm to'lqin uzunligida 59 dan 64 solishtirma yutish ko'rsatkichiga ega bo'ladi. Estradiol, mestranol va estradiol dipropionatning chinligini vazelin moyidan olingan IQ-spektri bo'yicha 4000 dan 200 sm^{-1} sohada aniqlanadi. Ular FM da ko'rsatib o'tilgan spekt rasmlaridan farq qilishi mumkun emas. Sistemmatik izlanishlar natijasida bir shaklga keltirilgan steroid estrogenlarni yuqori samarali suyuqlik xromotografiya orqali aniqlash usuli ishlab chiqildi.

Estrogenlarning nesteroid tabiatli sintetik o'rinxbosarlar

Hexestrol – geksestrol (Sinestrol)	 mezo-3,4-bis-(p-oksifenil)-geksan	Oq yoki och sariq rangli kukun bo'lib hidsiz, erish harorati 184–187°C
Diethylstilbestrol – dietilstilbestrol	 trans-3,4-bis-(p-oksifenil)-geksen-3	Oq rangli kristallsimon kukun bo'lib hidsiz, erish harorati 168–174°C

Estrogenlarning sintetik analoglarini chinligini va miqdorini aniqlash uchun UB-spektrofotometriya usulidan foydalilanadi. Geksestrolning 0,005% li spirtdagi eritmasi 230–350 nm sohada 280 nm da maksimumga, 247 nm va yelka sohasida 283–287 nm da minimumga teng bo'ladi, 0,001% li dietilbestrol esa 242 nm da va yelka sohasi esa 276 dan 280 nm da maksimumga ega bo'ladi. Geksestrolning 0,0005% li 0,1M natriy gidroksiddagi eritmasi 220–350 nm sohada 242 va 295 nm da maksimumga, 270 nm da minimum qiymatda bo'ladi. Dietil bestrolning 0,0006% li eritmasi 262 nm da bitta maksimum yutishni beradi.

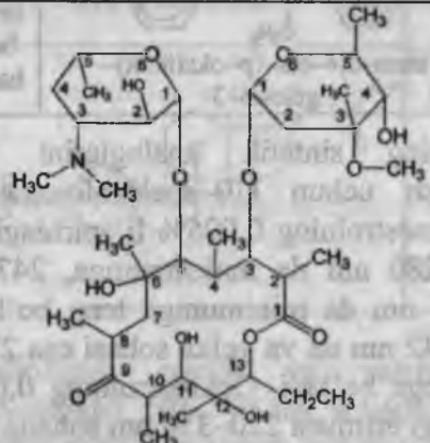
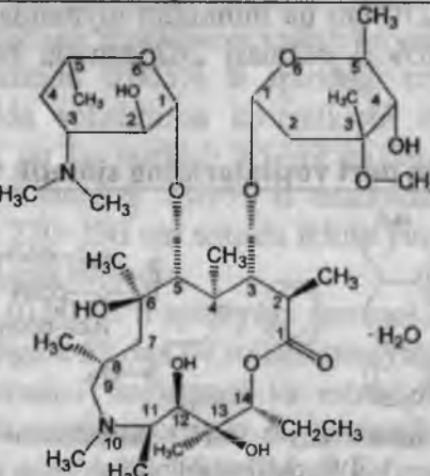
Antiestrogen dori vositalarining sintetik vakillari

Tamoxifen Citrate – tamoksifen sitrat (Nolvadeks)	 N,N-dimethyl-(Z)-2-[4-(1,2-difenilbuten-1-il)fenoksi]etilamin sitrat	Oq yoki deyarli oq rangli kristallsimon kukun bo'lib erish harorati 142–145°C
---	--	---

Tamoksifen sitratning chinligini ikkita IQ-spektri bo'yicha 4000 dan 1600 sm^{-1} va 1600 dan 400 sm^{-1} sohasida olib boriladi.

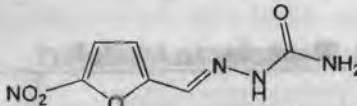
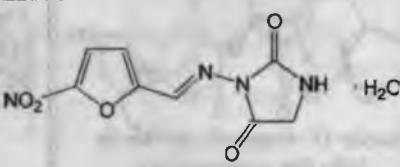
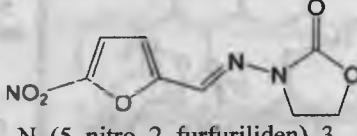
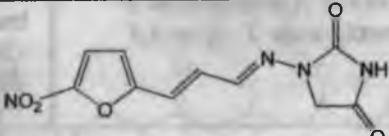
Ikkala sohadagi yutish chizig'i ko'rsatkichlari FM da ko'rsatilgan spektr yutish va intensivlik rasmi bo'yicha to'laligicha mos kelishi kerak. Tamoksifen sitratning etanoldagi xlorid kislota saqlagan eritmasi UB-spektri bo'yicha 237 va 277 nm da maksimum yutish ko'rsatkichini beradi.

Antibiotiklar – makrolid va azolidlar

Erythromycin – eritmotsin		Kristallsimon yoki oq ish sarg'ishsimon kukun bo'lib gigroskopik. Solishtirma burish burchagi -71 dan 78° gacha (2%li absalyut spirtdagi eritmasi)
Azithromycin – azitromitsin		Oq yoki sasrg'ish rangli kristall kukun bo'lib solishtirma burish burchagi -45 dan -49° gacha (2% li absalyut spirtdagi eritmasi)

Eritromitsin va zitromitsinning chinligini aniqlash uchun IQ-spektr bo'yicha $4000-400 \text{ sm}^{-1}$ sohada aniqlanadi, bunda GSO dagi spektrlarga to'liq mos kelishi kerak.

Furan hosilalari

Nitrofural – nitrofural (Furatsilin)	 <p>5-nitrofurfurola semikarbazone</p>	<p>Sariq yoki yashil sarg'ishsimon mayda kristallsimon kukun bo'lib hidsiz, erish harorati 230–236°C</p>
Nitrofuran-toin – nitrofuran-toin (Furadonin)	 <p>N-(5-nitro-2-furfuriliden)-L-aminogidantoin</p>	<p>Sariq yoki sarg'ish yashilsimon modda bo'lib erish harorati 258–263°C (parchalanish bilan boradi)</p>
Furazolidone – furazolidon	 <p>N-(5-nitro-2-furfuriliden)-3-amino-2-oxazolidinone</p>	<p>Sariq yoki sarg'ish-yashil rangli mayda kristallsimon kukun bo'lib hidsiz, erish harorati 253–258°C (parchalanish bilan boradi)</p>
Furazidin – furazidin (Uragin)	 <p>1-[3-(5-nitro-2-furil)-allilidenamino]-2-gidantoin</p>	<p>Sariq yoki olovrang rangdagi hidsiz kukun</p>

Nitrofuran hosilalarining chinligini aniqlashda IQ-spektridan foydalilanildi. Ularni kaliy brom bilan tabletka ko'rinishiga o'tkaziladi va spektrlari 1900–700 sm^{-1} sohada aniqlanadi. IQ-spektrlari GSO da berilgan IQ-spektrlariga to'liq

mos kelishi kerak. Nitrofuralning IQ-spektri yutish chiziqlari 971, 1020, 1205, 1250, 1587, 1724 sm^{-1} da beradi.

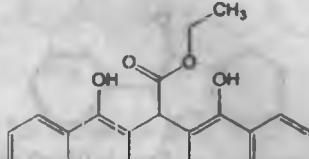
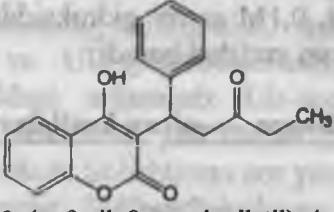
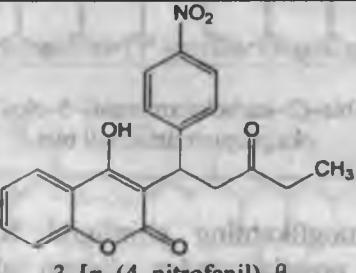
Benzofuran hosilalari

Amiodarone – amiodaron (Kordaron)	 $\text{[2-butil-3-benzofuranil]-[4-(2-dietilaminoetoksi)-3,5-diiodfenil]ketona hidroxlorid}$	Oq yoki deyarli oq kristallsimon kukun bo'lib erish harorati $159\text{--}163^\circ\text{C}$
Griseofulvin – grizeofulgin	 $\text{7-xlor-2',4,6-trimetoksi-6'-metilgrezen-2'-dion-3,4'}$	Oq yoki oq kremsimon rangli mayda dispersimon kristall kukun bo'lib kuchsiz o'ziga xos hidga ega, erish harorati $218\text{--}224^\circ\text{C}$. Solishtirma burish burchagi $+335$ dan $+366^\circ$ gacha (1% li dimetilformamid-dagi eritmasi)

Amidoron va grizeofulvining chinligini aniqlash uchun IQ-spektroskopiya, UB-spektrotometriya, shuningdek yupqa qavatlari xromotografiya va yuqori samarali suyuqlik xromatografiya usullaridan foydalaniladi. Kaliy bromid disklaridan olingan $4000\text{--}400 \text{ sm}^{-1}$ (amidoron) yoki $3300\text{--}680 \text{ sm}^{-1}$ (grizeofulvin) sohadagi IQ-spektrlari o'zoro standart namuna bilan solishtiriladi. Ular to'liq mos tushishlari kerak. Xuddi shu standart namunalar bilan grizeofulvining $230\text{--}300 \text{ nm}$ sohadagi

UB—yutish spektrlari solishtiriladi. Ularning etanoldagi eritmlarining maksimumlari 231 va 291 nm ga teng bo‘lishi kerak.

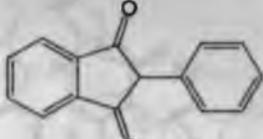
4-oksikumarin hosilalari

Ethyl Biscoumacetate – etilbiskumatsetat (Neodikumarin)	 di-(4-oxocoumarin-3-yl)acetic acid ethyl ester	Oq yoki biroz kremsimon rangli mayda kristallsimon kukun bo‘lib hidsiz. Erish harorati 175–178°C yoki 151–154°C
Phepromaron – fepramaron	 3-(α -fenil- β -propioniletil)-4-oxocoumarin	Oq yoki biroz kremsimon rangli kristall kukun bo‘lib hidsiz, erish harorati 149–151°C
Acenocoumarol – atsenokumarol (Sinkumar)	 3-[α -(4-nitrofenil)- β -asetiletil]-4-oxocoumarin	Oq yoki kremsimon rangli kristall kukun bo‘lib hidsiz, erish harorati 191–192°C

4-oksikumarin hosilalarining chinligini IQ-spektri orqali shuningdek UB-spektrofotometriya usuli orqali aniqlasla bo‘ladi. Etilbiskumatsetatning etanoldagi eritmasi ikkita yutish maksimumlarini (276 va 303 nm) beradi, fepramaron 313 nm da

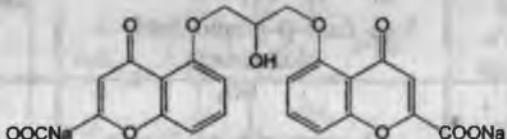
bitta maksimum beradi. Ikkala eritmaning 0,1M natriy gidroksiddagi eritmasi bittadan maksimumga ega, etilbiskumat-setat 310 nm, fepramaron 307 nm da maksimum beradi.

Indan hosilalari

Phenindione – fenindion (Fenilin)	 2-fenilindandion-1,3	Oqish– kremsimon kristallar bo‘lib deyarli hidsiz, erish harorati 148–151°C
-----------------------------------	---	---

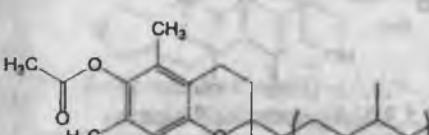
Fenindionning etanoldaagi eritmasi UB–sohada 269 nm da maksimum yutishni, 0,1M natriy gidroksiddagi eritmasi 280 va 328 nm da maksimum yutishni beradi.

Benzo- γ -piran hosilalari

Disodium Cromoglycate – natriya kromoglikat (Kromolin –natriy, Intal)	 1,3-bis-(2-karboksixromenil-5-oksi)-2-oxisipropion dinatriyli tuzi	Oq rangli kristallsimon kukun bo‘lib o‘ziga xos hidi bor. Gigroskopik
---	---	---

Natriy kromoglikatning chinligini IQ-spektri bo‘yicha kaliy bromidning presslangandan olingan tabletkasi yordamida topiladi. Ular olingan standart namuna bilan to‘laligicha mos kelishi kerak. Ularni chinligiga sinov o‘tkazish uchun fosfatli bufer eritmasida (pH 7,4) UB-yutish spektri orqali aniqlanadi. Maksimum nur yutish ko‘rsatkichi 238 va 326 nm sohada bo‘ladi.

Tokoferollar (E guruh vitaminlari)

<p>Tocopherol Acetate – tokoferol atsetat</p>		<p>d,l-2,5,7,8-tetrametil-2-(4',8',12'-trimetiltridetsil)-6-atsetoksixroman</p>	<p>Rangsiz yoki och sariq rangli yopishhqoq, yog'simon kuchsiz hidi bor. Yorug'lik ta'sirida va havo tarkibidagi kislorod ta'sirida ssarg'ayadi. Nur sindirish ko'rsatkichi 1,4950–1,4985</p>
--	---	---	---

Tokoferol atsetatning chinligini IQ-spektri bo'yicha 4000–400sm⁻¹ sohada va UB-spektrofotometriya usuli bo'yicha aniqlanadi. Etanoldagi eritmamiz UB-spektri 240–310 nm sohada 285 nm da maksimum yutishni va 254 nm da minimum yutishni nomoyon qiladi. Solishtirma nur yutish ko'rsatkichi 285 nm da 42 dan 45 gacha, 254 nm sohada esa 7 dan 10 (0,04% li etanoldagi eritmasi) teng bo'ladi.

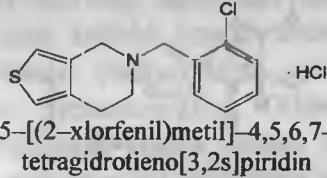
Flavanoidlar (P guruh vitaminlari)

Rutoside – rutozid (Rutin)		Yashil-sarg'ishsimayda kristallsimonukun bo'lib hidsiz
		3-rutinozid kversetina ili 3-ramnoglyukozi-3,5,7,3',4'-pentaoksisflavon

Quercetin – kversetin		Sariq rangli mayda kristallsimon kukun, hidsiz
Dihydroquercetin – digidrokversetin (Dikvertin)		Mayda kristallsimon yoki amorf kukun bo'lib och sariq rangdan to sarg'ish yashil ranggacha bo'lib hidsiz, erish harorati 220–222°C

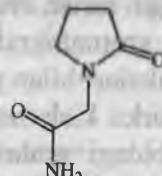
Flavanoidlarning chinligini tajribada aniqlash uchun IQ-, UB-spektrofotometriya, PMR-spektroskopiya usullaridan foydalaniлади. Flavanoidlarning kaliy brom tabletkasini presslashдан olingan IQ-spektri $4000\text{--}700\text{ nm}$ sohada aniqlanadi, MX da berilgan spektrlar yutish ko'rsatkichi rasmiga dori preparatimizning spektrlari to'liq mos tushishi kerak. Flavanoidlarning etanoldagi eritmasining UB-spektri $220\text{--}400\text{ nm}$ sohada maksimumga, rutirozidda esa 258 nm va $362,5\text{ nm}$ da, kversetinda esa 255 nm va 375 nm damaksimumga ega bo'ladi, digidrokversetinda 247 nm da minimum yutish ko'rsatkichi -290 nm sohada va yelkasi 325 nm qiymatga teng bo'ladi. FM talabiga muvofiq etanolli eritmalari uchun solishtirma nur yutish ko'rsatkichlari ko'rsatib o'tilgan. Rutirozidda $362,5\text{ nm}$ to'lqin uzunligida 300 dan 330 to'lqin uzunligiga teng, digidrokversetinda esa 290 nm to'lqin uzunligida 630 ± 60 ga teng bo'ladi.

Tiofen hosilalari

Tiklopidine Hydrochloride — tiklopidin hidrokslorid (Tiklid)		Oq kristallsimon kukun
--	---	------------------------

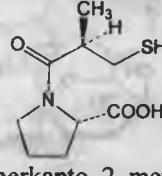
Tiklopidin hidroksloridning chinligini UB-spektrofotometriya usuli bo'yicha aniqlanadi. Ishlatilayotgan eritma 250–350 nm sohada ikkita maksimum yutish ko'rsatkichlariga ega 268 nm va 275 nm.

2 - pirrolidon hosilalari

Piracetam – piratsetam (Nootropil)		Oq rangli kristallsimon kukun bo'lib hidsiz, erish harorati 151–155°C
--	---	--

Piratsetamning chinligini kaliy brom tabletkasini presslashdan so'ng olingan IQ-spektri bo'yicha $4000\text{--}400 \text{ sm}^{-1}$ sohada FM da spektr rasmlariga yutish chiziqlarini to'liq mos kelishi bilan aniqlanadi. Bundan tashqari, maksimumlarini yaqqol aniqlab olish iloji bo'lмаган holatda UB-spektri 1%li suvli eritmasini 230–350 nm oralig'ida aniqlanadi.

Pirolin hosilalari

Captopril – kaptopril (Kapoten)		Oq kristallsimon kukun bo'lib o'ziga xos hidi bor.
---------------------------------------	---	--

Enalapril Maleate – enalapril maleat	<p style="text-align: center;"><chem>CCOC(=O)C[C@H]1[C@@H](C(=O)C(=O)c2ccccc2)N2CCCC[C@H]2C(=O)C(=O)C1(C)C</chem></p> <p style="text-align: center;">1-[N-[S]-L-karboksi-3-fenilpropil]-L-alanil-L-prolin-1'-etil maleat efiri</p>	Oq rangli kristallsimon kukun
---	--	--

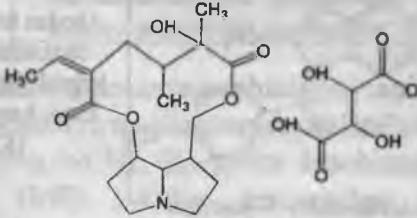
AQSH farmokopeyasiga tavsiyasiga ko'ra IQ-spektri bo'yicha chinligini aniqlashda mos keladigan standart namuna spektrlari bilan o'zoro solishtiriladi. Kaptopril va enalopril yuqori samarali suyuqlik xromatografiya usuli bo'yicha vaqtiga vaqt bilan asosiy pikni ushlab turish orqali aniqlanadi. Kaptopril shuningdek yupqa qavatlari suyuqlik xromatografiya usuli orqali Sulifol yoki Sorafil UB-254 plastinkalari bilan parallel ravishda, sistema sifatida toluol-muzsimon sirka kislotasidan (3:1) foydalaniadi. Kaptopril sulfidning tarkibidagi aralashmalarni yupqa qavatlari suyuqlik xromatografiyasi usuli bilan (pik va tekshiriluvchi moddaning ko'rsatkichlari bo'yicha) aniqlanadi.

Pirrolidin qatori antibiotiklari

Lincomycin Hydrochloride – linkomitsin gidroxlorid (Linkotsin)	<p style="text-align: center;"><chem>C[C@H]1[C@H](C(=O)C[C@H]2[C@@H](CS(=O)(=O)O)[C@H](O)[C@H]2O)N[C@H](C1)C</chem></p>	Oq yoki deyarli oq rangli kristallsimon kukun bo'lib erish harorati 139–142° C. Solishtirma burish burchagi +137° (1% li suvdagi eritmasi)
Clindamycin Hydrochloride – klindamitsin gidroxlorid	<p style="text-align: center;"><chem>C[C@H]1[C@H](C(=O)C[C@H]2[C@@H](CS(=O)(=O)O)[C@H](O)[C@H]2O)N[C@H](C1)C(Cl)C</chem></p> <p style="text-align: center;">7-xlordezoksi linkomitsin hosilasi</p>	Oq yoki deyarli oq rangli kristallsimon kukun bo'lib hidsiz yoki kuchsiz o'ziga xos hidi bor. Solishtirma burish burchagi +135 dan +150° gacha (4% li suvdag'i eritmasi)

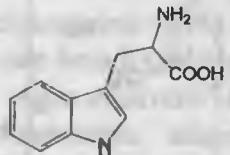
Chinligini IQ-spektri bo'yicha $4000\text{--}200\text{ sm}^{-1}$ sohada aniqlanadi, bunda ularning spektrlari standart namunalarning spektrlari bilan mos kelishi kerak, shuningdek gaz suyuqlik xromatografiya usuli (linkomitsin gidroxlorid) va yuqori samarali suyuqlik xromatografiya (klindamitsin gidroxlorid) usullari bilan aniqlanadi. Ikkala usulda ham dori vositasining cho'qqisini ushlanish vaqtida DSH ning cho'qqi qiymatga mos kelishi kerak.

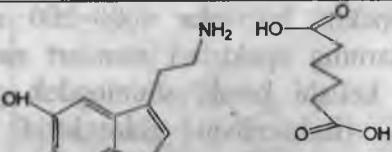
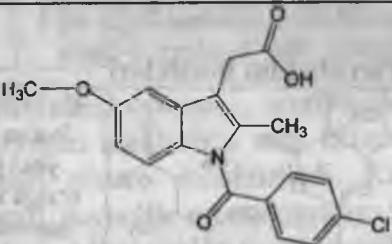
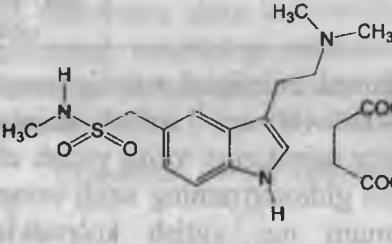
Pirrolizidin hosilalari

Platiphylline Hydrotartrate – platifillin gidrotartrat		Oq ragli kristallsimon kukun bo'lib hidsiz yoki juda kuchsiz o'ziga xos hidli, erish harorati $192\text{--}198^{\circ}\text{C}$ (parchalanish bilan boradi). Solishtirma burish burchagi -38 dan -40° gacha (5% li suvli eritmasi)
--	---	---

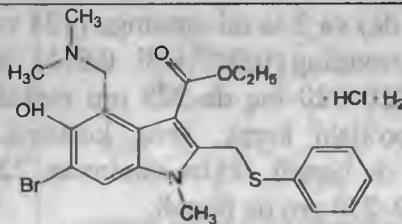
Platifillin gidrotartrat chinligini vazelin moyidan olingan IQ-spektri bo'yicha $4000\text{--}400\text{ sm}^{-1}$ sohada aniqlanadi. Bunda FM da keltirilgan spektr rasmlariga to'liq yutish chiziqlari mos kelishi kerak. Platifillin gidrotartratning suvli eritmasi (pH 6,2) 220 nm da maksimum nur yutish ko'rsatkichini beradi (solishtirma yutish ko'rsatkichi 520).

Indolilalkilaminlar hosilalari

L-Tryptophan – L-triptofan		Oq yoki biroz sariq rangli kristallsimon kukun ba'zida plastinka shaklida. Erish harorati $293\text{--}295^{\circ}\text{C}$ (parchalanish bilan boradi). Solishtirma burish burchagi -30 dan $-32,5^{\circ}$ gacha (1% li suvli eritmasi)
----------------------------	---	---

Serotonin Adipinate – serotonin adipinat		Oq yoki kremsimon rangli kristall kukun ko'lib erish harorati 175–180°C 5-oksitriptamina adipinat
Indometacin – indometatsin		Oqdan tortib Sariq rangacha bo'lgan kristallsimon kukun. Erish harorati 158–162°C
Sumatriptan – sumatriptan (Imigran)		Oq yoki oqish rangli kristall kukun.
Tropisetron -- tropisetro (Navoban)		Oqdan tortib oqish sariq rangacha bo'lgan kristallsimon kukun.

Arbidol – arbidol



etilovogo efira 6–brom–5–gidroksi–1–metil–4–dimetilaminometil–2–feniltiometylindol–3–karbonovoy kislotsy gidroxlorid, monogidrat

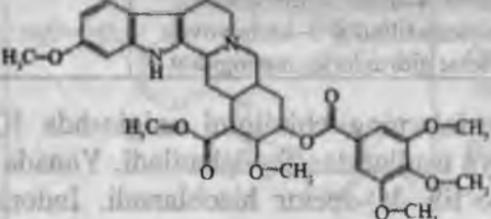
Oq rangdan tortib yashil sarg‘ish rangacha bo‘lgan kristall kukun.

Indolalkilaminlarning chinligini aniqlashda IQ- va UB-spektrofotometriya usullaridan foydalilanildi. Yanada aniqroq va ma’lumotliroq bo‘lib, IQ-spektr hisoblanadi. Indometatsinning IQ-spektri (MF) standart namunadagi yoki solishtiruvdag'i spektrlari o‘zoro mos kelishi kerak. Shunday qilib, polimorf tuzilishli ekanligi tasdiqlanadi. Tropisteron $4000\text{--}40 \text{ sm}^{-1}$ sohada IQ-spektri FM dagi spektr rasmdagisiga to‘liq mos kelishi kerak. Indometatsinning 2M xlorid kislota va metanoldagi(1:9) aralashmasining UB-spektri 318 nm da bitta maksimumga ega bo‘ladi (solishtirma nur yutish ko‘rsatkichi 170–190). Sumatriptanning 0,1 M xlorid kislotasidagi eritmasini chinligini standart eritma bilan o‘zoro solishtirib 200–360 nm da aniqlanadi. Triptofanning suvli eritmasi 280 nm da maksimum nur yutish ko‘rsatkichini beradi, serotonin adipinatning 0,01M xlorid kislotadagi eritmasi bo‘lsa, 220 va 275 nm da maksimum beradi.

Serotonin adipinatning 0,1M natriy ishqoridagi eritmasi 322 nm da maksimum beradi (solishtirma nur yutish ko‘rsatkichi 120–130 ga teng). Agar erituvchi sifatida konsentrangan sulfat kislota ishlatilsa serotonin adapinatda batoxrom ko‘chish chiziqlarining yutilishi va maksimum chiziqlarining ko‘chishi 240 va 300–310 nm kuzatiladi. Arbidolning spirtdagi eritmasi va xlorid kislotasini 210–400 nm dagi UB-spektri 3 ta maksimumga

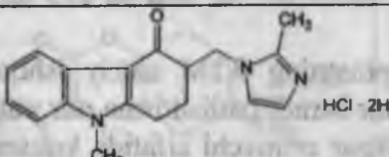
(224, 257 va 315 nm da) va 2 ta minimumga (224 va 284nm da) ega bo'ladi. Tropisetronning 0,002% li 0,01M spirtli xlorid kislotadagi eritmasi 220–320 nm da 229 nm maksimum yutish ko'rsatkichiga ega bo'lishi kerak, keng ko'lamlı maksimum qiymati 281–288 nm da beradi, ikkita minimum 223 va 260nm va yelka oraligida 239–250 nm da beradi.

Rezerpin

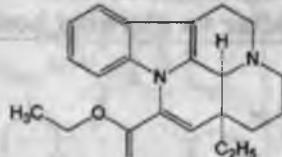
Reserpine – rezerpin  1-(11,17-dimetoksi-16-karbmetoksi-18-(3',4',5'-trimetoksibenzoil)-oksalioioximban	Oq yoki sarg'sish mayda kristallsimon kukun bo'lib solishtirma burish burchagi –113 dan –122° gacha (1% li xloroformdagı eritmasi)
---	--

Rezerpinning chinligini aniqlash uchun UB-sohada spektrofotometriya usuli yordamida aniqlash mumkin. FM da 0,002% li spirtli eritmasining maksimum yutish (268 nm) va to'lqin uzunligi 288–295 nm intervalida optik zichligining kattaligini ko'rsatilgan.

Karbazol hosilalari

Ondansetron H ydrochlo-ride – ondansetron gidroxlorid (Zofran)  4N-karbazol-4-on,1,2,3,9-tetragidro-9-metil-3-[(2-metil-1N-imidazol-1-il)metila]gidroxlorid digidrat	Oq yoki oqish kremsimon rangli kristall kukunlar bo'lib hidsiz, erish harorati 174–179°C
--	--

Vinpocetine –
vinpotsetin
(Kavinton)



etilovuy efir apovinkaminovoy
(3 α ,16 α -eburnamenin-14-
karbonovoy) kisloty

Oq yoki oqish sariq
rangli kristallsimon
kukun bo‘lib hidsiz,
qaynaash harorati
 $149\text{--}153^{\circ}\text{C}$.
Solishtirma burish
burchagi $+127$ dan
 $+134^{\circ}$ gacha (1% li
dimetilformamidda
gi eritmasi)

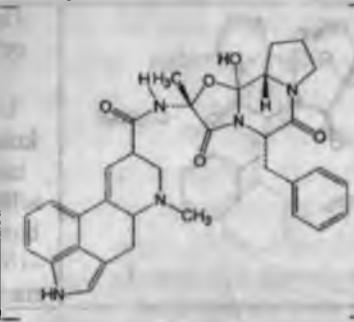
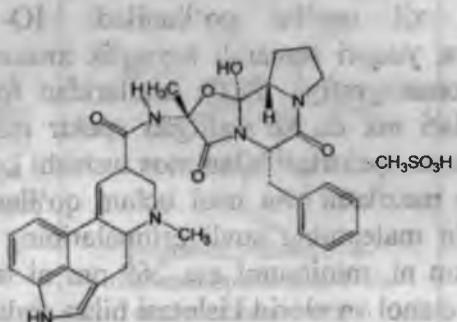
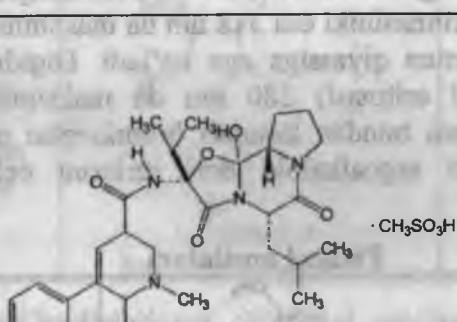
Ondansetron gidroxloridning chinligini IQ-spektri va standart namunalarning o‘zoro solishtirish orqali, shuningdek yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasи usuli orqali vaqt mobaynida asosiy piklarni ushlab turish orqali aniqlanadi. Vinposestinni kaliy bromidning diskidan olinib IQ-spektri bo‘yicha aniqlanadi. Uning diapazoni $4000\text{--}400 \text{ sm}^{-1}$ sohada yutish chiziqlariga 1720, 1607 va 1630 sm^{-1} ga teng bo‘ladi.

Ondanseton gidroxloridning etanoldagi eritmasini 220–350nm sohaadagi UK-spektri 246, 265 va 303 nm da maksimum yutish ko‘rsatkichiga va 231,255, 278nm da esa minimum yutish ko‘rsatkichiga teng bo‘ladi. Vinposestinning metanoldagi UB-spektri 190–400 nm sohada 202, 229, 274 va 314 nm maksimumuga ega bo‘ladi.

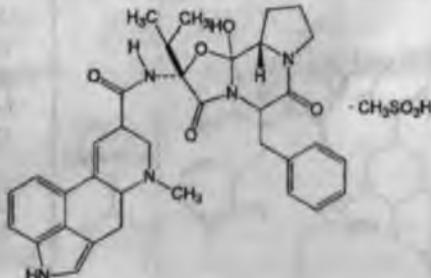
274,5 nm da solishtirma nur yutish ko‘rsatkichi 330 dan 343 gacha bo‘ladi. Vinposestinning etanoldagi eritmasi 277, 272 va 313 nm da maksimum qiymatga bo‘ladi, 0,05M xlorid kislotadagi eritmasi 224, 269 va 314 nm da maksimumuga ega bo‘ladi. Ondansetron gidroxloridning etil spirtidagi UF – spektri 220–350 nm da 246, 265 va 303 nm, shuningdek 231, 255, va 278 nm daesa minimum yutish ko‘rsatkichiga ega bo‘ladi. Solishtirma nur yutish ko‘rsatkichi 274,5 da – 330 dan 343 nm oralig‘ida bo‘ladi. Vinposestinning spirtidagi eritmalar 277, 272 va 314 nm da maksimumuga va 0,05M xlorid kislotadagi eritmasi 224, 269 va 314 nm da maksimum beradi.

Ergolin hosilalari (ergoalkaloidlar va ularning hosilalari)

Ergometrine Maleate – ergometrin maleat	<p>β-propanolamid lizergin kislotasi maleati</p>	Oq yoki oqish qo‘ng‘ir rangli ba’zida sarg‘ish rangli kristallsimon kukun bo‘lib hidsiz. Yorug‘lik ta’sirida rangi to‘qlashadi, solishtirma burish burchagi +50 dan +56° gacha (1% li suvdagi eritmasi)
Methylergo- metrine Maleate – metilergo- metrin maleat	<p>3-butanolamid lizergin kislotasi maleati</p>	Oq rangli kristallsimon kukun, hidsiz.
Nicergoline – nitsergolin	<p>1,6-dimetyl-8β-(5'-bromonikotinoiloksametil)-10α-metoksiergolin</p>	Oq yoki biroz sariq rangli kristallsimon kukun bo‘lib hidsiz, erish harorati 134–136° C. Solishtirma burish burchagi +20 dan +23° gacha (4% li xloroformdag‘i eritmasi)

Ergotamine Tartrate – ergotaminata rat(Ergota minagidrotar rat)		$\cdot C_4H_6O_8$	Oq rangli yoki oqish kulrang rangli birikma bo'lib, hidsiz. Erish harorati $180^{\circ}C$ (parchalanish bilan boradi). Solishtirma burish burchagi -150 dan -160° gacha
Dihydro- ergotamine Mesilate – digidro- ergotamin mezilat			Oq yoki biroz sariq rangli ba'zan qizg'ish bo'lib kukun hisoblanadi, kuchsiz hidi bor. Solishtirma burish ko'rsatkichi $-16,7$ dan $-22,7^{\circ}$ gacha (suqli eritmasining rN $4,4-5,4$)
Bromocrip- tine Mesilate bromokriptin mezilat	 2-brom- α -ergokriptin		Oqish kulrang ba'zan kremsimon rangli mayda kristallsimon kukun bo'lib kuchsiz o'ziga xos hidi bor, gigroskopik. Yorig'iik nuriga sezgir. Solishtirma burish burchagi $+95$ dan $+105^{\circ}$ gacha (1% li methanol– metilxlorid aralashmasi saqlagan eritma)

Dihydro-
ergocristine
Mesilate –
digidroergo-
kristina
mezilat

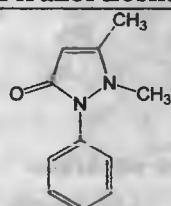


Oq yoki oqish
qo'ng'ir rangli
mayda
kristallsimon
kukun, yorug'lik
tasiriga sezgir,
solishtirma burish
burchagi -14 dan
 -16° gacha (1% li
etanoldagi eritma)

Ergoalkaloidlarning va ularning hosilalarini chinligini aniqlashda turli xil usullar qo'llaniladi: IQ- va UB-spektrofotometriya, yuqori samarali suyuqlik xromatografiyası, yupqa qavatlari xromatografiya, PMR usullaridan foydalaniлади. Bunda IQ-spektrlari mx da ko'rsatilgan spektr rasmlari bilan yoki standart namuna spektrlari bilan mos tushishi kerak. FM da digidroergokristin mezilatni shu usul uchun qo'llashni tavsiya etilgan. Ergotomin maleatning suvli eritmalarining maksimum nur yutishi 311 nm ni, minimumi esa 269 nm ni tashkil etadi, nitroglitserinning etanol va xlorid kislotasi bilan aralashmasi 288 nm da maksimumga va 251 nm da minimumga, ergotamin gidrotartratning eritmasiniki esa 318 nm da maksimumga va 272 nm da esa minimum qiymatga ega bo'ladi. Digidroergotomin mezilat (spirtdagi eritmasi) 280 nm da maksimum yutishni beradi. UB-spektrni bundan tashqari bromkreptin mezilatni va uning hosilalarini ergoalkaloid dori turlarini ochish uchun ishlataladi.

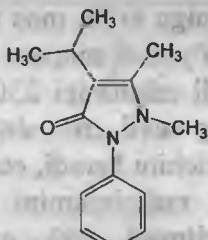
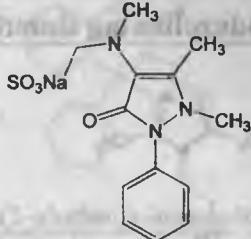
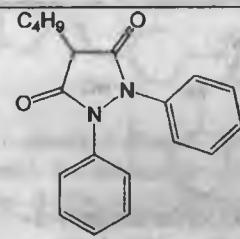
Pirazol hosilalari

Phenazone –
fenazon
(Antipirin)



1-fenil-2,3-dimetil-pirazolon-5

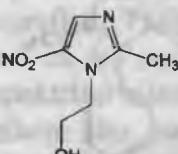
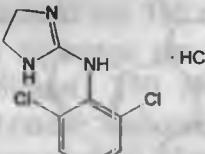
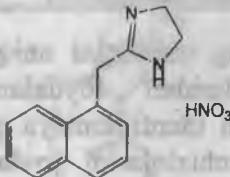
Rangsiz kristallar
yoki oq
kristallsimon kukun
bo'lib hidsiz, erish
harorati $110-113^{\circ}\text{C}$

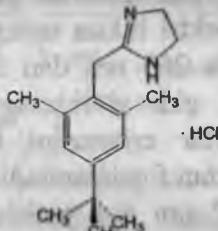
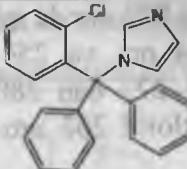
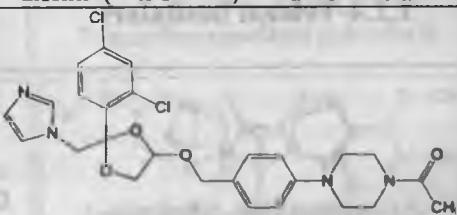
Propyphena-zone – propifenzon	 1-fenil-2,3-dimetil-4-izopropilpirazolon-5	Oq rangli kristallsimonukun bo'lib hidsiz
Metamizole Sodium – metamizolnatriy (Analgin)	 1-fenil-2,3-dimetil-4-metilaminopirazolon-5-N-metansulfonat natriy	Oq rangli bo'lib och sariq rangli dog'lari bor kristallsimonukun, hidsiz.
Phenylbuta-zone – fenilbutazon (Butadiion)	 1,2-difenil-4-butilpirazolidindion-3,5	Oq yoki och sariq rangli kukun, erish harorati 104–107°C

Pirazol hosilalarining chinligini aniqlashda IQ- va UB-spektrofotometriya usullaridan foydalilanildi. IQ-spektrlar asosida pirazol hosislalrini identifikasiya qilish sxemasi ishlab chiqilgan bo'lib yutish chiziqlarini joylashish ketma-ketligi asosida joylashtirib chiqilgan. MX ning tavsiyasi bo'yicha kaliy bromning presslangan tabletkasini IQ-spektri $4000-400 \text{ sm}^{-1}$ bo'yicha sohasida aniqlashni tavsija qiladi, ularning spetri FM

da ko'rsatilgan spektr rasmiga to'liq mos tushishi kerak. Pirozol hosilalarini UB-spektri bo'yicha aniqlasa bo'ladi. Fenazonning sulfat kislotasidagi 0,1M li eritmasini 230 nm da maksimumga ega. Metamizol natriyning suvli eritmalari 237 va 270 nm da maksimum yutish ko'rsatkichini beradi, etanoldagi eritmalari esa 236,5 va 264,5 nm da maksimumini beradi. Propifenazon eritmasining suvdagi eritmasi 240 nm da maksimumni, fenilbutazonning natriy gidroksining 0,01M eritmasi esa 263–265 nm da, etanolniki 240 nm da maksimum beradi.

Imidazol va imidazolining sintetik hosilalari

Metronida -zole – metronida- zol	 1-(β -oksietil)-2-metil-5-nitroimidazol	Oq yoki yashil- sarg'ish rangli kristallsimon kukun bo'lib kuchsiz hidi bor, erish harorati $160\text{--}165^{\circ}\text{C}$. Yorug'lik ta'sirida to'qlashadi
Clonidine Hydrochlo -ride – klonidina- gidroxlorid (Klofelin)	 2-(2',6'-dixlorfenilamino)-2- imidazolina hidroxlorid	Oq rangli kristallsimon kukun
Naphazoli neNitrate – nafazolina nitrat (Naftizin)	 2-(α -naftilmetyl)-imidazolina nitrat	Oq yoki kremsimon rangli kristall kukun bo'lib hidsiz, erish harorati $167\text{--}170^{\circ}\text{C}$

XilometazolinHydrochloride – ksilometazolinagidro xlorid (Galazolin)		Kristallsimon modda bo'lib oq rangdan och sariq ranggacha bo'lib hidsiz, erish harorati 300°C (parchalanish bilan boradi)
Clotrimazole – klotrimazol		Oq rangli yoki sariq kristallsimon kukun bo'lib erish harorati 141–145°C
Ketoconazole – ketokonazol		Oq yoki deyarli oq rangli kristallsimon kukun bo'lib erish harorati 148–152°C

Dori moddalarining chinligini metronidazolni kaliy bromni presslangan tabletkasini IQ-spektri bo'yicha ikkita qatlamda: 4000–1600 sm^{-1} va 1600–400 sm^{-1} da aniqlanadi. Ular FM da ko'rsatib o'tilgan spektr rasmi bilan chiziqlarining joylashishi va intensivligi bo'yicha to'liq mos kelishi kerak. Imidazolning hosilalari mos ravishda IQ-spektri bo'yicha chinligi aniqlanadi. Imidozol va imidozolinning chinligini UB-spektrofotometriya usuli bo'yicha aniqlanadi. Shunday qilib, metronidozolning 0,001% li spirtli eritmasi 312nm ($E_{1\text{sm}}^{1\%}=515-548$) to'lqin

uzunligida maksimumni beradi. Klonidin gidroxloridning 0,02% li suvdagi eritmasi UK-spektri ikkita maksimumga 272 nm va 280 nm va yelka sohasida 263 nm dan 267 nm ega bo‘ladi. Yanada aniqroq kolnidin gidroxloridning chinligini aniqlash uchun differensial ishqorlar eritmasini kislotalar eritmasiga nisbatan yutish UB-spektridan foydalaniladi.

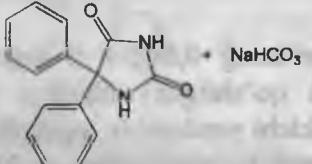
U maksimum 250 ± 2 nm nur yutish ko‘rsatkichiga teng bo‘lishi kerak. Nafazolin nitratning 0,01M xlorid kislotadagi o‘ziga xos UB-spektri 270, 280, 287, 291 va 313 nm da maksimum yutish ko‘rsatkichiga, 247 va 273 nm da minimum ko‘rsatkichga, ikkita yelkasi 249 dan 254 nm va 254 dan 263 nm gacha, shuningdek kuchsiz yelkasi 273 dan 280 nm gacha qiymatga teng. Ksilometazolin gidroxlorid 265 nm da maksimum yutish ko‘rsatkichiga ega bo‘ladi.

1,2,4-Triazol hosilalari

Fluconazole – flyukanazol (Diflyukan)	<p>2-(2,4-difluorophenyl)-1,3-bis-(1N-1,2,4-triazol-1-il)-2-propanol</p>	Oq rangli yoki oqish sarg‘ish rangli kristall kukun
---	--	--

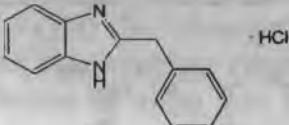
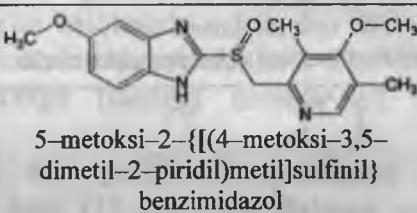
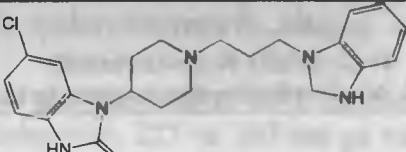
Flukanazolning mineral yog‘lardan olingan birikmasini chinligini IQ-spektr yutish chiziqlaining ishlatilayotgan va standart namunasi o‘zoro solishtiriladi va aniqlanadi. Flukanazolning metanoldagi 0,01M li xlorid kislotali eritmasi UB-spektri 220–340 nm oralig‘idagi to‘lqin uzunligida aniqlanadi, maksimum va minimum yutish ko‘rsatkichlari o‘sha to‘lqinda, UB-spektr standart namuna bo‘yicha olib boriladi.

Imidazolidin hosilalari (gidantolidin)

Phenytoin – fenitoin (Difenin)		Oq kristallsimon kukun bo'lib hidsiz, erish harorati 290–295°C (parchalanish bilan boradi)
-----------------------------------	---	--

Fenitoinning chinligini aniqlash uchun IQ-spektri yordamida $4000\text{--}400 \text{ sm}^{-1}$ sohada aniqlanadi va UB-spektri bo'yicha natriy ishqori bilan hosil qilgan 0,1M eritmasi esa 217 nm da maksimum yutish ko'rsatkichiga ega bo'ladi.

Benzimidazol hosilalari

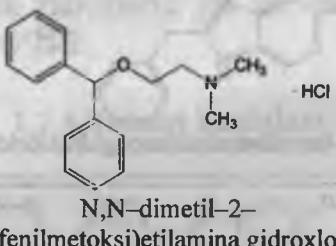
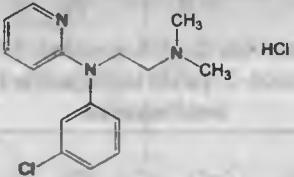
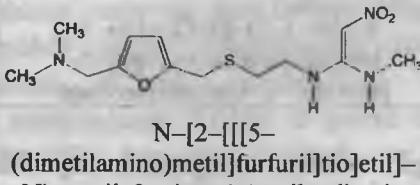
Bendazol Hydrochloride – bendazol hidroxlorid (Dibazol)	 2-benzilbenzimidazol hidroxlorid	Oq yoki oqish qo'ng'ir rangli kristallsimon kukun bo'lib, gigroskopik. Erish harorati 182–186°C
Omeprazole – omeprazol		Oq yoki deyarli oq rangli kukun bo'lib erish harorati 150–160°C (parchalanish bilan boradi)
Domperidone – domperidon (Motilium)		Oq yoki deyarli oq rangli kukun, erish harorati 244–248°C

Bendazol hidroxlorid, omeprazol, domperidonning chinligi kaliy brom tabletkasini presslash orqali olingan IQ-spektri orqali $4000\text{--}400 \text{ sm}^{-1}$ sohada aniqlanadi. Ular FM da ko'rsatib o'tilgan

spektr rasmlari bilan yoki standart namuna spektri bilan to‘liq mos tushishi kerak.

Bendazol gidroxloridning 0,002% li etanolida eritmasi (0,1M natriy gidroksid qo‘shilgan) chinligi UB-spektrining o‘ziga xos yutish ko‘rsatkichi yordamida topiladi. Ular 244, 275, 281 nm da maksimum yutish ko‘rsatkichiga va 230, 259, 279 nm da esa minimum yutish ko‘rsatkichiga ega bo‘ladi. Domperidonning metanol va xlorid kislotadagi eritmasi 286 nm da maksimum yutish ko‘rsatkichini beradi.

Etilendiamin va dimetilaminoetanol hosilalari

Diphenhydramine Hydrochloride – difengidramin gidroxlorid (Dimedrol)	 N,N-dimetil-2-(difenilmetoksi)etilamina hidroxlorid	Oq rangli mayda kristallsimon kukun bo‘lib hidsiz, erish harorati 167–172°C
Chloropyramine Hydrochloride – xloropiramin gidroxlorid (Suprastin)	 N-(2-piridil)-N-(p-xlorbenzil)-N,N-dimetiletilendiamin hidroxlorid	Oq rangli kristallsimon kukun
Ranitidine Hydrochloride – ranitidin hidroxlorid	 N-[2-[[[5-(dimethylamino)methyl]furfuril]thio]ethyl]-N'-metil-2-nitro-1,1-etilendiamin	Ingichka oq yoki oqish rangli kukun, erish harorati 140°C (parchalanish bilan bora-di). Yorug‘lik va namlik ta’siriga juda sezgir.

Famotidine – famotidin	<p>[1-amino-3-[[[2-(diaminomethilen)amino]-4-tiazolil]metil]tio]propiliden]culfamid</p>	Oq yoki oqish-sarg'shsimon kristall kukun. Yorug'lik ta'siriga sezgir.
------------------------	---	--

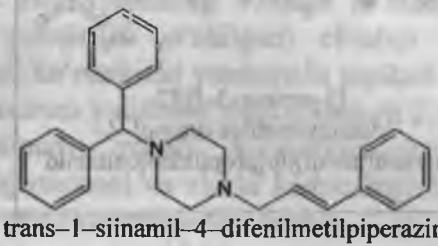
Difeningidramin gidroxloridni kaliy bromid diskidan olingan IQ-spektri $4000\text{--}400\text{sm}^{-1}$ sohada aniqlanib, FM da tavsiya etilgan spektr ramslari bilan joylashishi va intensivligi mos tushishi kerak. AQSH farmokopeyasi tavsiyasi bo'yicha ranitidin gidroxlorid va famotidinning chinligini tajribadagi IQ-spektri va standart namuna bo'yicha mos kelishi bo'yicha olib boriladi.

Feningidramin gidroxloridning 0,05% li etanoldagi eritmasini chinligini aniqlashda u 240 dan 280 nm sohada 253, 258,258 nm maksimum yutish va 244, 263 nm da minimum yutish ko'rsatkichiga (hamma holatda ± 2 chetga chiqish kuzatiladi).

Solishtirma nur yutish ko'rsatkichlari solishtirilganda ularda nisbatan kam (12–16),, bu bizlarga yuqori aniqlikda to'g'ridan to'g'ri spektrofotometrik tahlilni amalga oshirish imkonini beradi.

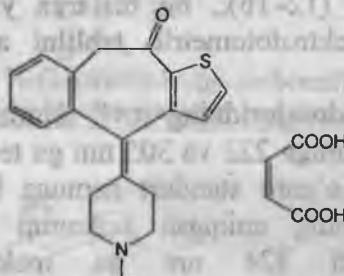
Xloropiramin gidroxloridning suvli eritmasi 210–350 nm sohada uchta maksimumga 222 va 305 nm ga teng bo'ladi. UB-spektri orqali ularni o'zaro standart namuna bilan solishtirib ranitidin gidroxloridning aniqlash imkonini beradi. Uning metanoldagi eritmasi 324 nm da maksimum yutish ko'rsatkichiga, suvli eritmasi esa ikkita maksimumga: 229 va 315 nm ga teng. Famotidin va fosfat buferli eritmasi UB-spektri 265 nm da maksimumga va 243 nm da minimum qiymatga teng bo'ladi.

Piperazin hosilalari

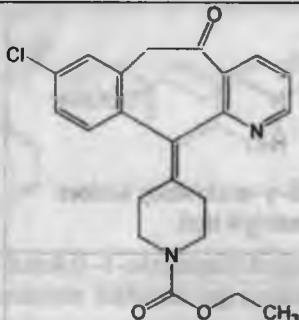
Cinnarizine – sinnarizin (Stugeron)	 trans-1-siinamil-4-difenilmethylpiperazine	Oq yoki oqish kremsimon rangli kristall kukun bo'lib hidsiz, erish harorati 117– 121°C
---	---	--

Sinnarizining kaliy bromning presslangan tabletkasining chinligini IQ-spektri bo'yicha $4000\text{--}400 \text{ sm}^{-1}$ sohada standart namuna va tekshiriluvchi namunalarning o'zoro mos tushishi orqali aniqlanadi. Dori preparatimizning etanoldagi 0,001% li eritmasini UB-spektrida 229 va 253 nm da maksimum qiymatga, 223 va 236 nm da esa minimum qiymatga teng bo'ladi, shuningdek 0,01% li etanoldagi eritmasi 275–320 nm sohada 283, 293 nm maksimum yutish ko'rsatkichini va 281, 290 nm da esa minimum qiymatga teng bo'ladi.

Piperidinilidensiklogeptan hosilalari

Ketotifen Fumarate – ketotifena fumarat (Zaditen)	 4,9-digidro-4-(1-metil-4-piperidiniliden)-10N-benzo[4,5]siklogepta[1,2b]tiofen-10-ona fumarat	Oq yoki oqish– sarg'ish rangli kristallsimon kukun bo'lib, deyarli hidsiz. Juda gigroskopik. Erish harorati 184–200°C
---	---	--

Loratadine –
loratadin
(Klaritin)



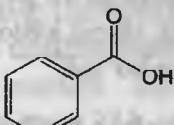
4-(xlor-5,6-digidro)-11R–
benzo[siklohepta-1,2v]-piridin-11–
iliden]-1-piperidinkarbon kislota etil
efiri

Oq yoki deyarli
oq rangli
kristallsimon
kukun bo'lib,
erish harorati
 $131\text{--}135^{\circ}\text{C}$

Ketotifen fumarat va loratidinning chinligini IQ–spektri va yupqa qavatlari xromatografiya usuli bo'yicha aniqlanadi, bunda olingan natijalar standart namuna bilan solishtiriladi. Ketotifen fumaratning 0,1M xlorid kislotasidagi eritmasini identifikasiya qilish uchun eritmaning 220–350 nm sohada UB-spektri olinadi. U UB-standart namuna spektri bilan mos kelishi kerak (300 nm to'lqin uzunligida maksimum yutishga ega bo'ladi).

Nikotin kislota hosilalari

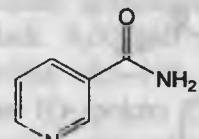
Nicotinic
acid –
nikotin
kislota



Pridinkarbon -3 kislota

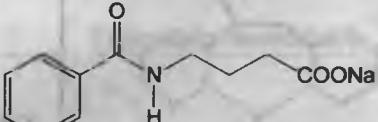
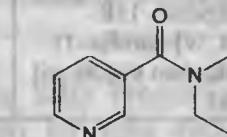
Oq rangli
kristallsimon kukun,
erish harorati $234\text{--}238^{\circ}\text{C}$

Nicotina
mide–
nikotina
mid



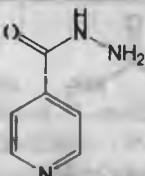
nikotin kislota amidi

Oq rangli mayda
kristallsimon kukun,
juda ham kuchsiz hid
bor, erish harorati
 $128\text{--}131^{\circ}\text{C}$

Picamilon pikamilon	 N-nikotinoil-γ-aminomoy kislota natriyli tuzi	Oq kristallsimon kukun hidsiz va gigroskopik
Nikethami de – niketamid (Dietila- mid nikotin kislotasasi)	 nikotin kislota dietilamidi	Rangsiz yoki yoki kuchsiz sariq rangli yog'simon suyuqlik bo'lib o'ziga xos hidga ega. Qotish harorati 20–25°C. zichligi 1,058–1,06g/sm³. Nur sindirish ko'rsatkichi 1,524–1,526

Nikotin kislotasining hosilalarini FM da tavsiya etilgan IQ- va UB-spektrofotometriya bo'yicha chinliklari aniqlanadi. Kaliy bromidning presslangan tabletkasini olish orqali yoki vazelin moyi (pikamilon) orqali FM da ko'rsatib o'tilgan rasmdagi spektrlariga to'liq mos tushishi kerak. Nikotemidning 0,01M xlorid kislotasidagi 0,0025 % li eritmasi UB-spektri 220–350 nm sohada 264 nm maksimumga va 243 nm minimumga ega bo'ladi. Nikotinamidning 0,1M xlorid kislotasidagi eritmasi 261 nm da maksimum qiymatga ega bo'ladi.

Izonikotin kislota hosilalari

Isoniazid – izoniazid	 izonikotin kislotasining gidrazidi	Oq kristallsimon kukun bo'lib hidsiz, erish harorati 170–174°C
--------------------------	---	--

Ftivazide -ftivazid	<p>3-metoksi-4-oksibenzilidengidrazid izonikotin kislotasining monogidrati</p>	Och sariq yoki sariq rangli mayda kristallsimon kukun bo'lib kuchsiz vanillin hidli
Nialamide -nialamid	<p>2-[2-(benzilkarbamoil)-etyl] izonikotin kislotasining hidrazidi</p>	Oq rangli mayda kristallsimon kukun bo'lib hidsiz, qaynash harorati 151– 153°C

Izoniazid va ftivazidning chinligini vazelindagi moyini olish orqali IQ-spektri $3700\text{--}400\text{cm}^{-1}$ sohada aniqlanadi. Ular FM da ko'rsatib o'tilgan to'lqin uzunligi chizig'iga tekshiriluvchining spektri to'liq mos kelishi kerak. FM da izonikotin kislotasining UB-spektr yutish ko'rsatkichi bo'yicha identifikatsiya qilish usullari berib o'tilgan. Izoniazidning 0,1M xlorid kislotadagi eritmasi 220–350 nm sohada 266 nm maksimum qiymatga va 234 nm da esa minimum yutish ko'rsatkichiga teng bo'ladi, nilamidning xuddi shu erituvchida 267 nm da maksimum qiymatga, 236 nm da esa minimum qiymatga teng bo'ladi. 0,002%li xlorid kislotadagi solishtirma nur yutish ko'rsatkichi 185–195 ga teng. Ftivazidning xlorid kislotasidagi eritmasi IQ-spektri 215–400 nm sohada 229, 274, 309 nm da maksimum qiymatlarga va 247, 298 nm da esa minimum yutish ko'rsatkichiga ega bo'ladi.

Izonikotin kislotasi tioamidi hosilalari

Ethionamide – etionamid	<p>α-etilizonikotin kislota tioamidi</p>	<p>Mayda sariq rangli kristallsimon kukunlar bo‘lib yengil sulfidlarni hidi keladi. Suyuqlanish harorati $158\text{--}164^{\circ}\text{C}$</p>
Protonamide – protonamid	<p>α-propilizonikotin kislota tioamidi</p>	<p>Sariq rangli yoki kristallsimon kukun bo‘lib hidsiz yoki deyarli hidi yo‘q. Suyuqlanish harorati $140\text{--}143^{\circ}\text{C}$</p>

Etionamid va propionamidlarning chinligini IQ-spektri bo‘yicha yutish ko‘rsatkichlari chiziqlari va ularning intensivligini solishtirib yoki standart namunaga nisbatan $4000\text{--}625\text{ sm}^{-1}$ sohada aniqlanadi.

Konsentratsiyasi 10 mkg/ml bo‘lgan etanoldagi ertimasi 230–290 nm sohada 290 nm (etinamid) da, 291 nm (protonamid) da maksimum qiymatga ega bo‘ladi.

290 nm to‘lqin uzunligida optik zichligi taxminan etionamidda 0,42 ga bo‘lsa, taxminan protonamidda esa 0,78 ga teng bo‘ladi. Etionamidning xlorid kislotasi bilan 0,1M hosil qilgan eritmasi ikkita maksimumga 230 va 278 nm ga teng.

2,6-dialkilpiridin hosilalari

Pyricarbate – pirikarbat (Parmidin)	<p>2,6-pyridindimethanol – bis – metilkarbamat</p>	<p>Oq yoki deyarli oq kristallsimon kukun bo‘lib hidsiz, suyuqlanish harorati $137\text{--}141^{\circ}\text{C}$</p>
-------------------------------------	--	--

Emoxypine — emokspin	<p>6-metil-2-etylpiridin-3-ola hidroxlorid</p>	Oq rangdan tortib kremsimon ranggacha bo'lgan kristallsimon kukun bo'lib, suyuqlanish harorati 213– 218°C
-------------------------	--	--

Pilikarbat va emoksipinning chinligini aniqlash uchun UB-va IQ-spektrlaridan foydalaniлади. Vazelin moyini olish orqali 4000–400 sm^{-1} sohada IQ-spektrlari olinади, bunda FM da tavsiya etilgan rasmlarda keltirilgan spektrlariga mos kelishi kerak. Pirikarbatning xlорид kislotasidagi 0,002% li eritmasи IQ-spektri 268 nm da maksimum yutish ko'rsatkichiga ega bo'лади. Emoksipinning boratli bufer (pH 8) eritmasи 220–350 nm da ikkita maksimumuga 240 va 325 nm shuningdek 230 va 270 nm da ikkita minimum qiymatga ega bo'лади.

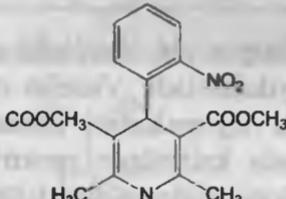
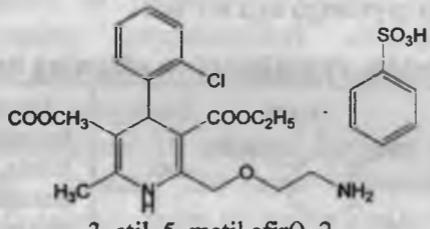
Okismetilpiridin vitaminlari va ularning hosilalari

Pyridoxine Hydrochloride — piridoksin hidroxlorid	<p>2-metil-3-oksi-4,5-di- (oksimetil)-piridin hidroxlorid</p>	Oq rangli mayda kristallsimon kukun, hidsiz, achchiq taxir mazzali, suyuqlanish harorati 203–206°C (parchalanish bilan boradi)
Pyridoxal- phosphate — piridoksal- fosfat	<p>5'-fosforiny efir (2-metil-3-oksi-4-formil)-5-oksimetilpiridin monogidrat</p>	Och sariq rangli kristall kukun, hidsiz va havo, yorug'lik ta'siriga chidamsiz.

Piridoksin hidroxlorid va piridoksal-fosfatning chinligini UB-spektri orqali aniqlash mumkin. Ularning fosfatli bufer eritmasи (pH 7) 280–450 nm sohada quyidagi maksimumlarga

ega bo‘ladi: piridoksin gidroxlorid 254 va 324 nm da shuningdek piridoksalfosfat 330 va 388 nm da beradi.

1,4-digidropiridin hosilalari

Nifedipine – nifedipin (Fenigidin)	 <p>2,6-dimetil-4-(2'-nitrofenil)-1,4-digidropiridin-3,5-dikarbon kislota</p>	Sariq yoki sarg‘ish yashil rangli kristallsimon kukun bo‘lib yorug‘lik ta’sirida chiriysi, suyuqlanish harorati 169–174°C
Amlodipine Besylate – amlodipin bezilat (Norvaks)	 <p>3-ethyl-5-metyl efir(0)-2-[(aminometoksi)metil]-4-o-xlorfenil)-1,4-didro-6-metil-3,5-piridindikarbon kislota bezilati</p>	Oq rangli kristallsimon kukun

Nifedipin va amlodipin benzilatning chinligini tajribada IQ-spektri yordamida standart namunalar bilan o‘zaro solishtirib aniqlanadi. Amlodipin benzilat UB-spektri 300 dan 400 nm sohasida 360 nm da (erituvchi 0,1M xlorid kislotaning metanoldagi eritmasi) maksimum yutish ko‘rsatkichini beradi. Nifedipinning etanoldagi 0,002% li UB-spektri bo‘yicha 215–390 nm sohada 237 va 340 nm da maksimum yutish ko‘rsatkichi shuningdek 218 va 282 nm da minimum ko‘rsatkichlarni beradi.

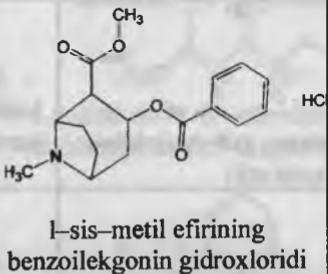
Alkaloidlar, tropan unumlari va ularning sintetik hosilalari

<p>Scopolamine Hydro- bromide – skopolamin gidrobromid</p>	<p>I-tropan kislotasining gidrobromidi skopin efiri</p>	<p>Rangsiz kristallar yoki oqish kristallsimon kukun, suyuqlanish harorati 193– 197°C. Solishtrma burish burchagi – 24 dan –27° gacha (5% li suvli eritmasi)</p>
<p>Homatropine Hydro- bromide – gomatropin gidrobromid</p>	<p>bodom kislotasining gidrobromidini Tropin efiri</p>	<p>Oq rangli kristallsimon kukun, suyuqlanish harorati 210–214°C</p>
<p>Diphenyl- tropine Hydrochlori- de – difeniltropin gidroxlorid (Tropatsin)</p>	<p>Difenilsirka kislotasi gidroxloridli tropin efiri</p>	<p>Oq yoki och kremsimon rangli kristall kukun, qaynash harorati 212–216°C</p>
<p>Tropodifene Hydro- chloride – tropodifena- gidroxlorid (Tropafen)</p>	<p>alpha-fenil-beta-(p-tropin efirining asetoksifenil) propion kislotasi gidroxloridi</p>	<p>Oq yoki och qo'ng'ir rangli kristallsimon kukun bo'lib hidsiz, suyuqlanish harorati 190–197°C</p>

Gematropin gidrobromidning chinligini IQ-spektri vazelin moyidan ajratib olingan $3700\text{--}400 \text{ sm}^{-1}$ sohadasida aniqlanadi.

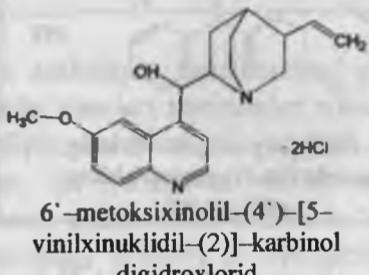
Uni FM da keltirilgan rasmda ko'rsatilgan spektrlari yutish chiziqlarini ko'rsatkichlari to'liq mos kelishi kerak. Mos ravishda tropan hosilalarining boshqa vakillarini mana shu usul bo'yicha aniqlanadi. Atropin sulfatning identifikatsiya qilishning sfektrofotometrik usullari bor bo'lib, maksimum yutish ko'rsatkichlari 252, 258 va 264 nm shuningdek, skopolamin gidrobromidniki esa 251 va 263 nm (erituvchi suv) aniqlanadi.

Alkaloidlar, ekgonin hosilalari

Cocaine Hydrochloride – kokain gidroxlorid		Rangsiz ignasimon kristallar yoki oq kristallsimon kukun bo'lib, taxir mazali(achchiq), tilda uvishib qolish holatini keltiradi, suyuqlanish harorati 195°C. Solishtirma burish burchagi -71 dan -73 gacha (2,5% li suvdagi eritmasi)
---	---	---

Kokoinning suvdagi eritmasining solishtirma yutish ko'rsatkichi 233 nm to'lqin uzunligida 363 ga teng. Bu bizga spektrofotometrik usul bo'yicha identifikatsiya qilish va miqdorini aniqlash imkonini beradi.

Alkaloidlar, xinolin hosilalari

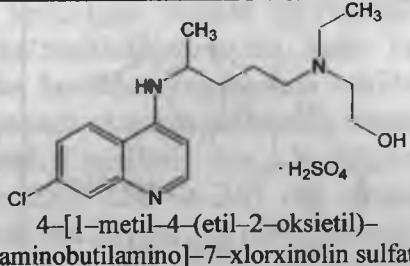
Chinine (Quinine) Dihydrochloride – xinina digidroxlorid		Rangsiz yoki oq rangli kristall kukun bo'lib hidsiz, 3% li 0,1M xlorid kislotadagi solishtirma burish burchagi -225°
--	---	--

Chinine (Quinine) Hydro- chloride – xinina- gidroxlorid	 6'-metoksixinolil-(4')-[5-vinilxinuklidil-(2)]-karbinol gidroxlorid	Rangsiz sochiluvchan yoki oq mayda kristallsimon kukun bo'lib hidsiz, 3% li 0,1M xlorid kislotadagi solishtirma burish burchagi taxminan -245°
Chinine (Quinine) Sulfate – xininasulfat	 6'-metoksixinolil-(4')-[5-vinilxinuklidil-(2)]-karbinol sulfat	Rangsiz tovlanuvchan ignasimon kristallar yoki oq mayda kristallsimon kukun bo'lib hidsiz, 3% li 0,1M xlorid kislotadagi solishtirma burish burchagi taxminan -240°

Tajribada eritmaning chinligini aniqlash uchun UB-spektrofometriya usulidan foydalanildi. Xinin gidroxlorid va xinin sulfat eritmalar 234, 278 va 331 nm da maksimum yutish ko'rsatkichiga, 0,1M xlorid kislotadagi eritmasi esa 318 va 347 nm da maksimum beradi.

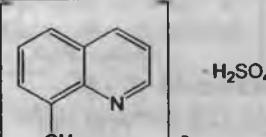
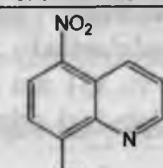
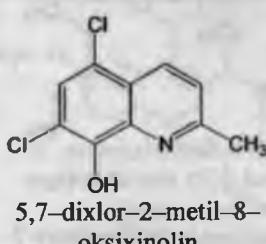
4-aminoxinolin hosilalari

Chloro- quine Phosphate – xloroxin fosfat (Xinga- min)	 4-(1'-metyl-4' dietilaminobutilamino)-7-xloroxinolin difosfat	Oq yoki oqish-kremsimon rangli kristall kukun bo'lib deyarli hidi yo'q, suyuqlanish harorati 214,5–218°C (parchalanish bilan boradi)
--	---	--

Hydroxy-chloroquine Sulfate – hidroksixloroxin sulfat (Plakvenil)		Oq rangli kristallardan iborat hidsiz, taxir mazali, suyuqlanish harorati 198 va 240°C
---	---	--

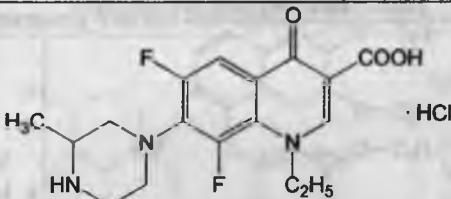
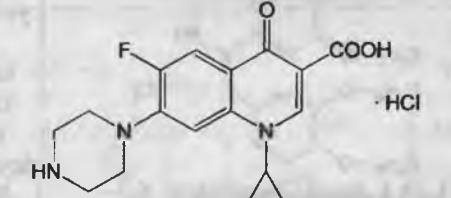
Xloroxin fosfat UB-sohada (240–360 nm) uchta maksimumga: 257, 329, 343 nm (0,001% li 0,01M xlorid kislotadagi eritmasi) optik zichligi taxminan 0,29; 0,32 va 0,37 ga teng. Bu ko'rsatkichlarning o'zaro munosabati 257 va 329 nm da yutishga esa 343 nm da optik zichligi 0,86–0,95 atrofida bo'ladi.

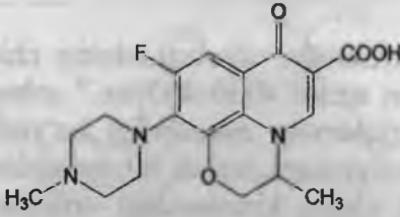
8-oksixinolin hosilalari

Chinosolum – xinozol	 8-oksixinolin sulfat	Mayda kristallsimon kukun sariq – limon rangli, suyuqlanish harorati 175–177°C
Nitroxoline – nitroksolin (5–NOK)	 5-nitro-8-oxosixinolin	Sariq yoki qo'ng'ir sarg'ish mayda kristallsimon kukun bo'lib och yashil rangli dog'lari bo'ladi, suyuqlanish harorati 178–182°C (parchalanish bilan boradi)
Chlorquin-aldol – xlorxinaldol	 5,7-dixlor-2-metil-8-oxosixinolin	Kremsimon yoki olovrangsimon-kremsimon rangli mayda kristallsimon kukunlardan iborat bo'lib o'ziga xos hidi bor, suyuqlanish harorati 108–114°C

Xinozol, nitroksolin, xlorinaldolning chinligini FM da tavsiya etilgan rasm spekti $4000\text{--}400 \text{ sm}^{-1}$ sohadagi IQ-spektri joylashishi va chiziqlarning intensivligi bo'yicha o'zoro mos tushishi kerak. Chinligini aniqlashda IQ-spektrdan foydalilanildi. Xinozolning 0,1M xlorid kislotasidagi eritmasi 220–270 nm sohada 252 nm da maksimum qiyamatga, shuingdek 270–400 nm sohada esa 308, 320, 360 nm da esa maksimum qiyamatga ega bo'ladi. Nitroksolining 0,0005% li etanoldagi pH=9,18 (98:2) bufer eritmasi 220–500 nm sohada 249, 341, 452,5 nm da, ikkita yelkasi 228 dan 238 gacha va 258 dan 268 gacha maksimum qiyamatga ega bo'ladi. Xlorxinaldolning xlorid kislotadagi (turli konsentratsiyali) eritmalari turli xil maksimum yutish ko'rsatkichlarini beradi: 290–450 nm sohada 330, 357 nm da va yelkasi 318 nm da maksimumga va 220–290 nm sohada esa bitta 263 nm da maksimumga ega bo'ladi.

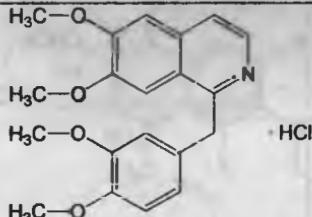
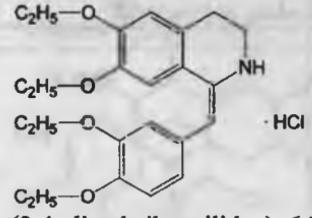
Ftorxinolon

Lomeflo-xacin Hydrochlo ride – lomeflok-satsin gidroxlorid		Oqdan tortib och sariq ranggacha bo'lgan kukun
Ciproflo-xacin Hydrochlорide – siproflok-satsin gidroxlorid		Oq-kremsimon kristall kukun, suyuqlanish harorati 306°C

Ofloxacin ofloksatsin	 <p>9-fluoro-2,3-digidro-3-metil-10-(4-metil-1-piperazinil)-7-okso-7N-pirido(1,2,3-d,e)-1,4-benzoksazinkarbon kislota</p>	<p>Kristallsimon modda bo'lib oq yoki sariq rangli, hidsiz.</p> <p>Solishtirma burish burchagi +1 dan -1° gacha (1% li xloroformdagи eritmasi)</p>
--------------------------	--	--

Ftorxinololarning chinligini IQ- va UB-spektrlari yordamida aniqlanadi, bunda ularning spektrlari standart namuna spektrlari bilan to'liq mos tushishi kerak. IQ-spektri kalyi brom tabletkasini presslangandan so'ng olinib o'chanadi. Ftorxinollarning suvdagi, metanol va etanoldagi UB-spektr maksimumlari 270 dan 300 nm sohada aniq ko'rindi. Siprofloksatsin gidroxloridning suvdagi UB-spektri 313 va 279 nm da maksimum beradi.

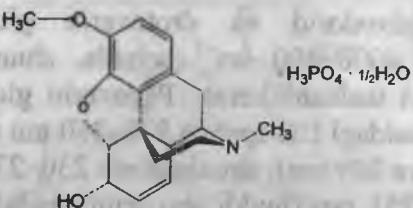
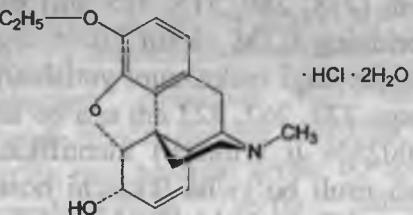
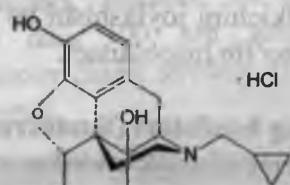
Benzilizoxinolin hosilalari

Papaverine Hydrochloride – papaverin gidroxlorid	 <p>6,7-dimetoksi-1-(3',4'-dimetoksibenzil)-izoxinolina hidroxlorid</p>	<p>Oq rangli kristallsimon kukun, hidsiz</p>
Drotaverin eHydrochloride – drotaverin hidroxlorid (No-shpa)	 <p>1-(3,4-dietoksibenziliden)-6,7-dietoksi-1,2,3,4-tetragidroizoxinolina hidroxlorid</p>	<p>Och sariq yoki yashil-sarg'ish rangli kristallsimon kukun bo'lib hidsiz yoki deyarli hidi yo'q. Suyuqlanish harorati 208–211°C</p>

Papaverin gidroxlorid va drotoverin gidroxloridning chinligi IQ-spektri $4000\text{--}400 \text{ sm}^{-1}$ sohada, shuningdek UB-spektriga to'liq mos tushishi kerak. Papaverin gidroxloridning $0,01\text{M}$ xlorid kislotasidagi UB-spektri $270\text{--}350 \text{ nm}$ sohada ikkita maksimumga (285 va 309 nm), shuningdeek $230\text{--}270 \text{ nm}$ sohada bitta maksimumga 251 nm (huddi shu erituvchida) va etanolda esa to'rtta maksimum (238 , 280 , 315 , 325 nm) ga ega bo'ladi. Drotoverin gidroxloridning $0,1\text{M}$ xlorid kislotadagi UB-spektri $220\text{--}420 \text{ nm}$ sohada quyidagi maksimum yutishlarga: 241 , 302 , 353 nm va minimumga 223 , 262 , 322 nm ega bo'ladi. Papaverin gidroxloridning ($0,0025\%$ li eritmasi) identifikasiya qilishda sonli differensiyalash usuli bo'yicha ikkinchi hosilasi bo'yicha yana qaytadan topilgan UB-spektri bo'yicha aniqlanadi. Bu usul maksimum yutish ko'rsatkichini joylashishi bo'yicha aniqlashga qaraganda obyektiv usul bo'lib hisoblanadi.

Alkaloidlar, morfinning hosilalari (fenantrenizoxinolin) va ularning yarim sintetik o'rribosarlari

Morp-hine Hydroch-loride – morfin gidrox- lorid		Oq rangli ignasimon kristallar bo'lib saqlash jarayonida osonlik bilan sariq rangga kiradi, solishtirma burish burchagi 111 dan -116° gacha (2% li suvdagi eritmasi)
Codeine – kodein		Rangsiz kristallar yoki kristallsimon kukunlar bo'lib hidsiz, suyuqlanish harorati $154\text{--}157^{\circ}\text{C}$. Solishtirma burish burchagi – 139 do -143° (1% li etanoldagi eritmasi)

Codeine Phosp-hate — kodein fosfat		Oq kristallsimon kukun bo'lib hidsiz
Ethylmorphine Hydrochloride — etilmorfin gidroxlorid		Oq kristallsimon kukun bo'lib hidsiz
Naltrexone Hydrochloride — naltrekson gidroxlorid	 N-siklometilpropil-14-oksino[nordigidromorfinon] gidroxlorid	Oq kristallsimon kukun bo'lib hidsiz. Solishtirma burish burchagi -187 do - 197° (uvli eritmasi)

Kodein va naltreksonning chinligini IQ-spektri bo'yicha $4000\text{--}400\text{sm}^{-1}$ (FS) sohada aniqlanadi. Morfin va uning hosilalari UB-sohada shu guruhgaga xos yutish spektrini beradi. Shuning uchun ham keng ko'lamma morfin gidroxloridning (erituvchi sifatida suv va $0,1\text{M}$ xlorid kislota 285 nm da, erituvchi sifatida $0,1\text{M}$ xlorid kislota 297 nm da), kodein fosfatning (erituvchi sifatida etanol 284nm da va suv 285 nm da), etilmorfin (erituvchi sifatida suv 285 nm va etanol 284 nm) maksimum yutishlari bo'yicha uning identifikatsiyasi va miqdorini aniqlanadi. Naltrekson gidroxlorid UB-spektri standart namuna bilan solishtiriladi, bunda maksimum yutish ko'rsatkichi 280 nm da bo'ladi.

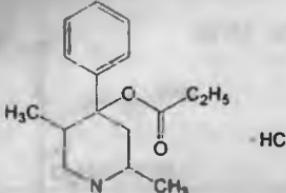
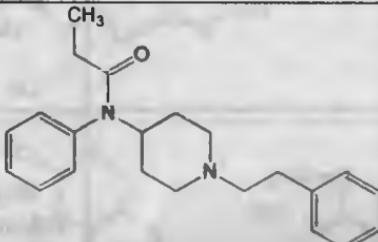
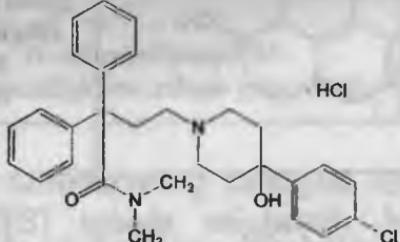
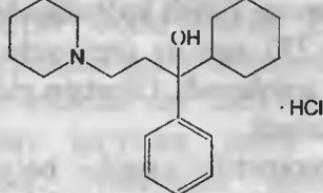
Aporfin hosilalari

<p>Apomorp-hine Hydrochloride – apomorfin gidrochlorid</p>		<p>Oq yoki biroz kulrang rangli sarg'ish kristallsimon kukun bo'lib hidsiz. Havo ta'sirida va yorug'lilik ta'sirida yashil rangga kirad.</p> <p>Solishtirma burish burchagi -46 dan -52° gacha (1,5%li 0,02M xlorid kislotadagi eritmasi)</p>
<p>Glaucine Hydrochloride – glauatsin gidrochlorid</p>		<p>Mayda kristallsimon kukun bo'lib oq yoki och kremsimon, yorug'lilik ta'sirida asta-sekinlik bilan o'zgaradi, bunda rangining to'qlashishi bilan boradi.</p> <p>Gigroskopik.</p>

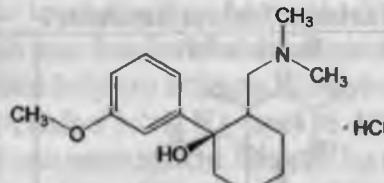
Chinligi va miqdorini aniqlash uchun UB-spektrofotometriya usullaridan foydalaniladi. Apomorfin gidrochloridning identifikatsiya qilishda 275 nm (erituvchi sifatida 0,1M xlorid kislotada maksimum yutish ko'rsatkichi bilan aniqlanadi, miqdoriy tahlilini esa 272 nm da (erituvchi suv yoki 0,01M xlorid kislotada eritmasi) aniqlanadi. Gluatsin gidrochloridni 300nm (erituvchi suv) da aniqlanadi.

Glautsinning fotometrik usul bo'yicha aniqlashda fosformolibden va azot kislotasi shuningdek Marki reaktividan foydalaniladi.

Piperidin va siklogeksanning sintetik hosilalari

<p>Trimeperidini Hydrochloride – trimepiridin gidroxlorid (Promedol)</p>	 <p>1,2,5-trimetil-4-propioniloksi-4-fenilpiperidina hidroxlorid</p>	<p>Oq rangli kristallsimon kukun bo‘lib hidsiz yoki kuchsiz hidi bor.</p>
<p>Phentanyl – fentanil</p>	 <p>1-(2-feniletil)-4-[(N-propionil) fenilamino]piperidin</p>	<p>Oq rangli kristallsimon kukun, suyuqlanish harorati 82– 86°C</p>
<p>Loperamide Hydrochloride – loperamid gidroxlorid (Imodium)</p>	 <p>4-(4-xlorfenil)-4-oksi-N,N- dimetil-a,a-difenil-1-piperidin- butanamida hidroxlorid</p>	<p>Oq yoki sariq rangli kukun, suyuqlanish harorati 225°C (parchalanish bilan boradi).</p>
<p>Trihexy- phenidil Hydrochlo- ride – trigeksifendil gidroxlorid (Siklodol)</p>	 <p>1-fenil-1-siklogeksil-3-(N- piperidino)-propanola-1 hidroxlorid</p>	<p>Oq rangli mayda kristallsimon kukun bo‘lib hidsiz, suyuqlanish harorati 249,5°C (parchalanish bilan boradi).</p>

Tramadol
Hydrochloride
– tramadol
gidrokslorid
(Tramal)



(\pm) -trans-2-[(dimetilamino)metil]-
1-(m-metoksifenil)siklogeksanola
gidrokslorid

Oq yoki och sariq
rangli mayda
kristallsimon
kukun, hidsiz.
Suyuqlanish
harorati 180–
183°C

Piperidin va siklogeksan hosilalarining chinligini IQ- va UB-spektrofotometriya usullari yordamida aniqlanadi. Kaliy bromning presslangan tabletkasi olinib, IQ-spektri 4000–400 sm^{-1} sohada FM da berilgan spektri bilan yoki huddi shu sharoitda olingan standart namunaning spektri bilan aniqlanadi. Trimepiridin gidroksloridning suvli eritmasi 250–280 nm sohada 255 nm maksimum nur yutish ko'rsatkichini, 0,1M xlorid kislotadagi eritmasi esa uchta maksimumga 251, 257 va 262 nm ega bo'ladi.

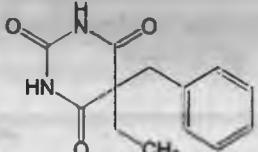
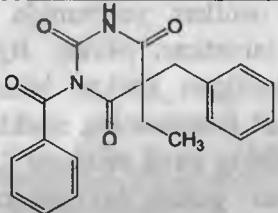
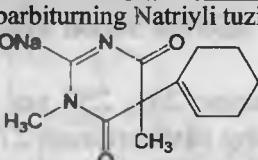
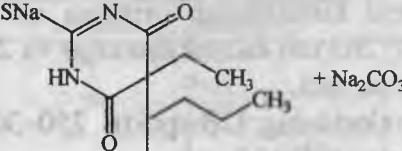
Spektrfentalinning 0,03%li limon kislotadagi UB-si bilan juda ham o'xshash.

U ikkita maksimumga: 251, 257 nm, egiklik 262 nm da hosil bo'ladi. Tramadolning suvli eritmasi 272 nm da maksimumga, yelka sohasida 276 dan 279 nm oralig'ida bo'ladi. Trigesifенидил gidroksloridning etanoldagi eritmasi 257 nm da maksimumga, 0,1M xlorid kislotasidagi eritmasi esa 240–280 nm sohada esa 251, 257, 263 nm da maksimumga va 253, 261 nm da esa minimumga ega bo'ladi.

Loperamid gidroksloridning UB-spektri 250–300 nm sohada standart namunaga mos kelishi kerak.

Loperamid gidroksloridning izopropanol va xlorid kislotasidagi aralashmasi eritmasini 253, 259, 265 va 273 nm da maksimum to'lqin uzunligini yutish ko'rsatkichini beradi.

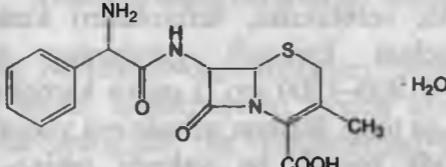
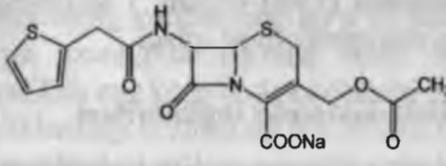
Barbitur kislota hosilalari

Barbital – barbital	 Barbituratlar 5,5-dietilbarbitur kislotasi	Oq rangli kristallsimon kukun, hidsiz. Suyuqlanish harorati 189– 192°C
Phenobarbital – fenobarbital	 5-ethyl-5-fenilbarbitur kislotasi	Oq kristallsimon kukun bo‘lib hidsiz, suyuqlanish harorati 175– 179°C
Benzobarbital – benzo-barbital (Benzonal)	 1-benzoil-5-ethyl-5-fenilbarbitur kislotasi	Oq kristallsimon kukun, suyuqlanish harorati 134– 137°C
Hexobarbital Sodium – geksobarbita l-natriy (Geksenal)	 barbituring Natriyli tuzi 1,5-dimetyl-5-(siklogeksen-1'-il)- barbiturat natriy	Oq ko‘pixsimon massa, havoda karbonat angidrid va is gazi ta’sirida parchalanadi, gigroskopik.
Thiopental Sodium – tiopental-natriy	 smes 5-ethyl-5-(2’-amil)-2- thiobarbiturat natriy suvsiz karbonat natriy bilan	Kristallsimon kukun bo‘lib sariq yoki sarg‘ish yashil rangli o‘ziga xos hidli, gigroskopik.
Barbituratlarning chinligini	IQ-spektri	orqali aniqlash

mumkin. FM da tavsiya etilishi bo'yicha shu usul benzobarbital uchun, FM usuli esa fenobarbital va tiopental natriyni aniqlash uchun qo'llanilishi belgilab o'tilgan. Kaliy bromning presslangan tabletkasini olingandan so'ng IQ-spektri $4000-400 \text{ sm}^{-1}$ sohada FM da taklif etilgan rasm spektri bilan to'liq mos tushishi kerak.

Barbituratlarning UB-spektri $220-280 \text{ nm}$ sohada maksimum va minimum qiymatlarga ega va ular identifikatsiya qilish maqsadida ishlataladi. Fenobarbitalning etanoldagi bufer eritmasi pH 10 da 240 nm da maksimum yutishni, 224 nm da minimumni beradi. Benzobarbital (0,1M xlorid kislotasining etanoldagi eritmasi) $220-350 \text{ nm}$ sohada 257 nm da maksimumga va 230 nm da esa minimumga ega bo'ladi. Benzobarbitalning optik zichliklarining maksimum va minimum nisbatlari 2,2 ga teng. Barbital va uning natriyli tuzi $239-240 \text{ nm}$ da maksimum beradi.

Sefalosporinlar

Cefale-xin – sefaleksin	 7-(D, α -aminofenilatsetamido)-3-metil-3-sefem-4-karbon kislota monogidrati	Oq yoki och sariq kukun, o'ziga xos hidi bor. Solishtirma burish burchagi $+149$ dan $+158^\circ$ gacha (0,5% li bufer eritma pH 4,4)
Cefalotin Sodium – sefalotinni ng natriyli tuzi	 (7R)-7-(tienilatsetamido) sefalosporan kislotasining natriyli tuzi	Oq yoki deyarli oq rangli kristall kukun. Yorug'lik ta'siriga sezgir, Solishtirma burish burchagi $+124$ dan $+134^\circ$ gacha (5% li suvdagi eritmasi)

Sefalosporinlar malekulasining tarkibida qo'sh bog'larning bo'lishi UB-spektrida o'ziga xos 260 nm da yutish chizig'ini hosil qiladi. Sefaleksinda bundan tashqari yana bitta xromotofor guruhi bor bu fenil radikali. Sefalotinning natriyli tuzini suli

eritmusini chinligini aniqlash uchun UB-spektri 237 nm da maksimumga, shuningdek 265 nm da yelka sohasida u o‘z navbatida 7-aminosefalosporin kislotasi siklik sistemasi bilan bog‘langan. UB-spektrofotometriya usulida tarkibida nur yutuvchi qo‘srimchalar aniqlanadi. FM dagi talablar bo‘yicha sefalotinning natriyli tuzining 0,002% li eritmasi 237 nm to‘lqin uzunligida, kyuvetaning qaliligi 10 mm da optik zichligi 0,65 dan 0,72 (solishtiruvchi eritma sifatida suv), sefaloksinning 0,05% li suvdagi eritmasi 330 nm to‘lqin uzunligida 0,05 dan ortiq bo‘lmasligi kerak.

Sefalosporin antibiotiklarining chinligini obyektiv aniqlashda IQ-spektri $4000\text{--}400\text{sm}^{-1}$ sohada (bu tajriba FM da ko‘rsatib o‘tilgan) aniqlanadi. IQ-spektrlari yordamida tarkibidagi digidrotiazin siklidagi yon zanjirdagi C3 atsetoksi guruhni yo‘qligini tasdiqlash imkonini beradi, 7-ADSK (sefaleksin, sefaloridin, sefazolin, seftriaksin) yoki 7-ATSK (sefalotin, sefapirin, sefotaksim, sefuroksim) kiradi. Hamma sefolosporinlar uchun karbonil guruhining to‘lqinlanish chiziqlari umumiy ($1800\text{--}1500\text{ sm}^{-1}$) ga va karboksil guruhlari ($1620\text{--}1600\text{ sm}^{-1}$) ga teng. Boshqa sohada esa yuqori chastotada ($3500\text{--}2500\text{ sm}^{-1}$)da boradi, bu valentli amino- va amido guruhlarning to‘lqinlanishiga asoslangan. IQ-spektrlarida o‘zaro farqlar mavjud.

“Qo‘l izi” sohasida ($1500\text{--}650\text{sm}^{-1}$) sefalosporin antibiotiklari uchun o‘ziga xos egrilik hosil qiladi.

Beta-laktamaz ingibitorlari

Sulbactam Sodium – sulbaktamning natriyli tuzi	 1,1-dioksid penitsillan kislotasining natriyli tuzi	Oq yoki oqish kristallsimon kukun bo‘lib solishtirma burish burchagi $+205$ dan $+235^\circ$ gacha (1% li quritilgan dori moddasini saqlaydi)
--	--	--

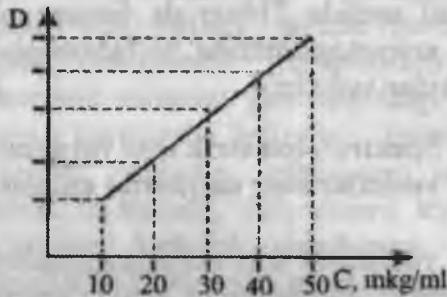
Sulbaktamning natriyli tuzining chinligini aniqlashda natriy ioni bo'yicha yupqa qavatli xromatografiya usulidan shisha plastinkaga KSKG silikagelini mahkamlab qo'yib olib boriladi. Plastinkaga 0,5% li sulbaktamning natriyli tuzidan va standart namunani joylashtiriladi. Xromatografiya olib boriladi, sistema sifatida butil atsetat–butil spirt–sirka kislota–fosforli bufer eritma pH=6,0 (50:9:25:15) ishlataladi. Quritilgan xromatografiya qog'ozini yod bug'lari bilan ishlov beriladi. Asosiy dog' standart namunadagi dog' bilan mos tushishi kerak. O'ziga xos bo'lган aralashmalarni (3% dan ortiq bo'lмаган holatda) yuqori samarali suyuqlik xromatografiya (ultrabinafsha detektori bilan) usulida 214nm da hamma piklarni yuzasini qiymati bitta xromatogrammada bo'ladi(asosiy ta'sir qiluvchi moddaning pikidan tashqari).

5.5.5. 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 standart eritmalar tayyorlab, spektrning yutilish eng ko'p bo'ladigan qismiga mos kelgan to'lqin uzunligida ularning optik zichligi aniqlanadi. Spektrning yutilish eng ko'p bo'lган qismini aniqlash uchun turli to'lqin uzunliklaridagi eritmaning nur yutishi o'rganilib, abssissa o'qiga nonometrlardagi to'lqin uzunligi yoki to'lqin soni (sm^{-1}), ordinata o'qiga esa eritmaning optik zichligi (D), optik zichlikning logarifmi ($\lg D$), molyar yutilish ko'rsatkichi (e) yoki molyar yutilish ko'rsatkichining logarifmi (ge) qo'yilib, grafik holidagi yutilish spektri olinadi. Moddaning eritmadagi yutilish spektri optik zichlik (D) yoki yutilish (A) ning to'lqin uzunligiga bog'liqligini ko'rsatadi.

Yutilish spektrida ma'lum to'lqin uzunligiga mos kelgan yutilish maksimumi (l_{max} ; D_{max}) yoki to'lqin soni (v_{max} ; E_{max}) aniqlanadi. Yutilish spektri har bir individual (ayrim) modda uchun o'ziga xos bo'lib, ular yordamida moddaning sifat tahlilini bajarish mumkin.

Konsentrsiyasi ma'lum bo'lgan standart eritmalarning optik zichliklarini yutilish maksimumiga mos keladigan to'lqin uzunligida aniqlash (l_{max}) asosida kalibrlangan 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:

$$E_{1sm}^{1\%} = \frac{D}{c \cdot v}.$$

Bunda D — eritmaning turli konsentratsiyalariga mos kelgan optik zichlik;

c — eritmaning foiz hisobidagi konsentratsiyasi;

v — 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:

$$E_{1sm(o^{\prime}rt)}^{1\%} = \frac{\sum_{1}^n E_{1sm}^{1\%}}{n}, \quad E_{1sm}^{1\%} = \frac{\varepsilon \cdot 10}{M \cdot m}.$$

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'limganligi 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 daqiqa davomida suv hammomida qizdirilib, sovitiladi va temir ammiakli achchiqtoshning 1% li 0,275 mol/l

sulfat kislotadgi eritmasidan 8 ml quyib, aralashtiriladi. 3 daqiqadan 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 achchiquoshning 0,275 mol/l sulfat kislotadagi 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:

$$X = \frac{D \cdot 0,0004 \cdot 50 \cdot TB}{D_0 \cdot a \cdot 10}$$

bunda:

D — tekshiriluvchi eritmaning optik zichligi;

D — standart namuna eritmasining optik zichligi;

0,004 — standart namuna eritmasidagi streptomitsin sulfat miqdori;

TB — ta'sir birligi.

Eritromitsin va glukozaning chinligi hamda miqdorini aniqlash

Eritromitsin 0,025 g

Glukoza 0,2 g

Chinligini aniqlash

Eritromitsin 0,02 g kukundan olib, uni 1 ml atseton va 1 ml konsentrangan 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'chov kolbasiga solinib, 10 ml 95% li etil spirti qo'shib chayqatiladi va suv bilan belgisigacha suyultiriladi. 2 ml eritmani 25 ml hajmli o'chov kolbasiga solinib 10 ml konsentrangan sulfat kislota qo'shib 5 daqiqa davomida suv hammomida qizdiriladi va tezda sovitilib, konsentrangan 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 konsentrangan sulfat kislotasi qo'shilgan aralashmadan foydalaniladi.

Bir vaqtning o'zida 2 ml 0,1% li eritromitsin standart eritmasi bilan yuqorida ko'rsatilgan reaksiya bajarilib, eritmaning optik zichligi aniqlanadi.

Eritromitsinning grammaldagi miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{D_1 \cdot 0,002 \cdot 100 \cdot P}{D_0 \cdot a \cdot 2},$$

bunda: P — kukunning o'rtacha og'irligi.

Glukoza. 0,1 g kukun (aniq tortma) 1 — 1,5 ml spirtda eritilib, 1 daqiqa davomida chayqatiladi. Eritma 2 ml gacha suyultirilib aralashtirilgach, filtrlanadi.

Filtratning nur sindirish ko'rsatkichi aniqlanib, glukozaning grammaldagi miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{(n - n_0) \cdot P \cdot 2 \cdot 1,11}{0,1 \cdot 0,00142 \cdot 100}$$

bunda: P — kukunning o'rtacha og'irligi;

0,00142 — suvsiz glukozaning refraktometrik omili;

1,11 — suvli glukozaga tuzatish koefitsiyenti.

Riboflavin va natriy xlorid eritmasining chinligi va miqdorini aniqlash

Riboflavin 0,002 g

Natriy xlorid eritmasi 0,9%—10 ml

Chinligini aniqlash.

Riboflavin. Eritma yashil-sariq rangda bo‘lib, UB-nurda yashil flyuortssensiya 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 grammgardagi 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 eritmasining chinligi va miqdorini aniqlash

1% li furagin eritmasi

Chinligini aniqlash. 0,5 ml eritmaga 0,5 ml natriy gidroksid eritmasidan qo‘shiladi. 5 daqiqadan 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, qalinligi 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 erilib, sovitlgach, 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.

Furatsillin natriy xlorid eritmasining chinligi va miqdorini aniqlash

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.

Natriv xlorid. 1) 3—5 tomchi eritmaga 2–3 tomchi suyultirilgan nitrat kislota va kumush nitrat eritmasidan qo'shilgunda ammiak eritmasida eriydigan oq suzmasimon cho'kmu hosil bo'ladi. 2) Eritma bilan ho'llangan grafit tayoqcha rangsiz ulangaga 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

daqiqadan so'ng rangli eritmaning optik zichligi 450 nm to'lqin 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).

Furatsilning 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°C da qizdirilib eritilgach, sovitilib belgisigacha suv bilan suyultiriladi. Standart eritmaning 1 ml i 0,0002 g furatsilin saqlaydi.

0,015% li levomitsetin eritmasining chinligi va miqdorini aniqlash

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 daqiqa davomida suv hammomida qizdiriladi. Sovitilib 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 (3-naftolning ishqoriy eritmasi qo'shilganda qizil rang hosil bo'ladi).

Miqdorini aniqlash. 5 ml eritmaga 1 ml konsentrangan xlorid kislota, 0,1 g rux kukuni solinib, 15 daqiqadan 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 daqiqadan so'ng 7 ml suv va 2 ml 1% li b-naftolning ishqoriy eritmasi qo'shilib, aralashtiriladi. 10 daqiqadan 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 (3-naftolning ishqoriy eritmasi).

Bir vaqtning o‘zida levomitsetinning 1,5 ml standart eritmadi (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% inyeksion 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 000–11, 0,05 ml li xlorid kislota eritmasi qo‘silib 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 aralash tirilgach, 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:

$$X = \frac{D \cdot 0,001}{D_0 \cdot 1} . k$$

bunda: 0,001—standart namuna eritmasidagi galantamin gidrobromidning miqdori.

1 ml eritmadi galantamin gidrobromidning miqdori 0,0009–0,0011 g oralig‘ida bo‘lishi lozim.

Sianokobalaminning inyekskm eritmasidagi miqdorini aniqlash (30, 100, 200, 500 mkg/ml)

Inyektion eritma suv bilan 1 ml da 0,02 mg sianokobalamin saqlaydigan miqdorda suyultirilib 361 nm to'lqin 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:

$$X = \frac{D \cdot 1000 \cdot V_1}{207 \cdot 100 \cdot V} = \frac{D \cdot 10 \cdot V_1}{207 \cdot V},$$

bunda 207 — sianokobalaminning 361 nm dagi solishtirma yutilish ko'rsatkichi — $E_{1\text{sm}}^{1\%}$;

V — suyultirish uchun olingan dori turining ml hajmi;

V_1 — eritmaning ml lardagi oxirgi hajmi.

Inyektion 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 ishlataladigan 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 daqiqadan so'ng eritmaning optik zichligi qalinligi 5 mm bo'lgan kyuvetada, ko'k nur tutqichda, 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 simaringa nisbatan hisoblangandagi milligrammlardagi miqdorini hisoblash quyidagi formula yordamida aniqlanadi:

$$X = \frac{D_1 \cdot a \cdot 0,0027}{D_0 \cdot 0,5},$$

bunda: a – etalon eritmadi natriy sulfitning milligrammlardagi miqdori, 0,027–1 mg suvsiz natriy sulfitga mos kelgan simarinning miqdori.

1 BTB (LED) 0,024 simaringa 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—glitsirinli 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 ml natriy gidroksid eritmasidan och qizil rang hosil bo‘Igunicha qo‘shiladi. 2 ml dori turini neytrallash uchun 0,1 m li natriy gidroksiddan qancha ketishini aniqlab, tozalangan dori turining qolgan qismi indikator qo‘shtasdan neytrallanadi.

3. Sulfit natriyning 1% li suvli—glitsirinli eritmasini tayyorlash

1 g natriy sulfit hajmi 100 ml bo‘lgan o‘lchov kolbasida 50 ml suvda eritilib, 25 ml glitsirin qo‘shiladi va belgisigacha suv bilan suyultiriladi. Eritmadagi natriy sulfitning 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 sulfit natriyning suvli—glitsirinli eritmasi qo‘sib chayqatiladi va yodning ortiqcha miqdori 0,1 m li natriy tiosulfat eritmasi bilan titrlanadi (indiktor — kraxmal).

Bir vaqtning o‘zida nazorat tajribasi o‘tkaziladi.

1 ml 0,1 m yod eritmasi 0,01262 g Na₂SO₃·7H₂O ga mos keladi. Natriy sulfitning eritmadi miqdori 1,00 dan 1,03% gacha bo‘lishi lozim. Bu 0,5–0,515% suvsiz natriy sulfitga mos keladi.

Tayyorlangan eritmaning yaroqlilik muddati –2 kun.

4. Natriy pikratning neytral eritmasini tayyorlash

1 g pikrin kislotasi 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 fenolftalein indikatori ishtirokida titrlanadi.

Eritma kislotali yoki ishqorli bo‘lgan taqdirda 0,1 m li xlorid kislotasi yoki 0,1 m li natriy gidroksid eritmasidan hisoblab qo‘shiladi.

0,18% li adrenalin gidrotartrat inyeksiyon eritmasining miqdorini aniqlash

5 ml inyeksiyon eritma 100 ml hajmli o‘lchov kolbasida suv bilan suyultirilib, uning 10 ml iga 0,2 ml temir–sirtrat reaktiv, 1 ml amino– sirka bufer aralashmasi qo‘shiladi va 10 daqiqadan so‘ng eritmaning optik zichligi qalinligi 1 sm bo‘lgan kyuvetada, 530 nm to‘lqin uzunligida (yashil svetofiltr) fotoelektrokolorimetrda yoki spektrofotometrda aniqlanadi. Solish-tiriluvchi eritma sifatida suv olinadi.

Bir vaqtning o‘zida standart namuna eritmasining ham yuqorida ko‘rsatilgan tartibda optik zichligi aniqlanadi.

1 ml eritmadi adrenalin 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-sirtrat 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:

$$X = \frac{D_1 \cdot C_0 \cdot 100}{D_0 \cdot C_1},$$

bunda: D – 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 eritmalarini tahlili

0,1 g (aniq tortma) 100 ml hajmli o'lchov kolbasida mutloq spirtda 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 preparatdagи gramm miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{D \cdot 100 \cdot V_1 \cdot d}{a \cdot V \cdot 1550 \cdot 100},$$

bunda: V — o'lchab olingen A eritmaning hajmi;

V_1 — suyultirilgan B eritmaning hajmi;

a — preparatning tortib olingen miqdori;

d — preparatning zichligi;

1550 — retinol atsetatning 326 nm dagi solishtirma yutilish ko'rsatkichi.

Retinol atsetatning 1 ml preparatdagи 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 holidagi sirkal kislotasi, 500 ml suv qo'shilib suv hammomida erigunicha 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:

$$X = \frac{D \cdot 10000}{a \cdot 850},$$

bunda: a — moddaning grammgardagi 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 daqiqa davomida aralashtirilib, tinitlgach, ehtiyyotlik bilan 100 ml sig'imli o'lchov kolbasiga filtrlanadi. Filtrdagи 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:

$$\bar{X} = \frac{D \cdot 0,003 \cdot v}{D_0 \cdot a},$$

bunda: a — moddaning grammardagi tortib olingan miqdori;
 0,003 — standart eritmadi sinestrolning gramm miqdori;
 v — tabletkaning grammardagi 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 spirtda eritilgach, belgisigacha spirt bilan suyultiriladi. Eritmaning 5 ml i 100 ml

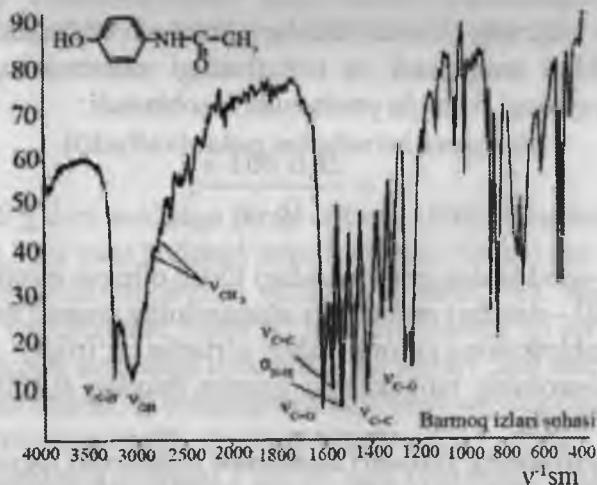
sig‘imli o‘lchov kolbasiga solinib, mutloq spirt bilan belgisigacha suyultiriladi.

Standart namuna eritmasining 1 ml idagi sinestrolning miqdori 0,00003 g ga teng.

5.6. IQ-SPEKTROFOTOMETRIK USUL

Farmatsevtik tahlilda elektromagnit nurlanish spektrining 4000–250⁻¹sm oraliq‘idagi infraqizil sohasidan keng foydalaniib, bu usul – infraqizil spektrometrik usul deb ataladi. Bu usul ilk bor Davlat farmakopeyasining X nashrida ftorotan hamda metitsillin va oksatsilinning natriyli tuzlarining 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.



21-rasm. Paratsetamolning kaliy bromid tabletkasida olingan infraqizil spektri.

IQ-spektrdagи u yoki bu funksional guruhga xos 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 chinligi, 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 yollarini 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-spektrdagи tavsifiy yutilish yo'li yuzasini solishtiriluvchi namuna spektrdagи tavsifiy yutilish yo'lining yuzasi bilan solishtirish orqali bu usulni miqdoriy tahlilda ham qo'llash mumkin. Lekin turli sabablarga ko'ra dori vositalarning 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:

$$A = \lg \frac{1}{T},$$

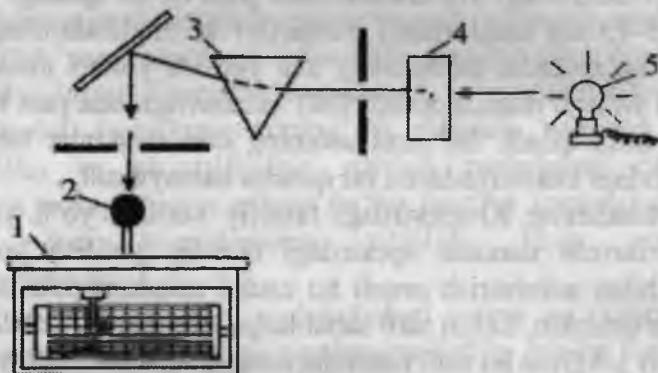
bunda: A – nurning yutilishi;

T – nuring o'tishi (propuskayemost).

Infraqizil spektr moddadan o'tgan nuring o'tish foizi bilan tebranish chastotasi (soni) orasidagi bog'liqlikni ifodalaydi. Tebranish chastotasi teskari santimetр 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 ishlataladigan spektrofotometrlar nurning ko'zga ko'rinaladigan va ultrabinafsha sohalardagi yutilishni qayd etadigan spektrofotometrlardan nur manbayi, qo'llanilgan optik jihozlar va detektor turi bilangina farqlanib, ular 4000 cm^{-1} – 678 cm^{-1} tebranish chastotasidagi spektrni bera oladi (22-rasm).



22-rasm. Infragizil spektrning tuzilishi:

1—yozuvchi qurılma; 2—detektor; 3—natriy xloriddan iborat prizma; 4—tekshiruvchimodda; 5—infraqizil nur manbayı.

To'lqin uzunligi shkalasini kalibrlash polistirol plyonkasi spektrini 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, tabletka 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 "Spektrolyum" dasturiga ko'ra IBM turidagi maxsus kompyuterlarda bajarilmoqda.

Uskuna to'g'ri ishlashi uchun tebranmaydigan mustahkam vuzaga 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 chinligining 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. Kalibrlangan to'lqin uzunligi shkalasidagi farq polistirol plyonkasi standart spektri bilan solishtirilib topiladi.

Solishtirish uchun standart namuna yoki spektrlar atlasi

bo‘limgan holda MTX da dori moddasining IQ-spektri va modda spektrini olish shartlari keltiriladi.

Ba’zi bir funksional guruhlarning IQ-spektrdagagi yutilish yo‘llari chastotasi

Guruh	Chastota, sm^{-1} (intensivlik)
O—H	3650–3200 (almabhinuvchi)
N—H	3500–2900 (o‘rtacha)
C—H	3100–2700 (kuchli—o‘rtacha)
S—H	2550 atrofi (o‘rtacha kuchsiz)
C—C	1600–1400 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‘lqin 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-spektrdagagi to‘lqin 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 nuring 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.

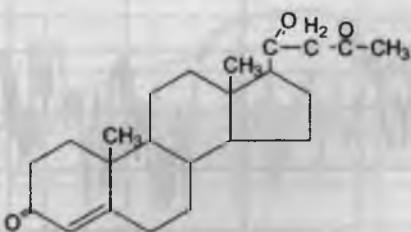
Polistirolning ma'lum to'lqin uzunligidagi yutilish yo'li uning nazariy qiymati holatidan siljigan bo'lsa, bu tekshiriluvchi modda IQ-spektrini o'rghanishda e'tiborga olinadi.

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.

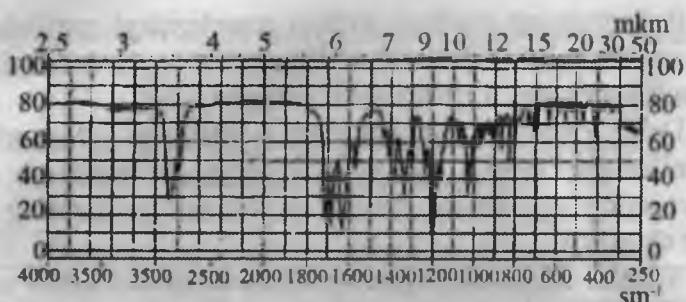
Vazelin moyi to'yangan uglevodorodlardan tarkib topgan. Spektrda C—H valent tebranishining: 2950, 2920 va 2850 sm^{-1} , hamda C—H deformatsion tebranishining: 1460, 1375 sm^{-1} , 722 sm^{-1} da kuchsiz yutilish yo'li qayd etiladi:

Dezoksikortikosteron atsetat (DOKSA) IQ-spektrini o'rghanish

Dezoksikortikosteronning vazelin moyi bilan pasta holidagi IQ— spektri olinib, DOKSAni rasmida berilgan spektri bilan solishtiriladi.

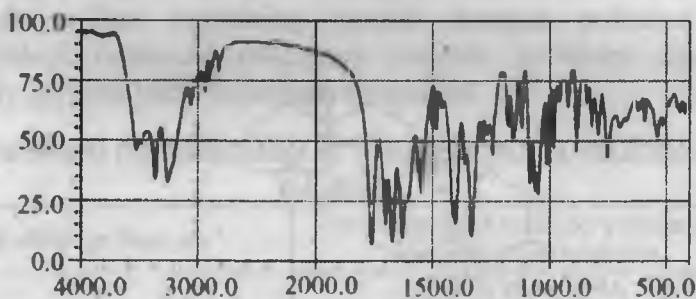
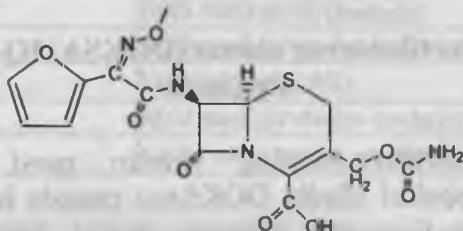


1605 sm^{-1} da steroid halqaning 4-holatidagi $-S=S-$ guruh valent tebranishlaridan hosil bo'lgan o'rtacha intensivlikdagi yutilish yo'li, 1656 sm^{-1} da uchinchi holatdagi karbonil guruhi, 1684 sm^{-1} da 20 holatdagi karbonil guruhi, 1733 sm^{-1} da atsetil guruhidagi karbonil, 1231 sm^{-1} oddiy efirlarga xos bo'lgan yutilish yo'li kuzatilib, dezoksikortikosteronning 21-uglerod atomidagi gidroksil guruhiga xos bo'lgan 3480 sm^{-1} dagi yutilish yo'li kuzatilmaydi.

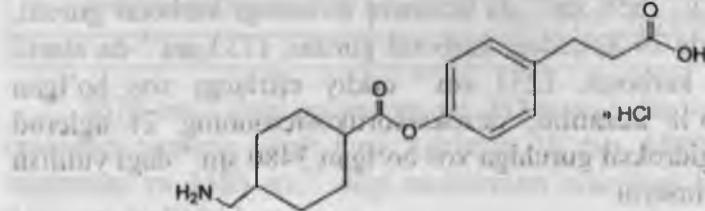


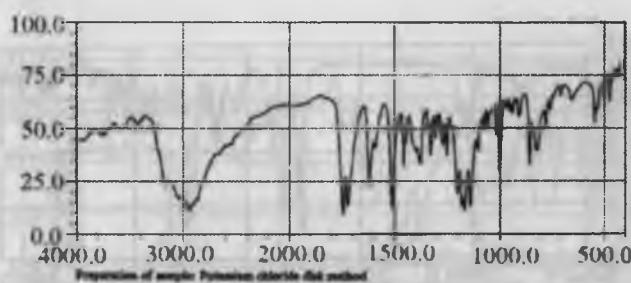
23-rasm. Dezoksikortikosteron atsetatning IQ-spektri.

Cefuroxime Sodium

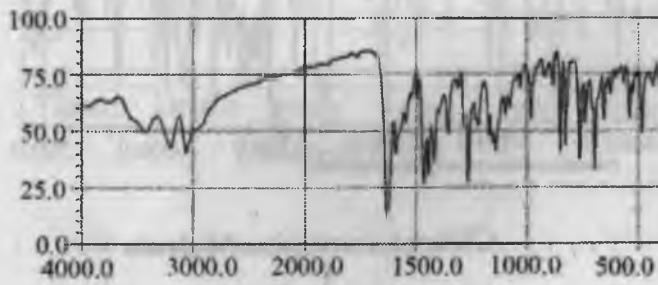
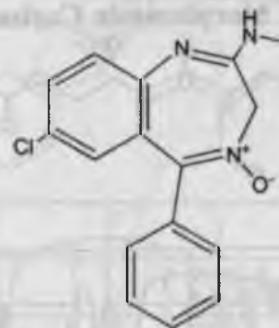


Cetraxate Hydrochloride

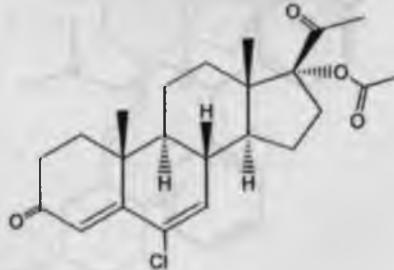


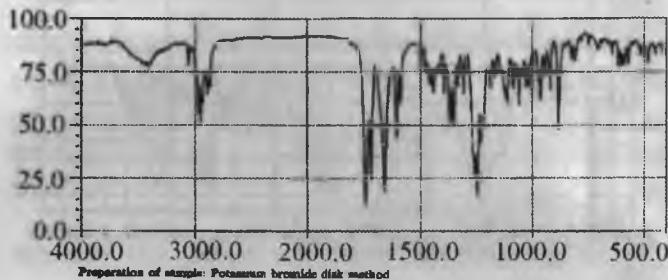


Clordiazepoxide

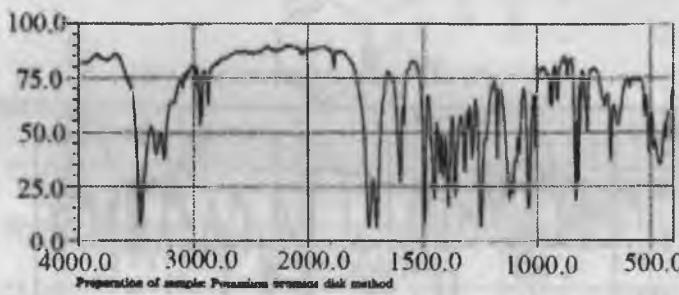
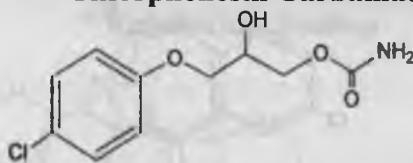


Chlormadinone Acetate

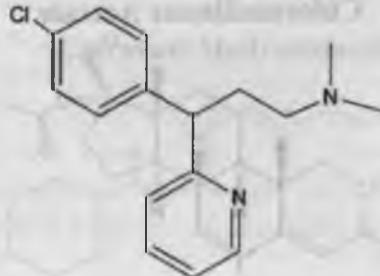


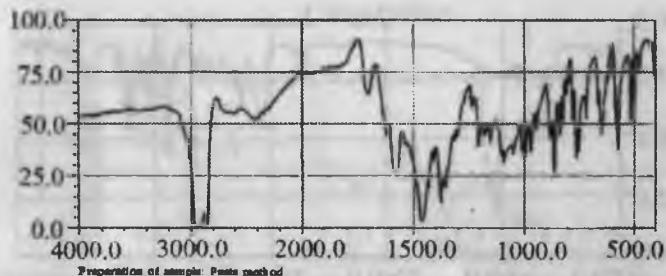


Chlorphenesin Carbamate

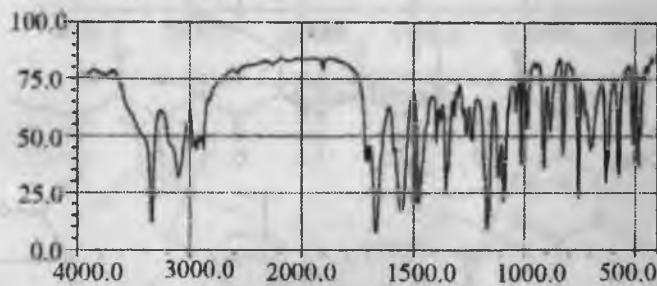
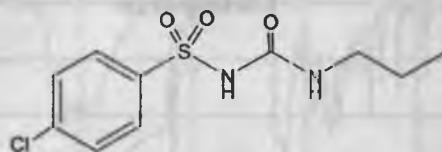


Chlorpheniramine Maleate

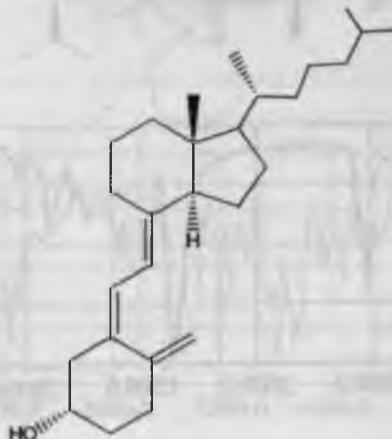


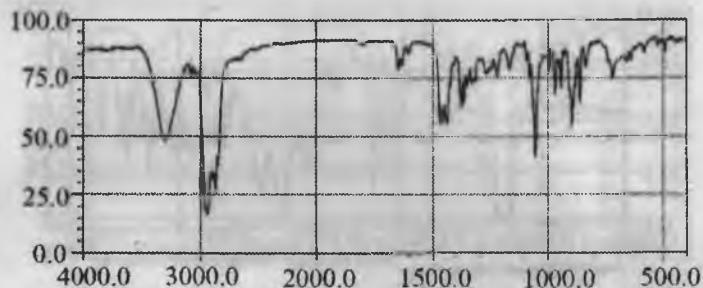


Chlorpropamide

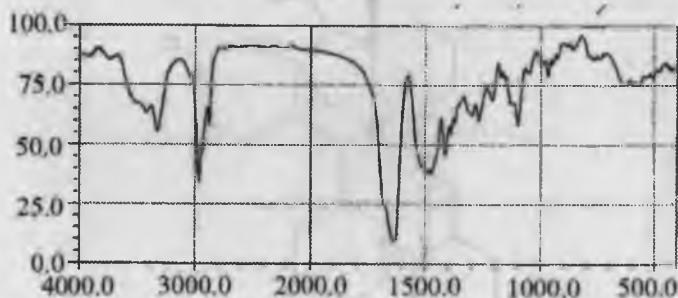
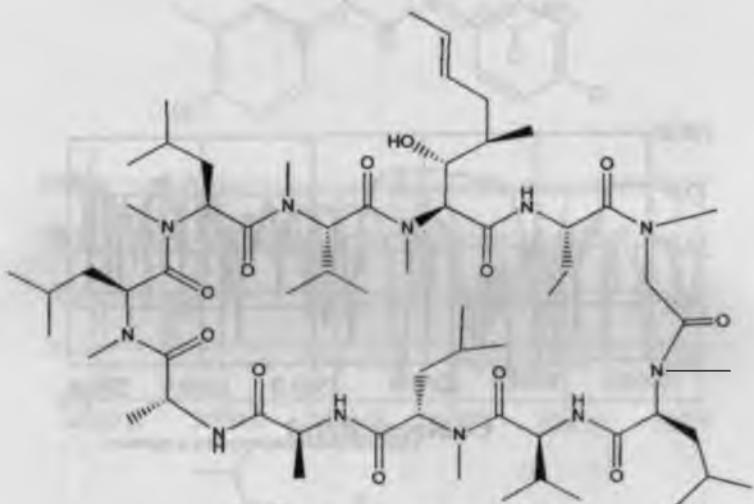


Cholecalciferol

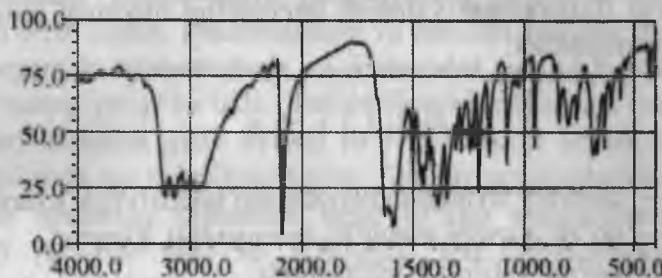
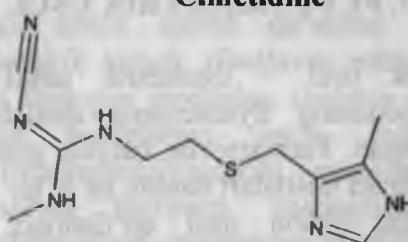




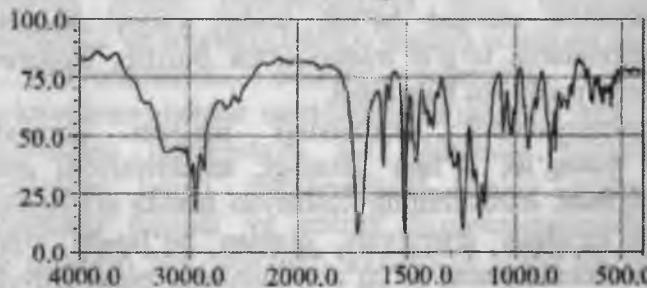
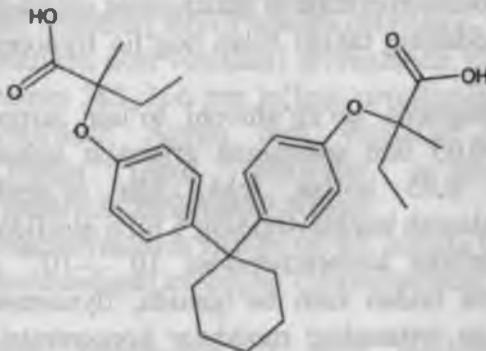
Ciclosporin



Cimetidine



Clinofibrate



5.7. FLYUORIMETRIK USUL

Flyuorimetrik usul – fotometrik tahlil usuli bo'lib, tekshiriluvchi moddaning flyuoressensiyalanish intensivligini aniqlashga asoslangan. Farmatsevtik tahlilda glutamin kislotasi, akrinidin, ftalazol, flazin hosilalari hamda ba'zi bir antibiotiklar va vitaminlar tahlilida ushbu usul qo'llaniladi. Suyultirilgan eritmalarни flyuoressensiyalanish intensivligi quyidagi tenglama bo'yicha aniqlanadi:

$$F = j_0 2,3 \varepsilon c b \varphi$$

bunda:

F — umumiy flyuoressensiyalanish intensivligi, kvant/s;

j_0 — qo'zg'atuvchi yorug'lik intensivligi, kvant/s;

ε — molar yutilish koeffitsiyenti;

c — eritmaning konsentratsiyasi, mol/l;

b — flyuoressensiyalanish qatlaming qalinligi, sm;

φ — moddaning tabiatи bilan bog'liq flyuoressensiyaning kvant chiqishi.

Ushbu tenglama qo'zg'atuvchi to'lqin uzunligida optik zichligi $D = 0,05$ dan oshmagan eritmalar uchun ishlaliladi (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 muddalar konsentratsiyasi orasida to'g'ri mutanosiblik mavjud bo'lib, undan yuqori konsentratsiyadagi eritmalarда to'g'ri mutanosiblik buzilib, flyuoressensiyalanishning pasayishi kuzatiladi.

Flyuoressensiyalanish intensivligi ma'lum darajada qo'zg'atuvchi yorug'lik to'lqin uzunligi, tekshiriluvchi eritmaning pH-qiymati, erituvchining xususiyati hamda eritmaning tarkibidagi qo'zg'algan energiyani qisman bo'lsa-da yutib oluvchi yoki molekulalarning qo'zg'aluvchanligini pasaytiruvchi

yot qo'shilmalarga (to'siqli ta'sir) bog'liq bo'ladi. Masalan, xinin eritmasiga natriy xlorid qo'shilsa uning flyuores-sensiyalanishi pasayib ketadi, riboflavin eritmasiga fenol yoki gidroksil guruhi saqlagan moddalar, tioxrom eritmasiga xlorid kislotasi, pterin hosilalariga natriy gidroksid eritmasi qo'shilganida flyuoressensiyalanishi pasayib ketadi. Flyu-oresensiya usulida haroratni boshqarish va flyuores-sensiyalanish intensivligini pasaytiruvchi omillarni yo'qotishi muhim o'rinn tutadi. Tekshiriluvchi va standart namuna bir vaqtida aniqlanganida termostatlash va kislorodni yo'qotish zaruriyatini o'z-o'zidan yo'q bo'ladi. Tekshiriluvchi namunani nurlanish manbayi ta'sirida qizib ketishi ro'y bermasligi uchun o'lhash 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'limgan 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 birikmali olinadi.

Flyuoressensiyalanish spektri tavsifi hamda nurlanish rangi flyuoressensiyalanadigan moddalar (fluoroxromlar) uchun o'ziga xos 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 biriktirilgan fotoelementga tushadi (21-rasm).

Miqdoriy tahlilni o'tkazish uchun solishtiriluvchi eritma sifatida ma'lum konsentratsiyadagi flyuoressensiyalovchi moddaning standart namunasini eritmasi ishlataladi. Hisoblash quyidagi formula bo'yicha amalga oshiriladi:

$$X = \frac{(n_1 - n_2)c}{n - n_2},$$

bunda: X – eritmadiagi moddaning miqdori;

$n_1 - n_2$ – tekshiriluvchi eritma va nazorat tajribasi uchun bo'lgan to'g'rakash qiymati hisobga olingandan keyin qolgan spektroflyuorimetrdagi ko'rsatkich;

$n - n_2$ – standart namuna eritmasining nazorat tajribasi uchun bo'lgan to'g'rakash qiymati chiqarib tashlangandan keyingi spektorflyuorimetrdagi ko'rsatkich;

c – standart namuna eritmasining konsentratsiyasi, belgilangan o'lchov birligida.

Hisoblash kalibrlangan grafik yoki standart eritma shkalalari yordamida bajariladi.

Odatda, flyuoressensiyalanish intensivligi moddaning konsentratsivasiga juda tor oraliqda mutanosib bo'lib, ularning nisbati:

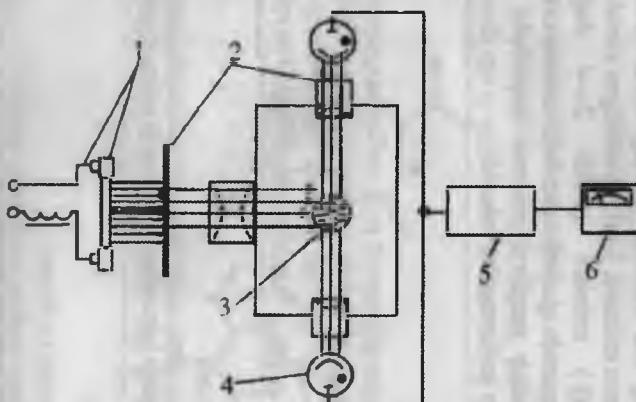
$$\left| \frac{j_x - j_0}{j_c - j_0} \right|$$

bilan ifodalanadi. (j_x, j_0, j_c – tekshiriluvchi eritma, erituvchi va standart namuna eritmasining flyuoressensiyalanishi intensivligi) ning qiymati 0,40 dan kam va 2,50 dan ko'p bo'imasligi kerak:

$$\frac{(n_1 - n_2)}{n - n_2}.$$

Flyuorimetrik usulining nisbiy xatoligi 2–5% oralig‘ida 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.



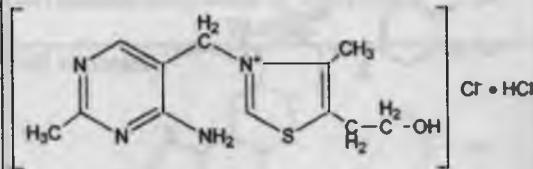
24-rasm. Spektroflyuorimetrning tuzilish chizmasi.

1—simob kvars yoritgich; 2—nurtutkich: 3—tekshiriluvchi eritma solingan kyuveta; 4—fotoelementlar; 5—kuchaytirgich; 6 —galvanometr.

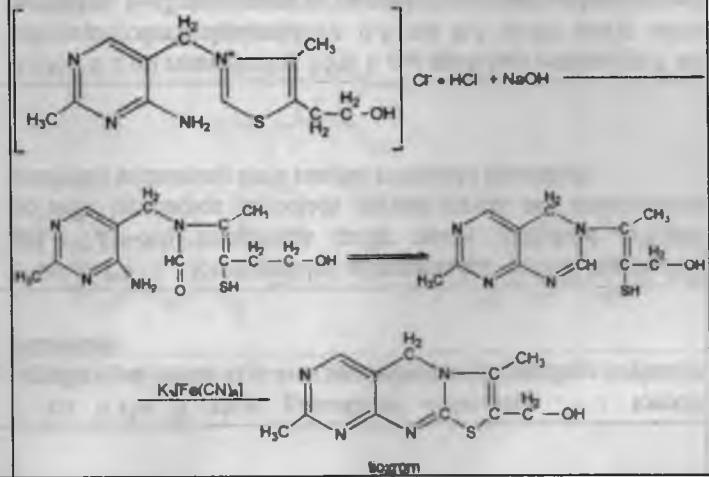
**Ba'zi bir dori moddalarni ultrabinafsha nur ta'sirida flyuoressensiyalanishi bo'yicha
tahlil qilish**

No	Dori moddasining nomi va kimyoviy Tuzilishi	Reaksiyani bajarish uslubi
1.	Foli kislotasi	<p>10 mg foli kislotasi 10 mg suvda eritilib, 1 tomchi natriy karbonat eritmasi, 1 ml suyultirilgan xlorid kislota va 1 ml 1% li KMnO₄) eritmasi qo'shib 2—4 daqiqa davomida suv hammomida qizdirib sovitiladi va eritma rangsizlanguniga qadar tomchilab pergidrol eritmasi tomiziladi. Eritma ultrabinafsha nurida ko'k rangda tovlanadi:</p>
2.	Etkridin laktat	<p>Etkridin laktatning 1% li suvli eritmasi yashil rangda tovlanadi.</p>
3.	Natriy paraaminosalitsilat	<p>1—2 mg natriy paraaminosalitsilat chimi i'dishga solinib, 1—2 ml konsentrangan sulfat kislotasi qo'shilganda eritmaning ko'kbinafsha rangda tovlanishi kuzatilib, 5 ml suv qo'shilganda tovlanishi yo'qoladi.</p>
4.	Xinin gidroxlorid (digidroxlorid yoki sulfat)	<p>5 ml 0,1% li xinin gidroxlorid eritmasiga 2—3 tomchi suyultirilgan sulfat kislotasi tomizilsa yashil rangdagi tovlanish kuzatiladi.</p>
5.	Xlortetratsiklin gidroxlorid	<p>5 ml 0,5% li xlortetratsiklin gidroxloridga eritmaning muhit pH =7,0—9,0 bo'lgimiga qadar natriy gidroksid eritmasi qo'shib, bir daqiqa davomida qaynab turgan suv hammomida qizdirilsa eritmaning ko'k rangda tovlanishi kuzatiladi.</p>
6.	Rezerpin	<p>0,05% li 2 ml rezerpinning 95% li etil spirtidagi eritmasiga 1 ml 0,5 mol/l xlorid kislotasi va 0,5 ml 0,1 mol/l natriy nitrit qo'shilsa, 1—2 daqiqadan so'ng yashil rangdagi tovlanish hosil bo'ladi.</p>

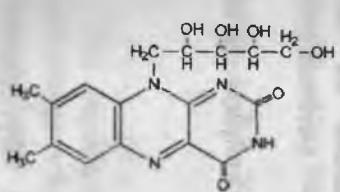
7. Tiamin xlorid (bromid)



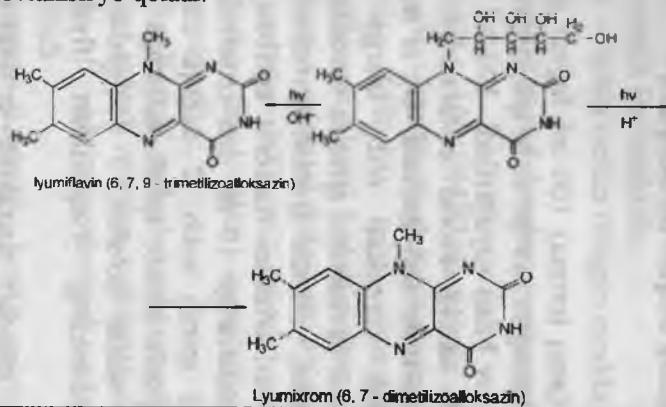
0,5 ml 0.2% li tiamin xlorid eritmasiga 2 ml kaliy ferrosianid eritmasi. 1 ml natriy hidroksid eritmasi va 5 ml izoamil spirti qo'shib chayqatilsa, izoamil spirti qatlami ultrabinafsha urda ko'k bo'lib tovlanadi. Flyuressensiya eritmaga kislota eritmasi qo'shilganda yo'qolib, ishqor eritmasi solinsa, yana hosil bo'ladi.



8. Riboflavin



Riboflavinning 0.001% li suvli eritmasi ultrabinafsha urda to'q yashil rangda tovlanib, eritmaga kislota yoki ishqor qo'shilsa tovlanish yo'qoladi:



Tiamin xlориднинг миқдорини аниqlаш

Aniqlash tartibi:

0,012 tiamin xlорид (аниқ тортма) 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 xlорид 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 izoaamil spiriti (butil spiriti yoki izobutil spiriti) solib, 2 daqiqa chayqatib tindiriladi. Suvli qatlam ajratib olinib, spirtli qatlamga 5—7 g qizdirib quritilgan natriy sulfat qo'shib, 5 daqiqadan so'ng eritmalar ajratish voronkasining yuqorisidan flyuorimetr kyuvetasiga quyib olinadi.

1 ml tiamin xlорид standart namunasi eritmasini ham yuqorida ko'rsatilgan tartibda ishlab olingach, standart namuna eritmasi va unga nazorat tajribasidan olingen spirtli eritmalarining flyuoressensiyalanishi va tekshiruvchi eritmalar va ularga nazorat tajribasidan olingen spirtli eritmalarining flyuoressensiyalanishi o'lchanadi.

Tiamin xlориднинг дори моддасидаги foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{(A - A_1) \cdot 100}{(A_2 - A_3) \cdot a},$$

bunda:

A — tekshiriluvchi eritma uchun flyuorimetning ko'rsatkichi;

A_2 — standart namuna eritmasi uchun flyuorimetning ko'rsatkichi;

A₃ — standart namuna uchun nazorat tajribasining flyuorimetrik ko'rsatkichi;

a — tahlil uchun olingan modda (aniq tortma), g.

Tiamin xlорид standart namunasi eritmasini tayyorlash

0,01 g 100–105°C haroratda 2 soat davomida quritilgan tiamin xlориднинг standart namunasi 100 ml hajmli o'lчov kolbasida, 25% li spirt eritmasida erilib, 10 tomchi konsentrlangan xlорид kislota eritmasidan qo'shib, belgisigacha 25% li spirt eritmasi bilan suyultiriladi (asosiy eritma). 1 ml asosiy eritma 100 ml hajmli o'lчov kolbasiga solinib, belgisigacha suv bilan suyultiriladi. Eritma tayyorlangan kunigina yaroqli.

Oksidlovchi aralashmani tayyorlash uchun 10 mg qizil qon tuzi 25 ml hajmli o'lчov kolbasiga solinib, 1 ml suvda eritiladi va 15% li nitriy gidroksid eritmasi bilan belgisigacha suyultiriladi.

Izoamil (izobutil, butil) spirti dastlab flyuoressensiylanmasligiga tekshirib ko'riladi. Spinning flyuoressensiylanishi kuzatilgan taqdirda 11 spirtga 15—20 g faollishtirilgan ko'mir qo'shib 30 daqiqa davomida chayqatib, bir kecha-kunduzga qoldirilib, so'ng haydab olinadi.

5.8. YADRO-MAGNIT REZONANSI SPEKTROSKOPIYASI (YMR, PMR, ¹³C-YMR)

Nur modda eritmasi tomonidan yutilganda molekula turli o'zgarishlarga uchrashi mumkin. Bu o'zgarishlarning xususiyati nuring tabiatiga va moddaning kimyoviy tuzilishiga bog'liq. Ultrabinafsha va ko'zga ko'rindigan 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 yadrodagи protonlar soni toq bo'lsa, harakatlanganda 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 muddani 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 (pereoriyentatsiya). 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 (stabillashtiruvchi) tizimli magnit.
2. Tahlil qilinuvchi namunani radiochastotali nurlantiruvchi elektromagnit generatsiya qurilmasi
3. Spektmi qayd qiluvchi qurilma

Moddaning YMR-spektrini olish uchun tekshiriluvchi modda (25–30 mg) deyteriylangan erituvchi (CDCl_3 , D_2O ,

CD_3SOOD)da erilib, 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 multi pletliligi.
3. Spin-spin ta'sirlashuv doimiysi (konstantasi) J.
4. Rezonans signalining yuzasi (maydoni).

Kimyoviy siljish (δ -delta) yoki (τ -tau) spektrdagи signalning o'nini 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.

$$\delta = \frac{H - H_c}{H_0} \cdot 10^6 = \frac{\nu - \nu_c}{\nu_0} \cdot 10^6$$

bunda:

H — rezonans kuzatiladigan maydon kuchlanganligi;

H_c — 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.

Spektrometring 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— $(\text{CH}_3)_4\text{Si}$.

U quyidagi afzalliklarga ega:

1. Undagi 12 proton ham bir xil qurshlab 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 multipletliligi (bo'linganligi) signalning kvant spin soni birga teng bo'lган qo'shni yadro ta'siri ostida parchalanishidir:

$$M = n + 1$$

n — qo'shni funksional guruhdagi protonlar soni

Quyi tartibli spektrlarda multiplet signallar kimyoviy siljishidagi farq (gerslar bilan o'lchanganda) spin-spin ta'sirlashuv doimiyidan katta bo'ladi:

$$\Delta\delta v J > 10$$

$\Delta\delta$ — kimyoviy siljishlardagi farq million ulushlarda;

v — spektrometrning ish chastotasi, MHz;

J — spin-spin ta'sirlashuv konstantasi, cho'qqilar orasidagi gerslar bilan o'lchangandan masofa.

Qo'shni guruh yadrolarining magnit xossasi noekvivalent bo'lsa, signalning ajralganligi $M = 2^n$ formula bo'yicha aniqlanadi.

Signal cho'qqilarini soni bitta bo'lsa — singlet, ikkita bo'lsa

— duplet, uchta bo'lsa — triplet, to'rtta bo'lsa — kvadruplet va beshta bo'lsa — kvintet deyiladi.

J — noldan 16 gers oralig'ida bo'ladi.



**rezonans signallari kimyoviy siljishlari o'rni
(δ -shkala)**

$-\text{CH}_3$	δ m.u.	$\text{H}_2\text{C}-$	δ m.u.	CH_2-	δ m.u.
$-\overset{\text{H}_2}{\text{C}}-\text{CH}_3$	0,9	$\text{H}_2\text{C}-\text{CH}_2$	1,3	$-\overset{\text{H}}{\underset{\text{C}}{\text{C}}}-\text{H}_2-$	1,5
$=\overset{\text{H}_2}{\text{C}}-\text{CH}_3$	1,7	$=\overset{\text{H}_2}{\text{C}}-\text{C}-$	1,9	$=\overset{\text{H}}{\underset{\text{C}}{\text{C}}}-$	2,1
$\text{C}_6\text{H}_5-\text{CH}_3$	2,1	$\text{C}_6\text{H}_5-\text{CH}_2$	2,6	$\text{C}_6\text{H}_5-\overset{\text{H}}{\underset{\text{C}}{\text{C}}}$	2,9
$\text{O}-\overset{\text{O}}{\text{C}}-\text{CH}_2$	2,1	$\text{O}-\overset{\text{O}}{\text{C}}-\text{CH}_2$	4,2	$\text{O}=\overset{\text{H}}{\underset{\text{C}}{\text{C}}}-$	3,7
$\text{O}-\text{CH}_3$	3,3	$\text{H}_2\text{C}-\text{COO}^-$	2,2	$\text{OOC}-\overset{\text{H}}{\underset{\text{C}}{\text{C}}}-$	4,3
$\text{H}_3\text{C}-\text{COOH}$	2,3	$-\overset{\text{H}_2}{\text{C}}-\overset{\text{H}}{\text{N}}-$	2,5	$\text{>} \overset{\text{H}}{\underset{\text{C}}{\text{C}}}-$ -COOH	2,4
$\text{S}-\text{CH}_3$	3,1			$\text{S}-\overset{\text{H}}{\underset{\text{C}}{\text{C}}}-$	3,5
$\text{N}-\text{CH}_3$	2,2			$\text{>} \overset{\text{H}}{\underset{\text{C}}{\text{N}}}-$	2,9

$R-\underset{H}{C}=\text{CH}_2$	4,6 - 5,5
$R-\text{NH}_2$	1,0 - 5,0
$\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$	4,0 - 12,0
$R-\overset{\text{O}}{\underset{\text{C}-\text{OH}}{\text{C}}}$	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:

$$A = \frac{100 \cdot S_i / n_i}{\sum (S_i / n_i)} \quad B = \frac{100 \cdot S_i M_i / n_i}{\sum (S_i / n_i)}$$

bunda:

A — moddaning nisbiy mollardagi foiz miqdori;

B — moddaning nisbiy og'irlilikdagi foiz miqdori;

S_i — rezonans signalning spektrdagji 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'shib, YMR-spektri olinadi.

Aniqlanuvchi moddaning mutloq og'irlilikdagi foiz miqdori quyidagi hisoblash formulasi orqali hisoblanadi :

$$B = \frac{S_a \cdot M_a \cdot n_s \cdot m_s}{S_s \cdot M_s \cdot n_a \cdot m_a} \cdot 100$$

bunda:

S_0 — tahlil qilinayotgan modda rezonans signallarining yuzasi;

S_{st} — standart namuna rezonans signallarining yuzasi;

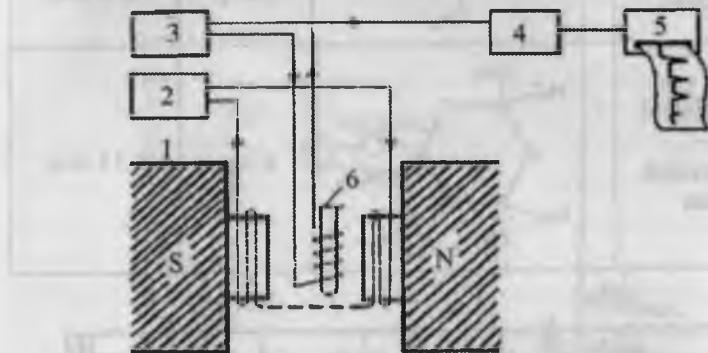
M_a — tahlil qilinayotgan modda mol massasi;

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.



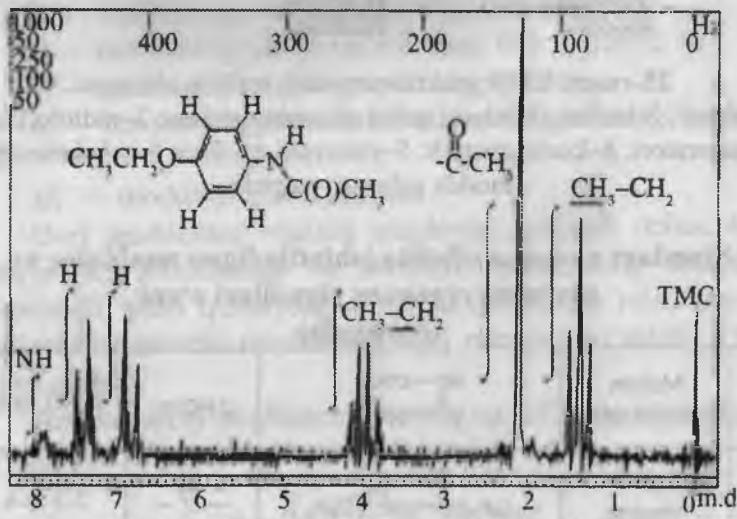
25-rasm. YMR spektrometrining tuzilish chizmasi.

1—magnit; 2—radioto'lqinlarni qabul qiluvchi qurilma; 3—radioto'lqinlar generatori; 4—kuchaytirgich; 5—yozuvchi qurilma; 6—tekshiruvchi modda solingan ampula.

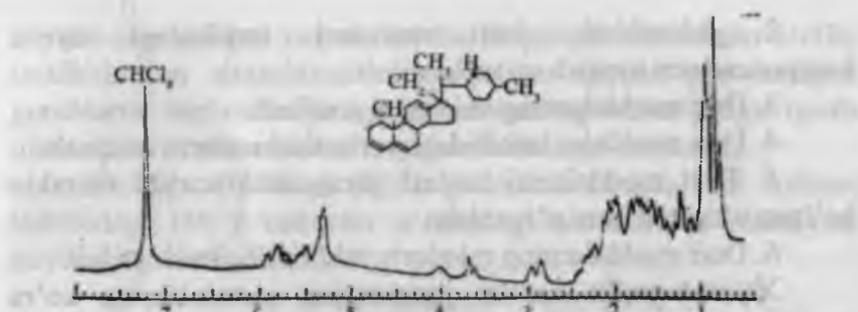
Standart namuna sifatida ishlataladigan moddalar va ularning rezonans signallari o'rni (δ -shkala)

1.	Malein kislotasi	$\begin{array}{c} \text{HC}-\text{COOH} \\ \parallel \\ \text{HC}-\text{COOH} \end{array}$	$2 \text{ HC} =$	6,60 m.u.
2.	Benzil benzoat	$\text{C}_6\text{H}_5-\overset{\text{O}}{\underset{\text{H}_2}{\text{C}}}=\text{O}-\text{C}-\text{C}_6\text{H}_5$	$-\overset{\text{H}_2}{\text{C}}-$	5,3 m.u.

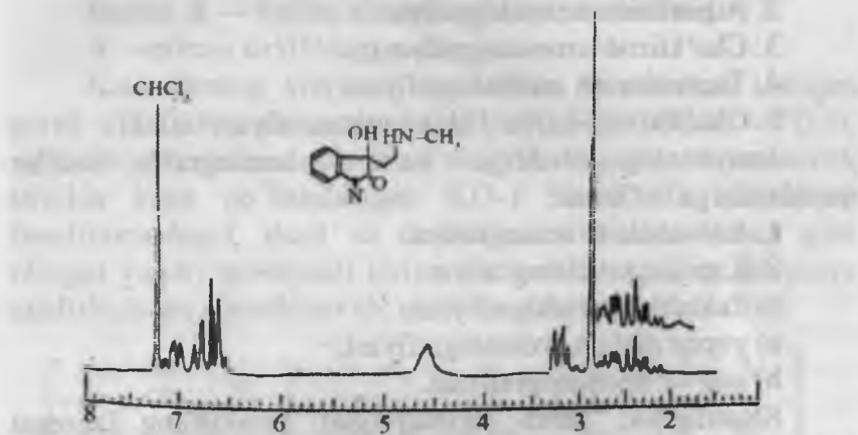
3.	Malon kislotasi		CH ₂	3,3 m.u.
4.	Suksinimid		2-H ₂ -C-	2,77 m.u.
5.	Atsetanilid		-CH ₃	2,12 m.u.
6.	Tret - butanol		3CH ₃	1,30 m.u.
7.	Geksametil siklotrisilosan		6-CH ₃	0,15 m.u.



26-rasm. Fenacetinning PMR – spektri.



27-rasm. Veralomidenning YaMR spektri



28-rasm. Donaksaridininning YaMR spektr

5.9. XROMATOGRAFIK USULLAR

Xromatografik usullar tahlil qilinayotgan moddaning qo‘zg‘almas va qo‘zg‘aluvchan fazalar orasida tarqalishiga asoslangan. Bu usullar yordamida murakkab aralashmalar tarkibidagi ayrim moddalami 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 qilinayotgan moddaning agregat holatiga qarab, gaz, gaz–suyuqlik, suyuqlik, yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi usullari mavjud.

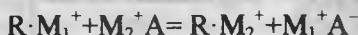
Xromatografik usullarni tasniflashning boshqa turlari ham bor (sorbentning mahkamlangan va mahkamlanmagan qatlamida boradigan xromatografiya, yuqoriga yo‘nalgan yoki pastga yo‘nalgan, qo‘zg‘aluvchan qatlam xromatografiyasi va boshqalar).

5.9.1. Ion almashinish xromatografiyasi

Ion almashinish xromatografiyasi tahlil qilinayotgan eritma ionlari va sorbentning ionogen guruhlari o‘rtasidagi o‘zaro qaytar ion almashinish jarayoniga asoslangan. Ionitlar suvda

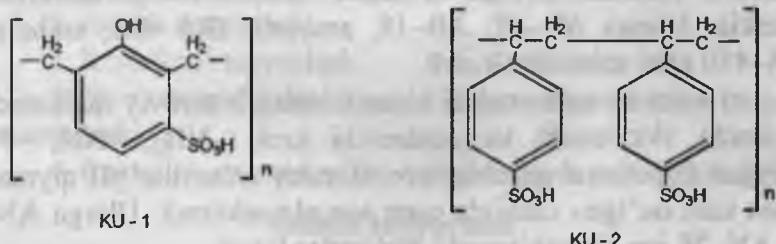
deyarli erimaydigan yuqori molekulali polimer birikmalar bo'lib, tarkibida ion almashinish xususiyatiga ega bo'lgan ionogen guruhlarni saqlaydi. Ionogen guruhlarning xususiyatiga qarab ular kation va anion almashuvchi sorbentlarga bo'linadi.

Eritma tarkibidagi (M_2^+) va kation almashuvchi sorbent tarkibidagi (M_1^+) kationlar o'rtaqidagi almashinish reaksiyasi quyidagicha bo'ladi:



Bunda: R — kation almashuvchi sorbent anioni;
A — eritma tarkibidagi anion.

Kationlarning kimyoviy tuzilishida harakatchan ionogen guruh sifatida kislota xarakteridagi SO_3H ; $-\text{COOH}$; $-\text{PO}_3\text{H}$, va boshqa funksional guruhlari mavjud. Masalan, farmatsevtik tahlilda keng qo'llaniladigan KU-1 va KU-2 kationitlari fenolformaldegid, stirol va divinilbenzol asosida sintez qilib olingan yuqori molekulali birikmalar bo'lib, ularning kimyoviy tuzilishida ion almashinuvchi sulfo-($-\text{SO}_3\text{H}$) guruh bo'ladi



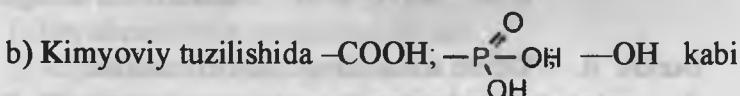
Kationitlardagi funksional guruhda vodorod ionlari yoki vodorod ioniga almashinuvchi kationlar odatda harakatchan bo'ladi.

Anionitlar o'z molekula tuzilishida $-\text{NH}_2$; $=\text{NH}$; $=\text{N}$; to'rtlamchi azot va piridin kabi asos xossaga ega faol ionogen guruhlarni saqlashlari bilan farqlanadi.

Ionitlarning naqadar kuchli kislota yoki asos xossaga ega bo'lishi ulardagi ionogen guruhlarining dissotsiatsiyalanish

darajasiga bog'liq va bu xossalarga ko'ra ularni quyidagi guruhlarga bo'lish mumkin:

a) Kuchli kislota xossalni kationitlar. Bu guruhgaga 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 turdag'i kationitlarga KU-1, KU-2, SDV, DAUEKS-5 kationitlari kiradi.



kuchsiz dissotsiatsiyalanuvchi funksional guruhlar saqlagan kationitlar, kuchsiz kislota xossalni 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 xossalni anionitlar. Ular kimyoviy tuzilishlarida to'rtlamchi azot yoki piridin saqlaydi. Ushbu anionitlar kislotali, neytral va asosli muhitda ion almashtirishi mumkin. Ularga AB-17, AB-18, amberlit IRA-400, amberlit IRA-410 kabi anionitlar kiradi.

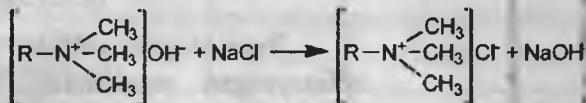
e) Kuchsiz asos xossalni anionitlarning kimyoviy tuzilishida birlamchi, ikkilamchi va uchlamchi azot ($-\text{NH}_2$, $=\text{NH}$, $=\text{N}$) saqlagan funksional guruhlar bor. Bunday anionitlar pH qiymati 7 dan kam bo'lgan muhitda oson ion almashtiradi. Ularga AN-23, AN-2F ion almashinuvchi sorbentlar kiradi.

Farmatsevtik tahlilda hozirgi vaqtida 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 ishlataladi. Kationitlar, bilan tekshirilayotgan modda o'rta sidagi 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, metall kationlarini saqlovchi ionitlar, tuz shaklidagi, OH^- ionini almashuvchi iontlarga esa — OH shaklidagi anionitlar kiradi. Shuningdek, xlorid, karbonat va boshqa ko'rinishdagi anion almashuvchi ionitlar ham ishlatiladi.

Miqdoriy tahlil olib borilayotganda ion almashinish xromatografiyası 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 0,2–0,5 mm) stakanga joylashtirilib, 2 – 3 marta tozalangan suv bilan yuviladi, suyultirilgan xlorid kislota eritmasidan quyib, vaqtı-vaqtı 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 natriyining 2 % li eritmasidan solib, 2– 4 soatga qoldiriladi. Ishqor bilan ishslash vaqtida havodagi karbonat angidridini yutib olmasligi uchun

ajratish voronkasidan foydalaniadi. Keyinchalik ionitlar kislota yoki ishqor eritmalaridan ajratilib, yana 1–2 marta suv bilan yuvilib kolonkaga joylashtiriladi va yana neytral reaksiyagacha suv bilan yuviladi.



29-rasm.

Xromatografiyash lash kolonkasi

Bunda kolonkadan oqayotgan suyuqlikning tezligi daqiqasiga 20—25 tomchi bo'lishi kerak. Oqayotgan suyuqlik tagi yassi kolbaga yig'iladi, kolonka neytral muhitgacha suv bilan yuvilib, suyuqliklar birlashtiriladi.

Olingen suyuqlik tarkibidagi aniqlanayotgan modda miqdori ishqor yoki kislota eritmalarini 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 eritmalarini bilan so'ng suv bilan neytral muhitgacha yuviladi.

Kolonkani tayyorlash

Xromatografiyash 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 quyladi.

Bunda kolonkadan oqayotgan suyuqlikning tezligi daqiqasiga 20—25 tomchi bo'lishi kerak. Oqayotgan suyuqlik tagi yassi kolbaga yig'iladi, kolonka neytral muhitgacha suv bilan yuvilib, suyuqliklar birlashtiriladi.

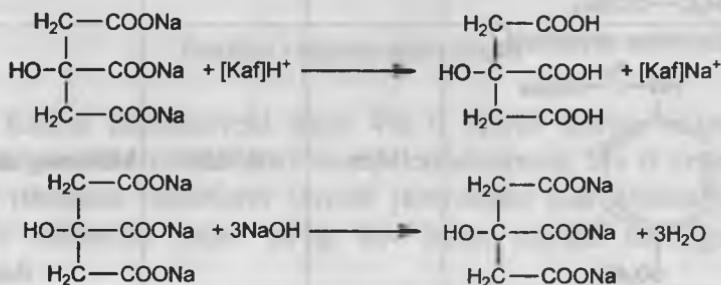
Kationitlar yordamida aniqlanuvchi ba'zi bir organik va mineral moddalar

Preparat	Ekvivalent	Aniqlanuvchi moddaning titri	Indikator
Amnioniy 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 [KJ]	M.m	0,1660	Metil zarg'aldog i
Kalsiy laktat $\left[\text{H}_3\text{C}-\overset{\text{H}(\text{OH})}{\underset{\text{O}}{\text{C}}} \right]_2 \text{Ca} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	M.m/2	0,01541	Fenolftalein
Natriv bromid [NaBr]	M.m	0,1029	Metil zarg'aldog'i
Natriy sitrat $\begin{array}{c} \text{H}_2\text{C}-\text{COONa} \\ \\ \text{HO}-\text{C}-\text{COONa} \cdot 5,5\text{H}_2\text{O} \\ \\ \text{H}_2\text{C}-\text{COONa} \end{array}$	M.m/3	0,01190	Fenolftalein
Eruvchan streptotsid $\begin{array}{c} \text{H}_2 \\ \\ \text{HN}-\text{C}-\text{SO}_3\text{Na} \\ \\ \text{C}_6\text{H}_4-\text{SO}_2\text{NH}_2 \end{array}$	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.m/2	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 xromatografiyası yordamida aniqlash



Aniqlash tartibi:

0,1 g (aniq tortma) natriy sitrat hajmi 100 ml li o'lchov kolbasiga solinadi, oldindan qaynatib sovitilgan 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/daq. bo'lishi kerak. Xromatografik kolonka yangi qaynatib sovitilgan suv (5070 ml) bilan neytral muhitgacha yuviladi (metil zarg'aldog'i indikatori ishtirokida) va 0,05 mol/l natriy gidroksid eritmasi bilan titrlanadi (indikator – fenolftalein). 1 ml 0,05 mol/l natriy gidroksid 0,004301 g C₆H₅Na₃O₇ ga to'g'ri keladi. Quruq moddaga nisbatan natriy sitrat miqdori 99,9% dan kam va 101,0% dan ko'p bo'lmasligi kerak.

5.9.2. Taqsimlanish (qog'oz) xromatografiyasi

Taqsimlanish xromatografiyasi ikki (qo'zg'aluvchan va qo'zg'almas) faza orasida muddaning tinmay qayta taqsimlanish jarayoniga asoslangan.

Agar qo'zg'almas faza nisbatan polyar bo'lsa, taqsimlanish koeffitsiyentining ortib borishi muddaning siljishini kamayishiga olib keladi. Qo'zg'aluvchan faza suyuq bo'lsa, xromatografik ajratish jarayoni kolonkada, qog'ozda va yupqa qatlamlili sorbentlarda olib boriladi.

Qog'ozda taqsimlanish xromatografiyasi moddalarning o'zaro aralashmaydigan ikki suyuqlik orasidagi taqsimlanish koeffitsiyentlarining 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 koeffitsiyentiga bog'liq. Taqsimlanish koeffitsiyenti esa tekshirilayotgan moddaning ikki fazada qanday erishiga bog'liq bo'lib, moddaning qo'zg'almas fazadagi konsentratsiyasining C_1 , qo'zg'aluvchan. fazadagi konsentratsiyasiga C_2 nisbati bilan belgilanadi.

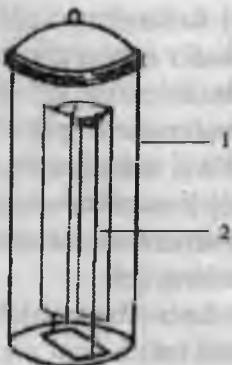
Agar qog'ozga 2 modda aralashmasi tomizilgan bo'lsa-yu, ulardan birining taqsimlanish koeffitsiyenti ikkinchisinikidan yuqori bo'lsa, unda xromatografiyalash jarayonida birinchi modda ikkinchisiga qaraganda qog'ozda sekin siljiydi va natijada xromatogrammada ular ikki xil joyni egallaydi. Moddalarning qog'oz bo'yab 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_r o'miga 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_r 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.



30-rasm. Xromatografiyalash kamerasi:

- 1 – erituvchilar aralashmasi solingen idish;
- 2 – tekshiriluvchi modda eritmasi tomizilgan xromatografiyalash qog‘izi.

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 fazada 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 foydalaniлади.

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 foydalaniлади:

1. a) N–butil spirti–bufer eritma pH=3,0;
 - b) N–butil spirti–bufer eritma pH =5,0;
 - d) N–butil spirti–bufer eritma pH =6,5;
 - e) N–butil spirti–bufer eritma pH =7,5;
2. a) formamid +1% li sirkə kislotasi/xloroform 1:1:8;
 - b) metil spirti—5% li ammiak—benzol 2:1:1;
 - d) N–butil spirti—sirkə kislotasi—suv 4:1:5;
 - e) formamid/xloroform 2:8;
 - f) formamid/xloroform—benzol 1:1:8;
 - g) formamid/benzol 1:4;
 - h) formamid/benzol—benzin 1:1:8.

Quyi alifatik kislotalar uchun kerosin yoki vazelin moyi — 90% sirkə kislotasi aralashmasi ishlatiladi. Steroidlami 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'rindigan nurda ko'rildi 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 vaqtida xromatogrammalarni ma'lum oziqa 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 uslublardan tashqari yana qayta

va ikki o'lehamli xromatografiyalash turlari ham mavjud. Ikki o'lehamli xromatografiyalashda moddalarni ajratish ikki tomonlama, ya'ni birinchi safar bir tomonga bo'lsa, ikkinchi murtasida oldingisiga perpendikular tomonga qarab olib boriladi.

Qayta xromatografiyalashda ajratish jarayoni 2 marta bir tomonga qarab takrorlanadi. Xromatografiyalash jarayoni og'zi yuxshi yopiladigan shisha idishlarda (banka, silindr va boshqalar) olib boriladi.

Pastga qarab xromatografiyalashda shisha kamera ichiga qo'zg'aluvchan fazा ma'lum balandlikdagi moslamaga solish uchun mo'ljallangan idishga joylashtiriladi. Yuqoriga qarab xromatografiyalashda esa qo'zg'aluvchan fazা solingan idish kameraning tagiga joylashtiriladi. Tepasiga esa xromatografiya qog'ozini mahkamlash uchun moslama biriktiriladi.

Aylanali xromatografiyalashda eksikatorдан yoki Petri kosachasidan foydalilanildi. Agar qo'zg'almas fazа sifatida suv ishlatsa, 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 fazа 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 aralashmavdigان erituvchilar (qo'zg'almas va qo'zg'aluvchan fazalar) bir-biriga to'yingan bo'lishi kerak. Bunday to'yntirish ajratuvchi voronkalarda chayqatish yordamida olib boriladi. Masalan, N-butil spirti-suv-sirkа 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 fazasida sifatida ishlataladi. Maxsus xromatografik qog'ozdan tegishli o'lchamda (xromatografiya kolonkasining katta-kichikligiga, moddalarining 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 (kapillar) 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 kapillardan 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 RC. qiyatlari o'rtasidagi farqqa, dog'larning shakliga) bog'liq. Namuna tomizilgan qog'oz quritiladi va pastki qismi kameradagi maxsus tayyorlangan erituvchilar aralashmasiga 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 ho'llash orqali olib boriladi. Reaktiv eritmasining ortiqchasi toza suv bilan yuvib yo'qotiladi. Xromatogrammadagi dog'larning chegaralari belgilanadi, quritiladi va R_r qiymati hisoblanadi.

Qog'ozda taqsimlanish xromatografiyasini usuli dori moddalarning chinligi, tozaligi va miqdorini aniqlashda qo'llaniladi.

Moddalarning chinligini va tozaligini aniqlashda R_r qiymatlardidan, yanada aniq natija olish uchun standart namunalardan foydalilaniladi ("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_r qiymatlari bo'yicha solishtiriladi.

Dori moddalar tozaligini tekshirishda xromatogrammada tekshiriluvchi modda va uning tarkibidagi yot modda turlicha R_r qiymatga ega bo'lishi kerak. Xromatogrammadagi dog'larning soniga va ularning R_r qiymatlariga qarab yot moddalar borligi haqida xulosa chiqarish mumkin.

Dori moddalarning miqdoriy tahlilini olib borishda qog'ozdagi start chizig'inining bir necha joyiga (2 sm oraliqda) aniq miqdordagi namuna tomiziladi va xromatografiyanadi. 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 ishlataladi.

Xromatogrammadagi tekshirilayotgan modda konsentratsiyasini elyuatsiya qilmasdan turib ham aniqlash mumkin (densitometrik usul).

Aniqlash tartibi:

Ittikanak (chereda) yer ustki qismi tarkibidagi flavonoidlами aniqlash uchun 25 ml hajmli og'zi mahkam berkiladigan kolbaga 0,5 g maydalangan o'simlik xomashyosi solinib, 5 ml 70% li spirit quyiladi va kolba vertikal sovitkichga ulanib 20 daqiqa davomida suv hammomida qaynatiladi. Ajratma xona haroratigacha sovitilib, qog'oz filtr orqali filtranadi (B eritma).

Mikropipetka yordamida FN 12 markali xromatografiya qog'oziga 0,02 ml B eritmadan tomizib, quritilgach, n-butil-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'lqin 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 $R=0,78$ bo'lgan dog' kuzatilmasligi kerak (yot aralashma).

5.9.3. Yupqa qatlam xromatografiyası

Yupqa qatlam xromatografiya usuli yuqori sezgirlikka ega bo'lgan universal usul bo'lib, hozirgi vaqtida oddiyligi, tez bajarilishi, iqtisodiy jihatdan afzalligi tufayli farmatsevtika amaliyotida ko'p foydalanilmoqda. Usul sorbent bilan qoplangan shisha, folga, pylonka yuzasida kapillar 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 fazasiga sifatida ko'pincha suv va ba'zida boshqa erituvchilar yoki ularning aralashmalarini ishlataladi. Qo'zg'aluvchan fazasiga qo'zg'almas fazasiga (yupqa qatlamlili sorbent)ga tomizilgan aralashmani o'zida eritadi va ulami turli tezlikda har xil masofadagi o'rnlarda taqsimlanishiga olib keladi.

Yupqa qatlamlili xromatografiyasiga 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 fazasiga — sorbent sifatida maxsus "xromatografiya uchun" tayyorlangan silikagel, aluminiy oksidi, KSM markali silikagel, silikagel bilan aluminiy oksidi aralashmasi, selluloza, kizelgur, poliamid ishlataladi. Sorbent tanlashda aniqlanuvchi modda funksional guruuhlarining xususivati va soni ham ahamiyatga ega.

YQX usuli — sorbent mahkamlangan va mahkamlanmayan plastinkalarda olib boriladi. Sorbent qatlamlini mahkamlash uchun $5\pm20\%$ gacha bog'lovchi modda qo'shiladi. Bog'lovchi moddalarining ajralish jarayoniga ta'sir etmasligi kerak. Shunday bog'lovchilarga gips, kraxmal, agar-agar kiradi.

Sorbenti mahkamlangan yupqa qatlamlili 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 quyuqlikda bo'lgunicha aralashtiriladi. Tayyorlangan aralashmani o'lchamlari 13x18 (14x16; 8x15) sm keladigan shisha plastinka ustiga quyib maxsus moslama yordamida qatlamlili qalinligi bir tekis bo'lgunicha (250–500 mg) tekislanadi. Keyinchalik plastinka gorizontal holatda quritish shkafida 120°C haroratda 1 soat davomida quritiladi. Plastinkalar suvsiz kalsiy xlorid solingan eksikatorlarda saqlanadi.

Xromatografik kamerasiga sifatida og'zi oyna yoki ishlov berilgan qopqoq bilan yopilgan tagi yassi shisha idishlar (kristallizatoilar, eksikator va h.k.) ishlataladi. Kamerasiga sathini 5–7 mm ga qo'zg'aluvchan fazasiga — 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 mikropipetka yoki mikroshprits yordamida tomiziladi. Sifat tahlilini o'tkazishda kapillardan 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'imasligi 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'ozning bir uchi erituvchiga solinsa, ikkinchi uchi kameraning pastki qismiga tushiriladi.

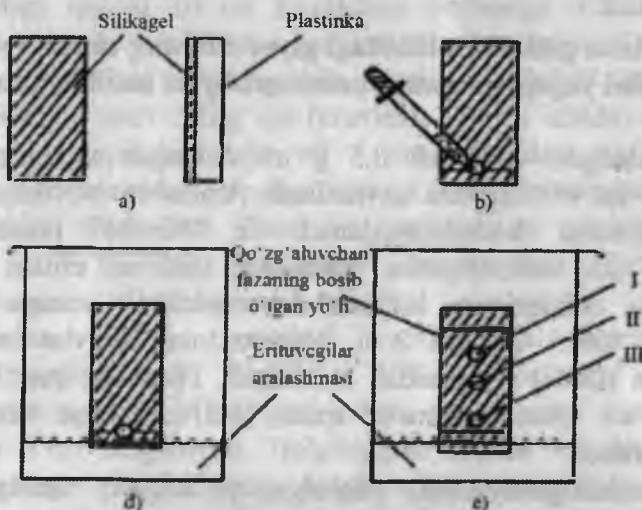
3. Aylanali xromatografiyalashda erituvchi solingan Petri idishida diametri 2 mm kattalikda tirkish bo'ladi. Aniqlanuvchi modda qog'ozga tomiziladi. Tirkishga filtr qog'oz o'matiladi va erituvchiga solinadi.

Xromatogrammada hosil bo'lgan dog'lar 2 xil usulda ochiladi: kimyoviy va fizikaviy.

Kimyoviy usul. Plastinkalar reaktivlar bilan purkaladi (purkagich yordamida) va rangli dog'lar hosil bo'ladi. Plastinkalardagi dog'latni yodning bug'lari bilan ishslash yordamida ham aniqlash mumkin.

Fizikaviy usul. Ba'zi moddalar o'z tarkibida xromoform guruhlarni saqlagani uchun UB-nurda tovlanadi (flyuoressen-

siyalanadi). Agar moddalar tovlanmaydigan bo'lsa, unda sorbent tuyyorlanayotganda flyuoressen indikatori yoki ZnS qo'shiladi. Ba'zida, masalan radioaktiv modda dog'larini aniqlashda, sorbent qatlamidan erituvchi uchib ketganidan keyin unga fotosezgir pylonka yoki qog'oz yopishtiriladi, ma'lum vaqt o'tgandan keyin pylonka yoki qog'ozda radioaktiv moddalarning qora dog'i hosil bo'ladi.



31-rasm. Sorbentning yupqa qatlamida bajariladigan xromatografiya chizmasi. a—silikagel qatlami bilan qoplangan plastinka; b—plastinkaga eritmani tomizish; d—plastinkanining xromatografiyalash kamerasidagi holati; e—moddalarning xromatografiya jarayonida ajralishi.

YQX usulida sifat tahlilini o'tkazishda standart moddalardan yoki moddaning R_f qiymatidan foydalaniлади. Dori moddalar tarkibidagi yot birikmalarni aniqlashda bo'lishi mumkin bo'lgan yot moddalarning nusxalaridan (guvoh) foydalaniлади.

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'lган dog'lar yuzasini hisoblash (densitometriya) orqali ham aniqlanadi.

Do'lana gullari tarkibidagi giperozidning chinligi va miqdorini yupqa qatlam xromatografiyasи usulida aniqlash

Chinligini aniqlash 0,5 g maydalangan xomashyo 15 daqiqa 5 ml 95% spirtda qaynatiladi. Aralashma sovitilganidan keyin ajratma dekantatsiyalanadi va "Silufol" plastinkasiiga (15x15 sm) mikropipetka yordamida 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 daqiqa) va xloroform-metil spirti (8:2) solingan kameraga joylashtiriladi.

Xromatografiyalash yuqoriga yo'nalgan usulda olib boriladi. Erituvchilar aralashmasi plastinkaning yuqorisiga yetganida plastinka kameradan olinadi, 2 daqiqa havoda quritiladi va UB-lampa ostida ($\lambda = 300$ nm) ko'rildi. Giperozid DSN dog'inining balandligida to'q-jigar rangdagi chiziq holida dog' bo'lishi kerak. Keyin plastinkaga aluminiy xloridning 5% li spirtli eritmasidan purkaladi va 2–3 daqiqa quritish uskunasida 100–105°C da qizdiriladi. Bunda dog' UB-nurda ko'rulganda 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 $\pm 0,01$ g aniqlikda tortiladi. Kolbaning og'ziga vertikal sovitkich o'rnatilib, suv hammomida 1 soat davomida qizdiriladi.

Havo haroratigacha sovitilib, kolbaning og'irligi avvalgi (birinchi)siga yetguniga qadar 95% li spirt qo'shiladi. Kolbadagi aralashma diametri 7 sm, 0,5 sm qalinlikdagi namlangan paxta solingen 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 xloroformmetil spirti (8:2) solingen kameraga joylashtiriladi. Erituvchilar aralashmasi plastinkaning chetiga yetganida, plastinka kameradan olinadi, quritiladi va ikkinchi marta qayta xromatografiyalanadi. Plastinka UB-nuri oqimida ko'rilib, 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/daq. tezlikda 5 daqiqa davomida sentrifugalananadi. Olingan elyuatlarning optik zichligi spektrofometrda 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 hisobalanadi:

$$X = \frac{D \cdot m_0 \cdot 4000}{D_0 \cdot m \cdot (100 - W)}$$

Bunda: D — tekshirilayotgan modda elyuatining optik zichligi;

D_0 — giperozid DSN elyuatining optik zichligi;

m_0 — giperozid DSNning aniq og‘irligi, g;

m — xomashyoning aniq og‘irligi, g;

W — xomashyoning namligi, %;

Eslatma:

Giperozid Davlat standart namunasi eritmasini tayyorlash:

Taxminan 0,05 g (aniq tortma) giperozid DSN (100—105°C da doimiy og‘irlikkacha quritilgan) 100 ml og‘zi mahkam berkitiladigan kolbaga solinib, 40 ml 95% li spirit qo‘shiladi va vertikal sovitkichga ulab, kristallar to‘liq erib ketguniga qadar suv hammomida qizdiriladi. Eritma sovitilganidan keyin 50 ml hajmli o‘lchov kolbasiga o‘tkaziladi, belgisigacha 95% li spirit bilan yetkaziladi va aralashtiriladi.

5% aluminiy xloridning spiritli eritmasini tayyorlash:

5 g aluminiy xlorid 100 ml li o‘lchov kolbasida 40 ml 95% li spiritda eritilib, belgisigacha 95% li spirit bilan yetkaziladi va aralashtiriladi.

**Norsulfafazol 0,25 g, Sulfadimizin 0,25 g
tarkibli dori turini YQX usuli yordamida tahlil qilish**

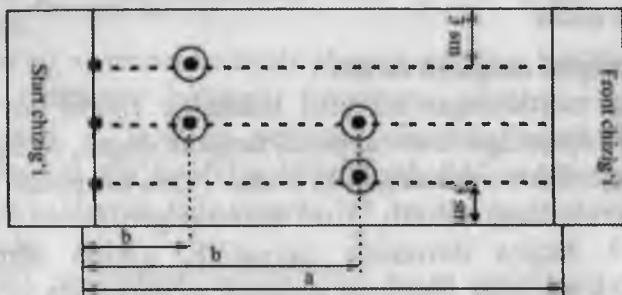
Aniqlash taribi:

2 mg yaxshilab maydalangan dori turi 5 ml atsetonda eritilib, undan 2 tomchisi o‘lchamlari 15x20 sm bo‘lgan, silikagelning mahkamlangan qatlarni saqlagan plastinkaning start chizig‘iga kapillar yordamida tomiziladi. Bir vaqtning o‘zida norsulfafazol va sulfadimezinning standart eritmalar tayyorlanadi (100 mg modda 50 ml atsetonda eritiladi). Tayyorlangan standart eritmalar start chizig‘iga tomizilib, atsetonning uchib ketishi uchun 3—5 daqiqa xona haroratida qoldiriladi. So‘ngra plastinka xloroform-metanol (9:1) aralashmasidan iborat bo‘lgan erituvchilar sistemasi bilan

to'yintirilgan xromatografiya kamerasiga tushirilib, erituvchilar sistemasi front chizig'iga yetgach, kameradan olinadi.

Plastinkani xona haroratida quritib, xromatogrammadagi moddalarning o'rmini ko'rish uchun dastlab 1 m xlorid kislotasi eritmasi, keyin 5% li natriy nitrit eritmasi purkalib, elektr qizdirgichda quritiladi va *p*-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 (32-rasm).



32-rasm. Yupqa qatlama xromatografiyası.

1, 3—standart eritmalar tomizilgan joy; 2—tekshiriluvchi aralashma eritmasi tomizilgan joy, a—erituvchilar aralashmasi bosib o'tgan masofa; b, b₁—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-etalon (9:1) erituvchilar aralashmasida xromatografiyalanadi. Erituvchi

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 tabletka hosil

bo‘lguniga qadar

Chinligini aniqlash tartibi:

15 g maydalangan tabletka 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 daqiqa 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 daqiqa davomida chayqatib, suvsiz natriy sulfat saqlagan filtr orqali filtrlanadi. Ekstraksiyalash jarayoni yana ikki marta qaytariladi. Xloroformli ajratmalar birlashtirilib, haydash 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).

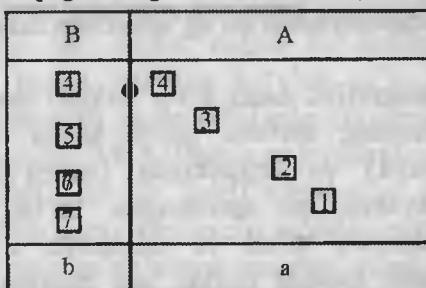
Ajratish voronkasidagi suvli qatlam 0,5 ml ammiakning konsentrangan eritmasi bilan ishqoriy muhitga keltirilib

(fenolftalein bo'yicha), 10 ml xloroform qo'shib 2 daqiqa davomida chayqatiladi. Xloroformli ajratma suvsiz natriy sulfat solingan filtr orqali kolbag'a filtrlanib, xloroform bilan ekstraksiyalash yana ikki marta qaytariladi. Xloroformli ajratmalar birlashtirilib, quyultiriladi va suv hammomida quritiladi. Qoldiqni sovitib, 0,4 ml xloroformda eritilgach, eritmadan 0,2 ml olib xromatografiya plastinkasiga tomiziladi (a-nuqta).

Xromatografiyalash efir-metanol-konsentrangan 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 daqiqa davomida quritiladi.

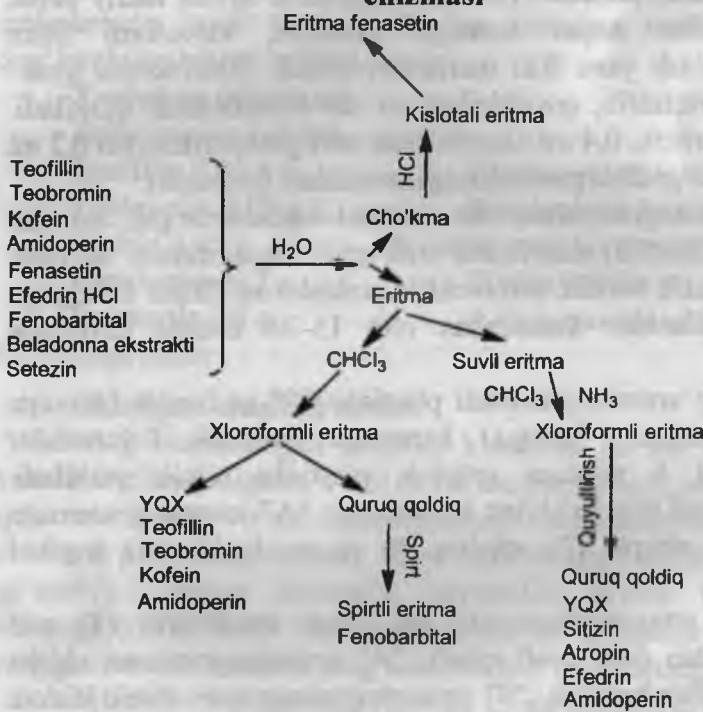
So'ng xromatogrammali plastinka 90° ga burilib (a-nuqta pastda turadigan holatga) kameraga solinadi. Erituvchilar aralashmasi A nuqtaga yetgach, plastinka olinib quritiladi. Plastinka yod bug'lari bilan ishlanganda "A" xromatogrammada sitizin (1), atropin (2), efedrin (3) va amidopirin (4) dog'lari kuzatiladi.

"B" xromatogrammada esa faqat amidopirin (4) yod bug'lari bilan dog' hosil qiladi. "A" xromatogrammani shisha plastinka bilan berkitib, "B" xromatogramma spirt-xlorid kislota (1:1) aralashmasi bilan purkalsa kofein (5), teobromin (6) va teofillin (7) hosil qilgan dog'lar kuzatiladi (33-rasm).



33-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‘лади.

Gaz xromatografiya usuli ko‘p tarkibli dori moddalarni, ya’ni aralashmalarining 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 ishlataladi. Bu tahlil usulida gazlar, gaz holidagi 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 jarayon-larga qarab adsorbsiyalash, taqsimlanish, ion almashinish, cho'ktirish, adsorbsion kompleks hosil qilish xromatografiyasiga, moddalarni bir-biridan ajratishda qo'llaniladigan moslamalarga qarab kolonkali, kapillar-kolonkali xromatogran fiya 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 yoki suyuqlik (maydalangan, issiqlikka chidamli suyuqlik 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'lган eritma maxsus shprits yordamida yuqori haroratlari 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 koeffitsiyenti ajraluvchi moddalarning gaz fazasidagi miqdorini, ularning qo'zg'almas fazadagi miqdoriga nisbatli bilan o'lchanadi.

Hozirda chiqarilayotgan xromatograflar quyidagi asosiy bo'g'imlardan tashkil topgan:

1.Xromatografik kolonka orqali o'tadigan gaz tashuvchi oqimni o'chish, uni tozalash va gaz tashuvchi manba sistemasi.

2.Xromatografik kolonkaga namuna yuborish bo'g'imi.

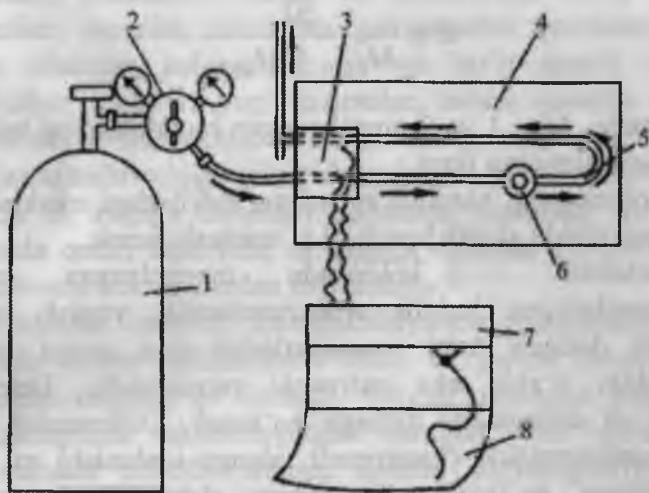
3.Xromatografik kolonka.

4.Detektor.

Rasmda issiqlik o'tkazish bo'yicha detektorli va o'zi yozuvchi gaz xromatografining tuzilishi keltirilgan (34-rasm).

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 molekular elaklar bilan to'ldirilgan bo'lib, unda gaz tashuvchi turli kimyoviy va mexanik aralashmalardan hamda boshqa gazlardan tozalanadi. Tozalangan gaz monometr (5)ning tegishli belgilangan ko'rsatkichi bo'yicha termo- stat (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'imdag'i 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'chov katagiga olib kiradi. U yerda komponentlar tutilib qoladi, gaz tashuvchi esa atmosferaga chiqib ketadi. Tahlil qilinadigan gazsimon aralashma holidagi namuna kolonkaga kran-dozator orqali 0,5 ml dan 5 ml gacha suyuq holidagisi esa mikroshpritslar yordamida 0,1 mkl hajmgacha kiritiladi. Moddalar aralashmasini bir-biridan ajratish va tahlil qilishda ichki diametri 0,5 mm dan 5 mm gacha bo'lган "U" ko'rinishidagi, spiral yoki to'g'ri naycha shaklidagi, uzunligi 1 m dan 3 m gacha bo'lган shisha, mis, latun yoki zanglamaydigan po'latdan tayyorlangan naychalardan foydalaniлади. Kolonkalar nasadkali, mikronasadkali va kapillarli bo'ladi. Nasadkali kolonkalar uzunligi 0,5–15 m, diametri 3–10 mm, mikronasadkali 2 m gacha diametri 0,8–1 mm, kapillarli 10–100 m diametri 0,3–0,5 mm bo'ladi.



34-rasm. Gaz xromatografining tuzilish chizmasi:

1—gaz baloni; 2—gaz oqimini tartibga soluvchi qurilma; 3—detektor;
 4—termo— stat; 5—xromatografinalash kolonkasi; 6—tekshiriluvchi
 namunaning xromatografga kiritish joyi; 7—yozuvchi qurilma;
 8—xromatogramma.

Tekshirish natijalari xromatografik kolonkalarni bir xil zichlikda sorbentlar bilan to‘ldirilishiga va sorbent tabiatи bilan kolonka haroratining doimiyligiga bog‘liq bo‘ladi.

Xromatografik kolonkaning faolligi quyidagi formula yordamida aniqlanadi:

$$n = 5,545 \left(\frac{l}{M_{6,5}} \right)^2$$

bunda: l — moddaning ushlanish vaqt;

$M_{6,5}$ — cho‘qqi balandligining yarmidan o‘lchangandagi kengligi.

Moddalarni gaz xromatografiyasi usulida ajralish darajasi R quyidagicha aniqlanadi:

$$R = \frac{\Delta I}{M_{0,5(1)} + M_{0,5(2)}}$$

bunda: ΔI — 1 va 2 ajratilayotgan moddalarning ushlanish vaqtiga 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 konsentratsion (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'lchashga 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 ftoruglerodli polimerlar (teflon, polixrom) ham ishlataladi.

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 poliefirlar, oddiy efirlar, polifenollar, amidlar, nitril va galogenalkil guruhlarga ega bo'lgan siloksan polimerlari, bir va ko'p atomli spirtlar, poliglikollar, aminlar, yog' kislotalar, bitum asosida olingan universal suyuq faza va h.k. lar ishlataladi.

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 saqllovchi kolonkalardan 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'qqisinинг kattalashganligi kuzatiladi.

Natijalar aniq bo'lishi uchun tahlil 2 xil (polyarligi bo'yicha) qo'zg'almas fazali 2 ta kolonkada olib boriladi.

Nisbiy ushlanish vaqt (t) quyidagicha topiladi:

$$t = \frac{t_R - t_0}{t_{Rep} - t_0}$$

bunda: t_R — tahlil qilinayotgan moddaning ushlanish vaqt;

t_{Rep} — guvoh moddaning ushlanish vaqt;

t_0 — sorbsiyalanmagan moddaning ushlanish vaqt.

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 mumkin:

1.Cho'qqi chizmasining balandligini balandlik yarmidagi kengligiga $m_{1/2}$ ko'paytmasi bo'yicha:

$$S = h \cdot m_{1/2}$$

2.Planimetrik yordamida.

3.Integrator yordamida.

Hozirgi kunda moddalar miqdorini aniqlashning 3 xil usuli mavjud:

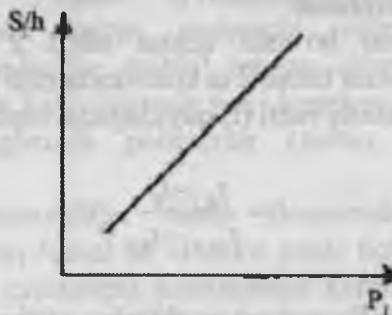
1.Mutlaq o'lchamli darajalash usuli.

2.Ichki normallashtirish 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, abssissa 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:

$$P_{(%)} = \frac{K_1 S_1(h_1)}{\sum K_i S_i(h_i)}$$

K_1 — kalibrlash koeffitsiyenti

$$K_1 = \frac{P_1}{S_1}$$

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 (P_1) quyidagicha hisoblanadi:

$$P_1 = \frac{K_1 \cdot S_1}{K_{st} \cdot S_{st}} \cdot R \cdot 100$$

bunda: K_1 , K_{st} — detektor sezgirligiga bog'liq bo'lgan aniqlanuvchi va standart yuzasiga kiritilgan tuzatish koeffitsiyentlari;

S_1, S_{st} — aniqlanuvchi va standart moddalarining xromatogrammadagi cho'qqilarini yuzasi;

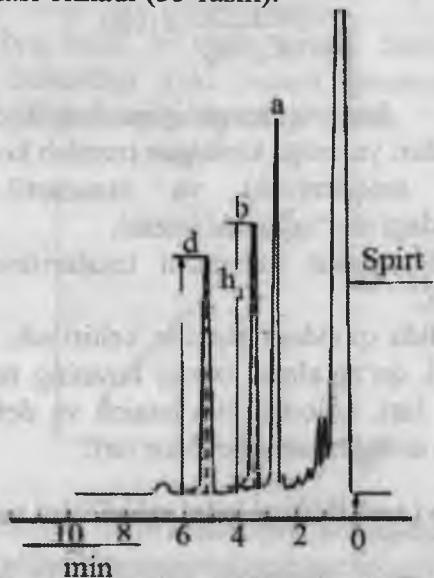
R — ichki standart massasini tekshiriluvchi aralashma massasiga nisbati.

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 aralashtiriladi. 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 spirit (pipetka yordamida) qo'shib birikmalar to'liq erib ketgunicha aralashtiriladi. 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 $90\text{--}95^{\circ}\text{C}$ haroratgacha sovitiladi (termometrga qarab turiladi). Datchikka 100°C haroratni belgilab, yana termostat yoqiladi va harorat 100°C ga 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 (35-rasm).



35-rasm. Ledol va metilmeristatning xromatografiyasi:

a—efir moyining asosiy komponenti – polysterol; 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 1 dan kam bo'lmasligi kerak:

$$K = \frac{\Delta V_R}{\mu(0,5h)_l + \mu(0,5h)_p},$$

bunda: ΔV_R — ledol va polyustrolning ushlanish vaqtini yoki hajmlarining farqi, ml.

$m(0,5h)$ — ledol (l) va polyustrol (p) cho'qqilari balandligining yarmidagi kengligi, mm.

Efir moyi tarkibidagi ledol miqdori (X_l) (uch marta xromatografiyalashning o'rtacha qiymati hisobida) quyidagicha hisoblanadi:

$$X_l = \frac{P_{an,st} \cdot h_l \cdot 100}{h_{an,st} \cdot F \cdot P_l}$$

bunda: $P_{an,st}$ — ichki standartning og'irligi (etalon aralashmadagi), g;

P_l — ledin og'irligi (etalon aralashmadagi), g;

$h_{an,st}$ — etalon aralashma xromatogrammasidagi ichki standart cho'qqisining balandligi, mm;

h_l — etalon aralashma xromatogrammasidagi ledol cho'qqisining balandligi, mm.

Eslatma:

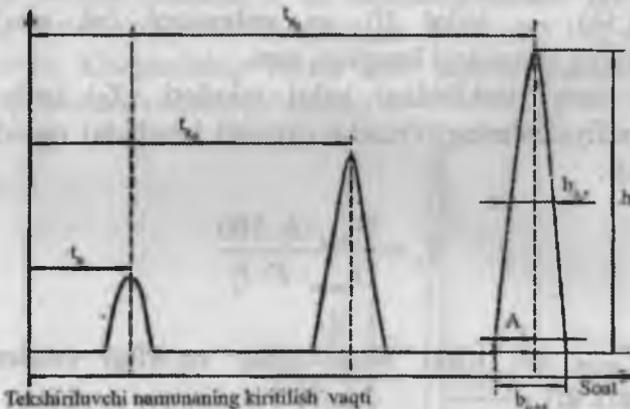
1. Xromatografiyalash jarayonlari:

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 $100\text{--}150^{\circ}\text{C}$ gacha rejalashtirilgan, tezligi 1 daqiqada 5°C , bug'latish harorati 180°C , gaz tashuvchi – azot. Gazlar chiqimi: azot – $60\text{ml}/\text{daq}$. vodorod – $40\text{ml}/\text{daq}$. havo – $400\text{ml}/\text{daq}$. yozuvchi moslamadagi diagramma – tasmasining tortilish tezligi $10\text{mm}/\text{daq}$.

2. Etalon aralashmasini tayyorlash:

Og'zi mahkam berkitiladigan hajmi 50 ml bo'lgan kolbaga $0,1\text{ g}$ (aniq tortma) 100% ledolga nisbatan ledin (VFS 42–1426–86) va $0,1\text{ g}$ (aniq tortma) metilmeristatdan (TU 6–09–13–628–78) solinadi va 40 ml 95% li spirtda eritiladi. Tayyorlangan aralashma salqin joyda og'zi mahkam berkitilgan idishlarda saqlanadi. Saqlash muddati 6 oy.



36-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 molekulalni issiqlikka chidamsiz moddalarni ajratib olishga, ularning chinligini va miqdorini aniqlashga imkon beradi.

Hozirgi zamон xromatografiyalari quyidagi qismlardan tashkil topgan: yuqori samarali kolonka, dozator, yuqori bosimli nusos, yozuv qurilmali detektor, mikroprotsessor (36-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 notejis shakldagi adsorbent bilan yuqori bosimda suspenzion usul yordamida to'ldiriladi. Suspenzion usul bilan to'ldirilganda sorbent kolonkada bir tekis bo'lib zich joylashadi. Mikrokolonkali xromatograflarda kolonkalarning 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 diametrli (5—10 mkm) adsorbent bilan to'ldirilgan kolonkalar aralashmalarni yuqori samarali xromatografik taqsimlash xususiyatiga ega. Xromatografiyalash jarayoni ketayotgan vaqtida kolonka harorati $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ aniqlikda ushlab turiladi. Xromatografik taqsimlanish ko'pincha $20\text{--}25^{\circ}$ da olib boriladi.

Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasida ko'pincha refraktometrik yoki flyuorimetrik, to'lqin uzunligi o'zgaruvchan (190—900 nm) yoki o'zgarmaydigan (ko'pincha 254 nm) spektrofotometrik, shuningdek, alanga-ionlanish, elektrokimyoviy, mass-spektrometrik va boshqa detektorlar ishlataladi.

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 uglevodorodlar, ba'zida esa turli erituvchilar yoki spirt bilan aralashtirilgan uglevodorodlardan 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 juftion 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.

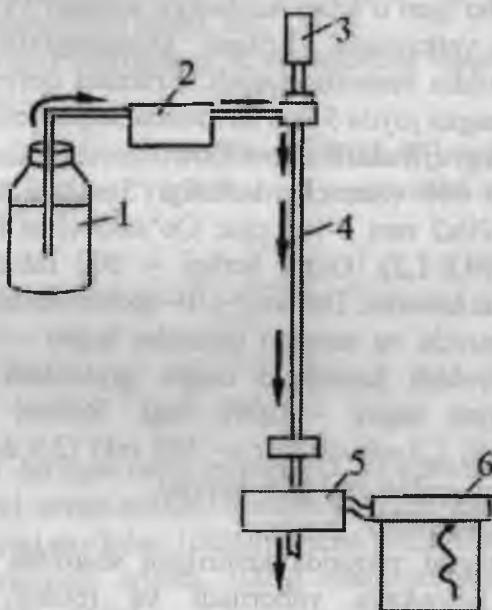
Organik tuzilishga ega bo'lgan anion va kationlarni ionalmashinish suyuqlik xromatografiyasi yordamida ajratiladi. Adsorbentlar sulfo-, karboksil yoki aminoguruuhlar bilan qoplangan bo'lishi kerak. Elyuyent sifatida ma'lum pH muhitga va ion kuchiga ega bo'lgan suvli bufer eritmalar ishlatiladi.

Metall 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'incha aminokislotalarning izomerlari tahlil qilinadi. Adsorbentlar metall ionlari va ajralayotgan modda bilan kompleks birikmalar hosil qiluvchi guruhlar bilan qoplangan bo'ladi.

Moddalarning ajralish darajasi xromatogrammadagi ikki qo'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 kalibrlash yoki ichki standartlar (gaz xromatografiyası usuli kabi) usullari yordamida tahlil qilinadi. Yot moddalar xromatogrammadagi cho'qqilarni solishtirish bo'yicha aniqlanadi. Bir hil muhitda moddaning kolonkadan chiqish vaqtı bir xil va doimiy bo'ladi va bu xususiyatdan aniqlanuvchi birikmaning chinligini aniqlashda foydalaniлади. Miqdoriy tahlilda cho'qqilar yuzalari hisoblanadi, chunki cho'qqi yuzasi moddaning miqdoriga to'g'ri mutanosib.



37-rasm. Yuqori samarali suyuqlik xromatografining tuzilish chizmasi:

chizmasi: 1—yo'zg'aluvchan fazasini solingan idish; 2—nasos; 3—tekshiriluvchi namunani kiritish joyi; 4—xromatografiyalash kolonkasi. 5—detektor. 6—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. Tayyorlangan 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: geksandietil 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 vaqtisi: 1,3-sis-izomer — 580 mkl (2,9 daqiqa), trans-izomer (to'liq) — 710 mkl (3,5 daqiqa).

Aniqlash tartibi:

Xromatograf yuqorida keltirilgan sharoitda tayyorlanadi. Namunalar kolonkaga yuboriladi va retinol palmitatning cho'qqilari bo'yicha sistemalarni ishlatish mumkinligi haqidagi 1 va 2 mezonlar hisoblanadi.

Baliq moyi tarkibidagi A vitamin xromatogrammadagi 2 ta cho'qqi retinol palmitatning 1,3-sis va trans izomerlarining ushlanish vaqtisi bo'yicha aniqlanadi.

A vitamin miqdori (A) 1 g preparatga nisbatan ME da quyidagi formula bo'yicha hisoblanadi:

$$X = \frac{S_t \cdot C_s \cdot 25}{S_s \cdot m}$$

bunda: S_t — aniqlanayotgan eritmadagi retinol efirlari cho'qqilari yuzalarining yig'indisi;

S_s — standart eritmadagi retinol efirlari cho'qqilari yuzalarining yig'indisi;

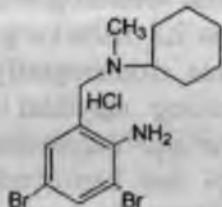
C — standart eritmadagi A vitaminining ME/ml dagi konsentratsiyasi;

m — baliq moyining g lardagi aniq og'irligi;

25 — suyultirish hajmi, ml;

Baliq moyi tarkibidagi A vitaminning miqdori 350–1000 ME/g bo'lishi kerak.

Bromgeksin gidroxlorid (FS-42-0223-07) tarkibidagi yot aralashmalarini YuSSX usuli yordamida aniqlash



pH 7,0 bo'lgan bufer eritma. 0,5 ml konsentrangan fosfat kislota 950 ml suvda eritilib, trietilamin bilan uning pH i 7,0 ga yetkazilib hajmi suv bilan 1000 ml gacha yetkaziladi.

Tekshiriluvchi eritma. 0,05g (aniq tortma) substansiya 10ml metanolda eritiladi.

Solishtiriluvchi eritma. 1ml tekshiriluvchi eritma 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga solinib, metanol bilan belgisigacha yetkazilib, chayqatiladi. 1ml eritma 10ml gacha metanol bilan suyultiriladi.

Tizimning yaroqlilagini tekshirish uchun eritma. 0,005g

bromgeksin yot aralashmasining standart namunasi 9 ml metanolda eritilib, unga 1ml tekshiriluvchi eritma solib, chayqatiladi.

Xromatografiyalash sharoiti.

Kalonka –12,5 x 0,46 sm oktadetsilsil silikogeni (C–18)

QF –3 mkm atsetonitril – pH 7 bo‘lgan bufer eritma (80:20)

Oqim tezligi 1,0 ml/daq.

Detektor – spektrofotometrik, 248 nm

Namuna hajmi – 10 mkl

Tizimning yaroqliliginini tekshirish uchun tayyorlangan eritma xromatografiyalanadi.

Komponentlarning nisbiy ushlanish vaqtisi:

bromgeksin yot aralashmasi – 0,4;

bromgeksin 1.00 (11min) cho‘qqilar intensivligining nisbati (R) –12,0 dan ortiq;

solishtiriluvchi eritma va tekshiriluvchi eritmalar xromatografiyalanadi.

Tekshiriluvchi eritma xromatografiyasini qayd etish vaqtisi cho‘qqi ushlanish vaqtidan 2,5 marta ko‘p bo‘lishi lozim.

Tekshiriluvchi eritma xromatografiyasidagi istalgan ayrim yot aralashma cho‘qqisining maydoni solishtiriluvchi eritma xromatografiyasidagi cho‘qqi maydonidan 2 martadan ko‘p bo‘lmasligi kerak. (0,2% dan kam); tekshiriluvchi eritmasida xromatogrammasida istalgan boshqa ayrim yot aralashma cho‘qqisining maydoni solishtiriluvchi eritma xromatogrammasidagi cho‘qqi maydonidan ko‘p bo‘lmasligi (0,1% dan kam) lozim. Tekshiriluvchi eritma xromatogrammasidagi yot aralashmalarga tegishli cho‘qqilar maydonining yig‘indisi solishtiriluvchi eritma xromatogrammasidagi cho‘qqi maydonidan 3 barobardan ortiq bo‘lmasligi kerak. (0,3 % dan kam), solishtiriluvchi eritma xromatogrammasidagi cho‘qqi maydonidan 2 barobardan kam bo‘lgan cho‘qqilar e’tiborga olinmaydi (0,05%).

Atsetilsalitsil kislota tarkibidagi yot aralashmalarini YuSSX usuli yordamida aniqlash

Tekshiriluvchi eritma. 0,1 g substansiya 10 ml hajmli o'lchov kolbasiga solinib atsetonitrilda eritiladi va belgisigacha atsetonitril bilan suyultirilgach, chayqatiladi.

Solishtiriluvchi eritma. 0,05g salitsil kislota 50 ml o'lchov kolbasiga solinib, qo'zgaluvchan fazada eritilgach, ayni shu eritma bilan belgisigacha yetkaziladi. 1ml eritma 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga solinib qo'zg'aluvchan faza bilan belgisigacha yetkazilib, chayqatiladi.

Xromatografik tizimning yaroqliliginin tekshirish 0,01 salitsil kislotasining standart namunasi 10 ml QFda eritiladi. 1ml eritma 100ml hajmli o'lchov kolbasiga solinib 0,2 ml tekshiriluvchi eritma qo'shiladi va belgisigacha QF bilan yetkazilib chayqatiladi.

Eritmalar yangi tayyorlangan holda ishlataladi.

Xromatografiyalash sharoiti.

Kalonka –15 x 0,40 sm oktadetsilsil silikogeni (C-18);
QF–konsentrangan fosfat kislota – atsetonitril – suv (1:200:300);

Oqim tezligi – 1,0 ml/daq;

Detektor – spektrofotometrik, 237 nm;

Namuna hajmi 10 mkl.

Xromatografik tizimning yaroqliliginin tekshirish uchun tayyorlangan eritma xromatografiyanadi. Atsetilsalitsil kislota va salitsil kislota cho'qqilarining intensivlik nisbati 6 dan kam bo'imasligi kerak.

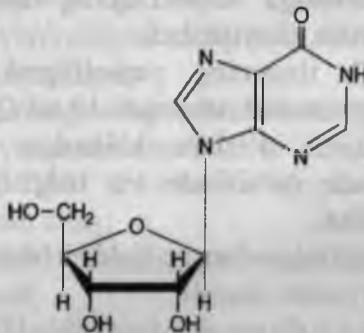
Tekshiriluvchi eritma solishtiriluvchi eritma xromatografiyanadi. Tekshiriluvchi eritma xromatografiyasini qayd etish vaqtiga atsetilsalitsil kislotaning xromatogrammadagi ushlanish vaqtidan 7 martadan ortiq bo'lishi lozim.

Tekshiriluvchi eritma xromatogrammasidagi istalgan yot aralashma cho'qqisi maydoni solishtiriluvchi eritma xromato-

grammasidagi cho'qqi maydonidan ortiq bo'lmasligi (0,1 % dan kam) yot aralashmalar cho'qqilar maydonining yig'indisi solishtiriluvchi eritmasidagi cho'qqi maydonidan 2,5 barobardan ortiq bo'lmasligi lozim (0,25 %).

Riboksining substansiyasidagi miqdori YuSSX usul yordamida aniqlash

Riboksining substansiyasidagi miqdori YuSSX usuli bilan aniqlanadi (FS-42-0275-07) pH 5,5-5,6 bo'lgan fosfat bufer eritma.



2,72 g kaliy digidrofosfat 1000 ml hajmli o'lchov kolbasida 700 ml tozalangan suvda erilib, kaliy gidroksid eritmasi bilan pH qiymati 5,5-5,6 ga keltirilgach belgigacha suv bilan yetkaziladi, filtirlanib, gazsizlantiriladi.

Tekshiriluvchi eritma. 0,05g (aniq tortma) reboksin substansiyasi 50 ml hajmli o'lchov kolbasida qo'zg'aluvchan fazada (QF) erilib, belgisigacha QF bilan yetkaziladi va chayqatiladi.

Standart eritma. 0,05g aniq tortma riboksin davlat standart namunasi 50 ml hajmli o'lchov kolbasida qo'zg'aluvchan fazada (QF) erilib, belgisigacha QF bilan yetkaziladi va chayqatiladi.

Xromotografiya tizimini yaroqlilagini tekshirish uchun eritma 0,002g aniq tortma gilosatin va 0,002g guanazin 10 ml standart eritmada eriladi.

Xromatografiyalash sharoiti.

Kalonka— 15 x 0,39sm oktadetsilsil silikogeni (C-18);

QF— pH 5,5–5,6 bo‘lgan fosfatli bufer eritma;

Kalonka harorati – 50 °C;

Oqim tezligi – 0,6 ml/daq.;

Detektor – spektrofotometr, 254 nm;

Namuna hajmi— 10 mkl.

Tizimning yaroqliliginini tekshirish uchun eritma xromatografiyalanadi.

Komponentlarning elyuirlanish tartibi: gipoksantin, riboksin, guanazin Qo‘snni cho‘qqilar intensivligining nisbati (B) 1,25 dan kam bo‘lmasligi va riboksin cho‘qqisi uchun hisoblangan kalonka samaradorligi (N) 3400 nazariy tarelkadan kam, riboksin cho‘qqisi uchun dum omili (T) 1,1 dan ko‘p bo‘lmasligi kerak.

Standart eritma 6 marta xromatografiyalanadi. Riboksin cho‘qqisi maydoni uchun nisbiy standart chetlanish 2 % dan ko‘p bo‘lmasligi lozim.

Tekshiriluvchi va standart namunalar xromatografiyalanadi. Riboksinning quritilgan substansiga hisoblangandagi % miqdori (X) quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = S_I \cdot a_0 \cdot P \cdot 100 / S_0 \cdot a_1 \cdot (100 - W)$$

bunda:

S_I — tekshiriluvchi eritma xromatogrammasidagi riboksin cho‘qqisining maydoni.

S_0 — standart eritma xromatogrammasidagi riboksin cho‘qqisining maydoni.

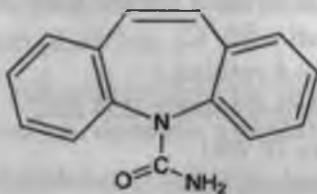
a_1 — substansiya tortmasining gram miqdori.

a_0 — riboksin DSN tortmasining gramm miqdori.

P — DSN dagi riboksinning % miqdori.

W — substansiyani qizdirilgandagi massasining % lardagi kamayishi.

Karbamazepin miqdori YuSSX usuli bilan aniqlash (FS-42-0240-07)



Tekshiriluvchi eritma 0,05g aniq tortma karbamazepin substansiysi 25 ml hajmli o'lchov kolbasiga solinib metanolda eritiladi va metanol bilan belgisigacha yetkazib chayqatiladi. 5ml eritma 50 ml hajmli o'lchov kolbasida metanol – suv 1:1 aralashmasi bilan belgisigacha suyultirib chayqatiladi.

Standart eritma 0,05g aniq tortma karbamazepin substansiysi 25 ml hajmli o'lchov kolbasiga solinib metanolda eritiladi va metanol bilan belgisigacha yetkazib chayqatiladi. 5ml eritma 50 ml hajmli o'lchov kolbasida metanol – suv 1:1 aralashmasi bilan belgisigacha suyultirib chayqatiladi.

Standart eritma 5 marta xromatografiyalanib karbamazepin cho'qqisi maydoni standart nisbiy chetlanishi 2% dan ko'p bo'lmasligi lozim.

Karbamazipinning substansiyasidagi quruq moddaga hisoblangandagi % miqdori quyidagi hisoblash formulasi yordamida hisoblanadi:

$$X = S_I \cdot a_0 \cdot p \cdot 100 / S_o \cdot a_I \cdot (100 - W)$$

bunda:

S₁ – tekshiriluvchi eritma xromatogrammasidagi karbamazepin cho‘qqisining maydoni;

S_0 – standart eritma xromatogrammasidagi karbamazepin cho'qqisining maydoni;

a₁ – substansiya tortmasining gram miqdori;

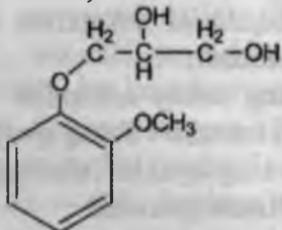
a_0 – karbamazepin standart namunasining grammlardagi tortmasi;

W – substansiyanı qizdirilgandagi massasining gramm-lardagi kamayishi ;

P – standart namunadagi karbamazepinning % miqdori.

Gvayfenozin substansiyasidagi miqdorni YuSSX usuli bilan aniqlash

Gvayfenozin substansiyasidagi miqdori YuSSX usuli bilan aniqlanadi (FS-42-0226-07)



Qo‘zg‘aluvchan faza A – (QF A) suv – muz holidagi sirka kislota aralashmasi (990:10)

Qo‘zg‘aluvchan faza B – (QF B) atsetonitril

Tekshiriluvchi eritma 0,05 g aniq tortma substansiya 100 ml hajmli o‘lchov kolbasigi solinib atsetonitrilda eriladi va atsetonitril bilan belgisigacha yetkaziladi, chayqatiladi.

Standart eritma 0,05 g aniq tortma gvayfenozin standart namunasi 100 ml hajmli o‘lchov kolbasiga solinib atsetonitrilda eriladi va atsetonitril bilan belgisigacha yetkaziladi, chayqatiladi.

Xromatografik tizimni yaroqliliginin tekshirish uchun eritma 1 mg gvayakol standart namunasi (2-metoksifenol) 50 ml standart eritmada eriladi.

Xromatografiyalash sharoiti.

Kalonka – 2,5 x 0,46 sm oktadetsilsilil silikogeli (C-18)

QF – gradiyent ellyuirlash.

Oqim tezligi – 1.0 ml/daq

Detektor – spektrofotometrik, 276 nm

Namuna hajmi 10 mkL;

Vaqt, min	QF A %	QF B %	Tartib
0–32	80 – 50	20 – 50	Chiziqli gradienent
32–35	50 – 80	50 – 20	Chiziqli gradiyent

Tizimning yaroqliligini tekshirish uchun tayyorlangan eritma xromatografiyalanadi.

Komponentlarning nisbiy ushlanish vaqtiga gvayfenozin β -izomer – 0,9 daq. gvayfenozin – 8 daq, gvayakol – 1,3 daq.

Gvayfenozin va gvayaklo cho'qqilari intensivligining nisbati 3 dan kam bo'lmasligi kerak.

Tekshiriluvchi va standart eritmalar xromatografiyalanadi. Gvayfenozin quruq moddaga hisoblagandagi substansiyadagi % miqdori quyidagi formula bo'yicha hisoblanadi:

$$X = S_l \cdot a_0 \cdot p \cdot 100 / S_o \cdot a_l \cdot (100 - W)$$

bunda:

S_l – tekshiriluvchi eritma xromatogrammasidagi gvayfenozin cho'qqisining maydoni;

S_o – standart eritma xromatogrammasidagi gvayfenozin cho'qqisining maydoni;

a_l – substansiya tortmasining gram miqdori;

a_0 – gvayfenozin standart namunasining grammillardagi tortmasi;

P – gvayfenozin standart namunadagi % miqdori;

W – substansiyani qizdirilgandagi massasining % lardagi kamayishi.

Gvayfenozin substansiyadagi % miqdorini olingan qiymatga uning β – izomeri % miqdorini qo'shish orqali aniqlanadi.

FARMATSEVTIK TAHLILDA QO'LLANILADIGAN BA'ZI BIR REAKTIVLAR VA ULARNING TAYYORLANISHI

Nitrat kislotasi (tutovchi) HNO₃ (m.m. 63,01). Rangsiz yoki sarg'ish rangli, tutovchi suyuqlik, zichligi 1,50, nitrat kislotasining miqdori 98% dan kam bo'lmasligi kerak.

Nitrat kislotasi konsentrangan. 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, konsentrangan NH₄OH (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 konsentrangan 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-spiriti eritmasi. 1 ml konsentrangan 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. pH = 9,5—10,0.

Ammoniy vanadat NH_4VO_3 (m.m. 116,98). Oq yoki och sarg‘ish kristall kukun. Vanadat ammoniyning miqdori 99% dan kam bo‘lmasligi kerak.

Ammoniy vanadat eritmasi. 0,05 g ammoniy vanadatni 10 ml konsentrangan 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‘kimir yoki sarg‘ish rangli kristall, suvda eriydi. Tarkibidagi molibden anigidridining miqdori 80% dan kam bo‘lmasligi kerak.

Ammoniy molibdatning konsentrangan sulfat kislotadagi eritmasi (Frede reaktiv). 0,1 g ammoniy molibdat 10 ml konsentrangan sulfat kislotasida eritiladi. Reaktiv yangi tayyorlangan holda ishlatiladi.

Ammoniy molibdat eritmasi. 6,5 g maydalangan molibdat kislotasini 14 ml suv va 4,5 ml konsentrangan ammiakda aralashtiriladi va sovitiladi. Ehtiyyotlik bilan 32 ml sovitilgan nitrat kislota ($d = 1,4$) eritmasidan va 10 ml suv qo‘shib, 48 soatgacha qoldiriladi. So‘ngra zinch filtr qog‘ozni orqali filtrlanadi.

Ammoniy nitrat NH_4NO_3 (m.m. 80,04) Oq kristall kukun, suvda eriydi. Ammoniy nitratning miqdori 98% dan kam bo‘lmasligi kerak.

Ammoniy oksalat $(\text{COONH}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (m.m. 142,11). Rangsiz kristall modda, 25 qism suvda eriydi. Ammoniy oksalatning miqdori 99,8% dan kam bo‘lmasligi 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‘lmasligi kerak.

Ammoniy rodanid eritmasi. 50 g ammoniy rodanid suvda erilib, hajmi suv bilan 1 l gacha yetkaziladi.

Ammoniy xlorid NH_4Cl (m.m. 53,49). Oq kristall kukun. Suvda eriydi. Ammoniy xloridning miqdori 98,5% dan kam bo‘lmasligi kerak.

Ammoniy xlorid eritmasi. 100 g ammoniy xlorid 1 l suvda eritiladi.

Antipirin (m.m. 188,23). Oq kristall yoki oq kukun modda, hidsiz, bir oz achchiqroq mazaga ega. Suvda, spirtda oson eriydi. Antipirinning miqdori 99,2% dan kam bo'lmasligi kerak.

Atseton $\text{CH}_3\text{COCH}_3-$ (m.m. 58,08). Rangsiz, tiniq, oson alanganuvchan, 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, spirtda erimaydi. Bariy nitratning miqdori 99,0% dan kam bo'lmasligi kerak.

Bariy nitrat eritmasi. 50 g bariy nitrat suvda eritilib, hajmi suv bilan 1 l gacha yetkaziladi.

Bariy xlorid $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (m.m. 244,28). Rangsiz yaltiroq kristall, suvda eriydi. Bariy xloridning miqdori 99,0% dan kam bo'lmasligi 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 xos hidli, tez tutab yonuvchi suyuqlik. Qaynash harorati 79,6—80,6°C ($0,8^{\circ}\text{C}$ 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°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 C₆H₅(OH)(OCH₃)CHO (m.m. 152,15). Oq yoki oq-sarg'ish, ignasimon, vanil hidli modda. Havoda qorayadi. Suvda qiyin eriydi, spirtda, xloroformda oson eriydi. Suyuqlanish harorati 81–82°C.

Vanilinning sulfat kislotadagi eritmasi. 0,1 g vanilinni 10 ml konsentrangan sulfat kislotasida eritiladi.

Vino kislotasi (vino-tosh kislotasi) (CHOH—COOH)₂ (m.m. 150,09). Rangsiz kristall modda, suvda eriydi. Vino kislotasining miqdori 95% dan kam bo'lmasligi kerak.

Vino kislota eritmasi. 2 g vino kislotani 10 ml suvda eritiladi. Yangi tayyorlangan eritmasi ishlataladi.

Gidrazin sulfat H₂N—NH₂ H₂SO₄ (M.m. 130,12). Kristall holdagi kukun modda, suvda eriydi. Gidrazin sulfatning miqdori 98,5% dan kam bo'lmasligi kerak.

Gididroksilamin gidroxlorid. NH₂OH HCl (m.m. 69,49). Rangsiz tiniq gigroskopik kristall modda, suvda oson eriydi.

Glitserin CH₂OH—CHOH—CH₂OH (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 konsentrangan xlorid kislotasida eritib, hajmi suv bilan 500 ml ga yetkaziladi) 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga solib, muzda sovitib, 2,5 ml natriy nitrit eritmasi qo'shiladi. Aralashma 5 daqiqa davomida muzda sovitiladi, yana 10 ml natriy nitrit eritmasi qo'shib chayqatilib. 5 daqiqa davomida muzda sovitiladi va hajmi suv bilan belgisigacha yetkaziladi.

Difenilamin C₆H₅NHC₆H₅ (m.m. 169,23). Oq mayda kristall, o'ziga xos hidli, turishi natijasida rangini o'zgartirib, kul rangga o'tadi. Suvda erimaydi. spirtda, efirda, konsentrangan sulfat kislotasida eriydi. Qotish harorati 52,4—52.8°C.

Temir kukuni Fe (at.m. 55,85). Mayda kulrang yoki to'q kulrang, yaltiroq kiikun, 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). Oqko'kimir kristall 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 kristall modda, suvda, spirtda, efirda eriydi. Temirning miqdori 20% dan kam bo'lmasligi kerak.

Temir (III) xlorid eritmasi. 30 g temir (III) xloridni suvda eritib, hajmi suv bilan 11 ga yetkaziladi.

Temir (III) xloridning spirtli eritmasi. 1 g temir (III) xlorid 100 ml 95% spirtda eritiladi.

Yod kristalli J_2 (m.m. 253,8). Qora-kulrang metall kabi yaltiroq plastinkasimon yoki kristall, o'ziga xos hidli. Oddiy haroratda uchuvchan, agar qizdirilsa, binafsha rangli bug hosil qilib sublimatsiyalanadi. Suvda kam eriydi, yodidlarning suvli eritmalarida yaxshi eriydi. 10 qism 95% spirtda, efirda va xloroformda eriydi. Xloroformli eritmasi binafsha rangli.

Yodmonoxlorid eritmasi. 1) 13 g mayda kristall 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 chayqatilgach, hajmi muz holdagi sirka kislotasi bilan 11 gacha yetkaziladi.

Kaliy gidroksid KOH (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 11 gacha yetkaziladi.

Kaliy bixromat $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (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, ehtiyyotlik bilan 7,5 ml konsentrangan sulfat kislotasi qo‘shiladi.

Kaliy bromat KBrO_3 (m.m. 167,01) kristall 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 kristall yoki mayda kristall 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 kristall yoki mayda kristall kukun, hidsiz, sho‘rtang mazali. Havoda namlanib qoladi. Kaliy yodidning miqdori 99,5% dan kam bo‘lmasligi 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 kristall modda, suvda eriydi.

Kaliy xlorid KCl (m.m. 74,56). Oq kristall kukun, suvda oson eriydi. Kaliy xloridning miqdori 99,8% dan kam bo‘lmasligi kerak.

Kaliy xromat. K_2CrO_4 (m.m. 194.20). Mayda sariq rangli

kristall kukun, suvda eriydi. Kaliy xromatning miqdori 99% dan kam bo‘lmasligi 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‘lmasligi kerak.

Kalsiy xlorid eritmasi. 200 g kalsiy xlorid suvda eritilib, hajmi suv bilan 11 gacha yetkaziladi.

Kobalt nitrat $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (m.m. 291,06). Qizil rangli kristall kukun, gigroskopik, 2 qism suv va spirtda eriydi.

Kobalt nitrat eritmasi. 50 g kobalt nitrat suvda eritilib, suv bilan 11 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 spirtda eriydi.

Kobalt xlorid eritmasi. 50 g kobalt xlorid suvda eritilib, 2 ml xlorid kislotasi qo‘shiladi va suv bilan 1 1 gacha suyultiriladi.

Kaliy permanganat KMnO_4 (m.m. 158,04). Qoramtil yoki qizil - binafsha rangli kristall yoki mayda kukun, metall kabi yaltiroq. Ayrim organik moddalar ta’sirida portlashi mumkin. Kaliy permanganatning miqdori 99,0% dan kam bo‘lmasligi kerak.

Kaliy permanganat eritmasi. 1 g kaliy permanganatni suvda eritib, hajmi suv bilan 11 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 11 gacha yetkaziladi.

Kaliy ferritsianid — qizil qon tuzi. $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (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 1 gacha yetkaziladi.

Kaliy ferrotsianid — sariq qon tuzi $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$ (m.m.478,4). Limon rangidagi snriq rangli kristall, suvda eriydi, spin va efirda erimaydi.

Kaliy ferrotsianid eritmasi (sariq qon tuzi eritmasi). 50 g sariq qon tuzi suvda eritilib, hajmi suv bilan 11 gacha yetkaziladi.

Kaliy gidrofosfat $K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$ (m.m.228, 24). Rangsiz oq kristall modda. Kaliy gidrofosfat miqdori 98% dan kam bo'lmasligi 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'lmasligi kerak.

Magniy sulfat $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ (m.m. 246,43). Rangsiz, prizma shaklidagi, achchiq mazali kristall, havoda kristall suvini yo'qotadi. Magniy sulfatning miqdori 99,0% dan kam bo'lmasligi kerak.

Magniy sulfatning to'yingan eritmasi. 500 g magniy sulfatga 500 ml suv qo'shib aralashtirib turilgan holda 1 kunga goldirilib, so'ng filtrlanadi.

Mis (II) sulfat $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ (m.m. 249,68). Ko'k rangli kristall yoki ko'k kristall kukun, hidsiz, o'ziga xos mazali, havoda asta-sekin suvini yo'qotadi. Mis (II) sulfatning miqdori 98,0% dan kam bo'lmasligi kerak.

Natriy gidroksid NaOH (m.m. 40,00). Oq gigroskopik donachalar yoki silindrsimon tayoqchalar shaklida. Natriy gidroksidning miqdori 95% dan kam bo'lmasligi kerak.

Natriy gidroksid eritmasi. 100 g natriy gidroksid suvda eritilib, suv bilan 11 gacha suyultiriladi. Eritma tindirilib, tiniq qismi boshqa idishga ajratib olinadi.

Natriy gidronsidning 30% li eritmasi. 300 g natriy gidroksid suvda eritilib, sovitib hajmi suv bilan 11 gacha yetkaziladi. Eritma tindirilib, tiniq qismi ajratib olinadi. Rezinka tiqinli shisha idishda saqlanadi.

Natriy gidrokarbonat. Oq kristall kukun, suvda eriydi.

Natriy gidrokarbonatning miqdori 98,5% dan kam bo'lmasligi kerak.

Suv siz natriy karbonat Na_2CO_3 (m.m. 105,99). Oq donacha holidagi gigroskopik kukun. Suvda eriydi. Natriy karbonatning miqdori 99,8% dan kam bo'lmasligi kerak.

Natriy karbonat eritmasi. 100 g suvsiz natriy karbonatni suvda eritib, hajmi suv bilan 11 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'lmasligi kerak.

Natriy nitrit eritmasi. 100 g natriy nitrit suvda eritilib, suv bilan 11 gacha suyultiriladi.

Natriy sulfat eritmasi, 200 g natriy sulfat suvda eritilib, suv bilan 11 gacha suyultiriladi.

Natriy sulfat (suv siz) Na_2SO_4 (m.m. 142,04). Rangsiz kristall 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'lmasligi 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 11 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'lmasligi kerak.

Natriy gidrofosfat $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (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 11 gacha suyultiriladi.

Natriy xlorid NaCl (m.m. 58,44). Oq kristall yoki oq kristall kukun, hidsiz, sho'rtang mazali. Natriy xloridning miqdori 99,5% dan kam bo'lmasligi kerak.

Natriy xloridning to'yigan eritmasi. 400 g natriy xlorid 11 suvda chayqatilgach, bir kunga qoldirilib, so'ngra filtrланади.

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 xos hidli kristall. Sovuq suvda kam eriydi, issiq suvda, spirtda, efirda, xloroformda oson eriydi. Suyuqlanish harorati $94\text{--}97^{\circ}\text{C}$. α -naftolniiig miqdori 99,3% dan kam bo'lmasligi kerak.

α -naftolning eritmasi. 0,05g α -naftolni 40% spirtda 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, spirtda oson eriydi, efirda va ishqor eritmalarida ham oson eriydi. Suyuqlanish harorati $121\text{--}123^{\circ}\text{C}$. 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 $\text{C}_9\text{H}_4\text{O}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (m.m. 178,15). Oq rangli kristall, 125°C da qizdirilsa, qizg'ishroq ranga o'tadi. Suvda, ishqor eritmalarida, spirtda eriydi. Zaharli, suyuqlanish harorati (suvsiz) $239\text{--}240^{\circ}\text{C}$ (parchalanish bilan). α -aminokislotalar ishtirokida qizdirilsa, ko'k rang hosil bo'ladi.

Pikrin kislotosasi $\text{C}_6\text{H}_2(\text{OH})(\text{NO}_2)_3$, (m.m. 229,11). Oq-sariq

kristall, 81 qism suvda. 16 qism spirtda eriydi. Tez qizdirilsa (300°C dan yuqori) yoki urilsa, detonatsiya natijasida portlaydi. Suyuqlanish harorati $121 - 123^{\circ}\text{C}$.

Pikrin kislotasining to‘yingan eritmasi. 12,3 g pikrin kislotasi 11 suvda eritilib, vaqtı–vaqtı bilan chayqatib turgan holda bir kunga qoldiriladi. Tiqinli shisha idishda, yorug‘likdan himoyalangan holda saqlanadi.

Dragendorf reaktivı. 1-eritma. 0,085 g vismutning asosli nitrati 40 ml suv va 10 ml sırka kislotasida eritiladi. 2-eritma. 8 g kaliy yodid 20 ml suvda eritiladi. Teng hajmda 1– va 2-eritmalar aralashtiriladi. 10 ml aralashmaga 100 ml suv va 20 ml sırka kislotasi qo‘shiladi.

Nessler reaktivı. 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.

Ajmoniy 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. $100 - 120^{\circ}\text{C}$ haroratda suvini yo‘qotib parchalanadi. Suvda, spirtda va efirda erib, qizil rangli eritma hosil qiladi. Suvli eritmasida sekin-asta parchalanib ko‘kimtir rangga o‘tadi va vodorod sianid ajralib chiqadi (Ehtiyyot 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, spirtda erimaydi. Havoda suvini yo‘qotadi.

***Kumush nitrat eritmasi.** 20 g kumush nitratni suvda eritib, hajmi suv bilan 11 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 konsentrangan 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 kislota eritmasi. 1 qism konsentrangan sulfat kislotasi 5 qism suvda eritiladi. Chinni yoki shisha idishga suv tortib olinib, chayqatib turilgan holda kislota qo'shiladi. Rangsiz, tiniq eritma, sulfat kislotasi miqdori 15,5% dan kam va 16,5% dan kam bo'lmasligi kerak.

***Konsentrangan 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'lmasligi 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 kristall 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 $118\text{--}120^{\circ}\text{C}$ da haydaladigan fraksiyasi yig'ib olinadi yoki aralashma vertikal sovitkichga ulanib 10 daqiqa davomida qaynatiladi.

Muz holida sirka kislotasi CH_3COOH (m.m. 60,05). Rangsiz, tiniq suyuqlik, o'tkir, o'ziga xos hidli. Sirka kislotasining miqdori 99,8% dan kam bo'lmasligi kerak.

Sirka kislotasi. Rangsiz, tiniq suyuqlik. O'tkir, o'ziga xos

hidli. Sirka kislotasining miqdori 98% dan kam bo'lmasligi kerak.

Suyultirilgan sirka kislotasi. 31,3 qism muz holidagi sirka kislotasini 68,7 qism suv bilan aralashtiriladi. Rangsiz, tiniq suyuqlik, o'ziga xos. o'tkir hidli. Sirka kislotasining miqdori 29,5—30,5% dan kam bo'lmasligi kerak.

Sirka kislotasi 3%. 100 ml suyultirilgan sirka kislotasi hajmi 11 bo'lguniga qadar suv bilan suyultiriladi.

Feling reaktivи. Ikkita eritmada 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 eritmasи. 0,2 g formalinni 10 ml konsentrlangan sulfat kislotasida eritiladi. Saqlanish muddati 1 oy.

Fosfat kislotasi konsentrlangan H_3PO_4 (m.m. 98,00). Rangsiz, tiniq, quyuq suyuqlik, zichligi 1,70. Fosfat kislotasining miqdori 85% dan kam bo'lmasligi 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'lmasligi kerak.

Fosfat kislotasining suyultirilgan eritmasи. Rangsiz, tiniq suyuqlik, zichligi 1,069—1,070. Fosfat kislotasining miqdori 12,4% dan kam, 12,6% dan ko'p bo'lmasligi kerak.

Fosforvolfram kislotasi. $P_2O_5 \cdot 12WO_3 \cdot 42H_2O$ (m.m. 3680,9). Ko'k-sariq rangli kristall, suvda, spirtda, efirda eriydi.

Fosforvolfram kislotasi eritmasи. 0,3 g fosforvolfram kislotasini 0,8 ml suyultirilgan xlorid kislotasida eritib, suv bilan 10 ml gacha suyultiriladi.

Ftal angidridi. $C_6H_4(CO)_2O$ (m.m. 148,12). Oq rangli kristall, suvda, spirtda, efirda, benzolda eriydi. Suyuqlanish

haroroti $130 - 131^{\circ}\text{C}$. Ftal angidridining miqdori 99,7% dan kam bo'lmasligi kerak.

Xloramin B. $\text{C}_6\text{H}_5\text{ClNNaO}_2\text{S} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (m.m. 267,68). Oq yoki bir oz sarg'ish kristall yoki kristall kukun, xlor hidiga ega. Suvda eriydi, issiq suvda oson eriydi, spirtda erib, loyqa eritma hosil qiladi. Xloroform va efirda erimaydi. Faol xlor miqdori 25% dan kam, 29% dan ko'p bo'lmasligi kerak.

Xloramin eritmasi. 5 g xloramin 100 ml suvda eritiladi. Eritma yangi tayyorlangan bo'lishi kerak.

Perxlorat kislotasining 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 $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$, (m.m. 332,24). Sariq yoki sariq-qo'ng'ir kristall yoki kristall kukun. Sovuq suvda juda kam eriydi. Sovitilgan mineral kislota eritmalarida eriydi. Seriy sulfatning miqdori 80% dan kam bo'lmasligi kerak.

Rux metall holdagi, arsensiz Zn (a.o. 65,37). Kumushsimon rangli, og'irligi 2 g dan ko'p bo'lmanan donachalar, havoda oksid parda bilan qoplanadi. Suyultirilgan sulfat kislotasida, xlorid kislotasida, sirka kislotasi va ishqorlarning konsentrangan eritmalarida erib, vodorod chiqaradi.

Rux-uranil atsetat eritmasi. 1-eritma. 10 g uranil atsetat 5 ml suyultirilgan sirka kislotasida va 50 ml suvda eritiladi. 2-eritma. 30 g sink atsetatning 3 ml suyultirilgan sirka kislotasida va 50 ml suvda eritiladi. Eitmalar aralashtirilib, 24 soatdan so'ng filtrlanadi.

Oksalat kislotasi $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (m.m. 126,07). Rangsiz kristall, suvda, spirtda oson eriydi. Oksalat kislotasi miqdori 99,5% dan kam bo'lmasligi kerak.

Oksalat kislota eritmasi. 50 g oksalat kislotasini suvda eritib, suv bilan 11 gacha suyultiriladi.

**BA'ZI BIR DORI MODDALARNING
SPEKTROFOTOMETRIK USUL YORDAMIDA
TAHLIL QILISH SHART-SHAROITLARI**

Dori moddasining nomi	Erituvchi yoki erituvchining pH-i	To'lqin uzunligi, nm	Eritma konsentratsiyasi ni nur yutilishning birlashgan qonuniga bo'yсинish me'yori mk/ml	$E_{\frac{1}{cm}}$
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 spirti	295	2,5–25	485,2
	Etil spirti	335	2,5–50	300,6
Amorfim	Etil spirti	294	5–20	242
	Metil spirti	294		250
Ampitsillin	5 m nitriy gidroksid	279	40–100	94,4
Anestezin	Etil spirti	292	3,5–6	1230
	0,001 m xlorid kislota	285	2–10	762,8

Apomorfin gidroksiklorid	Suv	272	4–20	530,6
	Suv	270	2,5–40	512,3
	0,01 m xlorid kislötasi	272	2–40	531,7
Apressin	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
Atsekclidin	Suv	231	9–15	277
	Suv	296	15–70	118,59
	0,1 m xlorid kislötasi	302	20–65	119,0
	0,1 m natriy gidroksid	297	15–75	114,8
Barbamil	0,1 m natriy gidroksid	239		385
	Borat bufer eritmasi (pH-10)	239		410
Barbital	Borat bufer eritmasi (pH-10)	240		550
Barbital-natriy	Borat bufer eritmasi (pH-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
Butamid	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 xlorid kislotasi	231	2–8	984,2
Vitamin K ₁	geksan	243		390
	geksan	248		411
	geksan	260		380
	geksan	270		276
Geksamidin	Metil spirti	251		8,6
	Metil spirti	258	100–700	10
	Metil spirti	264		7,5
Geksilteobromin	Suv	274	4–20	372,0
	Etil spirti	273	5–20	370,0
Geksobarbital	1% ammiak eritmasi	245	5–30	345
Gidrokodon fosfat	Suv	281	1–50	27,8
	Etil spirti	281	40–300	30,2
Gidrokortizon atsetat	Etil spirti	242	2,5–25	400,0
Giperozid	Etil spirti	258	4–10	464,5
	Etil spirti	364	4–10	385,8
	Dimetilformamid	366	4–10	304,2
Gitoksin	Etanol–suvli eritma	220–222	10–30	162,0
Glitsirrizin kislotasi	Suv	258		g=11000
Dizoksikortikoste ron atsetat	Etil spirti	240		440
Deksametazon	Metil spirti	239		372
	Metil spirti	240		372

Delsemin	Etil spirti	224	2,5–40	410
	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
	Xloroform	329	5–20	193,1
	Dimetilformamid	325	5–25	189,7
	Dimetilformamid	280	8–18	188,9
	Dimetilformamid ning suvdagi eritmasi	248	2–7	1468,8
	Dimetilformamid ning suvdagi eritmasi	335	10–50	170,9
Kloksatsillin	6 m xlorid kislotasi	283	25–250	73,9
Kodein	Etil spirti	284	50–200	50,1
	0,01 m xlorid kislotasi	285	20–70	55,6
	Bufer eritma pH 2,0–4,0	285	10–100	53,0
Kodein fosfat	Etil spirti	284	50–400	40,5
	Suv	285	1–50	37,0
Kokain hidroxlorid	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	220,1
Ksantotoksin	Etil spirti	300		565
Larusan	Etil spirti	334	0,5–20	1157
Levomitsetin	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 gidroxilorid	Suv	245	2,5–30	365,1
Mezaton	Suv	273	20–150	90,4
Melliktin	Etil spirti	278	200–400	15,8
Merkazolil	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
Metandrostano-lon	Etil spirti	245		516
	Metil spirti	245	2,5–20	510
Metiltestosteron	Etil spirti	240		535
	Metil spirti	241	2,5–20	556
Metiltiouratsil	0,1 m natriy gidroksid	261	1–20	800
	pH 11	304	5–17,5	549
Metiluratsil	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
Morfín gidroxilorid	Suv	285	1–50	39,9

	Suv	285	25–250	39,8
	Suv	285	30–300	38,3
	0,1 m xlorid kislotasi	285		39,7
Narkotin	0,001 m xlorid kislotasi	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
	Dimetilformamid ning suvli eritması	276	6–20	441,1
Nikodin	Suv	262	10–80	215,1
	0,01 m xlorid kislotasi	262	10–60	352
	0,01 m natriy gidroksid	262	10–70	199
	0,1 m xlorid kislotasi	261	6–13	384
Nikotinamid	0,1 m xlorid kislotasi	261	8–16	438
Nikotin kislotasi	Suv	260	5–50	345,0
	0,1 m xlorid kislotasi	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 kislotasi 50% li eritması	250	14–24	375,0
	Dimetilformamid	313	4–22	661,3
Novokain	Suv	288	5–30	639,9
	0,001 m xlorid kislotasi	290	2–15	600,0
Noradrenalin gidrotartrat	Suv	279		80
	0,01 m xlorid kislotasi	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
Oksatsillin	50% li xlорid kislotasi	280	30–140	80,5
	6 m xlорid kislotasi	280	30–200	81,0
Oksilidin	Suv	233	4–17	484,1
	0,1 m xlорid kislotasi	234	5–16	487,6
	Etil spirti	231	4–16	492,2
Oktestrol	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
	0,01 m natriy gidroksid	280	20–200	96,2
	0,01 m natriy gidroksid	300	6–50	180,1
Papaverin gidroxlорid	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 xlорid kislotasi	285	5–30	164,8
	0,01 m xlорid 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
Paratsetamol	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
Pilocarpin gidroxlorid	Suv	215		223,7
Piridoksin gidroxlorid	Suv	292	20–75	312,9
Platifillin 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	757
	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		325,5
	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 eruvchan	Suv	240	2,5–50	320,0
	Suv	315	2,5–25	594,6
Salsolidin gidroxlorid	Etil spirti	225	5–40	264,4
	Etil spirti	285	5–150	115,5
Salsolin gidroxlorid	Etil spirti	225	5–40	280,0
	Etil spirti	285	5–70	149,4
	Suv	224	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
Sekurinin nitrat	Suv	255		655
	Etil spirti	255	5–25	504,0
Sinestrol	0,1 m natriy gidroksid	241	1–8	1000,0
	Etil spirti	229	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 kislotasi	258		786
	pH 12	250	3–10	900
Strixnin nitrat	0,25% li xlorid kislotasi	254		314
	Suv	254	10–50	314
Strofantin – G	70% li spirt–suv (1:10)	219	5–50	245
	70% li spirt–suv (1:10)	230		189
K-strofantin – β	Etil spirti	218		206
Sulgin	Suv	258	2,5–15	732,5
	0,0005 m xlorid kislotasi	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 kislotasi	300	10–30	184,4
	0,01 m natriy gidroksid	240	2,5–15	763,7
Sulfapiridazin	Suv	262	2–10	650,0
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
	0,1 m natriy gidroksid	274	2–20	555,0
Temisal	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
	0,1 m xlorid kislotosi	245	5–40	335,1
	0,1 m xlorid kislotosi	260	1–40	276,9
Tiamin bromid suvsiz	0,1 m xlorid kislotosi	236	1–40	253,3
	0,1 m xlorid kislotosi	274	1–40	168,5
Tiopental–natriy	Borat bufer eritmasi pH 10,0	255		363
	Borat bufer eritmasi pH 10,0	305		825
Tokoferol atsetat	Mutlaq etil spirti	285		44,5
Triamsinolon	Etil spirti	239		386,0
Triyotраст	Suv	238	2–20	640
Triftazin	0,01 m xlorid kislotosi	256		630
	Suv	256	3–10	644,2
	0,01 m xlorid kislotosi	256	6–20	619,2
	0,01 m xlorid kislotosi	305	20–48	52,42
Trixomonatsid	Suv	357		540
	Etil spirti	270	5–25	241,0
	Etil spirti	353	2,5–50	287,0

Urosulfan	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 pH 10	239		488
	1% li ammiak eritmasi	240		440
	0,01 m ammiak eritmasi	240	2–10	471
Fenoksimetil– penitsillin	0,005 m natriy gidrokarbonat	268		34,8
Fepromarom	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
Fosestrol (dietilsilbestrolni ng difosforli efiri)	Suv	239–240		325
	Etil spirti	236		260
	0,1 m natriy gidroksid	242		370
Fosfestrol 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	Dimetilformamid ning 1% li suvli	290	2–18	800,6

	eritmasi			
	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	Dimetilformamid ning 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
Xinidin	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
	Etil spirti	234	1-20	880,0
	Etil spirti	331	10-150	127,9
	Etil spirti	278	20-125	98,0
Xinin 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	5–30	313
	0,001 m natriy gidroksid	286	5–20	380
	0,1% sirk a 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 ammiak 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 pH 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 gidrokslorid	Etil spirti	229	5-50	258,8
	Etil spirti	280	10-100	110,0
Etilmorfin gidrokslorid	Suv	285	70-140	42,2
	Etil spirti	284	50-300	45,5
	0,1 m xlorid kislotasi	284		50,0
Etinilestradiol	95% li etil spirti	282		71,2
Efedrin gidrokslorid	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^{20}	Eritmalarning konsentratsiyalari, %					
	Amido- pirin	Ammo niy xlorid	Barbita l-natriy	Geksa- metilen- tetramin	Suvviz glukoza	Kaliy bromid
1,3340 1,3350	0,44 0,89	0,50	0,59	0,60	0,70 1,40	0,80
1,3360 1,3370	1,33 1,78	1,00	1,18	1,19	2,10	1,70
1,3380 1,3390	2,22 2,66	1,50	1,73	1,78	2,80	2,60
1,3400 1,3410	3,11 3,55	2,00	2,31	2,40	3,50	3,43
1,3420 1,3430	4,00 4,44	2,50	2,87	3,00	4,20	4,30
1,3440 1,3450	4,89 5,34	3,00	3,43	3,60	4,90	5,20
1,3460 1,3470		3,50	4,00	4,20	5,60	6,10
1,3480 1,3490		4,00	4,52	4,78	6,30	6,90
1,3500 1,3510		4,50	5,06	5,36	7,00	7,80
1,3520 1,3530		5,00	5,58	5,96	7,70	8,70
1,3540 1,3550		5,50	6,15	6,55	8,40	9,60
1,3560 1,3570		6,00	6,67	7,15	9,10	10,50
1,3580 1,3590		6,50	7,22	7,75	9,80 10,50	11,30
1,3600 1,3610		7,00	7,78	8,35	11,20 11,90	12,20
1,3620 1,3630		8,00	8,24	8,94	12,60 13,30	13,10
1,3640 1,3650		8,50	8,72	9,52 10,10	14,00 14,70	14,00
1,3660 1,3670		9,00	9,29	10,67	15,40 16,10	14,80
1,3680 1,3690		9,50 10,0	9,84	11,26	16,80 17,50	15,70
1,3700 1,3710		10,50 11,	10,33	11,85	18,20 18,90	16,60
1,3720 1,3730		11,50 12,	10,81	12,45	19,60 20,30	17,50
1,3740 1,3750		13,00 13,	11,35	13,05	21,00 21,70	18,40
1,3760 1,3770		14,00 14,		13,64	22,40 23,10	19,30
1,3780 1,3790		15,00 15,		14,21	23,80 24,50	20,10
1,3800 1,3810		16,00 17,		14,77	25,30 26,00	21,00
1,3820 1,3830		17,50 18,		15,36	26,70 27,40	21,90
1,3840 1,3850		19,00 19,		15,94	28,10 28,80	22,80
1,3860 1,3870		20,00		16,53	29,50 30,20	23,60
1,3880 1,3890				17,11	30,90 31,60	24,50
1,3900 1,3910				17,69	32,30 33,00	
1,3920 1,3930				18,26	33,70 34,40	
1,3940 1,3950				18,85	35,10 35,80	
1,3960 1,3970				19,43	36,50 37,20	
1,3980 1,3990				20,02	37,90 38,60	
1,4000 1,4010				20,60	39,30 40,00	
1,4020 1,4030				21,17	40,70 41,40	
1,4040 1,4050				21,75	42,10 42,80	

					22,32 22,90 23,48 24,05 24,63 25,20 25,78 26,35 26,93 27,50 28,08 28,65 29,24 29,82 30,40 30,98 31,55 32,14 32,74 33,32 33,90 34,48 35,05 35,63 36,20 36,78 37,66 37,90 38,47 39,05 39,60 40,16	43,50 44,20 44,90 45,60 46,30 47,00 47,70 48,40 49,10 49,80 50,50	
Nur sindirish ko'rsatkichi, n_D^{20}					Eritmalarning konsentratsiyalari, %		
Kaliy yodid	Kaliy xlorid	Kalsiy xlorid 6H ₂ O	Askorbin kislotosi	Kodein fosfat 1,5H ₂ O	Kofein n-benzo at-natriy		
1,3340 1,3350	0,75	0,77	0,85	0,62	0,55		
1,3360 1,3370	1,53	1,54	1,71	1,24	1,15		
1,3380 1,3390	2,30	2,31	2,56	1,88	1,70		
1,3400 1,3410	3,05	3,08	3,42	2,52	2,25		
1,3420 1,3430	3,80	3,85	4,28	3,16	2,80		
1,3440 1,3450	4,58	4,67	5,15	3,80	3,35		
1,3460 1,3470	5,35	5,46	6,00	4,44	3,90		
1,3480 1,3490	6,10	6,24	6,90	5,08	4,45		
					0,60 1,20 1,70 2,20 2,70 3,20 3,70 4,20		

1,3500	1,3510	6,85	7,04	7,79	5,72	5,00	4,70
1,3520	1,3530	7,60	7,84	8,65	6,36	5,55	5,56
1,3540	1,3550	8,40	8,64	9,50	7,00	6,10	5,70
1,3560	1,3570	9,15	9,44	10,40	7,64	6,65	6,67
1,3580	1,3590	9,93	10,24	11,20	8,28	7,20	6,70
1,3600	1,3610	10,70	11,05	12,10	8,92	7,75	7,20
1,3620	1,3630	11,75	11,87	13,00	9,56	8,30	7,70
1,3640	1,3650	12,25	12,68	13,90	10,20	8,85	8,20
1,3660	1,3670	13,00	13,50	14,78		9,40	8,70
1,3680	1,3690	13,78	14,32	15,67		10,00	9,20
1,3700	1,3710	14,55	15,14	16,57		10,55	9,70
1,3720	1,3730	15,35	15,97	17,45		11,10	10,20
1,3740	1,3750	16,13		18,36			10,70
1,3760	1,3770	16,88		19,28			11,20
1,3780	1,3790	17,65		20,19			11,70
1,3800	1,3810	18,43		21,09			12,20
1,3820	1,3830	19,20		22,00			12,70
1,3840	1,3850	20,00		22,91			13,20
1,3860	1,3870	20,75		23,81			13,70
1,3880	1,3890			24,79			14,20
1,3900	1,3910			25,78			14,70
1,3920	1,3930			26,69			15,20
1,3940	1,3950			27,62			
1,3960	1,3970			28,55			
1,3980				29,45			
				30,35			
				31,25			
				32,19			
				33,15			
				34,15			
				35,10			
				36,10			
				37,10			
				38,05			
				39,00			
				39,95			
				40,90			
				41,85			
				42,80			
				43,80			
				44,80			
				45,80			
				46,80			
				47,75			
				48,75			
				49,80			

				51,35		
				51,85		
				52,90		
				53,85		
				55,00		
				56,05		
				57,07		
				58,10		
				59,10		
				60,10		
				60,23		
Eritmalarning konsentratsiyalari %						
Nur sindirish ko'rsat-kichi, n_D^{20}	Magniy sulfat · 7 H_2O	Mis sulfat · 5H ₂ O	Natriy benzoat	Natriy bromid	Natriy gidrok arbonat	Natriy yodid
1,3340	1,05	0,91 1,68	0,45 0,92	0,75 1,50	0,80	0,71
1,3350	2,09	2,61 3,51	1,39 1,86	2,26 3,00	1,60	1,41
1,3360	3,10	4,39 5,31	2,35 2,81	3,74 4,50	2,40	2,10
1,3370	4,13	6,19 7,14	3,26 3,72	5,24 6,00	3,20	2,80
1,3380	5,15	8,04 8,89	4,18 4,63	6,76 7,54	4,00	3,49
1,3390	6,20	9,82 10,71	5,07 5,53	8,32 9,06	4,80	4,20
1,3400	7,35	11,61	6,00 6,48	9,81 10,57	5,60	4,88
1,3410	8,45	12,50	6,95 7,41	11,32	6,40	5,58
1,3420	9,65	13,40	7,88 8,35	12,09	7,20	6,27
1,3430	10,75	14,30	8,83 9,30	12,88	8,00	6,96
1,3440	11,80		9,77	13,67	8,80	7,65
1,3450	12,95		10,24	14,46	9,60	8,35
1,3460	14,05		10,71	15,25	10,40	9,04
1,3470	15,22		11,19	16,03		9,74
1,3480	16,34		11,66	16,81		10,44
1,3490	17,50		12,14	17,60		11,15
1,3500	18,70		12,63	18,38		11,85
1,3510	19,90		13,10	19,16		12,55
1,3520	21,10		13,58	19,96		13,26
1,3530	22,20		14,06	20,77		13,97
1,3540	23,45		14,53	21,55		14,67
1,3550	24,70		15,01	22,35		15,37
1,3560	25,85		15,50	23,15		16,05
1,3570	27,10		15,98	23,96		16,75
1,3580	28,40		16,47	24,76		17,45
1,3590	29,50		16,95	25,42		18,15
1,3600	30,75		17,42			18,85

1,3610	32,00		17,92			19,58
1,3620	33,35		18,43			20,28
1,3630	34,66		18,91			
1,3640	35,90		19,40			
1,3650	37,24		19,88			
1,3660	38,60		20,37			
1,3670	39,90		20,86			
1,3680	41,25		21,35			
1,3690	42,63		21,85			
1,3700	43,95		22,34			
1,3710	45,30		22,83			
1,3720	46,64		23,32			
1,3730	47,96		23,82			
1,3740	49,34		24,32			
1,3750	50,70		24,84			
1,3760	52,00		25,35			
1,3770						
1,3780						
1,3790						
1,3800						
1,3810						
1,3820						
1,3830						
1,3840						
1,3850						
1,3860						

Nur sindirish ko'rsat-kichi, n_D^{20}	Eritnalarning konsentratsivalari, %					
	Natriy salitsilat	Natriy tiosulfat · 5H ₂ O	Natriy xlorid	Natriy sitrat 5,5H ₂ O	Natriy sitrat (nordon)	Novo- kain
1,3340	0,50	1,00	0,60 1,20	0,50 1,00	1,00	0,45
1,3350	0,98	1,80	1,76 2,32	2,00 2,50	1,50	0,90
1,3360	1,48	2,20	2,91 3,52	3,00 4,00	2,00	1,35
1,3370	1,98	3,00	4,15 4,77	4,50 5,00	3,00	1,80
1,3380	2,50	4,00	5,37 6,00	6,00 6,50	3,50	2,25
1,3390	3,00	5,00	6,63 7,20	7,00 7,50	4,00	2,70
1,3400	3,48	6,00	7,82 8,45	8,00 9,00	5,00	3,15
1,3410	3,98	6,80	9,10 9,67	10,00	6,00	3,60
1,3420	4,47	7,20	10,30 11,0		6,50	4,05
1,3430	4,97	8,00	11,65 12,1		7,00	4,50
1,3440	5,45	9,00	13,00 13,6		8,00	4,95
1,3450	5,95	10,00	14,30 14,9		8,50	5,40
1,3460	6,45	11,00	15,65 16,1		9,00	5,85
1,3470	6,95	11,80	17,03 17,7		10,00	6,30
1,3480	7,45	12,20	18,40 19,1			6,80

1,3490	7,95	13,00	19,76	20,4		7,25
1,3500	8,45	14,00	21,15	21,8		7,70
1,3510	8,97	15,00	22,50	23,2		8,15
1,3520	9,45	15,80	23,93	24,6		8,65
1,3530	9,98	16,20	25,32			9,15
1,3540	10,45	17,20				9,55
1,3550	10,95	18,00				10,00
1,3560	11,47	19,00				10,45
1,3570	11,95	20,00				10,90
1,3580	12,45	21,00				11,35
1,3590	12,95	22,00				11,80
1,3600	13,48	22,80				12,25
1,3610	13,97	23,20				12,70
1,3620	14,50	24,00				13,15
1,3630	15,00	25,00				13,60
1,3640	15,52	26,00				14,05
1,3650	16,05	27,00				14,50
1,3660	16,57	27,80				14,95
1,3670	17,10	28,20				
1,3680	17,62	29,00				
1,3690	18,15	30,00				
1,3700	18,65	31,00				
1,3710	19,20	32,00				
1,3720	19,70	33,00				
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				
Eritmalarning konsentratsiyalari, %						
Nur sindirish kg·rsatkichi, n_D^{20}	Norsulfa- zol- natriy	Sergozin	Sulfa- sil natriy H_2O	Form- aldegid	Xloral gidrat	Efedrin gidro- xlorid
1,3340	0,55	1,05	0,50	0,92 1,83	0,99	0,50
1,3350	1,14	2,10	1,00	2,74 3,64	1,80	1,00
1,3360	1,70	3,10	1,60	4,54 5,44	2,65	1,50
1,3370	2,29	4,15	2,10	6,34 7,23	3,50	2,00
1,3380	2,87	5,15	2,60	8,12 9,01	4,35	2,50
1,3390	3,41	6,15	3,10	9,91 10,80	5,25	3,00
1,3400	4,01	7,20	3,60	11,68	6,15	3,50
1,3410	4,58	8,25	4,10	12,55	7,00	4,00
1,3420	5,16	9,25 10,30	4,60	13,43	7,90	4,50
1,3430	5,71	11,30	5,10	14,30	8,80	5,00
1,3440	6,36	12,30	5,60	15,17	9,70	5,50
1,3450	6,87	13,35	6,10	16,05	10,60	6,00
1,3460	7,45	14,40	6,60	16,90	11,50	6,50
1,3470	8,00	15,45	7,10	17,77	12,40	7,00
1,3480	8,55	16,50	7,60	18,63	13,30	7,50
1,3490	9,23	17,50	8,10	19,49	14,15	8,00
1,3500	9,77	18,50	8,60	20,34	15,00	8,50
1,3510	10,33	19,50	9,10	21,19	15,90	9,00
1,3520		20,55	9,60	22,05	16,80	9,50
1,3530		21,60	10,10	22,90	17,70	10,00
1,3540		22,65	10,60	23,74	18,60	10,50
1,3550		23,70	11,10	24,58	19,50	
1,3560		24,70	11,60	25,41	20,40	
1,3570		25,75	12,10	26,26	21,30	
1,3580		26,80	12,60	27,09	22,20	
1,3590		27,85	13,10	27,93	23,10	
1,3600		28,90	13,60	28,76	24,00	
1,3610		30,00	14,10	29,58	24,85	
1,3620		31,00	14,60	30,45	25,75	
1,3630		32,00	15,10	31,24	26,60	
1,3640		33,00	15,60	32,08	27,50	

1,3650		34,20	16,10	32,90	28,40	
1,3660		35,20	16,60	33,70	29,30	
1,3670		36,20	17,10	34,50	30,20	
1,3680		37,30	17,60	35,50		
1,3690		38,30	18,10	36,10		
1,3700		39,40	18,60	36,92		
1,3710		40,50	19,10	37,75		
1,3720		41,50	19,60	38,55		
1,3730		42,50	20,10	39,36		
1,3740		43,50	20,60	40,16		
1,3750		44,50	21,10			
1,3760		45,70	21,60			
1,3770		46,80	22,10			
1,3780		47,80	22,60			
1,3790		48,90	23,10			
1,3800		50,00	23,60			
1,3810		51,00	24,10			
1,3820		52,00	24,60			
1,3830			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

4-ilova

**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 tritruratsiyalarning 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	±0,3

2. Gomeopatik granulalarning umumiyligi og irligida (shu jumladan qadoqlangan vaqtida) 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 dorilami o'rtacha og'irligi 20 donadan kam bo'limgan 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

±5 %

– 0,3 g og'irlikkacha bo'lgan hab dorilarga ±10 %

– 0,3 g og'irlikdan oshiq bo'lgan hab dorilarga ±5 %

– ko'pi bilan 2 ta shamcha uchun

±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'yolari suyuq dori turlari konsentrat-lardan yoki quruq dori moddalardan tayyorlangan bo'lishidan qat'iy nazar qo'llaniladi.

6. Dorixona muassasalarida oldindan tayyorlab qo'yiladigan va shisha idishlarga qadoqlanadigan (quyiladigan) inyektsiya uchun ishlataladigan eritmalarini umumiy hajmida yo'l qo'yilishi mumkin bo'lgan og'ish me'yolari:

Ko'rsatilgan hajmi, ml	O'g'ish me'yori, %
50 gacha	±10
50 dan yuqori	±5

7. Og'irlik-hajm usulida tayyorlanadigan suyuq dori turlari tarkibidagi alohida o'lchab oiingan quruq dori moddalarining og'irligida yo'l qo'yilishi mumkin bo'lgan og'ish me'yolari:

Ko'rsatilgan o'g'irligi, g	O'g'ish me'yori, %
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'yolari:

Ko'rsatilgan o'g'irligi, g	O'g'ish me'yori, %
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'irlilik 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 og'irligi, g	O'g'ish me'yori, %
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. Surtmalarning 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. Konsentrat eritmalarda 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 trituratsiyalarda, eritmalarda 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

1. Фармацевтическая химии под редакцией А.П.Азрамацев, М. «Геотер-МЕД», 2004
2. Анализ лекарственных форм, изготавляемых в аптеках /Кулешова М.И., Гусева Л.Н., Сивицкая О.К./, 2-е изд, перераб. И доп., М., Медицина, 1989.
- 3.Беликов В.Г Фармацевтическая химия, М., «Метпресс-информ», 2008
- 4.Государственная фармакопея СССР XI-издание, вып.1. Общие методы анализа, М., Медицина, 1987.
- 5.Государственная фармакопея СССР X1-издание, вып.2. Общие методы анализа. Лекарственное растительное сырье, М., Медицина 1989.
- 6.«Введение в фармацевтическую химию» , Минск Электронная книга БГУ, 2004
- 7.Стандартизация и контроль качества лекарственных средств. Под редакцией Н.А Тюкавкиной, М., «Медицинское информационное агентство» ,2008
- 8.Ибодов А.Ю. Фармацевтик кимё 1, 2-кисм, Тошкент, Абу Али ибн Сино, 1996.
- 9.Кирхнер Ю. Тонкослойная хроматография, в 2 т. Пер. с англ., М., Мир, 1981.
- 10.Лабораторные работы по фармацевтической химии /Под редакцией В.Г.Беликова/, М., Высшая школа, 1989.
- 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. Практическое руководство по физико-химическим методам анализа /Под ред. А.П.Алимарина, В.М.Иванова/, М., Изд-во Моск.ун-та, 1987
14. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии /Под редакцией А.П.Арзамасцева/,

М., Медицина, 1987

15. В.П.Черних. «Органическая химия» в 3 томах, Харьков НФаУ «Золоті сторінки», 2001
16. Фармацевтическая хімія /За загальною редакцією проф. П.О. Безуглого/, Харків, НФаУ, Золоті сторінки, 2002.
17. Фармацевтичний аналіз /за загальною редакцією проф. П.О. Безуглого/, Харків, НФаУ «Золоті сторінки», 2001.
18. Юнусхужаев А.Н., Исаев М.Х. Узбекистан Республикасида фармацевтика фаолияти, 1-II-китоб, Тошкент, Абу Али ибн Сино, 2001.
19. А.П.Азрамацев и др. «Анализ лекарственных смесей», М. Спутник 2000 г.
20. Государственная фармакопея Российской Федерации XII издания, М. 2007
21. Farmatsevtik kimyo, 1 va 2 qisim, T., «Ekstremum press», 2011
22. В.А.Шеповалив, В.П. Черных, С.Н. Коваленко «Физико-химические методы анализа лекарственных средств», Харьков НФаУ, «Оригинал», 2006.
23. Q.A.Ubaydullayev va boshqalar, “Farmatsevtik kimyo”, “O’zbekiston faylasuflar milliy jamiyati nashriyoti”, T., 2006.

MUNDARIJA

So‘zboshi.....	3
----------------	---

I BO‘LIM DORI MODDALARI CHINLIGINI ANIQLASHNING UMUMIY USULLARI

1.1. ANORGANIK IONLARNING SIFAT

REARSIYALARI.....	5
1.1.1. Kationlarga bajariladigan umumiy sifat reaksiyalari.....	5
1.1.2. Anionlarga bajariladigan umumiy sifat reaksiyalari.....	10
1.2. ORGANIK TUZILISHGA EGA BO‘LGAN DORI MODDALARNING CHINLIGINI ANIQLASH.....	17
1.2.1. To‘yinmagan uglevodorodlar.....	18
1.2.2. Galoidorganik birikmalar.....	20
1.2.3. Spirt gidroksili.....	22
1.2.4. Yenol gidroksil guruhi.....	26
1.2.5. Yendiol guruhi.....	27
1.2.6. Fenollarga xos bo‘lgan sifat reaksiyalari.....	28
1.2.7. Aldegid va ketonlar.....	35
1.2.8. Karbon kislotalar.....	39
1.2.9. Alifatik aminokislotalar.....	43
1.2.10. Oddiy efirlar.....	44
1.2.11. Murakkab efirlar.....	45
1.2.12. Aminlar.....	47
1.2.13. Piridin halqasi	55
1.2.14. Nitroguruh.....	57
1.2.15. Amidlar.....	59

1.2.16. Imidlар.....	63
1.2.17. Gidrazin, gidrazid va gidrozonlar.....	66
1.2.18. Tiollar, tionlar, tioefirlar va tioamidlar.....	69
1.2.19. Sulfokislotalar va sulfamidlar.....	72
 1.2.20. Fosfororganik birikmalar.....	75

II BO‘LIM

DORI VOSITALARI TAHLILIDA QO‘LLANILADIGAN UMUMIY FIZIKAYITI USULLAR

2.1. DORI MODDALARNING ERUVCHANLIGINI ANIQLASH.....	77
2.2. ERITMALARNING TINIQLIGI VA LOYQALIK DARAJASINI ANIQLASH.....	79
2.2.1. Loyqalik etalonlarini tayyorlash.....	79
2.3. ERITMALARNING RANGSIZLIGI VA RANGLILIK DARAJASINI ANIQLASH.....	80
2.3.1. Ranglilik etalonlarini tayyorlash.....	81
2.3.2. Ranglilik etalonlari.....	81
2.3.3. Eritmalarning ranglilik darajasini aniqlash.....	82
2.3.4. Ishchi eritmalarning tayyorlanishi.....	83
2.3.5. Standart eritmalarni tayyorlash.....	85
2.3.6. Etalonlarni tayyorlanishi.....	86
2.4. UMUMIY FIZIKAVIY TAHLIL USULLARI.....	88
2.4.1. Suyuqlanish haroratini aniqlash.....	88
2.4.2. Dori moddalarning qotish haroratini aniqlash.....	93
2.4.3. Moddaning qaynash haroratini aniqlash.....	95
2.4.4. Dori moddalarning zichligini aniqlash.....	97
2.4.5. Uchuvchan moddalar va suvni aniqlash.	

Quritish usuli	99
2.4.6. Dori vositalari tarkibidagi spirtni aniqlash.....	104
2.4.7. Eritmalarning muhit sharoiti (pH)ni aniqlash.....	108
2.4.8. Qovushqoqlikni aniqlash.....	114
2.5.0. Elektroforez.....	131
2.5.1. Zonal elektroforez usuli.....	133

III BO'LIM

DORI MODDALARINING TOZALIGINI VA ARALASHMALARNING RUXSAT ETILGAN MIQDORINI ANIQLASH

3.1. DORI MODDALAR TARKIBIDAGI UMUMIY YOT ARALASHMALARINI ANIQLASH.....	139
3.1.1. Xloridlarni aniqlash.....	142
3.1.2. Sulfatlarni aniqlash.....	142
3.1.3. Ammoniy ionini aniqlash.....	143
3.1.4. Kalsiy ionini aniqlash.....	144
3.1.5. Temir ionlarini aniqlash.....	144
3.1.6. Rux ionlarini aniqlash.....	145
3.1.7. Og'ir metallarni aniqlash.....	146
3.1.8. Organik dori moddalarning kul qoldig'idagi og'ir metallarni aniqlash.....	147
3.1.9. Arsenni aniqlash.....	147
3.2. BA'ZI BIR DORI MODDALAR TARKIBIDAGI XUSUSIY YOT ARALASHMALARINI ANIQLASH.....	151
3.2.1. Atsetilsalitsil kislotasi tarkibidagi erkin salitsil kislotasini aniqlash.....	151
3.2.2. Xlorid kislotasi eritmasi tarkibidagi sulfit kislotasini aniqlash.....	153

3.2.3. Nikotin kislota tarkibidagi 2,6—piridindikarbon kislotani aniqlash.....	153
3.2.4. Etaminal—natriy tarkibidagi erkin holdagi ishqorni aniqlash.....	154
3.2.5. Dietil efiri tarkibidagi peroksid birikmalar va aldegidlarni aniqlash.....	154
2.2.6. Etoksid tarkibidagi p—fenitidin xlorgidratni aniqlash.....	155
2.2.7. Amidopirin tarkibidagi 4—aminoantipirinni Aniqlash.....	156
2.2.8. Kalsiy glukonat tarkibidagi dekstrin, saxarozani Aniqlash.....	156
3.2.9. Kodein fosfat tarkibidagi morfinni aniqlash.....	157
3.2.10. Diprofillin tarkibidagi teofillinni aniqlash.....	157
3.2.11. Kellin tarkibidagi boshqa furanoxromonlarni Aniqlash.....	157
3.2.12. Paracetamol tarkibidagi p—aminofenolni aniqlash....	158
3.2.13. Formaldegid eritmasi tarkibidagi chumoli kislotasini aniqlash.....	158
3.2.14. Vikasol tarkibidagi 2—metil-1,4-naftogidroxinon -3-sulfonat va bisulfit natriyni aniqlash.....	159
3.2.15. Furatsilin tarkibidagi semikarbazidni aniqlash.....	159

IV BO'LIM

DORI VOSITALARI MIQDORINI ANIQLASHNING KIMYOVIY USULLARI

4.1. GRAVIMETRIK (TORTMA) USUL.....	160
4.1.1. Titrlangan eritmalar.....	161
4.2. SUVLI SHAROITDA KISLOTALI – ASOSLI	

TITRLASH USULI.....	165
4.2.1. Kislotalarni titrlash (Alkalimetrik usul).....	165
4.2.2. Kuchsiz kislotalarni titrlash.....	167
4.2.3. Kuchli kislota va kuchsiz asosdan iborat tuzlami Titrlash.....	171
4.2.4. Asoslarni titrlash (Atsidimetrik usul).....	172
4.2.5. Kuchli asos, kuchsiz kislotadan iborat bo‘lgan tuzlami titrlash.....	174
4.3. SUVSIZ SHAROITDA KISLOTALI – ASOSLI TITRLASH USULI.....	175
4.4 CHO‘KTIRISHGA ASOSLANGAN USULLAR.....	181
4.4.1. Argentometrik usul.....	181
4.4.2. Merkurimetrik usul.....	186
4.5. OKSIDLANISH–QAYTARILISHGA ASOSLANGAN USULLAR.....	188
4.5.1. Permanganatometrik usul.....	188
4.5.2. Yodometrik usul.....	191
4.5.3. Bromatometrik usul.....	193
4.5.4. Yodatometrik usul.....	195
4.5.5. Nitritometrik usul.....	197
4.5.6. Bixromatometrik usul.....	202
4.5.7. Serimetrik usul.....	205
4.6. KOMPLEKSONOMETRIK USUL.....	207

V BO‘LIM
DORI VOSITALARI MIQDORIY TAHLILINING
FIZIKAVIY VA FIZIK – KIMYOVİY USULLARI

5.1. POTENSIOMETRIK TITRLASH USULI.....	211
5.2. POLYAROGRAFIK USUL.....	216

5.3.	REFRAKTOMETRIK USUL	222
5.4.	POLYARIMETRIK USUL	233
5.5.	ELEKTROMAGNIT NURLANISHNING YUTILISHIGA ASOSLANGAN USULLAR	236
5.5.1.	Tahlilning fotometrik usullari	236
5.5.2.	To'ljin uzunligi shkalasini UB va ko'zga ko'rindigan nur sohasida tekshirish	242
5.5.3.	Optik zichlik shkalasini tekshirish	243
5.5.4.	Spektrofotometrik usulning moddalar tozaligi va chinligini aniqlashda qo'llanilishi	245
	Naftoxinon hosilalari	246
	K vitaminining sintetik o'rribbosari	247
	Tetrasiklin qatori antibiotiklari va ularning yarimsintetik o'rribbosarlari	247
	Aromatik kislota va tuzlar	249
	Salitsil kislotasining murakkab efiri	250
	Salitsil kislota amidining hosilalari	251
	Para-aminofenol hosilalari	252
	Meta-aminofenon hosilalari	253
	Fenilsirka va fenilpropion kislotalarning hosilalari	254
	Butirifenon hosilalari	255
	Aromatik aminokislolar va ularning hosilalari	255
	Dimetilfenilatsetamid hosilalari	257
	Para-aminobenzoy kislotasining amidi hosilalari	258
	p-aminosalitsil kislota hosilalari	259
	m-aminobenzoy kislotosi hosilalari	259
	Fenilalkilaminlar hosilalari, alkaloidlar	260
	Katexolaminlar	261
	Katexolaminlarning sintetik analoglari	262
	Nitrofenilalkilaminlarning hosilalari	263

Gidroksipropanolaminlarning hosilalari.....	265
Aminobibromfenilalkilaminlar.....	267
Yodlangan aminokislotalarning sintetik hosilalari.....	267
Benzosulfokislota amidining xlorli hosilalari.....	268
Sulfanilamidlarning fizik-kimyoviy usullar bo'yicha miqdoriy tahlili va identifikatsiyasi(chinligi).....	269
Alkilureid sulfokislota hosilalari (sulfonilmochevina).....	270
Guanidin hosilalari.....	272
Monosiklik terpenlar.....	273
Bisiklik terpenlar.....	273
Statinlar.....	275
Siklogeksanning hosilalari.....	275
Siklogeksanoletilengidrindanov vitamnlari (kaltsiferollar).....	277
Kortikosteroidlar va ularning o'rinbosarlari.....	278
Gestogen garmonlar va ularning yarim sintetik o'rinbosarlari.....	279
Androgen garmonlar va ularning sintetik o'rinbosarlari.....	280
Sintetik anabolik dori vositalari, 19-nortestesteronning hosilalari.....	282
Androstan atsetoksi hosilalarining sintetik vakillari	282
Estrogen garmonlar va ularning yarim sintetik o'rinborarlari.....	283
Estrogenlarning nesteroid tabiatli sintetik o'rinbosarlari.....	285
Antiestrogen dori vositalarining sintetik vakillari	285
Antibiotiklar - makrolid va azolidlar.....	286
Furanning hosilalari.....	287

Benzofuran hosilalari.....	288
4-oksikumarin hosilalari.....	289
Indan hosilalari.....	290
Benzo- γ -piran hosilalari.....	290
Tokoferollar (E guruh vitaminlari).....	291
Flavanoidlar (P guruh vitaminlari).....	291
Tiofen hosilalari.....	293
2 – pirrolidona hosilalari.....	293
Pirolin hosilalari.....	293
Pirrolidin qatori antibiotiklari.....	294
Pirrolizidin hosilalari.....	295
Indoliliklaminlar hosilalari.....	295
Rezerpin.....	298
Karbazolning hosilalari.....	298
Ergolin hosilalari(ergoalkaloidlar va ularning hosilalari).....	300
Pirazol hosilalari.....	302
Imidazol va imidazolining sintetik hosilalari.....	304
1,2,4-Triazol hosilalari.....	306
Imidazolidin hosilalari (gidantolidin).....	307
Benzimidazol hosilalari.....	308
Etilendiamin va dimetilaminoetanol hosilalari.....	308
Piperazin hosilalari.....	310
Piperidinilidensiklogeptan hosilalari.....	310
Nikotin kislota hosilalari.....	311
Izonikotin kislota hosilalari.....	312
Izonikotin kislotasi tioamidi hosilalari.....	314
2,6-dialkilpiridin hosilalari.....	314
Okismetilpiridin vitaminlari va ularning hosilalari.....	315
1,4-digidropiridin hosilalari.....	316

Alkaloidlar, tropan unumlari va ularning sintetik Hosilalari.....	317
Alkaloidlar, ekgonin hosilalari.....	318
Alkaloidlar, xinolin hosilalari.....	318
4-aminoxinolin hosilalari.....	319
8-oksixinolin hosilalari.....	320
Ftorxinolon.....	320
Benzilizoxinolin hosilalari.....	322
Alkaloidlar, morfinning hosilalari (fenantrenizoxinolin) va ularning yarim sintetik o‘rinbosarlari.....	323
Aporfin hosilalari.....	325
Piperidin va siklogeksanning sintetik hosilalari.....	326
Barbitur kislota hosilalari.....	328
Sefalosporinlar.....	329
Beta-laktamaz ingibitorlari.....	330
5.5.5. Spektrofotometrik usul yordamida dori vositalarining miqdorini aniqlash.....	331
Streptomitsin sulfatning miqdorini fotoelektrokolorimetrikusul yordamida aniqlash.....	333
Eritromitsin va glukozaning chinligi va miqdorini Aniqlash.....	334
Riboflavin va natriy xlorid eritmasining chinligi va miqdorini aniqlash.....	336
1% li furagin eritmasini chinligi va miqdorini Aniqlash.....	336
Furatsilin natriy xlorid eritmasini chinligi va miqdorini aniqlash.....	337
0,015% li levomitsetin eritmasini chinligi va miqdorini aniqlash.....	338

Galantamin gidrobromid 0,1% inyekzion eritmasining miqdoriy tahlili.....	339
Sianokobalaminning inyekskm eritmasidagi miqdorini aniqlash (30, 100, 200, 500 mkg/ml).....	340
Adonizidning miqdorini aniqlash.....	340
0,18% li adrenalin gidrotartrat inyekzion eritmasining miqdorini aniqlash.....	342
Adrenalin gidrotartrat standart namunasi eritmasini tayyorlash.....	343
Temir–sirtrat reaktivini tayyorlash.....	343
Kortizon atsetatning miqdorini aniqlash.....	343
Retinol atsetatning 3,44; 6,88 va 8,60%li moyli eritmalari tahlili.....	343
Riboflavinning miqdorini aniqlash.....	344
0,001 g sinestrol tabletkasining miqdorini aniqlash....	345
5.6. IQ–SPEKTROFOTOMETRIK USUL.....	346
5.7. FLYUORIMETRIK USUL.....	358
5.8. YADRO–MAGNTT REZONANSI SPEKTROSKOPIYASI (YMR, PMR, 13C–YMR).....	367
5.9. XROMATOGRAFIK USULLAR.....	375
5.9.1. Ion almashinish xromatografiyasi.....	376
5.9.2. Taqsimlanish (qog‘oz) xromatografiyasi.....	383
5.9.3. Yupqa qatlam xromatografiyasi.....	390
5.9.4. Gaz xromatografiyasi 400	
5.9.5. Yuqori samarali(yuqori bosim) suyuqlik Xromatografiyasi.....	410

ILOVALAR

<i>1-ilova.</i> FARMATSEVTIK TAHLLIDA QO'LLANILADIGAN BA'ZI BIR REAKTIVLAR VA ULARNING TAYYORLANISHI.....	423
<i>2-ilova.</i> BA'ZI BIR DORI MODDALARNING SPEKTROFOTOMETRIK USUL YORDAMIDA TAHLIL QILISH SHART-SHAROITLARI.....	437
<i>3-ilova.</i> ERITMALARNING OG'IRLIK-HAJM KONSENTRATSIYALARI BO'YICHA NUR SINDIRISH KO'RSATKICHLARI.....	453
<i>4-ilova.</i> DORIXONA MUASSASALARIDA TAYYORLANADIGAN DORI TURLARI UCHUN YO'L QO'YILISHI MUMKIN BO'LGAN OG'ISH ME'YORLARI.....	461
FOYDALANILGAN ADABIYOTLAR.....	467

**QUDRATILLA ASADULLAYEVICH UBAYDULLAYEV
ISMATJON KOZIMOVICH AZIZOV
ABDUDJALIL QO'CHQOROVICH SAIDVALIYEV
VILOYATXON NURILLABEKOVNA ABDULLABEKOVA
ABDUQODIR ABDURAXMONOVICH TO'LAGANOV
NODIRA ABDULXAMITOVNA YUNUSXODJAYEVA**

FARMATSEVTIK KIMYO

«FARMATSEVTIK KIMYO FANIDAN O'QUV QO'LLANMASI»

(To'ldirilgan va qayta ishlangan ikkinchi nashri)

Oliy o'quv yurtlari uchun o'quv qo'llanma

Muharrir X. Po'latxo 'jayev

Rassom J. Badalov

Sahifalovchi Z. Shukurxo 'jayev

Musahhih B. Tuyoqov

Nashriyot litsenziyasi. AI № 111. Bosishga 21. 12. 2015 yilda ruxsat etildi.

Bichimi 60x84 $\frac{1}{16}$. Hajmi 30,0. Adadi 300 nusxa.

Shartnoma № 43/4. Buyurtma № 103/6.

«YANGI NASHR» nashriyoti,
100115 Toshkent, Chilonzor ko'chasi, 1-uy.

Tel.: (99895) 197-79-04

Original maket «Bilik-Print» va «Ijod Print» MCHJ matbaa korxonalarida tayyorlandi. 100115 Toshkent, Chilonzor ko'chasi, 1-uy.

«Adad Plus» MCHJ bosmaxonasi.
Toshkent, Bunyodkor ko'chasi, 28-uy.



ISBN-978-9943-22-224-3

9 789943 222243