

ЎЗБЕКИСТОН РЕСПУБЛИКАСИ
СОҒЛИҚНИ САҚЛАШ ВАЗИРЛИГИ
ТОШКЕНТ ФАРМАЦЕВТИКА ИНСТИТУТИ

РЕФЕРАТ

MAVZU: UMUMIY FIZIKAVIY TAHLIL USULLARI

Бажарди: Рихсиддинов И.
Текширди: Шамсиев Ш.Ш.

Тошкент-2015

REJA

- 2.4.1. Suyuqlanish haroratini aniqlash
- 2.4.2. Dori moddalarning qotish haroratini aniqlash
- 2.4.3. Moddaning qaynash haroratini aniqlash
- 2.4.4. Dori moddalarning zichligini aniqlash
- 2.4.5. Uchuvchan moddalar va suvni aniqlash
- 2.4.6. Dori vositalari tarkibidagi spirtni aniqlash

2.4. UMUMIY FIZIKAVIY TAHLIL USULLARI

2.4.1. Suyuqlanish haroratini aniqlash

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

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

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

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

Davlat farmakopeyasining XI nashrida suyuqlanish haroratini aniqlashning xil usuli keltirilgan.

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

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

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

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

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

- 1) boshqaruv shiti va nomogramkali asos;
- 2) shishadan yasalgan qizdirish bloki;
- 3) optik qurilma;
- 4) termometrlar o'rnatiladigan moslama;

- 5) kapillarlar o'rnatiladigan moslama;
- 6) $0,5^{\circ}\text{C}$ dan graduirlangan qisqartirilgan termometr;
- 7) elektr qizdirgichdan iborat qizdirish manbai;
- 8) uzunligi 20 sm li kapillarlar.

Ikkinchi turdagi uskuna quyidagi qismlardan iborat:

- 1) haroratga chidamli shishadan yasalgan, hajmi 100 ml dan 150 ml gacha bo'ynining uzunligi 20 sm, diametri esa 3 – 4,0 sm bo'lgan yumaloq, tubli kolba
- 2) kolbaning ichiga solinadigan, tubi kolba tubiga 1 sm yetmaydigan diametri 2,0 – 2,5 sm, haroratga chidamli shishadan tayyorlangan probirka;
- 3) $0,5^{\circ}\text{C}$ dan graduirlangan shisha termometr;
- 4) qizdirish manbai (elektr qizdirgich yoki gaz gorelkasi);
- 5) kapillarlar.

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

1. Vazelin moyi yoki siyiq silikonlar.
2. Suyuqlanish harorati 80°C dan 260°C gacha bo'lgan moddalar uchun konsentrlangan sulfat kislotasi.
3. Suyuqlanish harorati 260°C dan yuqori moddalar uchun – 3 qism konsentrlangan sulfat va 7 qism konsentrlangan sulfat kislotadan iborat aralashma (massa birligida).
4. Tozalangan suv – suyuqlanish harorati 80°C dan past bo'lgan moddalar uchun.

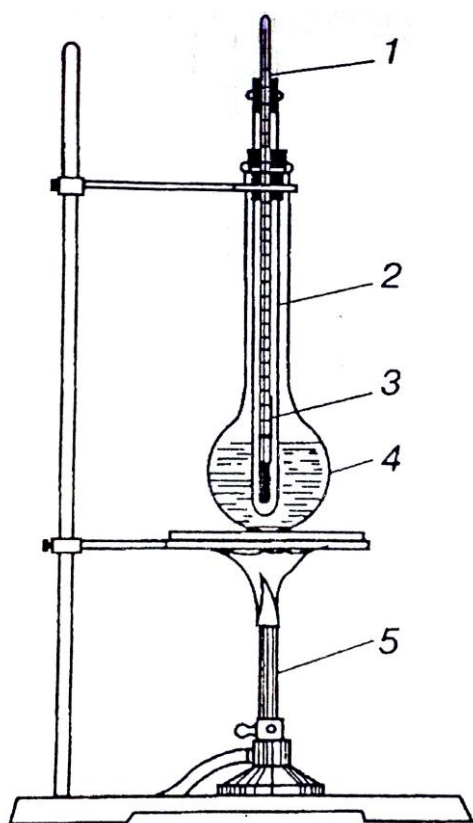
Aniqlash tartibi:

1- va 1a – usul:

Dori modda maydalanib, $100-105^{\circ}\text{C}$ da 2 soat quritiladi yoki sulfat kislotasi solingan eksikatorida 24 soat saqlanib quritilgach, bir uchi berkitilgan, diametri 0 – 1,0 mm, shishaning qalinligi 0,1 mm dan 0,15 mm gacha bo'lgan kapillarlar solinadi.

Bu kapilyarlarning uzunligi PTP uskunasi uchun 20 sm, ikkinchi uskunada aniqlash uchun esa 6 – 8 sm bo'lishi lozim. Kapillarga soling:

moddaning shibbalanishi uchun bir necha marta vertikal holdagi balandligi 50 s



li shisha naychadan sirti qattiq joy tushiriladi. Kapillarga joylangan mod qatlamining balandligi 3 mm bo'lib, mod solingan kapillar aniqlashdan avv eksikatorida saqlanadi.

Ikkinchi usulda ichki probirkasini tubidan 1 sm masofaga termome joylashtiriladi.

Ikkala uskunada ham dastlab yuq tezlikda, suyuqlanishga 10°C qolganid boshlab esa sekinlik bilan qizdiriladi.

Moddaning mo'ljallanayotg suyuqlanish haroratiga 10°C qolgan uskunaga aniqlanuvchi modda soling

kapillarlar o'rnatiladi. Kapillyarlar tubi termometrda simob sharchaning o'rtasid turadigan qilib joylashtiriladi.

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

1a-usulda qizdirish tezligi minutiga $2,5 - 3^{\circ}\text{C}$ etib belgilangan. Bir necha marta aniqlash natijasida olingan (bir-biridan 1°C dan ko'pga farqlanmaydigan qiymatlarning o'rtacha arifmetigi 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 ha berkitilmagan kapillar 10 mm qatlam hosil bo'lguniga qadar aniqlanuvchi

moddaga tushiriladi.

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

1-simobli termometr; 2-haroratga chidamli shishadan yasalgan probirka; aniqlanuvchi modda solingan kapillyar; 4-yumaloq tubli kolba; 5-sindiri...

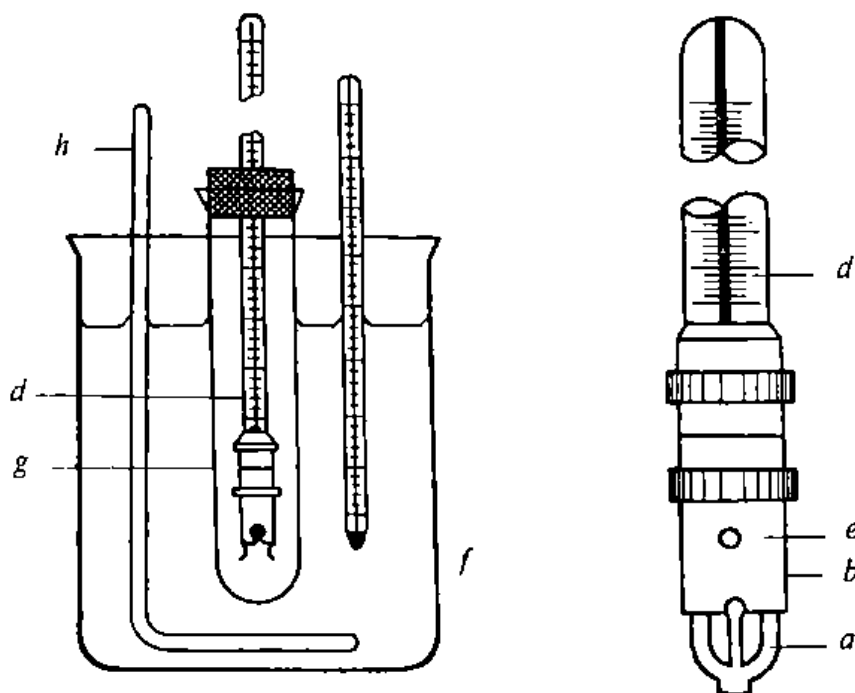
b) qattiq moddalar uchun: aniqlanuvchi modda iloji boricha past haroratda su hammomida suyultirilgach, kapillarga olinib, 0°C haroratda 2 soatga qoldiriladi.

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

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

3—usul:

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



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

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

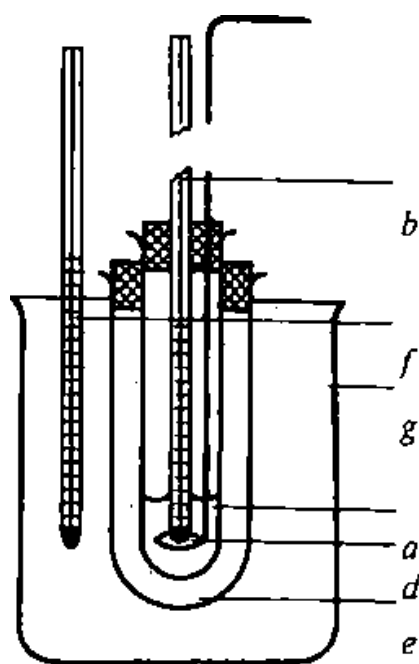
Uskuna aniqlanuvchi modda solinadigan idishcha - a, gilza - b, termometr - gilza tirqishi — e, probirka - g, stakan — f, aralashtirgich - h dan ibor

Suyuqlanish harorati aniqlanuvchi modda idishchaga shibbalanib, gilzaning past qismiga oʻrnatilgach, termometrning simob sharchasi moddaga oʻrnashis natijasida aniqlanuvchi moddaning ortiqchasi gilza tirqishdan chiqib ketadi. Gil yaxshilab artilgach, uzunligi 19—21 sm, diametri 4—4,5 sm boʻlgan probirkani tubidan 2,5 sm yuqoriga oʻrnatiladi. Probirka 2/3 qism suv bilan toʻlatilg stakanga uning tubidan 2,5 sm yuqoriga vertikal holda mahkamlanib, stakanda suv aralashtirgich bilan aralashtirib turilgan holda qizdiriladi. Moddanin suyuqlanishiga 15- 20°C qolganida, qizdirish tezligi minutiga 1⁰C ga keltiriladi. Idishcha tirqishi - *e* dan suyuqlangan moddaning birinchi tomchisi oq tushgandagi harorat moddaning suyuqlanish harorati deb olinadi.

2.4.2. Dori moddalarning qotish haroratini aniqlash

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

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



3-rasm. Qotish haroratini aniqlash uskunasi.

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

Aniqlash tartibi:

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

Kutilgan qotish haroratida modda suyuqligicha qolgan taqdirda, u yana 1°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 qaynashni boshlanish harorati, olingan moddaning 95%i haydalgandagi harorat esa qaynashning tugashining harorati hisoblanadi.

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

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

2. Haroratga chidamli shishadan tayyorlangan sovitgich. Sovitgichdagi chiqqan naycha yig'uvchi kolbaga tushirish uchun qayrilgan bo'lishi yoki sovitgich alonj bilan tutashtirilishi mumkin. Qaynash harorati 150°C dan past bo'lg

suyuqliklar suv bilan, 150°C dan yuqori bo'lganlari esa havo yordamida sovutiladi

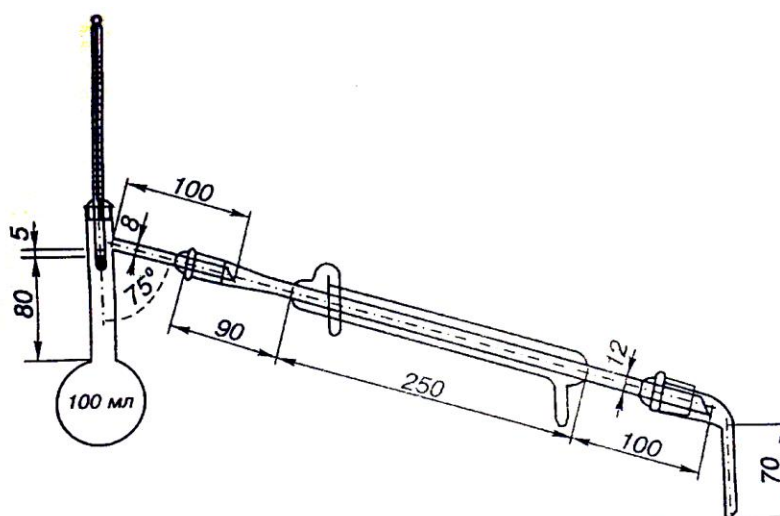
3. Yig'uvchi idish sifatida silindr yoki graduirlangan kolba olinadi.

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

5. O'rtasida diametri 2 – 3 sm tirqishli bo'lgan 12x12 sm o'lchamli, qalinl 3 mm asbest karton.

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

7. Haydash kolbasi va sovitgichni mahkamlash uchun ikkita shtativ.



4-rasm. Qaynash haroratini aniqlovchi uskuna

Aniqlash tartibi:

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

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

Qizdirish boshlangach, qaynashning boshlanish holati belgilab olinadi.

qizdirish minutiga 3 – 4 ml suyuqlik haydaladigan qilib moslanadi. Oling suyuqlikning 95%i haydalgach, qaynashning tugash harorati aniqlanadi.

Kuzatilgan qaynash harorati formula yordamida normal atmosfera bosimi qayta hisoblanadi:

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

T — kuzatilgan qaynash harorati;

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

P₁ — tajriba o'tkazilgan muhit barometrik bosimi;

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

Kuzatilgan qaynash harorati, °C	K ning qiymati
0°C dan past	0,04
100°C dan 140°C gacha	0,045
141°C 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 fa 1°C dan ortiq bo'lmasligi kerak.

2.4.4. Dori moddalarning zichligini aniqlash

Zichlik hajm birligidagi moddaning massasi bo'lib,

$$\rho = m/V$$

formula bilan ifodalanadi. Agar modda massasi grammlarda, hajmi k santimetrlarda o'lchansa, ρ g/sm¹ da ifodalanadi.

Davlat farmakopeyasida zichlikni piknometr yoki areometr yordami aniqlash tavsiya etilgan.

Aniqlash tartibi:

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

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

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

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

Moddaning g/sm³ lardagi zichligi formula yordamida hisoblanadi:

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

m — bo'sh piknometrning grammlardagi massasi;

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

m_2 — tekshiriluvchi suyuqlik solingan piknometrning massasi;

0,9973 — 20°C dagi suvning zichligi;

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

2-usul. Bu usulda suyuqliklarning zichligini 0,01 aniqlikda o'lchash mumkin. 20°C haroratdagi suyuqlik silindrga solinib, unga aniqlanuvchi zichlik kattaligi mos shkalasi bo'lgan areometr tushiriladi. Areometrning suyuqlikda cho'k ketmasligiga ishonch hosil qilmaguncha qo'yib yuborilmaydi va u silind devorlariga hamda tubiga tegib turmasligi kerak. O'lchash 3-4 minutdan so'ng bajarilib, qiymat suyuqlikning pastki meniskidan hisoblanadi.

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

3-usul. Bu usul qattiq holdagi yog' va muumlarning zichligini aniqlash uchun...

qo'llaniladi.

Dastlab bo'sh piknometr aniq tortib olinadi va unga 20⁰C haroratdagi suv solib, aniq tortiladi.

Suv to'kib yuborilib, piknometr quritilgach, pipetka yordamida qizdirilgan eritilgan yog' yoki mum piknometrning 1/3 dan 1/2 qismigacha hajrga egallaydigan miqdorda solinadi. Bir soatga tiqinsiz issiq suv hammomiga qo'yilgan va 20⁰C gacha sovutilib tortiladi. So'ng yog' yoki mumning ustiga belgisigacha suv solib quruq holgacha artilgach, yana tortiladi. Ikkala fazada va ularning ajrali yuzasida havo pufakchalari bo'lmasligiga e'tibor qaratiladi.

Zichlik quyidagi formula orqali hisoblanadi.

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

m—bo'sh piknometning grammlardagi massasi;

m₁ -tozalangan suv bilan to'ldirilgan piknometning grammlardagi massasi;

m₂— piknometning undagi yog' yoki mum bilan birgalikda grammlardagi massasi;

m₃— piknometning yog' (mum) va suv bilan grammlardagi massasi.

2.4.5. Uchuvchan moddalar va suvni aniqlash

Quritish usuli

Moddaning aniq miqdorini avvaldan quritilgan va tortib olingan byuks solinib, doimiy og'irlikkacha quritiladi. Quritish sharoiti, harorati, olinishi lozim bo'lgan modda miqdori tegishli xususiy farmakopeya maqolasida ko'rsatilgan. Agar quritish qizdirish orqali amalga oshirilsa, qopqog'i ochiq holda byuks eksikatorga solinib, 50 minut davomida sovutilgach, qopqog'i berkitilib tortiladi. Birinchi tortishda (agar xususiy farmakopeya maqolasida maxsus ko'rsatib bo'lmasa) 2 soat quritiladi. Keyingi tortishlar esa 1 soat davomida quritilgach

bajariladi. Modda tarkibidagi uchuvchan moddalar yoki suvning miqdori quyida 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 hajr yumaloq tubli kolba, 10 ml li graduirlangan probirka holdagi yig'uvchi idish sovitgichdan iborat (5-rasm). Kolbaga 10—20 g modda, 100 ml toluol yoki ksik bir necha bo'lak g'ovak plastinka solinib, elektr plitka yoki qum hammomida qaynaguniga qadar qizdiriladi. Qaynatish kondensirlangan erituvchi sovitgich yig'ilib qolmaydigan darajada, ya'ni bir soniyada yig'uvchi probirkaga 2—tomchi suyuqlik tushadigan holatda olib borilib, yig'uvchi idishdagi suv qatli o'zgarmagunicha davom ettiriladi.

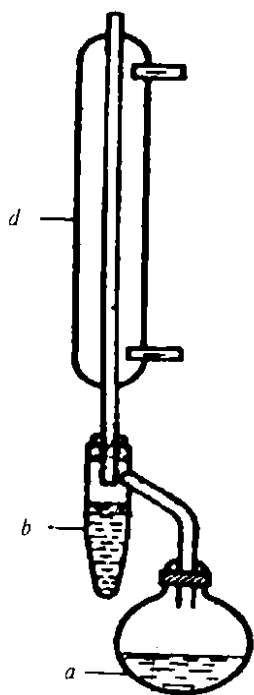
Yig'uvchi kolbadagi suyuqlik xona haroratigacha sovitilgach, unda suvning hajmi belgilab olinib, tegishli hisob qilinadi:

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

x —aniqlanuvchi moddadagi suvning % miqdori;

V —yig'uvchi idishdagi suvning hajmi;

a —aniqlanuvchi moddaning tortib olingan miqdori;

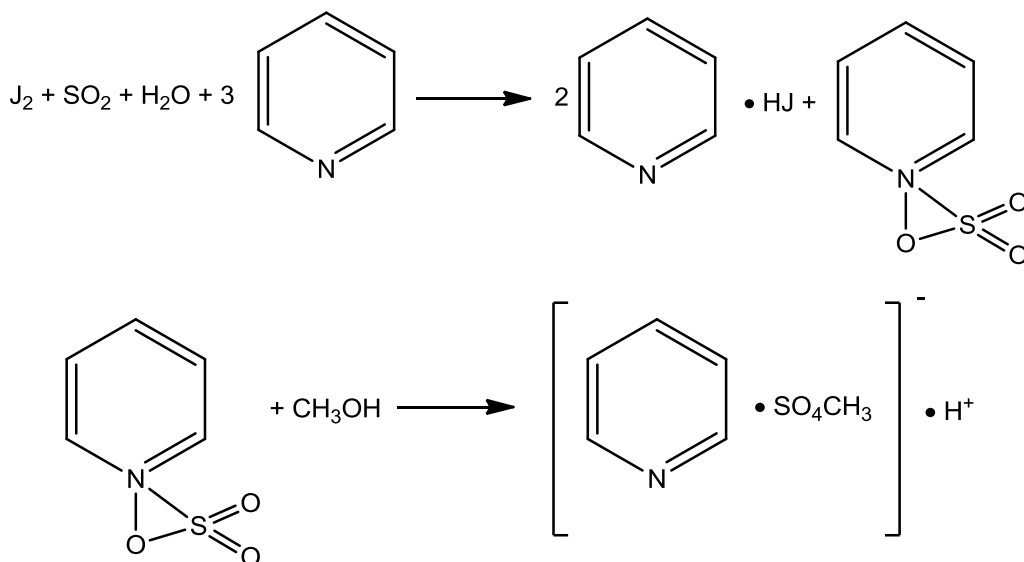


5-rasm. Distilyatsiya usuli bilan dori moddalar tarkibidagi suvni aniqlash uskunasi.

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

Karl Fisher reaktivi bilan titrlash usuli

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



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

aniqlanadi.

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

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

Aniqlash tartibi:

Taxminan 0,03—0,05 g suv saqlagan dori moddaning aniq miqdori 100 ml hajmli quruq kolbaga solinib, 5 ml metil spirtida eritiladi va 1 minut davomida chayqatilib, K.Fisher reaktivi bilan titrlanadi. Titrlash oxiri eritmaning sariqdan qizil-qo'ng'irga o'tishi yoki elektrometrik titrlash bilan aniqlanadi. Elektrometrik usul bilan titrlanganda ekvivalent nuqtada elektrodlar orasidagi elektr toki butunlay tugab, aniqlash grafigini chizishga ham ehtiyoj qolmaydi.

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

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

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

b — nazorat tajribasiga sarflangan K.Fisher reaktivining hajmi;

d — dori moddasining grammlardagi miqdori;

T — K.Fisher reaktivining titri.

K.Fisher reaktivining tayyorlanishi

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

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

Reaktivning titrini aniqlash

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

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

a —suvning grammlardagi miqdori;

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

d — nazorat tajribasini titrlash uchun sarf bo'lgan K.Fisher reaktivining hajmi 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 tayyorlashni quyidagi usuli tavsiya etilgan.

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

Eritma №2 ni tayyorlash uchun rangli shishadan tayyorlangan og'zi tiqin bilan mahkam berkitilgan idishga 600 ml (475 g) metil spirti va 75 g yod solinib chayqatiladi va tiqin bilan mahkam berkitib yodning to'la erib ketguniga qad saqlanadi. 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 hok K.Fisher reaktivi bilan titrlanadi. Ba'zi moddalarni sirka kislotasi, piridin yoki xloroformda eritish ham mumkin.

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

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

2.4.6. Dori vositalari tarkibidagi spirtni aniqlash

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

Haydash orqali aniqlash

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

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

Kolba haydash uskunasi bilan tutashtirilib, hajmi 50 ml bo'lgan o'lchov kolbasidan yig'uvchi kolba sifatida foydalaniladi. Yig'uvchi kolba sovuq suv bilan 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 kolbaga haydalgan suyuqlik tiniq yoki loyqaroq bo'lishi mumkin.

Haydalgan suyuqlikning zichligi piknometr yordamida o'lchangach alkagolometrik jadvaldan spin hajmining foizlardagi miqdori topiladi.

Preparatdagi spinning hajmiy foiz miqdori quyidagi formula yordami hisoblanadi:

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

formulada 50-o'lchov kolbasidagi suyuqlikning millilitrlardagi hajmi, a —spirtni alkogolometrik jadvaldan aniqlangan hajmiy foiz miqdori, d —haydash uchirilgan preparatning millilitrlardagi hajmi.

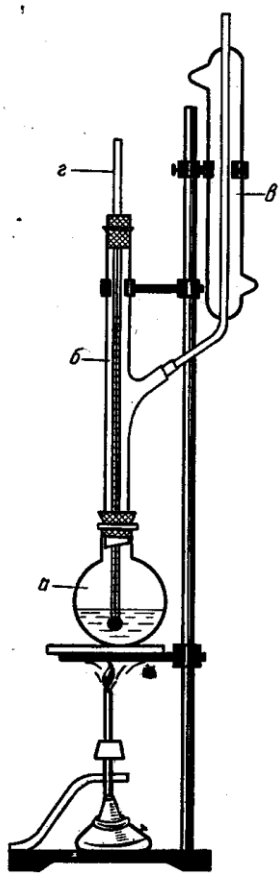
Tekshiriluvchi suyuqlik oson uchuvchan moddalar (efir, efir moyla xloroform, kamfora, uchuvchan kislota yoki asoslar, yod va h.k.) saqlas haydashdan oldin dastlabki ishlov beriladi.

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

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

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

Spirтли ajratmalar tarkibidagi spirt miqdorini qaynash harorati bo'yicha aniqlash



Spirтли ajratmalardagi spirt miqdorini aniqlash uskunasi qaynatish kolbasi — *a*, sovitgich bilan tutashtiriladigan shisha naycha — *b* va $0,1^{\circ}\text{C}$ darajada sovitgich — *d*, $50\text{--}100^{\circ}\text{C}$ oralig'ida shkalalangan simol termometrdan — *e* iborat (6-rasm).

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

Qaynatish kolbasiga 40 ml spirтли ajratma, kapillark penza yoki chinni bo'lagi solib, uskunaga simon sharchasi kolbadagi suyuqlik yuzasidan 2—3 sm yuqor holatda termometr o'rnatiladi. So'gra quvvati 200 W elektr qizdirgich yoki g gorelkasi yordamida qizdiriladi. Kolbadagi suyuqlik qaynagach, reostat yordami qizdirish plitkasiga kelayotgan kuchlanish teng yarmiga kamaytiriladi. Qaynash boshlanganidan 5 minut o'tgach, harorat doimiy holga kelishi bilan termometrda ko'rsatkich belgilanib, olingan qiymat normal bosimga hisoblanadi.

Barometming ko'rsatkichi $101,3\text{ kPa}$ (760 mm sim. ust.) dan farq qilsa, har bir $1,3\text{ gPa}$ (1 mm sim. ust.)ga bo'lgan tuzatish $0,04^{\circ}\text{C}$. Normal bosimdan past bosim uchun tuzatish qiymati aniqlangan haroratga qo'shib, yuqori bosim uchun ayiriladi.

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

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

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