

O`zbekiston Respublikasi
Sog`liqni Saqlash Vazirligi
Toshkent Farmatsevtika Instituti

REFERAT

*Navzu Oksidlanish - Goydanilish va
asoslangan usullar.*

Bajardi: Bakirov Yo
Tekshirdi: SHamsiyev SI

Toshkent – 2015.

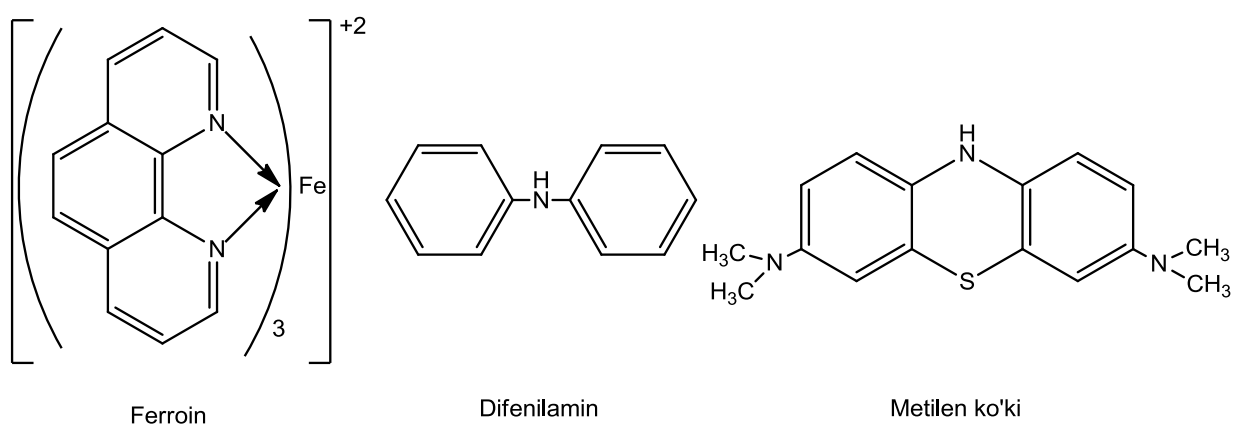
REJA

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

KIRISH

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

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



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

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

1. Permanganometrik usul

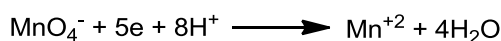
Titrant sifatida 0,1 mol/l kaliy permanganatdan foydalanilib, tahlil sulfat

kislotali sharoitda olib boriladi.

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

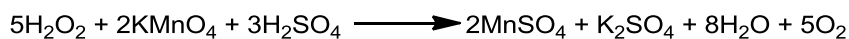
Kislotali sharoit hosil qilish uchun xlorid kislotasi ishlatilmaydi, chunki Cl⁻ kaliy permanganat ta'sirida oksidlanadi. Nitrat kislotasi ham olinmaydi, chunki kuchli oksidlovchi bo'lganligi sababli oksidlanish-qaytarilish jarayonida ishtirok etishi mumkin.

Aniqlash quyidagi jarayon bo'yicha ketadi:



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

Vodorod peroksid eritmasining miqdorini aniqlash



Aniqlash tartibi:

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

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

Hisoblash formulasi:

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

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

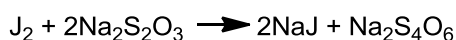
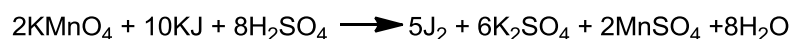
V_1 — tahlil uchun olingan vodorod peroksidning ml miqdori;

K —titrantning tuzatish koeffitsiyenti;

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

Natriy nitritning miqdorini aniqlash

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



Aniqlash tartibi:

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

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

Natriy nitritning foiz miqdori quyidagi hisoblash forinulasi orqali hisoblanadi:

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

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

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

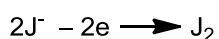
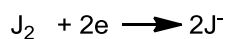
K — 0,1 mol/l natriy tiosulfatning tuzatish koeffitsiyenti;

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

a — aniq tortma, g.

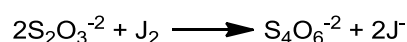
2. Yodometrik usul

Yodometrik usul yodid ionining qaytaruvchi va yodning oksidlovchi xossasiga asoslangan:



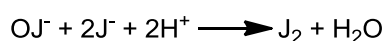
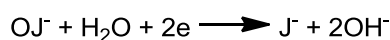
Bunda oksidlanish-qaytarilish potentsiali, $E^0 J_2/2J^- = 0,54B$

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 ishlatiladi



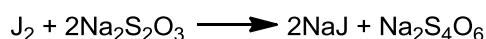
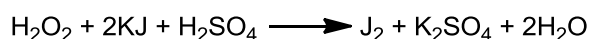
$S_4O_6^{2-} / 2S_2O_3^{2-}$ juftining normal oksidlanish-qaytarilish potentsiali $E^0 = \pm 0,17$

Askorbin kislotasi, natriy tiosulfat singari yengil oksidlanuvchi moddalar tahlili bevosita titrlash orqali, oksidlanish jarayoni ishqoriy muhitda olib boriladigan (formalin, furatsilin, benzilpenitsillin) moddalar qayta titrlash orqali aniqlanadi:



Asos xossaga ega bo'lgan ba'zi dori moddalar (promedol, dibazol, morfin, kofein va h.k.) neytral yoki kislotali muhitda qizil-qo'ng'ir rangli cho'kma holdagi poliyodidlar hosil qiladi. Cho'kma ajratib olinib, filtratdagi ortiqcha yodni natriy tiosulfat eritmasi bilan titrlab, dori moddaning miqdorini aniqlash mumkin.

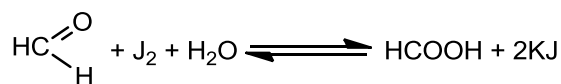
Oksidlovchi xossasiga ega bo'lgan moddalarga kislotali sharoitda kaliy yodid ta'sir ettirilsa, aniqlanuvchi moddaga ekvivalent miqdorda yod ajralib chiqib, uni natriy tiosulfatning 0,1 mol/l eritmasi bilan titrlash mumkin:



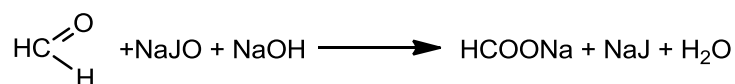
Indikator sifatida kraxmalning 1% li eritmasidan foydalanilib, u titrlash oxirida qo'shiladi.

Formaldegid eritmasining miqdorini aniqlash

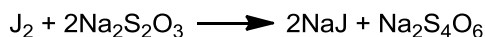
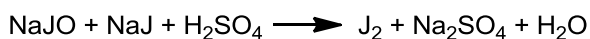
Neytral sharoitda formaldegidning chumoli kislotasigacha oksidlanishi qaytar jarayon bo'lganligi uchun, aniqlash ishqoriy muhitda olib boriladi:



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'lchov kolbasiga solib, belgisigacha suv bilan suyultiriladi. 5 ml eritma og'zi mahkam berkiladigan kolbaga solinib, 20 ml 0,1 mol/l yod va 10 ml 1 mol/l natriy gidroksid qo'shib qorong'i joyda 10 minutga qoldiriladi. So'ngra 11 ml 1 mol/l sulfat kislotali solib, ajralib chiqqan yod 0,1 mol/l natriy tiosulfat bilan titrlanadi.

$E = M \cdot m / 2$, 1 ml 0,1 mol/l yod 0,005102 g formaldegidga mos kelib, uning eritmadagi miqdori 36,5-37,5% bo'lishi kerak.

Formaldegidning foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

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

V_1 — 0,1 mol/l yod eritmasining hajmi;

V_2 — 0,1 mol/l natriy tiosulfat eritmasining hajmi;

K_1 — 0,1 mol/l yod eritmasining tuzatish koeffitsiyenti;

K_2 — 0,1 mol/l natriy tiosulfat eritmasining tuzatish koeffitsiyenti;

T — formaldegidning 0,1 mol/l yod bo'yicha titri;

a — formaldegidning aniq miqdori (aniq tortma), g.

3. Bromatometrik usul

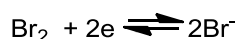
Usul kislotali sharoitda bromat ionining bromid ionigacha qaytarilishiga asoslangan:



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

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

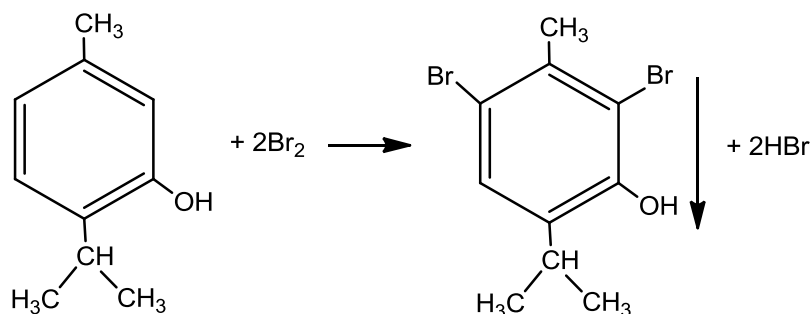
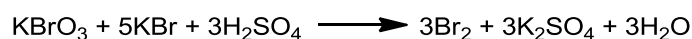
Brom elektrofil almashinish yoki oksidlanish-qaytarilish reaksiyasiga kirishadi:



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

Bromatometrik usulning bevosita va qayta titrlash turlari mavjud.

Timolning miqdorini bromatometrik usul yordamida aniqlash bevosita titrlash turiga kiradi.



Aniqlash tartibi:

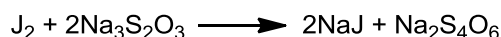
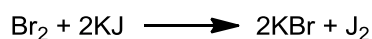
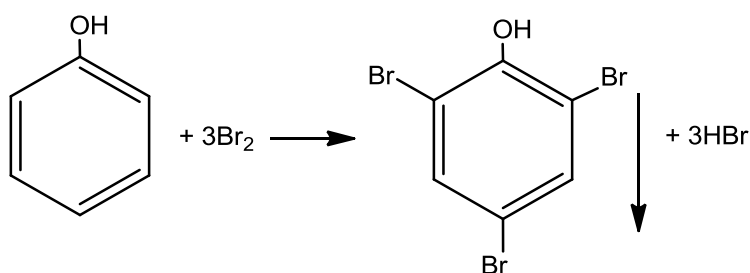
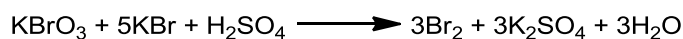
0,5 g timolni (aniq tortma) 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga solib, 5 ml natriy gidroksid eritmasida eritib, belgisigacha suv bilan suyultiriladi. Eritmaning 10 ml i og'zi mahkam berkitiladigan kolbaga solinib, 0,5 g kaliy bromid, 40 ml suyultirilgan xlorid kislota, 3 tomchi metiloranj eritmasi qo'shiladi va chayqatib turilgan holda 0,1 mol/l kaliy bromat bilan titrlanadi. Eritmaning rangsizlanishi titrlash tugaganligini bildiradi.

$E = M \cdot m / 4$, 1 ml 0,1 mol/l kaliy bromat 0,003755 g timolga mos kelib, uning

dori moddadagi miqdori 99% dan kam bo'lmashligi kerak.

Fenolning miqdorini aniqlash

Fenolning miqdorini aniqlashda bromatometrik usulning teskari titrlash turidan foydalaniladi.



Aniqlash tartibi:

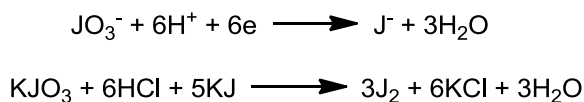
0,5 g fenol (aniq tortma) 250 ml hajmi o'lchov kolbasida suvda eritilib, belgisigacha suv bilan suyultiriladi. 25 ml eritma og'zi mahkam berkitiladigan hajmi 250 ml bo'lgan kolba (bromlash uchun idish)ga solinib, 50 ml 0,1 mol/l kaliy bromat, 1 g kaliy bromid va 10 ml 50% li sulfat kislotasi qo'shib, 15 minutga qoldiriladi. So'ng 20 ml kaliy yodid eritmasi qo'shib chayqatib, 20 minut qorong'i joyda qoldiriladi va ajralib chiqqan yod 0,1 mol/l natriy tiosulfat bilan titrlanadi (indikator — kraxmal). Bir vaqtning o'zida nazorat tajribasi harn o'tkaziladi.

$E = M \cdot m / 6$. 1 ml 0,1 mol/l kaliy bromat 0,001568 g fenolga mos kelib, uning dori moddadagi miqdori 98% dan kam bo'lmashligi kerak.

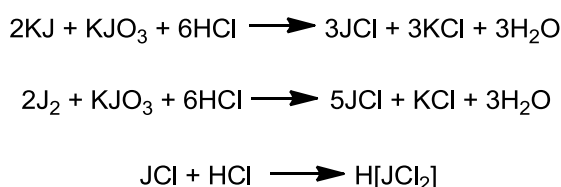
4. Yodatometrik usul

Usul aniqlanuvchi moddaning kaliy yodat ta'sirida, kislotali sharoitda oksidlanishiga asoslangan. Jarayon kaliy yodid ishtirokida borib, ekvivalent

nuqtada erkin yod ajralib chiqadi va u kraxmal eritmasining ko'k rangga o'tishi yoki organik erituvchi qo'shish bilan aniqlanadi.



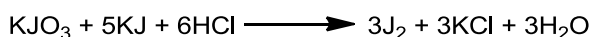
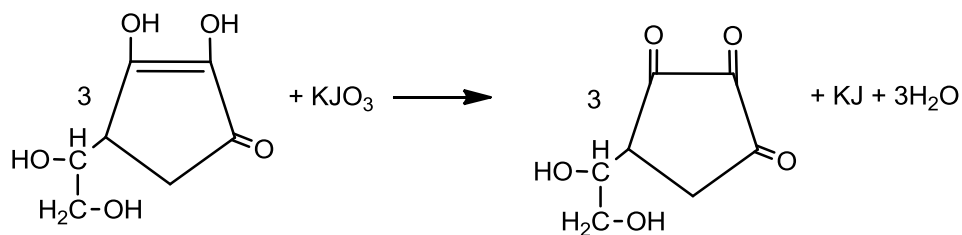
Eritmaning sharoiti o'ta kuchli kislotali bo'lsa, kimyoviy jarayon boshqa yo'nalishda ketib, kraxmal eritmasining rangini o'zgartirmaydigan JCl , JCl_2^- kabi mahsulotlar hosil bo'lishi mumkin. Bu usulning kamchiligi bo'lib, reaksiya ko'zlangan yo'nalishda ketishi uchun ma'lum tadbirlar ko'rishni taqazo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



Kuchli kislotali sharoitda hosil bo'ladigan JCl_2^- kraxmal indikatorini bilan rangli birikma hosil qilmaydi. Bu holda eritmaga suv bilan aralashmaydigan organik erituvchi (xloroform, benzol) qo'shib, titrlash organik erituvchi qatlamida qizil-binafsha rang hosil bo'lguniga qadar davom ettiriladi.

Farmatsevtik tahlilda askorbin kislotasi, ftivazid, apressin kabilarning miqdori yodatometrik usul yordamida aniqlanadi.

Askorbin kislotasi miqdorini aniqlash



Aniqlash tartibi:

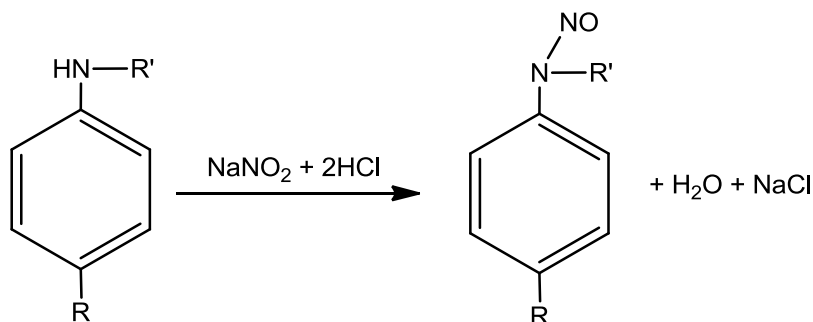
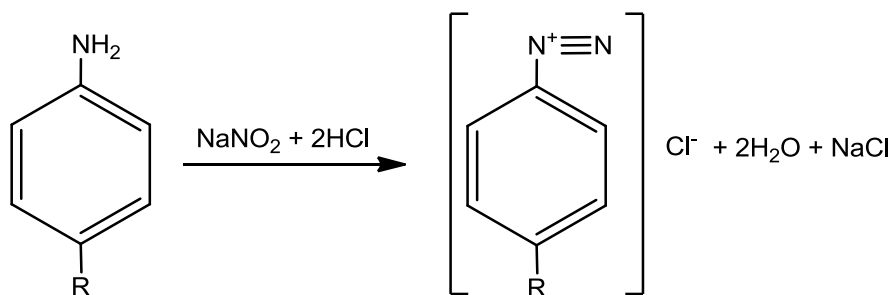
0,5 g (aniq tortma) askorbin kislotasi 50 ml hajmli o'lchov kolbasida eritilib, suv bilan belgisigacha suyultiriladi. 10 ml eritmaga 0,5 ml 1% li kaliy yodid, 1 ml 2% li xlorid kislotasi va 2 ml kraxmal eritmalaridan qo'shib, 0,1 mol/l kaliy yodat bilan turg'un ko'k rang hosil bo'lguniga qadar titrlanadi.

$E=M.m/2$, 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.

5. Nitritometrik usul

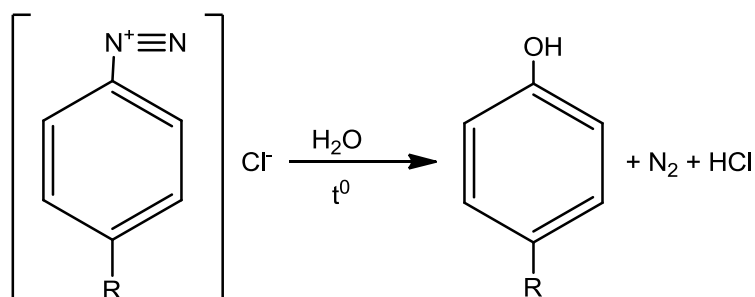
Bu usul tuzilishida birlamchi yoki ikkilamchi aromatik aminoguruh saqlagan dori moddalarning miqdorini aniqlashda keng qo'llaniladi. Shuningdek, nitroguruh saqlagan aromatik birikmalarni ham, dastlab nitroguruhni aminoguruhgacha qaytarib olib, so'ng tahlil qilish mumkin.

Nitritometrik usul birlamchi aromatik aminlarning kislotali sharoitda diazoniy tuzi hosil qilishi, ikkilamchi aminlarning esa nitrozo—birikmalar 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'nalishda borishi, titrlash tezligi, ekvivalent nuqtani aniqlash usuli kabi bir qancha omillarga bog'liq.

1. Ko'pchilik hollarda moddani aniq miqdori tortib olinib, 10 ml suvda eritilgach, 10 ml suyultirilgan xlorid kislotasi qo'shib, eritma hajmini suv bilan 80 ml gacha yetkazish tavsiya etiladi. Eritmada hosil bo'lgan pH diazotirlanish reaksiyasining borishi uchun qulay hisoblanadi.

Eritma pH muhitini hisoblash:

100 ml suyultirilgan xlorid kislotasida - 8,3 g HCl, bo'lsa 10 ml da - 0,83 g HCl bo'ladi.

80 ml eritmada - 0,83 g HCl bo'lsa 100 ml eritmada — 10,37 HCl, ya'ni eritmadagi xlorid kislotasining konsentratsiyasi 0,28 mol/l bo'ladi.

$$\text{pH} = -\lg[\text{H}^+] = -\lg 0,28 = 0,553$$

2. Titrlash 18⁰Cdan past haroratda, ba'zi hollarda esa +5⁰C haroratda olib borilib, bu harorat reaksiya mahsulotining turg'unligini ta'minlaydi.

3. Diazotirlanish reaksiyasini tezlashtirish va bir xil yo'nalishda olib borish maqsadida eritmaga kaliy bromid qo'shiladi.

4. Tahlil aniqligiga titrlash tezligi ham ta'sir etadi, chunki diazotirlanish reaksiyasi sekinlik bilan ketadi. Titrlash ekvivalent nuqtaga 0,5 ml qolguniga qadar minutiga 2 ml dan, titrlash oxirida esa minutiga 1 tomchidan titrant qo'shish

tezligida bajariladi.

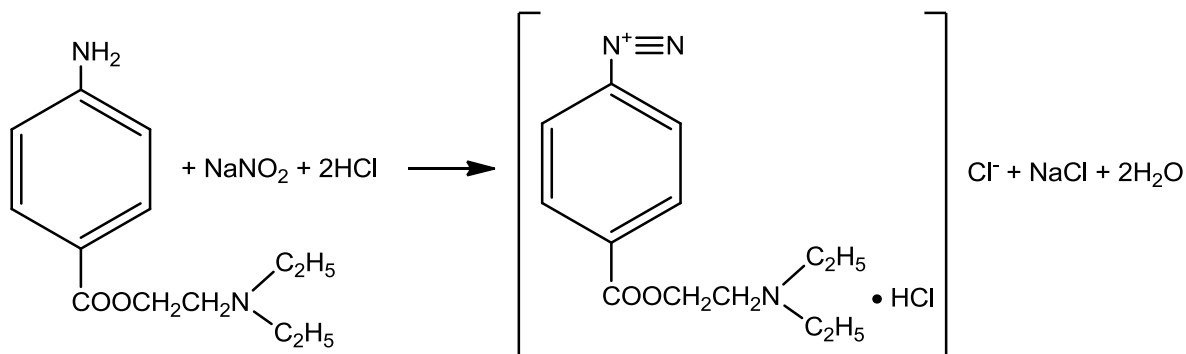
Titrlash tezligini tartibga solish uchun avvaldan titrant hajmini nazariy hisoblab olinadi.

5. Nitritometrik usulda tashqi va ichki indikatorlardan foydalanib, tashqi indikator sifatida yodkraxmal qog'ozi, flavokridin qog'ozi va boshqalar, ichki indikator sifatida esa tropeolin 00, neytral qizili va tropeolin 00 bilan metilen ko'ki eritmaları aralashmasi ishlatiladi.

6. Tekshiriluvchi eritmani titlashdan 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 gidroksid (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—20⁰C dan past bo'lgan haroratda) 0,1 mol/l natriy nitrit bilan eritma qizil-binafsha rangdan ko'k rangga o'tguniga qadar titrlanadi. Titrlash ekvivalent nuqtaga 0,5 ml qolguncha minutiga 2 ml, so'ng minutiga 1 tomchi titrant qo'shish tezligida bajariladi.

E=M.m. 1 ml 0,1 mol/l natriy nitrit 0,2728 g novokainga mos kelib, uning

dori moddasidagi miqdori 99,5% dan kam bo'lmashligi kerak.