

O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI SOG'LIQNI SAQLASH VAZIRLIGI



TOSHKENT FARMATSEVTIKA INSTITUTI

FARMATSEVTIK KIMYO KAFEDRASI

**DORI VOSITALARINING INSTRUMENTAL TAHLIL USULLARI
MODULIDAN O'QUV-USLUBIY
MAJMUA**

Bilim sohasi:	900 000	- Sog'liqni saqlash va ijtimoiy ta'minot
Ta'lim sohasi	910 000	- Sog'liqni saqlash
Ta'lim yo'nalishi:	60911000	- Dori vositalarini standartlashtirish, sertifikatsiyalash va sifat menejmenti



Toshkent – 2025

O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI SOG'LIQNI SAQLASH VAZIRLIGI

TOSHKENT FARMATSEVTIKA INSTITUTI

FARMATSEVTIK KIMYO KAFEDRASI

**DORI VOSITALARINING INSTRUMENTAL TAHLIL USULLARI
MODULIDAN O'QUV-USLUBIY
MAJMUA**

Bilim sohasi:	900 000	- Sog'liqni saqlash va ijtimoiy ta'minot
Ta'lim sohasi	910 000	- Sog'liqni saqlash
Ta'lim yo'nalishi:	60911000	- Dori vositalarini standartlashtirish, sertifikatsiyalash va sifat menejmenti

Kredit:	8
Umumiy o'quv soati:	240
Jumladan:	7- semester 8 kredit
Ma'ruza:	30
Laboratoriya mashg'ulotlari:	60
Mustaqil ta'lim soati:	150

Toshkent – 2025

Dori vositalarining instrumental tahlil usullari modulining o'quv uslubiy majmuasi Toshkent Farmatsevtika instituti Kengashida 2022 yil 6 iyul 11-sonli bayonnoma bilan tasdiqlangan "Dori vositalarining instrumental tahlil usullari" modul dasturi asosida tayyorlangan.

Tuzuvchilar:

Olimov X.Q. - TFl, Farmatsevtik kimyo kafedrası mudiri, farm.f.n., dotsent
Toshpo'latova A.D. - TFl, Farmatsevtik kimyo kafedrası v.v.b. professori, farm.f.d., dotsent
Ag'loxodjayeva Sh.M TFl, Farmatsevtik kimyo kafedrası assistenti

Taqrizchilar:

D.A. Zulfikariyeva - Toksikologik kimyo kafedrası professori, farm.f.d.
S.Z. Nishanbayev - O'zRFA qoshidagi Lipidlar kimyosi laboratoriyasi mudiri, k.f.d.

Modulning O'quv-uslubiy majmuasi soha uslubiy kengashining 2025 yil "10" 06 dagi 11 -son yig'ilishida muhokama qilingan va tasdiqlashga tavsiya etilgan.

Soha uslubiy kengash raisi

D.A. Zulfikariyeva

Modulning O'quv-uslubiy majmuasi institut Markaziy uslubiy kengashining 2025 yil "____" _____ dagi _____ -son yig'ilishida muhokama qilingan va tasdiqlashga tavsiya etilgan.

Markaziy uslubiy kengash raisi



Z.U. Mamatqulov

Modulningning O'quv-uslubiy majmuasi institut Kengashining 2025 yil "____" _____ dagi _____ -son yig'ilishida muhokama qilingan va tasdiqlangan.

Kengash ilmiy kotibi

Z.V. Turdiyeva

MUNDARIJA

I.	O'QUV MATERIALLARI.....	
1.1.	MA'RUZA MASHG'ULOTLARI MATERIALLARI	
1.2.	LABORATORIYA MASHG'ULOTLARI MATERIALLARI	
II	MUSTAQIL TA'LIM MASHG'ULOTLARI	
III	GLOSSARIY.....	
IV.	ILOVALAR	
4.1.	Modul dasturi.....	
4.2.	Ishchi o'quv modul dasturi.....	
4.3.	Tarqatma materiallar.....	
4.4.	Testlar.....	
4.5.	Baholash mezonlari.....	
V.	ADABIYOTLAR RO'YXATI.....	

I. O'QUV MATERIALLARI

1- MA'RUZA. Dori vositalarining instrumental tahlil usullari moduliga kirish: modulning mohiyati, maqsadi va vazifalari.

Ma'ruza rejasi:

1. Instrumental tahlil usullari haqida umumiy ma'lumotlar va ularning tasniflanishi.
2. Dori moddasining qotish haroratini aniqlash.
3. Dori moddasining suyuqlanish aniqlash.
4. Dori moddasining qaynash haroratini aniqlash.
5. Dori moddasining zichligini aniqlash.

Tayanch so'z va iboralar: *Instrumental tahlil usullari, qotish harorati, suyuqlanish harorati, qaynash harorati, zichlik, konstanta, inkrement.*

Hozirgi davrda kimyoviy moddalarni shu jumladan dorivor moddalarni kimyoviy tarkiblarini va ularni ichidagi bo'lgan aralashmalarni aniqlashda kimyoviy hamda fizik usullardan foydalanadi. Kimyoviy usullar asosan modda tarkibini kimyoviy reaksiyalar yordamida, fizik usullarda moddalarni fizik xossalarini fizik-kimyoviy usullar esa ularni bir vaqtini o'zida ham kimyoviy ham fizik xususiyatlari asosida tahlil olib boriladi.

Fizik-kimyoviy usullar chet mamlakatlar adabiyotlarida "instrumental" usullar deb yuritiladi, buning asosiy sabablari odatda bu usullarda turli o'lchov moslamalari va asboblardan foydalaniladi. YUqorida ko'rsatilgan usullarni hammasi ham tekshiriluvchi moddani biror bir xususiyatini aniqlashga asoslangan. Xar bir tekshiriluvchi modda o'zining strukturasini tuzilishi jihatidan bilan fizik xamda kimyoviy xususiyatlari bilan boshqa birikmalardan tubdan farq qiladi, ya'ni u o'ziga xos xususiyatlarga ega bo'ladi. Masalan: moddalarni nur o'tkazishi nur yutilishi, xar bir moddani tarkibiga, uning tuzilishiga boqliqdir. Moddalarni turli erituvchilarda erishi, ularni kristall xolatdagi kristallarni formasi, ularni nur sindirish ko'rsatkichi, qutublangan nurni burish burchagi va shu kabi parametrlari bilan xarakterlanadi. No'malum moddani biror bir xususiyatini o'rganib, uni ma'lum modda (standart) asosida solishtirib aniqlash mumkin bo'ladi. Buning uchun moddani sifatini kimyoviy aniqlashda bir necha analitik reaksiyalar asosida xulosa qilish mumkin bo'ladi. Xozirgi vaqtda moddalarni ayrim xususiyatlari ularni aralashmalar orasida individual xolatida aniqlashga ham imkon beradi. Masalan: xinin eritmasining H_2SO_4 kislotali sharoitda fluorissensiyalanishi.

Ba'zi moddalarni qizdirilganda ular o'zidan ma'lum to'liq uzunlikdagi nurni tarqatadi, ya'ni o'zini borligi haqida signal beradi.

Farmatsevtik tahlillarda dorivor moddalarni ko'pincha moddalar aralashmalari bilan chiqariladi. ya'ni ular suyuqlik, tabletka, surtma dori va xakozo tarkibida bo'ladi. Shuning uchun bunday dori moddalarni aniqlashda ularni biron bir fizik, fizik-kimyoviy, kimyoviy xususiyatlarini aniqlash shu dorivor modda tarkibida bo'lgan aralashmalarni xususiyatlari umumlashgan xolatda aniqlaniladi.

Agarda tekshiriluvchi modda miqdori nihoyatda kam bo'lganda, uni biror-bir xususiyati ko'p miqdordagi "yot" modda xususiyatlari orasida aniqlanmay qolishi mumkin. Shunday qilib biz biror dorivor yoki kimyoviy moddalarni aniqlaganimizda moddalarni umumiy signallar yiqindisini aniqlagan bo'lamiz:

$$X = X_f + X_a$$

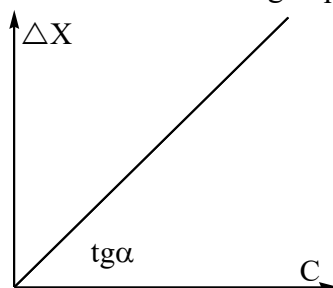
X_a -tekshiriluvchi modda biron-bir xususiyati (signali)

X_f -tekshiriluvchi modda bilan bo'lgan aralashmalarni, tashqi muxitni (signali) biron-bir xususiyati, bunday aralashmalar toza modda uchun qo'shimcha fon hosil qiladi.

Agarda tekshiriluvchi namunada aniqlanilaetgan modda miqdori ko'p bo'lsa, uni tarkibidagi aralashmalarni biz odatda "yot" moddalar deb yuritamiz, agarda kam bo'lsa shu tekshiriluvchi moddani o'zi "yot" modda xolatiga o'tadi. Agarda tekshiriluvchi moddani miqdori 10% dan kam bo'lsa, u xolatda biz uni yuq (sledы) xolatda aniqlagan bo'lamiz.

Yuqorida ko'rsatilgan xolatlarni hammasida ham bizni asosan moddani ma'lum bir hajmdagi eritmadagi yoki gaz aralashmasidagi konsentratsiyasi qiziqtiradi. Odatda modda konsentratsiyasi uning biron bir xususiyati bilan konsentratsiyasi o'rtasida boqliqlik asosida aniqlaniladi. Shunday boqliqlik borligini

bilgan xolda, ya'ni moddani biron xususiyatini aniqlash asosida uni konsentratsiyasi ya'ni miqdori aniqlaniladi. Masalan: ishqoriy yot metallarini alangada nur tarqatish intensivligini aniqlab modda konsentratsiyasi aniqlaniladi. Xininni sulfat kislotali sharoitda fluorissensiyalanishi bilan aniqlash modda tarkibi va uni biror bir analitik xususiyati o'rtasida boqliqlik odatda tajriba asosida o'rganilib uni boqliqlik grafigi asosida aniqlanadi. Bunda boqliqlik to'g'ri chiziqning burchagi X , usul sezgirligini belgilab beradi. Burchak $\text{tg}X$ qancha katta bo'lsa, usul shunchalik sezgir bo'ladi:



$$\text{tg}\alpha = \Delta X/s$$

Moddalarni tahlil qilish usulini tanlashda asosiy mezon bu tanlanayotgan usulni sezgirligi va aniqlik darajasidir.

Bundan tashqari usulni oson qo'llanilishi samaradorlik (proizvoditelnost), oddiyligi, moslamalarni qiymati va xakozolar asosiy omil sifatida xisobga olinadi.

Sezgirlik asosan ishlatilayotgan moslama aniqlay oladigan eng kam modda miqdori bilan belgilanadi. Bunday usulni sezgirligi modda miqdoriga boqliqdur. Aniqlanilayotgan modda miqdori qanchalik kam bo'lsa usulni signali uni tarkibiga kirgan moddalar signali bilan birgalikda aniqlaniladi. Uni sof sezgirligi :

$$X = (X_a + X_f) - X_f$$

Fizik kimyoviy usullarda qo'llaniladigan apparatlar, kuchaytirgichlar va boshqalarda tekshiriluvchi modda signaliga tegishli bo'lmagan qo'shimcha signal belgilari paydo bo'ladi. Bu belgilar X_f kattalikni oshiradi. SHularni e'tiborga olgan xolda X_f kattalikni "kontrol" tajribalar xolda o'tkaziladi.

Ba'zan foydali signalni oddiy usul bilan aniqlash mumkin. Masalan: vizual aniqlashda, agarda eritma rangi umumiy fonga nisbatan 2% dan ortiq bo'lsa, (qog'ozda dog'ni ko'rish). Bu misol ko'zni sizgirligini priborlarga nisbatan yaxshiligini bildiradi.

Ko'pchilik xolatlarida aniqlik darajasini o'rtirish maqsadida turli konsentratsiyadagi eritmalarini aniqlanib:

$$(X_1 + X_f) - (X_2 + X_f) = X_1 - X_2 \quad \text{xolda solishtiriladi.}$$

Odatda farmatsevtik tahlillarda dori aralashmalarini aniqlashda standart (etalon) eritmalaridan foydalaniladi, ya'ni standart eritmalar bilan solishtiriladi.

Fizik-kimyoviy tahlil usullarida modda miqdorini aniqlashda olinadigan natija xatoligini kamaytirish uchun moddani aniqlash sezgirligiga nisbatan 10-15 marotoba katta konsentratsiyada aniqlash lozim bo'ladi.

Fizik-kimyoviy tahlil usullari ichida hozirgi vaqtda eng ko'p qo'llaniladigan usullar:

1. **Optik** – moddalar va ular eritmalarining optik xususiyatlarini o'lchashga asoslangan.
2. **Elektrokimyoviy** – modda eritmalarining elektr xususiyatlari...
3. **Rezonansli** – elektr yoki magnit maydonida moddaning rezonans yutilish holatiga asoslangan.
4. **Radiometrik** – radioaktivlik xususiyatiga asoslangan
5. **Termik** – issiqlik effektlarini(quritish, titrlash kabi) o'lchash
6. **Xromatografik** – ajratishning xromatografik usullari
7. **Mass-spektral** –modda molekularining ionlangan parchalanish mahsulotlarining massasini o'lchashga asoslangan
8. **Ultratovushli** – modda eritmalarida ultratovushning tezligini ulchash orkali.

Yuqorida ko'rsatilgan usullar asosan ishlab chiqarishda dorivor moddalarni sifati va miqdorini nazorat qilishda ilmiy ishlarni bajarishda qo'llaniladi. Xozirgi kunda dori turlarini ishlab chiqarish va tahlilini bu usullarsiz tasavvur etib bo'lmaydi. Fizik-kimyoviy usullarni kamchiligi ularni kimyoviy usullarga qaraganda aniqlik darajasi bir oz kamligidir.

Yuqorida aytilganlar asosida kimyoviy usullar o'z mavqeini yo'qotdi degan xulosa chiqmasligi lozim.

Bu usullar xar vaqt kimyoviy tahlillarda asosiy bo'lib kelgan, yani bu usullar yordamida moddalarni tarkibi hamda miqdori aniqlangan va aniqlanadi.

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'lmasligi talab etiladi.

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

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

Ia- usul: qizdirishga chidamsiz, oson maydalanadigan qattiq moddalar uchun.

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

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

Birinci turdagi 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 nomogrammaligi 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, diametrik esa 3 – 4,0 sm bo'lgan yumaloq, tubli kolba;
- 2) kolbaning ichiga solinadigan, tubi kolba tubiga 1 sm yetmaydigan, diametrik 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.

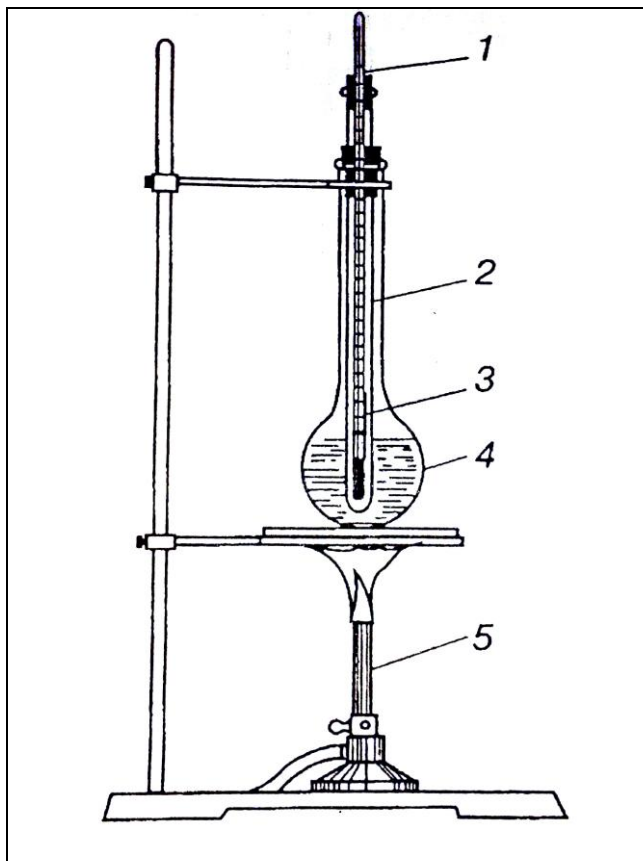
Kolba yumaloq qismining $\frac{3}{4}$ hajmiga suyuqlik bilan to'ldirilib, bu suyuqliklar quyidagilar bo'lishi mumkin:

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

I- va Ia – usul:

Dori modda maydalanib, $100-105^{\circ}\text{C}$ da 2 soat quritiladi yoki sulfat kislota solingan eksikatorda 24 soat saqlanib quritilgach, bir uchi berkitilgan,



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

1-simobli termometr; 2-haroratga chidamli shishadan yasalgan probirka; 3-aniqlanuvchi modda solingan kapillyar; 4-yumaloq tubli kolba; 5-sindirish manbayi.

diametri 0,9 – 1,0 mm, shishaning qalinligi 0,1 mm dan 0,15 mm gacha bo'lgan kapillarga solinadi.

Bu kapilyarlarning uzunligi PTP uskunasi uchun 20 sm, ikkinchi uskunada aniqlash uchun esa 6 – 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 qatlamining balandligi 3 mm bo'lib, modda solingan kapillar aniqlashdan avval eksikatorida saqlanadi.

Ikkinchi 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'rnatiladi. Kapilyarlar tubi termometrda simob sharchaning o'rtasida turadigan qilib joylashtiriladi.

1-usul bilan suyuqlanish harorati aniqlanganda, 100°C dan past haroratda suyuqlanadigan moddalar uchun minutiga 0,5 – 1°C; 100°C dan 150°C gacha suyuqlanadigan moddalar uchun minutiga 1 – 1,5°C va 150°C dan yuqori suyuqlanish haroratiga ega bo'lgan moddalar uchun esa minutiga 1,5 – 2°C tezlik bilan qizdirish tavsiya etiladi.

1a-usulda qizdirish tezligi minutiga 2,5 – 3°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 ham berkitilmagan kapillar 10 mm qatlam hosil bo'lguniga qadar aniqlanuvchi moddaga tushiriladi.

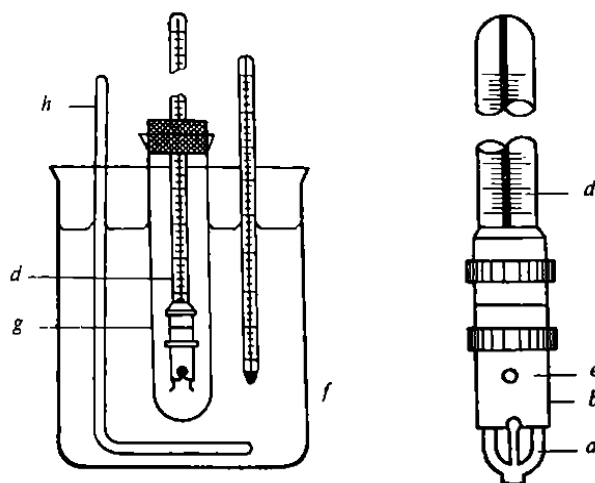
b) qattiq moddalar uchun: aniqlanuvchi modda iloji boricha past haroratda suv hammomida suyultirilgach, kapillarga olinib, 0°C haroratda 2 soatga qoldiriladi.

U yoki bu (a yoki b) tartibda to'ldirilgan kapillardagi 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 termometrda foydalaniladi (2—rasm).

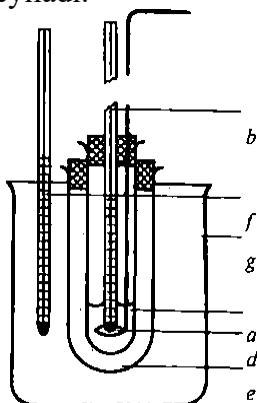
Uskuna aniqlanuvchi modda solinadigan idishcha - a, gilza - b, termometr - d, gilza tirqishi — e, probirka - g, stakan — f, aralashtirgich - h dan iborat. Suyuqlanish harorati aniqlanuvchi modda idishchaga shibbalanib, gilzaning pastki qismiga o'rnatilgach, termometrnining simob sharchasi moddaga o'rtnashishi 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 minutiga 10C ga keltiriladi. Idishcha tirqishi - e dan suyuqlangan moddaning birinchi tomchisi oqib tushgandagi harorat moddaning suyuqlanish harorati deb olinadi.



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.

Dori moddalarning qotish haroratini aniqlash

Moddaning suyuq holatdan qattiq holatga o'tishidagi qisqa vaqt oralig'idagi doimiy, eng yuqori harorat qotish harorati deyiladi.



3-rasm. Qotish haroratini aniqlash uskunasi.

a—devorlari qalin shishadan yasalgan ichki probirka; b—termometr; d— aralashtirgich; e—tashqi probirka; g— stakan; f—stakandagi suyuqlikning haroratini o'lchaydigan termometr.

Qotish harorati aniqlanuvchi uskuna devorlari qalin, ichki diametri 20 ± 1 mm, tiqinli 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'rtasida turadigan qilib termometr o'rnatiladi. So'ngra probirka modda bilan birgalikda tashqi probirkaga mahkamlanib, harorati kutilayotgan qotish haroratidan 5°C ga past suyuqlik solingan stakanga joylashtiriladi. Aniqlanuvchi moddani aralashtirib turilib, har 30 sekundda 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 doimiy harorat belgilanib, qotish harorati deb belgilanadi.

Kutilgan qotish haroratida modda suyuqligicha qolgan taqdirda, u yana 1 – 2°C ga sovutilib, aniqlanuvchi moddaning kristall zarrachasini qo'shish orqali qotishga erishiladi.

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.

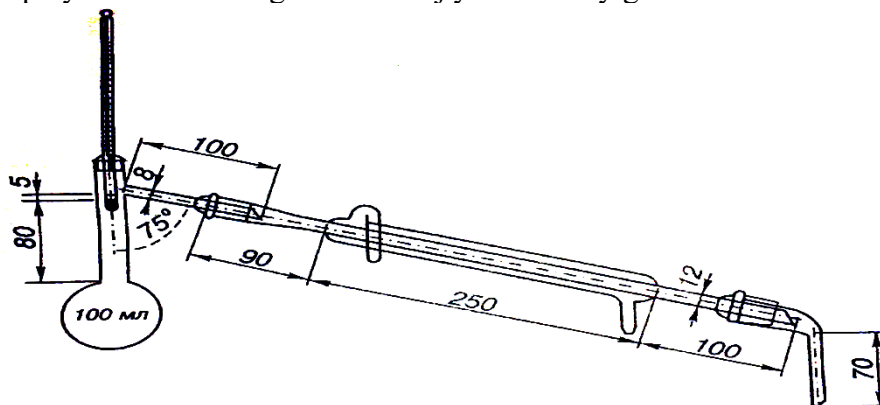
Yig'uvchi kolbaga dastlabki 5 tomchi haydalganidagi harorat qaynashning boshlanish harorati, olingan moddaning 95%i haydalgandagi harorat esa qaynash tugashining harorati hisoblanadi.

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

1. Bo'ynining o'rtasidan naycha chiqarilgan, haroratga chidamli shishadan tayyorlangan, 100 ml hajmli haydash kolbasi.
2. Haroratga chidamli shishadan tayyorlangan sovitgich. Sovitkichdan chiqqan naycha yig'uvchi kolbaga tushirish uchun qayrilgan bo'lishi yoki sovitgich alonj bilan tutashtirilishi mumkin. Qaynash harorati 150°C dan past bo'lgan 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°C dan graduirlangan termometr.
5. O'rtasida diametri 2 – 3 sm tirqishli bo'lgan 12x12 sm o'lchamli, 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 sovitgichni 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 tirqishini zich berkitiladigan holatda haydash kolbasi qisqich yordamida shtativga mahkamlanadi. Kolbadan chiqqan naycha shlif yoki tiqin yordamida sovitgich esa alonj yordamida yig'uvchi idish bilan tutashtiriladi.



4-rasm. Qaynash haroratini aniqlovchi uskuna

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 sovitgichdan chiqqan naycha 2,5 sm yig'uvchi idishga tushib turadigan holatda o'rnatiladi.

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

Kuzatilgan qaynash harorati formula yordamida normal atmosfera bosimiga 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 ⁰ C dan 240 ⁰ C gacha	0,055
240 ⁰ C dan ko'p	0,06

Ikki ketma-ket aniqlash natijasida kuzatilgan qaynash harorati orasidagi farq 1⁰C dan ortiq bo'lmasligi kerak.

Dori moddalarning zichligini aniqlash

Zichlik hajm birligidagi moddaning massasi bo'lib,

$$\rho = m/V$$

formula bilan ifodalanadi. Agar modda massasi grammlarda, hajmi kub santimetrlarda o'lchansa, ρ g/sm³ da ifodalanadi.

Davlal 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, tiqin bilan berkitilgach, harorati 20⁰C 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 piknometrda 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;

m₁ — tozalangan suv bilan to'ldirilgan piknometrning grammlardagi massasi;

m₂ — tekshiriluvchi suyuqlik solingan piknometrning massasi;

0,9973 — 20⁰C dagi suvning zichligi;

0,0012 — 20⁰C haroratda 101,3 kPa (760 mm sim. ust) barometrik bosimdagi havoning zichligi.

2-usul. Bu usulda suyuqliklarning zichligini 0,01 aniqlikda o'lchash mumkin.

20⁰C 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'lchash 3-4 minutdan 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 20⁰C haroratdagi suv solib, aniq tortiladi.

Suv to'kib yuborilib, piknometr quritilgach, pipetka yordamida qizdirib, eritilgan yog' yoki mum piknometrning 1/3 dan 1/2 qismigacha hajmni egallaydigan miqdorda solinadi. Bir soatga tiqinsiz issiq suv hammomiga qo'yiladi va 20⁰C 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.

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

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.

Titrimetrik yoki hajmiy tahlil aniqlanuvchi X modda bilan reaksiyaga kirishishga sarflangan reagent T hajmini (yoki massasini) o'lchashga asoslangan. Boshqacha qilib aytganda titrimetrik tahlil – bu titrlashga asoslangan tahlildir.

Titrlash – T modda eritmasini oz-ozdan X-modda eritmasiga asta sekin, barcha X modda reaksiyaga kirishgan nuqtani oshkor etuvchi belgi namoyon bo'lguncha aralashtirib qo'shib borishdir. Titrlash – X modda bilan stexiometrik nisbatda tasirlashish lahzasigacha ko'shilgan T moddaning miqdorini bilgan holda X moddaning miqdorini topishga imkon beradi.

Titrant – tarkibida fa'ol T reagent bo'lgan, titrlashda ishlatiladigan eritma.

Odatda titrlash amalida, titrantni kalibrlangan byuretkadan, aniqlanuvchi eritma quyilgan titrlash kolbasiga, oz-ozdan qo'sshabriladi. Titrlash kolbasiga, titrlashdan avval aniqlanuvchi eritmaning alikvota ulushi quyiladi.

Alikvota ulushi (aliquota) – tahlil uchun olingan aniqlanuvchi eritmaning aniq qismi. Odatda alikvota ulush kalibrlangan pipetka vositasida olinib, uning hajmi V_n belgi bilan ko'rsatiladi.

Ekvivalent nuqta (EN) – Titrlash jarayonida qo'shilgan T titrantni titrlanuvchi X moddaga ekvivalent bo'lgan nuqtasi. Stexiometrik nuqta, nazariy so'nggi nuqta E.N. ning sinonimlaridir.

Titrlashni so'nggi nuqtasi (TSN) – titrlanuvchi eritmaning ba'zi xususiyatlari, masalan rangi, sezilarli va keskin o'zgaradigan nuqta. TSN ba'zan ma'lum ma'noda ENga mos keladi, ammo ko'p xollarda farq etadi.

ENda yoki uning yaqinida sezilarli o'zgarish namoyon etadigan modda *indikator* deyila-di. Ideal holda, indikatorni juda oz konsentratsiyasi kifoya etib bunda indikatorning o'tish oraligida sezilarli miqdorda titrant sarflanmaydi.

Indikator rangini keskin o'zgarishi TSN-ni bildiradi. Indikator rangining ravshanligi, fluoressensiyasi yoki boshqa sezilarli o'zgarishiga sabab bo'luvchi, indikatorning ikki xil shakli nisbatini o'zgartiradigan vodorod, metall yoki boshqa ionlar konsentratsiyalarining oraligi – *indikatorning o'tish oraligi deyiladi*. Bu soha odatda vodorod ionlari konsentratsiyasining manfiy logarifmi ko'rinishida, masalan $pH = -\lg s(H_3O^+)$ ifodalanadi. Oksidlanish-qaytarilish indikatorlari uchun o'tish oraligi tegishli oksidlanish-qaytarilish potentsiallari bilan ifodalanadi.

Qo'shilgan titrant hajmi $V(T)$ ni ENdagi hajmi $V(EN)$ ga nisbati – *titrlanish darajasi f* deyiladi

$$f = V(T)/V(EN)$$

Boshqacha qilib aytganda titrlanish darajasi – bu tahlil etiluvchi eritmadagi titrlangan modda miqdorini uning dastlabki miqdoriga nisbatidir.

Qo'llangan titrant eritmasi konsentratsiyasining tartibi (10^{-x}) masalan 10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} va x.o. – titrlash saviyasi deyiladi.

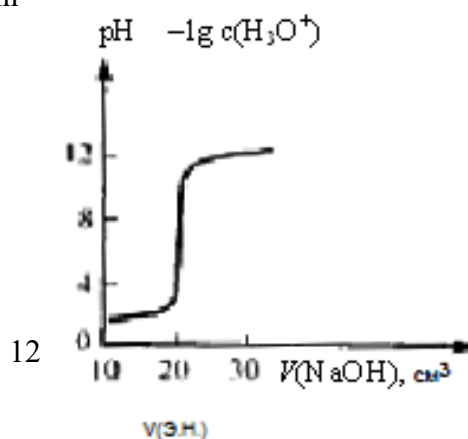
Aniqlanuvchi modda X konsentratsiyasi $s(X)$ ni yoki undan bog'liq bo'lgan eritmaning biror xossasini qo'shilgan titrant hajm $V(T)$ dan bog'lanish grafik tasviri – *titrlash egrisi* deyiladi. $s(X)$ qiymati titrlash davomida bir necha tartibga o'zgaradi, shuning uchun titrlash eg'risi $\lg s(X) - V(T)$ koordinatlarida chiziladi.

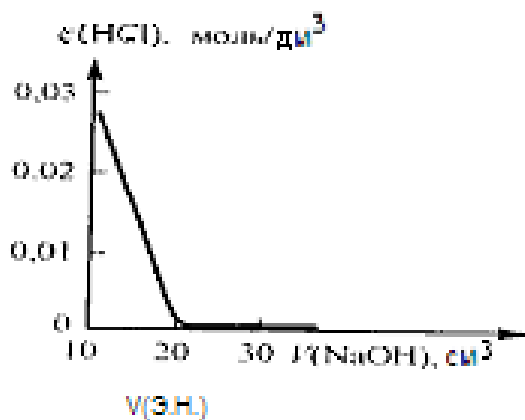
Absissa o'qiga qo'shilgan titrant hajmi $V(T)$ yoki titrlanish darajasi-f qo'yiladi.

Agar ordinata o'qiga X-ning muvozonat konsentratsiyasi $S(X)$ yoki undan bog'lik biror xossa intensivligi qo'yilsa *chiziqli titrlash eg'risi* xosil bo'ladi.

Ordinata o'qiga $\lg s(X)$ yoki $s(X)$ ga bog'liq xossaning logarifmi quyilsa *logarifmik* (yoki monologarifmik) *titrlash eg'risi* xosil buladi.

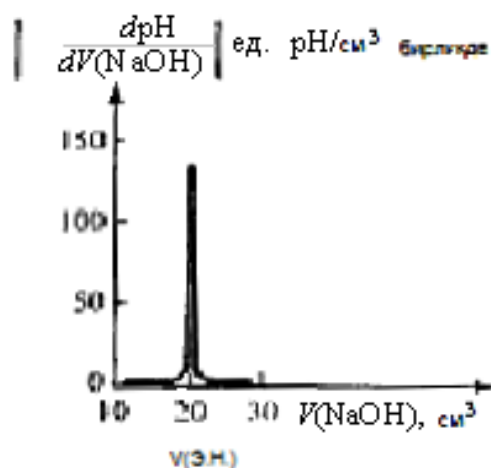
Titrlash jarayonining o'ziga xos jixatlarini yanada yaqqol belgilash maqsadida, absissa o'qiga qo'shilgan titrant hajmi $V(T)$, ordinataga – (X)konsentratsiya yoki unga bog'liq xossa qo'shilgan titrant hajmi bo'yicha birinchi hosila $d \lg s(X)/dv(X)$ logarifmni qo'yib *differensial titrlash egrisi* chiziladi.





a

b



v

3.1-rasm. 20 sm³ 0,1 m. HCl eritmasini ekvimolyar NaOH eritmasi bilan titrlash egrisini 3 xil ko‘rinishi. a) chiziqli titrlash egrisida, b) logarifmik (integral) titrlash egrisida, v) differensial titrlash egrisida.

Differensial titrlash egrisida odatda fizik-kimyo tahlilda, masalan poten-siometrik titrlashda ishlatiladi. Chiziqli titrlash egrisida (3.1 a-rasm) EN titrlanuvchi modda konsentratsiyasi va hajmi o‘zgarishi chizig‘ining sinish nuqtasiga mos keladi. Titrant asta-sekin qo‘shilabo-rilgach titrlanuvchi moddaning konsentratsiyasi 3.1 a-rasmning chap qismida tasvirlangandek kamayaboradi. E.N. da titrlanuvchi moddaning barchasi titrant T bilan reaksiyaga kirishadi. Uning konsentratsiyasi amalda nulgacha teng va qo‘shilayotgan titrant hajmi oshgani bilan s(X) o‘zgarmaydi (3.1 a-rasmning o‘ng qismi) va absissa o‘qiga mos keladi. Ammo EN yaqinida konsentratsiya keskin (birnecha tartibga) o‘zgargani sababli EN va o‘tish oraligini aniqlash qiyinlashadi. SHuning uchun vizual (rang o‘tishi ko‘z bilan baxolanadigan) indikatorlar qo‘llanganda chiziqli titrlash egrilari qo‘llanmaydi.

Logarifmik titrlash egrisida (3.1 b-rasm) EN dagi konsentratsiyani o‘zgarishi keskin – sakrama xolida namoyon bo‘ladi. SHuning uchun xam odatda EN va o‘tish oraligi (titrlash sakramasini) aniqlashda logarifmik titrlash egrisida foydalaniladi.

Differensial titrlash egrisida (3.1 v-rasm) EN titrlash egrisini maksimumiga tug‘ri kelgani sababli E.N. ni aniqlash ishonarli bo‘ladi.

Ba‘zan, ordinata o‘qiga konsentratsiya logarifmi emas, balki unga uzviy bog‘langan juft moddalar konsentratsiyalari nisbatining logarifmini qo‘yib *bilogarifik titrlash egrisida* chizishadi.

Ikkala koordinatalarga ham reaksiyada ishtirok etayotgan moddalar konsentratsiyalari logarifmlarini qo‘yib chizilgan *konsentratsion logarifmik* titrlash egrisidan ham foydalaniladi.

2-MA`RUZA. Metrologik me'zonlar asosida instrumental tahlil usullarining sifatini baholash

Bugungi kunda dori vositalarining sifati, xavfsizligi va samaradorligi inson salomatligi uchun muhim ahamiyat kasb etadi. Dori vositalari ishlab chiqarish, saqlash va sotish jarayonlarining har bir bosqichi qat'iy sifat nazorati talablariga javob berishi lozim. Bu nazorat, asosan, zamonaviy instrumental tahlil usullari (UV-Vis spektrofotometriya, yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi (HPLC), gaz xromatografiyasi (GC) va boshqalar) yordamida amalga oshiriladi.

Lekin tahlil natijalari ishonchli bo'lishi uchun usullarning o'zi ham yuqori sifatli va aniq bo'lishi kerak. Aynan shu nuqtada metrologik me'zonlar asosida instrumental tahlil usullarining sifatini baholash muhim o'rin tutadi. Metrologiya o'lchashlarning birligi va aniqligini ta'minlash bilan shug'ullanadi. Farmatsevtika sohasida instrumental tahlil usullarining metrologik jihatdan baholanishi — ularning validatsiyasi (tasdiqlanishi) — dori vositalarining sifatiga ishonch hosil qilishning asosiy shartidir.

Instrumental tahlil usullariga umumiy tavsif

Instrumental tahlil usullari moddalarning fizik-kimyoviy xususiyatlarini o'lchashga asoslangan. An'anaviy (kimyoviy) tahlil usullaridan farqli o'laroq, ular tezkorroq, sezgirroq va kamroq namunani talab qiladi. Farmatsiyada bu usullar dori moddasining miqdori va tozaligini aniqlash, aralashmalarni topish, shuningdek, dori shakllarining barqarorligini nazorat qilishda keng qo'llaniladi.

- **UV-Vis spektrofotometriya:** Moddaning yorug'likni yutish xususiyatiga asoslangan. Masalan, paratsetamolning konsentratsiyasini aniqlashda 257 nm to'lqin uzunligida uning absorbansini o'lchash orqali foydalaniladi.
- **Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi (HPLC):** Moddalar aralashmasini tarkibiy qismlarga ajratishga asoslangan. Dorilarning faol moddasini uning parchalanish mahsulotlaridan yoki boshqa aralashmalardan ajratib olishda eng keng qo'llaniladigan usuldir.

Metrologiya haqida tushuncha Metrologiya – bu o'lchashlar, ularni amalga oshirish usullari va aniqligini ta'minlash haqidagi fanidir. Farmatsevtik metrologiya esa dorivor moddalar va preparatlar sifatini nazorat qilishda qo'llaniladigan o'lchashlar tizimini o'z ichiga oladi. Uning maqsadi tahlil natijalarining xalqaro standartlarga mosligini ta'minlashdir.

Instrumental tahlil usullarining metrologik xarakteristikalar

Instrumental tahlil usulining sifatini baholash uchun bir qator metrologik xarakteristikalardan foydalaniladi. Bular:

1. **To'g'rilik (Accuracy):** Tahlil natijasining haqiqiy qiymatga qanchalik yaqinligini ko'rsatadi. Farmakopeyalarda ko'pincha bu ko'rsatkichni **98.0% - 102.0%** oralig'ida bo'lishi talab qilinadi U ikkita komponentdan iborat:
 - **Sistemali xato (Bias):** Doimiy yo'nalishga ega bo'lgan xato. Masalan, asbobning noto'g'ri kalibrlanganligi sababli yuzaga keladigan xato.
 - **Tasodifiy xato (Random error):** Natijalarni har xil yo'nalishda o'zgartiradigan xato. Ko'pincha tajriba sharoitlarining o'zgaruvchanligi sababli kelib chiqadi.

Misol: Siz tarkibida 100 mg paratsetamol bo'lgan tabletkani tahlil qilyapsiz. Tahlil natijangiz 99.5 mg chiqdi. Bu **to'g'ri** natija hisoblanadi, chunki 99.5% haqiqiy qiymatga juda yaqin. Agar natijangiz 105 mg yoki 90 mg chiqsa, bu tahlil usulida **sistemali xato** (masalan, asbobning noto'g'ri kalibrlanishi) yoki **tasodifiy xato** (namunani noto'g'ri tortish) borligini ko'rsatadi.

2. **Takrorlanuvchanlik (Precision/Repeatability):** Bir xil sharoitda, bir xil usul bilan, bir xil laborant tomonidan olingan takroriy o'lchash natijalarining bir-biriga qanchalik yaqinligini bildiradi. **Standart og'ish (Standard deviation)** yoki **nisbiy standart og'ish (Relative standard deviation)** bilan ifodalanadi. Farmatsevtika sohasida RSD qiymati odatda **1% dan kam** bo'lishi maqsadga muvofiq. **Misol:** Siz bir xil 5 ta tabletkadan **Vitamin C** miqdorini o'lchash uchun HPLC usulini qo'lladingiz. Natijalar quyidagicha chiqdi:

99.8 mg
100.2 mg
99.9 mg
100.1 mg
100.0 mg

Bu natijalar bir-biriga juda yaqin. Ularning o'rtacha qiymati 100.0 mg bo'ladi va nisbiy standart og'ishi juda past. Bu sizning tahlil usulingiz **yuqori takrorlanuvchanlikka** ega ekanligini bildiradi.

3.

4. **Takror ishlab chiqariluvchanlik (Reproducibility):** Turli laboratoriyalarda, turli laborantlar tomonidan, turli asbob-uskunalarda olingan natijalarning bir-biriga qanchalik yaqinligini ko'rsatadi. Bu ko'rsatkich usulning universal ekanligini belgilaydi.
5. **Tahlil usulining sezgirligi (Sensitivity):** Tahlil qilinayotgan modda konsentratsiyasining kichik o'zgarishlariga javob berish qobiliyatini ifodalaydi. Grafikdagi egri chiziqning qiyaligi bilan aniqlanadi.
6. **Aniqlash chegarasi (Limit of Detection, LOD):** Tahlil qilinayotgan moddani sifat jihatdan (mavjudligini) ishonchli aniqlash mumkin bo'lgan minimal konsentratsiya.
7. **Miqdoriy aniqlash chegarasi (Limit of Quantitation, LOQ):** Tahlil qilinayotgan moddaning miqdorini aniq va ishonchli o'lchash mumkin bo'lgan minimal konsentratsiya.

Misol: Dori ishlab chiqarish jarayonida hosil bo'lgan zaharli aralashmalarining qoldig'ini aniqlash talab qilinadi. Qoidaga ko'ra, bu aralashmaning miqdori **0.1%** dan oshmasligi kerak. Siz ishlab chiqqan tahlil usuli 0.05% darajadagi aralashmani aniqlay olsa, demak usulning **LOD** qiymati **0.05%** yoki undan past. Ammo miqdorini aniq o'lchay olish uchun **LOQ** qiymati ham muhim. Agar usul **0.08%** dan yuqori konsentratsiyalarni aniq o'lchay olsa, bu usul maqsadga xizmat qiladi.

8. **Tanlab olish qobiliyati (Selectivity/Specificity):** Tahlil qilinayotgan moddani aralashmalar ichidan farqlash va aniqlash qobiliyati. Dorining faol moddasini uning parchalanish mahsulotlari yoki yordamchi moddalardan ajratib olish qanchalik mumkinligini ko'rsatadi.

Misol: Sizning doriy vositangizda **faol modda** va **yordamchi moddalar** (to'ldiruvchilar, bog'lovchilar) mavjud. Bundan tashqari, saqlash sharoitiga qarab, faol modda biroz parchalanib, yangi birikmalar hosil qilishi mumkin. Agar sizning tahlil usulingiz (masalan, yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi - HPLC) faqatgina **faol moddaning pikini** aniq va alohida ajratib bera olsa, demak bu usul **yuqori selektivlikka** ega. Agar yordamchi moddalarning piki asosiy moddaning piki bilan ustma-ust tushsa, usul selektiv emas va natijalar noto'g'ri bo'lishi mumkin.

9. **Linearlik (Linearity):** Tahlil natijalari va moddaning konsentratsiyasi orasidagi to'g'ri proporsional bog'liqlik oraliq'i. Bu oraliq tahlil usulining ishchi diapazonini belgilaydi.

Misol: Siz dori vositasining konsentratsiyasini **80% dan 120% gacha** bo'lgan oraliq'ida aniqlashingiz kerak. Siz bir necha standart eritmalarini (masalan, 80%, 90%, 100%, 110%, 120% konsentratsiyalarda) tayyorlab, ularning tahlil natijalarini (masalan, absorbans yoki pik maydoni) grafikda chizasiz. Agar hosil bo'lgan nuqtalar to'g'ri chiziq hosil qilsa, bu tahlil usulining ushbu konsentratsiya oraliq'ida **linear** ekanligini ko'rsatadi.

Metrolitik me'zonlarni qo'llash

Instrumental tahlil usulining sifatini baholash uchun usulni **validatsiya (tasdiqlash)** jarayonidan o'tkazish zarur. Validatsiya – bu usulning belgilangan maqsadlar uchun yaroqli ekanligini eksperimental ravishda tasdiqlash jarayoni. Dori vositalarini tahlil qilishda Xalqaro farmakopeyalar (USP, EP, JP) va boshqa tartibga soluvchi organlar (masalan, FDA) tomonidan belgilangan qoidalarga amal qilinadi.

Validatsiya jarayoni quyidagi bosqichlarni o'z ichiga oladi:

1. **Dastlabki tekshirish:** Usulning asosiy me'zonlar (masalan, LOD, LOQ) bo'yicha samaradorligini sinab ko'rish.
2. **Takrorlanuvchanlikni tekshirish:** Bir xil sharoitda bir necha marta takroriy tahlillar o'tkazib, natijalarning yaqinligini baholash.
3. **To'g'rilikni tekshirish:** Ma'lum konsentratsiyadagi standart namunalarni yordamida usulning to'g'riligini aniqlash.
4. **Tanlab olish qobiliyatini tekshirish:** Boshqa moddalar (aralashmalar) ta'sirida natijaning o'zgarishini baholash.
5. **Linearlikni tekshirish:** Konsentratsiya diapazonining ma'lum oraliqda to'g'ri chiziqli ekanligini aniqlash.

6. **Robustlik (Robustness):** Kichik o'zgaruvchanliklar (harorat, pH, oqim tezligi) ta'sirida tahlil natijalarining qanchalik barqarorligini baholash.

3-MA`RUZA. ELEKTROKIMYOVIY TAHLIL USULLARI. POTENSIOMETRIYA VA KONDUKTOMETRIYA NAZARIY ASOSLARI VA DORI VOSITALARI TAHLILIDA QO`LLASH.

Ma'ruza rejasi:

1. Elektrokimyoviy tahlil usullari.
2. Potensiometrik tahlil usullari.
 - a) nazariy asoslari.
 - b) elektrodlar.
 - v) potensiometrik titrlash.
 - g) potensiometrik usulni dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.

Tayanch so`z va iboralar: *Polyarografiya, Kulonometriya, Konduktometriya, Potensiometriya, ionometriya, Oksereduktometriya.*

Elektrokimyoviy usullar.

1. **Elektroog'irlik yoki elektroliz usuli** - eritmadan doimiy tok o'tib turganda elektroddan ajralib chiqadigan metal yoki boshqa birikmalarni analitik tarozilarda tortib aniqlanadi. Bunda moddalar elektroliz tufayli ajralib chiqadi.
2. **Polyarografiya usuli** - elektroliz jarayonida hosil bo'ladigan tok kuchi kuchlanishni aniqlashga asoslangan. Bu holda bir elektrod (katod) juda kichik yuzaga ega, boshqasi katta yuzaga ega.
3. **Ampermetrik titrlash** - polyarografik tahlilning bir turi bo'lib, ikki elektrod (katod va anod) indikator va solishtiruvchi modda o'rtasida o'tadigan doimiy kuchlanishdagi diffuzion tokni o'lchashga asoslangan.
4. **Kulonometriya** - doimiy potensialli ma'lum miqdordagi moddani elektroliz qilishga sarf bo'lgan elektrning miqdorini aniqlashga asoslangan. Doimiy potensial ushbu moddadan ajralib chiquvchi potensialga tengdir.
5. **Konduktometriya** - eritma konsentratsiyasi, harorati va tabiatiga bog'liq bo'lgan kimyoviy reaksiya natijasida tekshiriluvchi eritmaning elektr o'tkazuvchanligini aniqlashga asoslangan.
6. **Xronokonduktometrik titrlash** - konduktometrik titrlashning bir turi bo'lib, moddani miqdorini tekshiriluvchi eritmani doimiy tezlikda tugayotgan titantni konduktometrik titrlashga ketgan vaqti bilan topiladi.
7. **Potensiometriya** - tekshiriluvchi eritmaga tushirilgan elektrodning rN – potensial o'zgarishini aniqlashga asoslangan. Bu o'zgarish konsentratsiya va xaroratga bog'liq holda kechadigan kimyoviy reaksiya natijasida amalga oshadi.

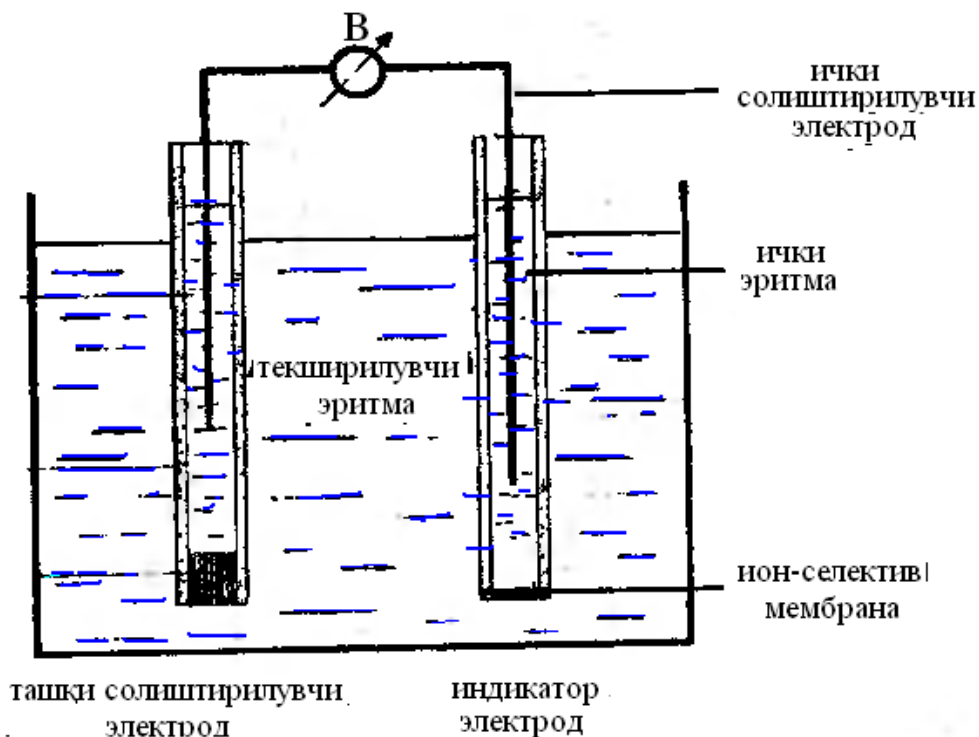
Potensiometrik usulni dori moddalarni aniqlashda qo'llanilishi.

Potensiometrik tahlil usuli sanoatning turli sohalarida kimyoviy tahlilini nazorat qilishda va moddalarning miqdorini aniqlashda keng qo'llaniladi. Potensiometriya usuli o'tgan asrdan ma'lum bo'lsada, Daniyalik kimyogar Zerensen tomonidan rN haqidagi tushunchani fanga kiritganidan (1909y) so'ng rivojlanib ketdi. Potensiometrik usul bevosita va bilvosita usullarga bo'linadi. Bevosita potensiometriya usulida potensialni belgilovchi moddaning aktivligi elektrod potentsiali asosida aniqlanadi. Bu usul ionlar aktivligini to'g'ridan-to'g'ri aniqlashga imkon beradigan yagona usul hisoblanadi. U quyidagi turlarga bo'linadi: ph-metriya-eritmalarining ph qiymati, kislota va asoslarning kislota-asoslik konstantalarini, ionometriya – ph--metriyaning rivojlanishi natijasida mustaqil usul sifatida shakllangan zamonoviy usullardan biridir. Bu usulda indikator elektrodi sifatida turli xil ion selektiv elektrodlar qo'llaniladi.

Oksereduktometriya – oksidlanish-qaytarilish reaksiyalari va oksered juftlik potentsiallarini tekshirishga asoslangan usul bo'lib, uning yordamida oksered juftlikning standart va real potentsiallari, ular yordamida esa turli xil konstantalar, hamda kinetik kattaliklar aniqlanadi. Bevosita potensiometrik usullar kimyoviy

va elektr kimyoviy reaksiyaga qatnashuvchi elektrodlar soni, kimyoviy reaksiyalarning stexiometrik va aktivlik koeffitsientlari kabi ko'rsatkichlarini aniqlash imkonini beradi.

Potensiometriya usulida tekshiriladigan eritmalarga tushirilgan elektrodning potentsiallari o'lchanadi. 1898 yilda V.Nernst elektrod potentsialining eritmadagi moddalar konsentratsiyasiga bog'liqligini, termodinamik mohiyatini isbotladi. Hozirgi davrda elektrod potentsiali deganda, taqqoslash (asosan, vodorod) elektrod bilan istalgan oksidlanish-qaytarilish yoki boshqa reaksiyaga mos elektrod orasida yuzaga keladigan elektr yurituvchi kuch (EYUK) tushuniladi.



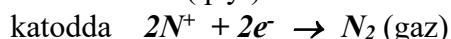
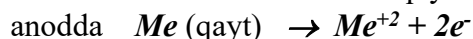
1-rasm. Potensiometrik o'lchashning chizma tuzilishi.

Qo'llanishili: ekologik ahamiyatga ega bo'lgan okean suvlarining pH-ni aniqlash, unda suv tarkibidagi $N_2SO_3 \rightarrow SO_3^{2-} + 2N^+$ ya'ni uglerod oksidini aniqlashga qaratilgan. Ekologik ahamiyatga ega holda kislotali yomg'irlarni tahlil qilishda, unda atmosferada vodorod ionining konsentratsiyasini nazorat qilishda. Sanoatda texnologik jarayonlarni nazorat etishda, ayniqsa sun'iy tolalarni, polimer maxsulotlarni va oziq-ovqat sanoatida pH-muxitini yordamida nazorat amalga oshiriladi.

Biokimyoviy o'zgarishlarni nazoratida, ya'ni biologik suyuqliklarda, to'qimalar orasidagi bo'ladigan o'zgarishlarni nazoratini amalga oshirishda keng qo'llaniladi.

Elektrod potentsiali. Potensiometrik usul modda eritmasi tarkibining elektrod potentsialiga bog'liqligini aniqlashga asoslangan. Agar metal plastinkani eritmaga tushirilsa metal - eritma chegarasida elektrod potentsiali paydo bo'ladi. Potensial qiymat eritmaning tarkibi va konsentratsiyasiga (aktivligiga), elektrod tabiatiga, temperaturaga va boshqa faktorlarga bog'liq bo'ladi. Bitta elektrodning potentsialini o'lchash mumkin emas, lekin galvanik elementning elektr yurituvchi kuchini (EYUK) o'lchash mumkin.

Galvanik element elektrodida quyidagi yarim reaksiya ketadi:



Agar biror oksidlanish-qaytarilish jufti mavjud bo'lgan eritmaga inert (indifferent) metal elektrod tushirilgan bo'lsa, shu metal sirtida muayyan tezlik bilan sistemadagi oksidlangan va qaytarilgan moddalar orasida elektronlar almashinuvi kuzatiladi. $Ox + ne \rightleftharpoons Red$

Bir elektrod potentsiali doimiy qiymatida, boshqa elektrod potentsialning nisbiy o'zgarishini EYUK qiymatiga ko'ra aniqlash mumkin. Eritmadagi ionlarning konsentratsiyasiga bog'liq bo'lgan elektrod potentsiali doimiy bo'lgan elektrod-standart elektrod yoki taqqoslash elektrod deyiladi.

Potensiometrik usul eritmadagi ionlar konsentratsiyasini aniqlash uchun qo'llaniladi (to'g'ri potensiometriya). Uning yordamida vodorod ionlari konsentratsiyasini – pH – metriya hamda K, Na, Ca va boshqa ionlar konsentratsiyasini (ionometriya) aniqlash mumkin.

Bilvosita potensiometriya usuli qisqacha tarzda potensiometrik titrlash deb yuritiladi. Potensiometrik titrlash usuli kislota asosli, oksidlanish-qaytarilish kompleksini va cho'ktirish reaksiyalari asosida moddalarni aniqlash va tekshirish uchun qo'llaniladi. SHuningdek moddalar konsentratsiyasiga emas, balki ularning turli xil konstantalarini ham aniqlash mumkin. Titrlashning oxirgi nuqtasini ekvivalent nuqtasiga yaqin bo'lganda indikatorli elektrod potentsiali ko'rsatkichi keskin o'zgarishi bilan belgilanadi. Metal elektrod potentsiali qiymatining eritmadagi ionlar konsentratsiyasiga bog'liqligini **NERNST tenglamasi** bilan ifodalanadi .

$$\varphi = \varphi_{\text{ox/Red}}^0 + \frac{RT}{nF} \cdot \lg (C_{\text{Me}^+} \cdot f_{\text{Me}^+}) \quad (1)$$

Bu erda: φ - metal elektrodda potentsial qiymati.

φ^0 - standart elektrod oksidlanish - qaytarilish juftining normal potentsiali

R – gaz doimiyligi, 8,314 j /mol;

T – absolyut temperatura

n- reaksiyada qatnashuvchi elektronlar soni

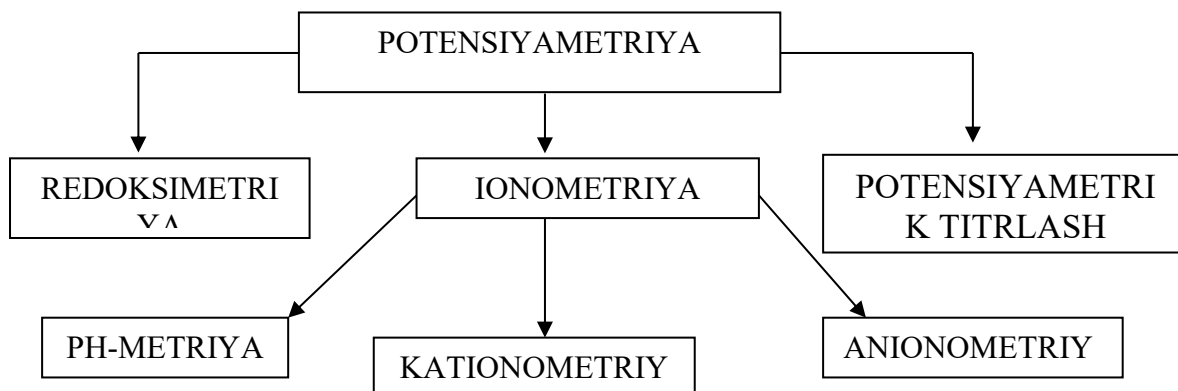
F- faradey soni, 96500 Kl

f_{Me^+} - aktivlik koeffitsienti

S_{Me^+} - eritmadagi metal konsentratsiyasi.

Bunda reaksiyada ishtirok etuvchi moddalar sifatida oksidlovchi, (qaytariluvchi) qaytaruvchi, (vodorod) va boshqa ionlar, erituvchi molekullari, metal, metal oksidi, kam eruvchan birikma, gazlar va h.k. bo'lishi mumkin. Lekin aktivligi doimiy bo'lgan qattiq faza, gazlar va erituvchi molekullari Nernst tenglamasiga bo'ysinmaydi.

Potensiometrik usul yordamida aniqlashning asosiy yo'nalishi quyidagi sxemada keltirilgan:



Suyultirilgan eritmalarda modda aktivlik koeffitsienti birga yaqin, shuning uchun potensiometrik usulida aktivlikni konsentratsiya bilan almashtirish mumkin. Bu uncha xatolikka olib kelmaydi.

Oksidlanish-qaytarilish reaksiyalarida $A_{\text{ox}} + ne = A_{\text{red}}$ eritmada oksidlangan shakldagi ionlar (A_{ox}) va qaytarilgan shakldagi ionlar (A_{red}) redoksjuftlikni hosil qiladi.

Elektrod potentsialning oksidlovchi va qaytariluvchining konsentratsiyasiga miqdoriy bog'liqligini quyidagi formula orqali ifodalanadi.

$$\varphi = \varphi^0 + \frac{0,059}{n} \cdot \lg \frac{[\text{ox}]}{[\text{red}]} \quad (2)$$

bu erda [ox] – oksidlangan ionlarning konsentratsiyasi.

[red]– qaytarilgan ionlarning konsentratsiyasi.

φ^0 – redoksi juftlikni standart elektrod potentsiali.

n– elektronlar soni.

Agar oksidlanishda qaytariluvchi reaksiyalarning stexiometrik koeffitsienti birga teng bo'lmasa, ular tenglamaga kerakli konsentratsiyasi darajasining ko'rsatkichi bo'lib, kiradi. Vodorod ionlari qatnashgan reaksiyalarda oksidlovchi va qaytariluvchi ionlarning o'zgarishi bilan oksidlangan shakldagi ionlar

qaytarilgan shaklga o'tadi. Bunda elektrod potentsiali vodorod ionining konsentratsiyasiga bog'liq bo'ladi. U holda tenglama quyidagicha bo'ladi.

$$\varphi = \varphi^0 + \frac{0,059}{n} \cdot \lg \frac{[\text{ox}]^a [\text{H}^+]^m}{[\text{red}]^b} \quad (3)$$

bu erda a va v - oksidlovchi va qaytariluvchi uchun stexiometrik koeffitsient

$[\text{N}^+]$ -eritmadagi vodorod ionining konsentratsiyasi.

m - vodorod ion uchun stexiometrik koeffitsient.

Standart elektrod potentsiali.

Standart elektrodleri sifatida elektrod potentsialini o'lchash uchun mo'ljallanilgan qaytar elektrodlar ishlatiladi: Standart elektrodlar quyidagi talablarga javob beradi:

1. Potentsialni belgilovchi elektrodning ichki reaksiyasi termodinamik qaytar bo'lishi kerak.
2. Elektrodning qutblanuvchanligi kam bo'lishi, ya'ni undan elektr toki o'tganda o'z potentsialini nihoyatda kam o'zgartirishi kerak
3. Elektrod uzoq vaqt saqlaganda va turli xil sharoitlarda ham o'z potentsialini o'zgartirmasligi shart. Standart sharoitda standart vodorod elektrodiga (SVE) nisbatan o'lchangan redoksi juftlikning elektrod potentsiali standart elektrod potentsiali deyiladi va φ_0 bilan belgilanadi (standart holatdagi ionlar potentsiali nolga teng deb olingan).

Turli haroratda va vodorodning 101,325 kPa bosimida standart vodorod potentsiali shartli ravishda nolga tenglashtirilgan. Vodorod elektroni platinaga mayda disperss kukuni qavati bilan qoplangan elektrod bo'lib, uning yuzasida 101,325 kPa bosimda vodorod o'tkazilib turadi.

Elektrodlar.

Indikator elektrodlar tekshiriladigan eritmaning elektrod potentsialini o'lchash uchun xizmat qiladi. Elektrod-eritma sirti chegarasida sodir bo'ladigan elektr kimyoviy jarayonning mexanizmiga ko'ra indikator elektrodleri quyidagilarga bo'linadi:

1. Oksidlanish-qaytarilish (oksred) elektrodlar, bunday elektrodlarda elektronlar almashinisi kuzatiladi.
2. Birinchi, ikkinchi va uchinchi tur metal va metalmas elektrodlar, bunday elektrodlarda elektron-ion almashinishi kuzatiladi.
3. Ion selektiv membranali elektrodlar: bunday elektrodlarda ion almashinishi sodir bo'ladi.

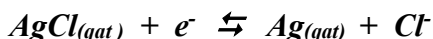
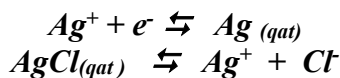
Metal indikatorli elektrodlar kumush, platina, simob, qo'rg'oshin va boshqa turli xil metallardan tayyorlanadi. Metal elektrodlar ionlarga sezgir, eritmaga tushurilganda oksidlanish-qaytarilish sistemalarini hosil qiladi. Masalan : $\text{Ag}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{Ag}$ sistemasida elektrod potentsiali faqat eritmadagi kation konsentratsiyasiga bog'liq bo'ladi. Bunday elektrodlar ***birinchi turdagi elektrod*** deyiladi. Ularga simobli, kumushli elektrodlar, amalgama guruhidagi elektrodlar va boshqa metal elektrodleri kiradi. Bu turdagi elektrodlar vodorod elektrodleri ham kiradi.

Metalda erigan gaz holdagi vodorod, vodorod ionlari bilan oksidlanish-qaytarilish sistemasi hosil qiladi.

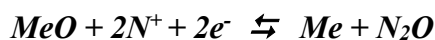
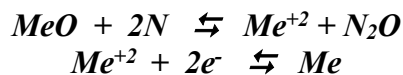


Metall elektrod kationlari bilan kam eriydigan cho'kma hosil qiluvchi anionlarga sezgir elektrodlar ikkinchi turdagi elektrodlariga kiradi. Bu elektrodlar oksidlanish-qaytarilish protsessida qatnashmaydigan ionlar konsentratsiyasining o'zgarishiga sezgirdir. Masalan: AgCl to'yingan eritmasida kumush elektrodi xlorid ion uchun indikatorli elektrod hisoblanadi.

Eritmada quyidagi muvozanat hosil bo'ladi.

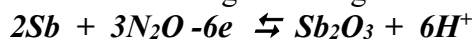


Tenglamadan ko'rinib turibdiki elektrod potentsiali xlorid ion konsentratsiyasiga bog'liq. Ikkinchi turdagi elektrodlar kumush xlorid va kalomel elektrodleri kiradi. Bu elektrodlar guruhiga metal-oksidi elektrodleri, ya'ni metalning shu metalda kam eriydigan oksidi bilan qoplangan elektrodlar ham kiradi. MeO/Me sistemali elektrod potentsiali vodorod ion konsentratsiyasiga bog'liq bo'ladi.



Kislotali va ishqoriy eritmalarida vodorod ioni konsentratsiyasini aniqlashda surmali $\text{Sb}_2\text{O}_3/\text{Sb}$ elektroddan foydalaniladi.

Surma elektrod vodorod ionining konsentratsiyasini aniqlashda ko'p ishlatiladi. Unda surma Sb_2O_3 ning yupqa qavati bilan qoplangan. Bu elektrodni eritmaga tushirilganda



elektr kimyoviy reaksiya sodir bo'ladi. Bu elektrod kuchli kislotali va ishqoriy muhitda surma elektrodining ph- ni ko'rsatishi metalning oksidlanishi va oksid qavatining erishi natijasida ancha xato bo'ladi. SHuning uchun bu elektrod bevosita potensiometriyada ancha cheklangan holda qo'llaniladigan, biroq u potensiometrlik titrlashda ko'proq ishlatiladi.

Potensiometrlik usul bilan aniqlashda **membrana indikatorli elektrod** qo'llaniladi. Ular kation va anionlarga yuqori sezgirlik bilan ajralib turadi. Bu elektrodlar 4 ta guruhga bo'linadi;

1. shishali membranli elektrodlar,
2. suyuq membranli elektrodlar,
3. qattiq yoki cho'kma hosil qiluvchi membranli elektrodlar,
4. gazga sezgir membranli elektrodlar.

Shishali membranli elektrodlar - ikki turli konsentratsidagi vodorod ioni eritmalarini ajratuvchi yupqa shisha membranli elektrod yuzasida potensial hosil bo'ladi. SHisha vodorod ionini qaytaruvchi elektrod vazifasini bajaradi. Eritmada murakkab muvozanat hosil bo'ladi: vodorod ionini eritmada shishaga va natriy yoki litiy ionlarini eritmaga o'tishi kuzatiladi. Bunday elektrodlar tayyorlash uchun yuqori miqdorda natriy yoki litiy saqlovchi shishalar qo'llaniladi

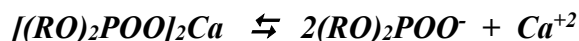
Suyuq membranli elektrod ikkita trubka va g'ovak plastinkali diskdan iborat. Suyuq membrana – yupqa suyuq organik modda bilan qoplangan membrana bo'lib, u suvli eritmalar bilan aralashmaydi va kislota yoki ishqor guruhlari saqlaydi - ya'ni suyuq ionit.

Organik modda g'ovak disk ustiga yupqa qilib o'tkaziladi, bu disk ikki suvli eritmani tekshiriluvchi standart aralashmasiga yordam beradi. Ichki trubkasi Cl da to'yintirilgan tekshiriluvchi kation standart eritmasi bilan to'ldiriladi. Bunga kumush simi tushurilsa Ag/AgCl – taqqoslash elektrodi hosil bo'ladi.

Organik modda bilan ikki zaryadli kation eritmasi spirt yuzasida muvozanat yuzaga keladi.

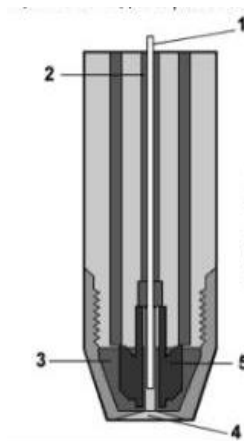
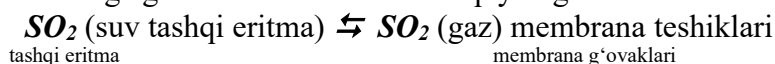


Ca^{+2} ioniga mos suyuq membranli elektrodda ionit sifatida fosfor kislotasining organik efiri ishlatiladi.



Qattiq membranli elektrodlar ma'lum bir anioni yoki kation saqlaydigan tuzli eritmalaridan tayyorlanadi.

Gazga sezgir membranli elektrodlarda ichki standart eritma bilan tekshiriluvchi eritma yupqa gaz o'tkazuvchi membrana bilan ajratiladi. Bu membrana suvni o'ziga yuqtirmaydigan xossaga ega. YUppqa va juda mayda g'ovaklardan iborat bo'lganligi uchun undan suv va elektrolit o'tolmaydi, uning teshiklari havo yoki boshqa gazlar bilan to'lgan bo'ladi. Membrana g'ovaklari havo yoki boshqa gaz bilan to'ldirilgan membrana bilan eritma ta'sirlanganda erigan gazlar g'ovaklarga o'tadi. Masalan: erigan oltingugurt dioksidi g'ovaklarga gaz holida o'tadi. Bunda quyidagi muvozanat o'rnatiladi:



2-rasm. Suyuq membranli elektrod

1-ichki solishtiriluvchi elektrod Ag/AgCl

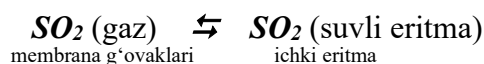
2- suvli eritma, bo'lakcha ichki qismi to'ldirilgan

3- suyuq organik ionalmashinuvchi 4-organafil membrana

5- membrana prkladkasi

Teshiklar juda ko'p bo'lganligi uchun muvozanat juda tez qaror topadi. Tekshiklardagi SO₂ ichki eritma bilan tutushgan bo'lganligi uchun yangi muvozanat yuzaga keladi:

Bunda keltirilgan



mana shu tartibda o'tadi. Buning natijasida ichki va tashqi eritmalar orasida muvozanat hosil bo'ladi. Bu navbatida ph- o'zgarishiga olib keladigan yangi muvozanatni o'rnatilishiga sabab bo'ladi.

Ichki eritma ph- – sharoiti quyidagi reaksiyaga asosan o'zgaradi.



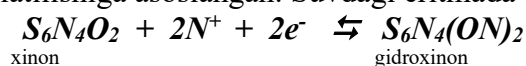
rH – ko'rsatkichini aniqlash uchun ichki eritma solingan idishga indikator va taqqoslash elektrodleri tushuriladi. Indikatorli elektrod potensialini tashqi eritmadagi SO₂ konsentratsiyasi bo'yicha aniqlanadi.

Neytrallanish usulida indikatorli elektrodleri qo'llash.

Eritmalarning ph- – ko'rsatkichini o'lchashda kislota va ishqorlarni potentsiometrik titrlashda xingidronli, shishali va surma elektrodleriidan foydalaniladi.

Xingidronli elektrod.

Xingidron S₆N₄O₂ . S₆N₄(ON)₂ – bu xinon va gidroxinonning molekulyar birikmasidir. Xingidron elektrod suvda kam eriydigan va suvga tushirilganda ekvimolekulyar miqdorda xinon vvva gidroxinonga parchalangan xingidronning ishlatilishiga asoslangan. Suvdagi eritmada quyidagi muvozanat bo'ladi.



Oksidlanish-qaytarilish sistemasida hosil bo'lgan potentsial

$$\varphi = \varphi_{\text{XIN}}^o + \frac{0,059}{n} \cdot \lg \frac{[C_6H_4O_2] [H^+]^2}{[C_6H_4(OH)_2]}$$

Xinon va gidroxinon konsentratsiyasi teng bo'lgani uchun shu eritmaga tushurilgan platinali elektrod potentsiali faqat vodorod ionlari (ph-) konsentratsiyasiga bog'liq bo'ladi.

$$\varphi = \varphi_{\text{XIN}}^o + 0,059 \text{ pH}$$

Kuchli oksidlovchi va qaytaruvchilar ishtirokida xingidronli elektrodleri ishlatib bo'lmaydi. Ishqoriy sharoitda xingidron oson oksidlanadi, SHuning uchun u ph- 0 dan 8 gacha bo'lgan sharoitlarda qo'llanadi.

Shisha elektrod.

Shisha elektrod – diametri 15-20 mm,devor qalinligi 0,05 – 0,1mm bo'lgan shisha shar bo'lib, ph--ga sezgir shishadan tayyorlangan, qalin trubkaga yopishtirilgan bo'ladi.

Sharli trubka AgCl – eritmasi bilan to'yintirilgan vodorod xlorid eritmasi bilan to'ldirilgan va ichiga kumush simi tushurilgan. Eritma doimiy aktivlangan vodorod ionlarini saqlaydi. Agar ionlarni tekshiriluvchi eritmaga tushurilsa shisha membranani ichki va tashqi yuzalari orasida potentsiallar ayirmasi $\varphi_1 - \varphi_2$ hosil bo'ladi.



Potentsiallar ayirmasining o'zgarishi shishali membrananing ph- -ko'rsatkichiga nisbatan sezgirligiga bog'liq.

Ichki taqqoslovchi elektrodlar membrananing ichki va tashqi yuzasi orasidagi potentsiallar ayirmasini aniqlashga imkon beradi. Tekshiriluvchi modda potentsiallarini o'lchashda shishali membrananing ichki yuzasi potentsiali doimiy bo'lib qoladi, tashqi yuza potentsiali esa tekshiriluvchi eritmaning ph- – muhitiga bog'liq bo'ladi.

Membrana yuzasi kremniy kislotasining gidrodlangan geli bilan qoplangan bo'lsa, gelning ichki va tashqi qismida diffuzion potentsial yuzaga keladi. Standart va tekshiriluvchi eritmalarining ph- - qiymati bir xil bo'lsa, ichki va tashqi qatlami gel bilan bir xil qoplangan bo'lsa, diffuzion potentsiallari ham teng bo'ladi, lekin belgilari jihatidan qarama-qarshi bo'ladi. Ularning potentsiallari yig'indisi 0 ga teng bo'ladi.

Real sharoitda potentsiallar yig'indisi 0 dan farq qiladi- potentsial assimetriyasi. SHishali elektrod bilan ph- – ni aniq o'lchashga oksidlovchi va qaytariluvchilar xalaqit qilmaydi. SHishali elektrod yordamida ph- 0 dan 12 –13 gacha kislotali va ishqoriy eritmalar bilan ishlash mumkin.

Cho'ktirish va kompleks hosil qilish usullarida indikatorli elektrodning qo'llanilishi.

Bu usullarda kumush va simob elektrodleri ishlatiladi. Eritmada Hg/Hg^{+2} va Ag/Ag^{+} sistemalari hosil bo'ladi. Ag va Hg elektrodler yordamida kumush, simob ionlarining konsentratsiyasini va Ag^{+} , Hg^{+2} ionlari bilan kam eruvchi tuz yoki komplekslar hosil qiladigan ionlar konsentatsiyasini potensiometrlik usulda o'lchanadi. Agar eritma kam eriydigan tuz eritmasi bilan to'yintirilgan bo'lsa, u holda elektrod potentsiali anion konsentrsiyasiga bog'liq bo'ladi.

$$\varphi = \varphi_{Ag}^0 + 0,059 \cdot \lg [Ag^{+}]$$

Chunki

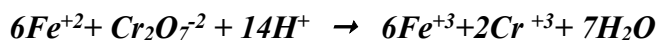
$$[Ag^{+}] = \frac{EK}{[Cl^{-}]}$$

$$\varphi = \varphi_{Ag/Ag}^0 + 0,059 \cdot \lg \frac{EK}{[Cl^{-}]}$$

Bunday elektrod potentsiali faqat eritmada kation konsentratsiyasiga emas, balki kam eriydigan tuz anionining konsentratsiyasiga bog'liqdir. SHuning uchun bu elektrod bilan Cl^{-} , Br^{-} , J^{-} , S^{2-} anionlarini aniqlash mumkin. Bu usul bilan titrlashda platinali elektroddan foydalaniladi.

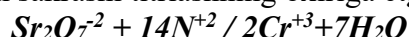
Oksidlanish - qaytarilish usulida indikatorli elektrodleri qo'llash.

Oksidlanish - qaytarilish titrlanishida platina, palladiy, oltindan tayyorlangan indikatorli elektrodler qo'llaniladi. Ko'pincha sim, plastinka yoki to'rsimon shakldagi platinali elektrod ishlatiladi. Fe^{+2} eritmasini $K_2Cr_2O_7$ eritmasi bilan titrlanganda



Reaksiyada Fe^{+2} ion konsentratsiyasi kamayadi, Fe^{+3} ion konsentratsiyasi ko'payadi. U holda platinali elektrod potentsiali ularning konsentratsiyasiga bog'liq bo'ladi. Ekvivalent nuqtasidan keyin eritmada Fe (II) ion umuman yo'qoladi. Kaliy dixromatning ortiqcha qismi oksidlanish-qaytarilish sistemasini xosil qiladi.

Titrlanganda platinali elektrod konsentratsiya o'zgarishini darhol sezadi va ekvivalent nuqtasidan keyin shu sistema potentsialiga teng bo'ladi. Indikatorli elektrod potentsialining bir oksidlanish - qaytarilish sistemasidan boshqasiga o'tishda potentsialining keskin o'zgarishi bilan kuzatiladi. Ekvivalent nuqtasiga yaqin bo'lganda potentsialning keskin sakrashi titrlashning oxiriga etganini ko'rsatadi.



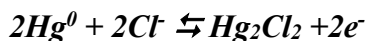
Taqqoslash yoki standart elektrodler.

Bunday elektrodlerga ikkinchi turdagi elektrodler kiradi. Masalan: kalomel elektrod $Hg/Hg_2SO_4/H_2SO_4$ kumush xlorini $Ag/AgCl/NaCl$.

Ba'zi hollarda bu elektrodlar titrlanuvchi eritma ichiga tushuriladi. Bu elektrodlar tekshiriluvchi elementning konsentratsiyasini o'zgarishiga ta'sir qilmaydi. SHuning uchun golvanik elementning EYUK faqat indikatorli elektrod potensialining o'zgarishiga bog'liq.

Kalomel elektrodi.

Bu ikkinchi turdagi elektrod bo'lib, metal simob va KCl eritmasi kalomelga nisbatan to'yintirilgan. Hg_2Cl_2 eritmadan tashkil topgan. Bunday elektrod potentsiali quyidagi reaksiyalar bilan ifodalanadi.



To'yingan kalomel eritmasi xlorid kaliy ishtirokida simob ionining aktivligi xlor ionining aktivligi bilan aniqlanadi.

Kumush xlorli elektrod.

Ikkinchi turdagi elektrod bo'lib, shisha va platinali elektrodlar bilan birgalikda taqqoslovchi elektrod bo'lib xisoblanadi.

Potensiometrik titrlash.

Potensiometrik titrlashda reaksiyada qatnashuvchi modda yoki ionlarning konsentratsiyasi xar doim o'zgaradi, shunga asosan indikatorli elektrod potentsiali ham o'zgaradi. Bog'liqlikni grafik tasvirlanganda φ_x ni V ga nisbatan chiziladi.

Agar chizmadagi og'ish burchagi kam bo'lsa ekvivalent nuqtani o'rnatish qiyin bo'ladi. Bu holda $\Delta\varphi/\Delta V - \Delta V_1$ (ikki eritma qo'shilgan reagent orasidagi elektrod potentsialining o'zgarishi, ΔV_1 - qo'shilgan reagent hajmi) kordinatasida differensial egri chiziq chiziladi.

Ekvivalent nuqtasi egri chiziq maksimumiga to'g'ri keladi.

Neytrallash usuli

Neytrallash reaksiyalarida titrlashning egri chiziq chizmasi eritma ph- ko'rsatkichini o'zgarishi reagentning sarflanishiga bog'liqligini ko'rsatadi.

100ml 0,1m xlorid kislotani 0,1m natriy gidroksid eritmasi bilan titrlanganda indikatorli elektrod potentsialining o'zgarishini ko'rib chiqamiz.

Xingidron elektrodining potentsiali quyidagi tenglama orqali hisoblanadi

$$\varphi = \varphi^0_{xin} + 0,059 rN$$

0,1 m kislotaning ph- ko'rsatkichi 1 ga teng. 100 ml 0,1 m xlorid kislota eritmasiga 90 ml 0,1 m ishqor eritmasi qo'shilsa, 90% xlorid kislota neytrallanadi. Agar vodorod ion konsentratsiyasini hajmiga bog'liq emas desak, u holda

$$[N^+] = \frac{(100-90,0) 0,1}{100} = 10^{-2}, rN=2$$

99,0 ml 0,1 m ishqor eritmasi qo'shilganda vodorod ionlari konsentratsiyasi

$$[N^+] = \frac{(100-99,0) 0,1}{100} = 10^{-2}, rN=3$$

100 ml titrlash uchun olingan 0,1 m NSI eritmasiga 100 ml 0,1 m NaOH eritmasi qo'shilganda ekvivalent nuqtada faqat reaksiya natijasida xosil bo'lgan NaSl bo'ladi. NaSl gidrolizlanmagani uchun eritmaning ph- ko'rsatkichi 7 ga teng bo'ladi. NaOH eritmasi qo'shish davom ettirilsa u holda ph- ko'rsatkichi shu ishqor hisobiga o'zgaradi. Masalan 0,1 m NaOH ning 1ml ortiqchasi

$$[ON^-] = \frac{1,0,1}{100} = 10^{-3}, [N^+] = 10^{-11} rN=11 \text{ bo'ladi}$$

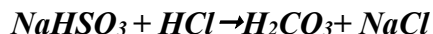
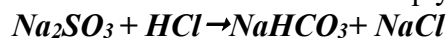
Agar NaOH eritmasidan 10 ml qo'shilsa

$$[ON^-] = \frac{10,0,1}{100} = 10^{-2}, [N^+] = 10^{-12} rN=12 \text{ bo'ladi}$$

20⁰S temperaturada , xingidron elektrodining potensialini 0,708 V deb olsak,u holda xar bir titrlashni elektrod potentsiali $\varphi = \varphi_{\text{xin}}^0 + 0,059N^+$ formula bilan hamda $\Delta\varphi/\Delta V$ NaOH nisbati aniqlanadi.

Misol tariqasida natriy karbonatni titrlashni ko'rib chiqamiz. Na_2SO_3 – kuchsiz kislotaga va kuchli asos bilan hosil bo'lgan tuzdir. Bu holda vodorod ionining konsentratsiyasini bosqich bilan titrlashni hisoblab olgan holda aniqlanadi.

0,1 m natriy karbonatni 1 m xlorid kislotaga eritmasi bilan titrlashda quyidagi reaksiya xosil bo'ladi.



Bu erda 2 ta ekvivalent nuqtasi kuzatiladi. Birinchi nuqta NaHCO_3 , ikkinchi H_2CO_3 hosil bo'lishiga asoslangan. H_2CO_3 birinchi bosqich uchun dissotsiatsiya konstantasi $K_1 = 4,31 \cdot 10^{-7}$, $rK_1 = 6$, ikkinchi bosqich uchun $K_2 = 5,61 \cdot 10^{-11}$, $rK_2 = 10$.

Natriy karbonat boshlang'ich eritmasining ph- ko'rsatkichi quyidagi formula bilan aniqlanadi.

$$rN = 7 + \frac{1}{2} \cdot rK_2 + \frac{1}{2} \lg C \text{ tuz}$$

Titrlashning oralig'ida eritmada NaHCO_3 va Na_2SO_3 titrlanmagan qoldig'i ishtirok etadi.

$$rN = rK_2 + \lg \frac{[\text{SO}_3^{2-}]}{[\text{HSO}_3^-]}$$

Birinchi ekvivalent nuqtasida eritmaning ph- ko'rsatkichini

$$rN = \frac{rK_1 + rK_2}{2} \text{ formulasi bilan aniqlanadi.}$$

Ikkinchi ekvivalent nuqtasida esa

$$rN = rK_1 + \lg \frac{[\text{SO}_3^{2-}]}{[\text{Na}_2\text{SO}_3]}$$

Ikkinchi ekvivalent nuqtasi natriy karbonatni to'liq H_2SO_3 kislotaga va NaCl gacha titrlashga to'g'ri keladi.

$$rN + \frac{1}{2} rK_1 + \frac{1}{2} \lg [\text{Na}_2\text{SO}_3]$$

Ekvivalent nuqtadan keyin eritmaning ph- ko'rsatkichi qo'shilgan NSI eritmasining ortiqchasi bilan aniqlanadi. Titrlashning xar bir qismida indikatorli elektrod potentsialining o'zgarishi aniqlanadi (hisoblanadi). Natriy karbonat eritmasini NSI eritmasi bilan bosqichma-bosqich titrlanishi kordinatida egri chiziqlar bilan ifodalash mumkin. Potensiometrik titrlash kordinati differensial chizmalash ekvivalent nuqtalari aniq ko'rsatilgan.



Cho'ktirish va kompleks hosil qilish usuli.

Potensiometrik titrlash chizmasini bu usullar uchun ham tuzish mumkin. Kam dissotsialanadigan birikmalar xosil bo'lishini hisobga olgan holda tekshirilayotgan ion konsentratsiyasini aniqlash mumkin. Misol tariqasida kumush ionini cho'ktirish usuli bilan (AgCl) potensiometrik titrlashni ko'rib chiqishimiz mumkin.

Kumush indikator elektrod.

AgNO₃ eritmasiga NaCl eritmasini qo'shganda AgCl cho'kmaga tushadi. Cho'kmaga tushmay qolgan Ag⁺ ionining konsentratsiyasiga eritmasiga qo'shilgan NaCl eritmasining miqdoriga bog'liq bo'ladi. Agar 100 ml 0,1 m AgNO₃ eritmasiga 5ml 1m NaCl eritmasini qo'shsak u holda Ag⁺ ionining konsentratsiyasiga

$$[Ag^+] = \frac{(10-5) \cdot 1,0}{100} = 0,05,$$

agar 9 ml NaCl eritmasi qo'shilsa

$$[Ag^+] = \frac{[10-9] \cdot 1,0}{100} = 0,01 \text{ va h.k.}$$

(10ml Ag ionini 1,0 m NaCl eritmasi bilan to'liq cho'ktirish uchun sarflangan eritma miqdori) u holda elektrodlar potentsiallari

$$\varphi_1 = 0,80 + 0,059 \lg 0,05 = 0,80 - 0,075 = 0,725 \text{ V}$$

$$\varphi_2 = 0,80 + 0,059 \lg 0,01 = 0,80 - 0,116 = 0,684 \text{ V bo'ladi.}$$

Ekvivalent nuqtasiga yaqinlashganda Ag⁺ konsentratsiyasi AgCl eruvchanligiga asoslanib aniqlanadi va (EK) eruvchanlik ko'rsatkichini aniqlash mumkin.

$$EK_{AgCl} = 1,7 \cdot 10^{-10} \quad EK_{AgCl} = [Ag^+] [Cl^-]$$

$$[Ag^+] = [Cl^-] = \sqrt{1,7 \cdot 10^{-10}} = 1,3 \text{ mol/l}$$

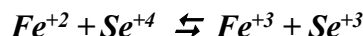
Ekvivalent nuqtasiga elektrod potentsiali

$$\varphi_x = 0,80 + 0,059 \lg \sqrt{1,7 \cdot 10^{-10}} = 0,516 \text{ v ga teng bo'ladi}$$

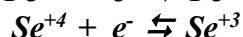
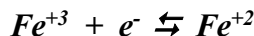
AgNO₃ eritmasi NSI eritmasi bilan potensiometrlik titrlash egri chiziqli grafigidan ko'rinib turibdiki ekvivalent nuqtasi yaqinida potentsialning keskin sakrashi kuzatiladi. Bu ko'rsatkich hosil bo'lgan cho'kmaning eruvchanligiga bog'liq bo'ladi. Cho'kmaning eruvchanligi va uning eruvchanlik ko'rsatkichi qancha kichik bo'lsa, ekvivalent nuqtasida potentsialning sakrashi ko'rsatkichi shuncha katta bo'ladi.

Oksidlanish-qaytarilish usuli.

Oksidlanish - qaytarilish reaksiyalarida platinali indikator elektrodining potentsiali oksidlangan va qaytarilgan hollarda konsentratsiyasi nisbatiga bog'liq bo'ladi. Buni temir (II) tuzini seziy (IV) standart eritmasi bilan titrlash misolida ko'rish mumkin.



Bunga asoslanib



Titrlashning turli nuqtasida sistemalarning potentsiali quyidagi tenglamadan aniqlanadi.

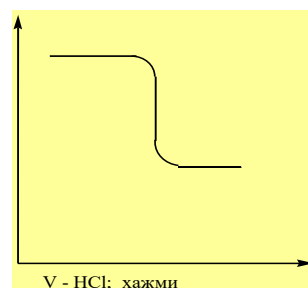
$$\varphi = \varphi_{Fe^{+3}/Fe^{+2}} + 0,059 \lg \frac{[Fe^{+3}]}{[Fe^{+2}]}$$

$$\varphi = \varphi_{Ce^{+4}/Ce^{+3}} + 0,059 \lg \frac{[Ce^{+4}]}{[Ce^{+3}]}$$

Ekvivalent nuqtasigacha xos bo'lgan elektrod potentsiali Fe³/Fe² sistema uchun NERNS tenglamasidan topiladi, ekvivalent nuqtasidan keyin esa, Se⁴/Se³ sistemasi uchun topiladi. Ekvivalent nuqtada quyidagi muvozanat to'g'ri bo'ladi.

Ekvivalent nuqtadagi potentsial qiymatini topish uchun Fe va Ce sistemalarining potentsiallari qo'shiladi.

$$2\varphi = \varphi_{G'e^{+3}/G'e^{+2}} + \varphi_{Se^{+4}/Se^{+3}} + 0,059 \lg \frac{[G'e^{+3}][Ce^{+4}]}{[G'e^{+2}][Se^{+3}]}$$

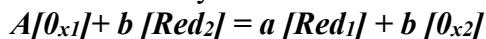


$$\frac{[G'e^{+2}][Ce^{+3}]}{[G'e^{+3}][Ce^{+2}]}$$

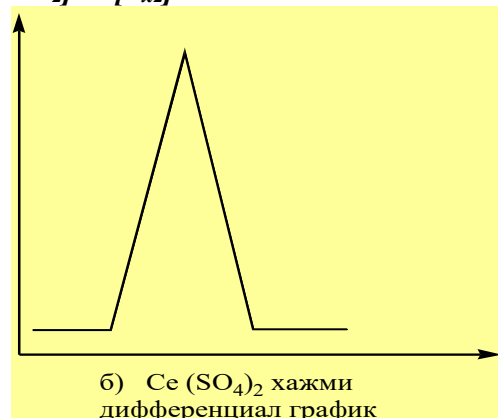
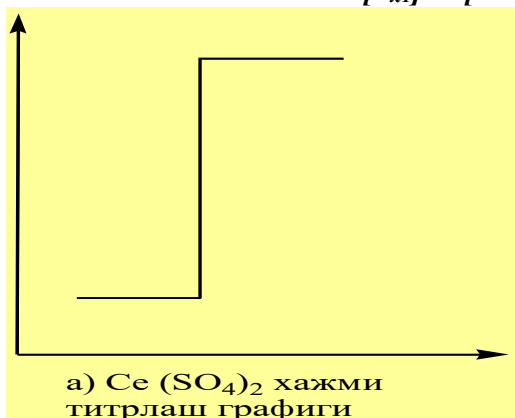
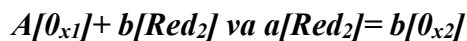
Fe va Ce ionlarining bir xil konsentratsiyasi qisqargandan keyin ekvivalent nuqtada elektrod potentsiali bo'lad.

$$\varphi_{ekv} = \frac{\varphi_{Fe^{+3}/Fe^{+2}} + \varphi_{Ce^{+4}/Ce^{+3}}}{2}$$

Oksidlanish-qaytarilish reaksiyasi uchun umumiy holda



Ekvivalent nuqtada tenglik xosil bo'lad.



0,05 m $FeSO_4$ eritmasining 0,1 m $Se(SO_4)_2$ eritmasi bilan titrlash grafigi. a) titrlash grafigi. b) differensial grafik.

Kimyoviy tuzilishiga ko'ra eritmalari aniq rN muhit xarakterlovchi dori moddalar.

№	Moddalar soni	rN
1.	Glyutamin kislotasi	3,1-3,7
2.	Akrixin	3,5-5,0
3.	Adonizid	5,0-6,5
4.	Adrenalin gidro tartarati	3,0-3,8
5.	Amikazol	2,7-3,5
6.	Alikazol surtmasi	4,5-5,5
7.	Anatoksin (difteriyasi)	6,8-7,2
8.	Anatoksin (diferiya va stolbnyakna)	6,8-7,3
9.	Anatoksin (stafilakokka)	7,0-7,2
10.	Anatoksin (stolbnyakka)	6,8-7,2
11.	Aporafin NSI	4,3-5,3
12.	Apressil	3,0-4,0
13.	Benzilpenitsillin natriyli tuzi	5,0-7,5
14.	Kardiotrast 35%	6,8-7,4
15.	Xingalin	3,5-4,5
16.	Xinazol	2,4-3,4
17.	Xlortetratsekin NSI	2,3-3,4
18.	Dikain 1% -eritma	4,5-6,0
19.	Ditilin	5,2-6,3
20.	Gamma-globulin(qizamiqqa qarshi)	7,0-7,5
21.	Papaverin NSI 2% eritma	3,0-4,5
22.	Fenoksimetilpenitsillin	2,4-4,0
23.	Protalin sink-insulin	6,9-7,3
24.	Streptomitsin(sulfat tuzi)	4,5-7,0
25.	Titrotsekin NSI 1% eritma	1,8-2,8

26.	Tialin bromid	2,7-3,4
27.	Tialin xlorid	2,5-3,4
28.	Triertazin	1,7-2,6
29.	Yo'talga qarshi vaksina	7,2-7,6

Saqlanishi davrida eritmasi rN muxiti bo'yicha xarakterlovchi dori moddalar.

No	Moddalar soni	ph-
1	Benzilpenselin kaliyli tuzi	5,5-7,5
2	Siklofosfan	4,3-6,5
3	Tibbiy jelatin	5,0-6,0
4	Glyukoza 5% eritmasi	3,0-4,0
5	Geksametilentetramin 40% eritma	7,8-8,2
6	Kanamitsin monosulfat	7,5-8,5
7	Lantozid	5,5-6,5
8	Nagonin	6,0-7,0
9	Gidrotsitrat natriyli tuzi	4,7-5,0
10	Neomitsin sulfat tuzi	5,0-7,5
11	Nitranol 5% eritma	2,3 kam bo'lmashligi kerak.
12	Noradrenalin gidrotaritrain	3,5-5,0
13	Novaresnol	7,0-7,5
14	Novokainamid	3,8-5,0
15	Oksitetratsiklin digidrat	5,0-7,5
16	Fenatin	1,8-2,4
17	Promedol	5,0-6,0
18	Sulfotsil natriy	8,5—9,5
19	Trixomonatsuid	2,4-3,0

Havo namligi va SO₂ ta'sirida o'zgaruvchan dori moddalar (inekcion eritmalar)

No	Moddalr nomi	ph-
1	Atsekindin 0,2% - ineksiya uchun	4,5-5,5
2	Askarbin kislota 5% ineksiya uchun	6,0-7,0
3	Nikotin kislota 1% ineksiya uchun	
4	Adrenalin gidrotartrat 0,18% inek-ya u-n	3,0-4,0
5	Etazol natriy 10%	7,0-8,5
6	Aminazin 25%	3,5-5,0
7	Aprofen eritmasi	3,7-4,7
8	Tozalangan suv	5,0-6,8
9	Atropin eritmasi	3,0-4,5
10	Bemegrid 0,5% eritmasi	5,0-6,5
11	Benzogeksoniy eritmasi	5,5-7,5
12	Bilignost 20%	6,0-7,5
13	Bilignost	7,0-8,0
14	Kalsiy xlorid 10% eirtmasi	5,5-7,0
15	Kalsiy glukonad 10% eirtmasi	6,0-7,5
16	Karbaxolin eritmasi	5,0-7,0
17	Selonid 0,02% eritmasi	5,6-6,5
18	Kofein benzoat natriy 10% eritm	6,8-8,5
19	Konvallyatoksini 0,03% eritm	6,0-7,0
20	Korazol 10% eritmasi	6,0-8,0
21	Kortikotropin inek-ya u-n	3,0-4,0

22	Sititon eritmasi	7,0-7,5
23	Dikolin 1% eritmasi	4,2-4,9
24	Dimedrol eritmasi	5,0-6,5
25	Diprozin 2,5% eritmasi	3,9-4,9
26	Emetin NSI 1%	4,5-6,0
27	Efedrin NSI 5%	4,5-7,0
28	Ergotal 0,05%	2,0-3,0
29	Erizimin 0,033%	5,7-6,7
30	Eufillin 2,4%	9,0-9,7
31	Novakain 0,5%	3,8-4,5
32	Golantamin NVr	5,0-7,0
33	Insulin inek-ya u-n	3,0-3,5
34	Magniy sulfat 20%	6,2-8,0
35	Metatsin 0,4%	4,0-5,0
36	Natriy arsenat 10%	6,0-7,4
37	Natriy xlorid 0,9% (izotonik eritma	5,0-7,0
38	Natriy tiosulfat 30%	7,8-8,4
39	Nikotinamid 1%	5,0-7,0
40	Omnopon 1%	2,5-3,5
41	Oksilidin 2%	3,8-5,5
42	Prozerin 0,05%	5,9-7,5
43	Adrenolin NSI	3,0-3,5
44	Gramitsidin S-2%	4,0-6,0
45	Tetitsin kalsiyli tuzi	5,0-7,0
46	Strofantin	5,0-6,5
47	Sink insulin amorf suspenziyasi	7,1-7,5
48	Tekodin	2,8-4,0
49	Tripsin	3,0-5,5
50	Vikasol	2,5-3,5

KONDUKTOMETRIYA NAZARIY ASOSLARI VA DORI VOSITALARI TAHLILIDA QO'LLASH.

Ma'ruza rejasi:

1. Elektrokimyoviy tahlil usullari.
2. Konduktometrik tahlil usullari.
 - a) nazariy asoslari.
 - b) elektrodlar.
 - v) konduktometrik titrlash.
 - g) konduktometrik usulni dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.

Usulning tamoiili. Asosiy tushunchalari

Konduktometrik tahlil elektrolit eritmasining elektr o'tkazuvchanligini eritma konsentratsiyasiga bog'liqligini o'lchashga asoslangan.

Elektrolit eritmasining elektr o'tkazuvchanligi, shisha idish (stakan)ga kavsharlab qo'yilgan ikkita elektroddan iborat elektrokimyoviy yacheykada o'lchanadi. Yacheykadagi elektrolit eritmasidan o'zgaruvchan elektr toki o'tkaziladi. Ko'pchilik elektrodlar platina metallidan tayyorlanadi. Elektrod hajmini oshirish maqsadida uning sirti platinalik tuz eritmasidagi platina ionlarini elektrokimyoviy cho'ktirish vositasida g'ovakli platina bilan qoplanadi (Platinalangan platina elektrodi) 1-rasm.

Elektroliz va elektrodslarni qutblanishini oldini olish maqsadida konduktometrik o'lchashlar o'zgaruvchan elektr tokida bajariladi.

O'tkazgichlarning birinchi turi- metallardagi kabi, elektrodslar orasidagi eritma qatlamining qarshiligi (R) mazkur qatlam qalinligi (l)ga to'g'ri va elektrodslar yuzasi (S)ga teskari mutanosib

$$R = \rho \frac{l}{S} = \frac{l}{\kappa S} \quad (1)$$

bu tenglamada koefitsient ρ -solishtirma elektr o'tkazuvchanlik va uning teskari qiymati $\kappa=1/\rho$ solishtirma elektr o'tkazuvchanlik deb ataladi. Elektr qarshiligi R -om birligida eritmaning qavat qalinligi 1-santimetrd, elektrodning yuzasi sm^2 -da o'lchangani sababli solishtirma elektr o'tkazuvchanlik $\text{Om}^{-1} \cdot \text{sm}^{-1}$ (ba'zan $\text{Sm} \cdot \text{sm}^{-1}$) birlikda ifodalanadi.

Solishtirma elektr o'tkazuvchanlikni κ fizik ma'nosi 1 sm^3 eritmaning elektr o'tkazuvchanligi bo'lib, yuzasi 1 sm^2 , elektrodlar orasidagi masofa 1 sm bo'lgan eritma ustunining 1 volt kuchlanish berilgandagi elektr o'tkazuvchanlik – 1V/sm ma'nosini anglatadi.

Solishtirma elektr o'tkazuvchanlikning qiymati elektrolit va erituvchining tabiati, eritma konsentratsiyasi va xaroratga bog'liq.

Eritmaning konsentratsiyasi ortgan sayin elektr o'tkazuvchanlik avval ortadi, so'ngra maksimumdan o'tgach kamayadi. Elektr o'tkazuvchanlikni bunday o'zgarishining sababi quydagicha tushuntiriladi. Kuchli yoki kuchsiz elektrolit eritmasi konsentratsiyasi ortganda tok o'tkazuvchi zarralar, ionlar, soni ortadi. Shuning uchun eritmaning elektr o'tkazuvchanligi (eritmada o'tayotgan tok kuchi) ortadi. So'ngra eritma konsentratsiyasi ortgan sari uning qovushqoqligi, ionlarni elektrostatik tortishuvi ortadi (ionlar harakatchanligi kamayadi), Natijada konsentratsiya ortgani bilan elektr o'tkazuvchanlik ortmaydi. Kuchsiz elektrolit eritmasida konsentratsiya ortgan sari elektrolitni dissotsiatsiya darajasi kamayadi bu esa tok o'tkazuvchi zarra-ionlar sonini kamayishi binobarin solishtirma elektr o'tkazuvchanlikni kamayishiga sabab bo'ladi. Kuchli elektrolit eritmasini konsentratsiyasi ortganda ion assotsiatlar (ikki, uch va undan ortiq ionlarni biri-kuvi) xosil bo'ladi va bu ham elektr o'tkazuvchanlikni kamayishiga sabab bo'ladi.

Ko'rsatilgan omillar majmuasi elektrolit eritmasi solishtirma elektr o'tkazuvchanligini yuqoridagi tartibda o'zgarishiga sabab bo'ladi.

Harorat ortganda eritma qovushqoqligi kamayishi, ionlar harakatchanligini ortishi, kuchsiz elektrolitlarda esa dissotsiatsiya (elektrolit molekulasini ionlarga ajralish) darajasi ortgani sababli solishtirma elektr o'tkazuvchanlik ortadi. Shuning uchun miqdoriy konduktometrik o'lchov, konduktometrik yacheyka termostatlangan, xolda o'zgarish xaroratda bajariladi.

Konduktometriyada solishtirma elektr o'tkazuvchanlikdan tashqari *ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik λ va molyar elektr o'tkazuvchanlik μ ishlatiladi.*

Ekvivalent elektr o'tkazuvchanlikni fizik mohiyati – 1 sm masofada joylashgan bir xil elektrodlar orasida 1 g · ekv erigan moddasi bo'lgan bir 1 sm^3 eritmani elektr o'tkazuvchanligidir.

Ekvivalent molyar massaga zaryad soni birga teng bo'lgan zarralarga teng ulush olinadi. Masalan N^+ , Vr^- , $\frac{1}{2}\text{Cu}^{2+}$, $\frac{1}{3}\text{Fe}^{3+}$ va x.z.o.

Shunday qilib, solishtirma elektr o'tkazuvchanlik κ turli konsentratsiyali eritmalar 1 sm^3 hajmining elektr o'tkazuvchanligini tavsiflasa, ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik λ 1 gramm ekvivalent elektrolitning elektr o'tkazuvchanligini tavsiflaydi eritmaning hajmi turlicha bo'lishi mumkin.

Elektrolit eritmasini konsentratsiyasi kamaygan sari ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik ortib boradi. Cheksiz suyultirilgan elektrolitning ekvivalent elektr o'tkazuvchanligi maksimal qiymatga ega bo'ladi. Ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik solishtirma o'tkazuvchanlik kabi xarorat oshgan sari ortadi.

Ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik λ solishtirma elektr o'tkazuvchanlik κ bilan quyidagicha (2) bog'langan.

$$\lambda = \frac{1000 \cdot \kappa}{c} \text{cm}^{-1} \cdot 29\text{KB}^- \cdot \text{cm}^2 \quad (2)$$

bu erda s-ekvivalent molyar konsentratsiya.

Kol'raushni *ionlarni mustaqil xarakati* qonuniga muvofiq elektrolitning *cheksiz suyultirilgan eritmasidagi* ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik λ_∞ yoki (λ°) kation va anionlarni chegaraviy harakatchanliklari ($\lambda^{\circ+}$ va $\lambda^{\circ-}$) yig'indisiga teng, ya'ni Cheksiz suyultirilgan eritmada ionlar harakatchanligiga teng.

$$\lambda_{\infty} = \lambda^{\circ}_{+} + \lambda^{\circ}_{-} \quad (3)$$

Muayyan erituvchidagi ionni chegaraviy xarakatchanligi berilgan xaroratda o'zgaras kattalik bo'lib, mazkur ionning elektrik xarakatchanligini ifodalochi doimiy (ya'ni ayni ionga xos) kattalikdir.

1-jadvalda misol tariqasida ba'zi ionlarni suvli eritmadagi chegaraviy xarakatchanligi keltirilgan.

1-jadval

25°da, suvli eritmadagi ba'zi ionlarni chegaraviy harakatchanlik λ° qiymatlari

Kation	$\lambda^{\circ}, \text{Om} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{sm}^2$	Anion	$\lambda^{\circ}, \text{Om} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{sm}^{-1}$
N ⁺	349,8	ON	198,3
Rb ⁺	77,5	1/4[Fe(CN) ₆] ⁴⁻	111
Cs ⁺	77,2	1/3[Fe(CN) ₆] ³⁻	99,1
NH ₄ ⁺	73,7	1/2CrO ₄ ²⁻	85
K ⁺	73,5	1/2SO ₄ ²⁻	80,8
1/2Pb ²⁺	70	Br ⁻	78,1
1/3Fe ³⁺	68	J ⁻	76,8
1/2Ba ²⁺	61,6	Cl ⁻	76,4
Ag ⁺	62,2	NO ₃	71,5
1/2Ca ²⁺	59,5	1/2CO ₃ ²⁻	69,3
1/2Zn ²⁺	54	1/3PO ₄ ³⁻	69
1/2Fe ²⁺	53,5	ClO ₄	67,3
1/2Mg ²⁺	53	F ⁻	55,4
Na ⁺	50,11	HCO ₃ ⁻	44,5
Li ⁺	38,68	CH ₃ COO ⁻	40,9

2-jadvalda suvli eritmalardagi ionlarni chegaraviy harakatchanligiga xaroratni, 3-jadvalda erituvchi tabiatini ta'siri ko'rsatilgan.

2-jadval

Suvli eritmalarda ba'zi ionlar chegaraviy harakatchanligi λ° ga xaroratni ta'siri

Ion	$\lambda^{\circ}, \text{Om} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{sm}^2$				
	0	18	25	55	100
H ⁺	225	315	349,8	483,1	630
Li ⁺	19,4	32,8	38,5	68,7	115
Na ⁺	26,5	42,8	50,1	86,8	143
K ⁺	40,7	63,9	73,5	119,2	195
Rb ⁺	43,9	66,5	77,8	124,2	-
Cs ⁺	44	67	77,2	127,6	200
Ag ⁺	33,3	53,5	62,2	-	176
1/2Ca ²⁺	31,2	50,7	59,5	-	180
1/2Ba ²⁺	34	54,6	63,6	-	195
OH ⁻	105	171	198,3	-	450
Cl ⁻	41	66	76,4	126,4	212
Br ⁻	42,6	68	78,1	127,8	-
J ⁻	41,4	66,5	76,8	125,4	-
1/2SO ₄ ²⁻	41	68,4	80	-	260
CH ₃ COO ⁻	20,3	34	40,9	-	130

3-jadval

Turli erituvchilarda ba'zi ionlarning 25°S dagi chegaraviy harakatchanligi

Ion	$\lambda^\circ, \text{Om} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{sm}^2$				
	Suv	Metanol	Etanol	Atsiton	Nitrobenzol
N^+	349,8	143	59,3	88	23
Na^+	50,11	45,2	18,7	80,0	17,2
K^+	73,5	52,4	22,0	82,0	19,2
Ag^+	62,2	50,3	17,5	88	18,6
Cl^-	76,4	52,9	24,3	111,0	17,3
Br^-	78,1	55,5	25,8	113,0	19,6

Chegaraviy konsentratsiyadagi ionlar xarakatchanligi λ doimiy qiymat bo'lmay eritma konsentratsiyasiga (5-jadval) bog'liq, konsentratsiya ortgan sari ionlar xarakatchanligi kamaya boradi.

4-jadval

Eritmalarni turli konsentratsiyalari (s)da ionlar harakatchanligining λ qiymatlari

s, mol/dm^2	$\lambda^\circ, \text{Om} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{sm}^2$						
	H^+	Li^+	Na^+	K^+	OH^-	Cl^-	F^-
0,001	314,2	32,5	42,3	63,1	171	65,0	45,5
0,01	307,0	30,1	40,0	60,4	167	61,5	43,2
0,1	294,4	27,5	35,4	55,4	157	55,5	38,0

Elektrolit eritmasini molyar elektr o'tkazuvchanligi μ uni ekvivalent elektr o'tkazuvchanligi kabi hisoblanadi.

$$\mu = \frac{100\kappa}{c} \quad (4)$$

bu erda s – eritmadagi elektrolitning molyar konsentratsiyasi. Molyar elektr o'tkazuvchanlikni birligi ekvivalent elektr o'tkazuvchanligining birligi kabi $\text{Om} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{sm}^2$.

Miqdoriy konduktometrik tahlil elektr o'tkazuvchanlikni konsentratsiyaga bog'lanishini ifodalovchi (2) va (4) tenglamalarga asoslangan.

Konduktometrik tahlilda vositasiz konduktometriya va konduktometrik titrlash usullari qo'llanadi.

Vositasiz konduktometriya

Vositasiz konduktometriyada tahlil etiluvchi eritma konsentratsiyasi eritmani solishtirma elektr o'tkazuvchanligini o'lchab aniqlanadi. O'lchangan natijalar hisoblash yoki darajalash chizmasi usullarida ishlab chiqiladi.



Hisoblash usuli (2) tenglama asosida eritmadagi elektrolit ekvivalent molyar konsentratsiyasi solishtirma elektr o'tkazuvchanlik κ va ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik orqali hisoblanadi.

$$c = \frac{1000 \cdot \kappa}{\lambda} \quad (5)$$

Solishtirma elektr o'tkazuvchanlik termastatlangan konduktometrik yacheyka elektr qarshiligini o'lchab aniqlanadi.

Eritmani ekvivalent elektro'tkazuvchanligi λ kation λ_+ va anion λ_- lar harakatchanliklari yig'indisiga teng.

$$\lambda = \lambda_+ + \lambda_-$$

Kation va anionlar harakatchanliklari ma'lum bo'lsa konsentratsiyani (6) formuladan hisoblash mumkin.

$$c = \frac{1000 \cdot \kappa}{\lambda_+ + \lambda_-} \quad (6)$$

Suvda oz eruvchan elektrolitlar (kalsiy, bariy sulfatlari, kumush galogenidlari va boshqalar) to'yingan eritmasining konsentratsiyasi vositasiz konduktometriya usulida shunday hisoblanadi.

Misol tariqasida kumush xloridni AgCl suvdagi eruvchanligi ya'ni to'yingan eritmasi konsentratsiyasini 25°S vositasiz konduktometrik aniqlashni ko'rib chiqamiz. (6) tenglamaga asosan.

$$c = \frac{1000 \cdot \kappa}{\lambda(\text{Ag}^+) + \lambda(\text{Cl}^-)}$$

Kumush xlorid suvdagi eritmasining solishtirma elektr o'tkazuvchanligi κ kumush xlorid tahlil etilgan eritmasining κ_i qiymatdan toza suvning $\kappa(\text{N}_2\text{O})$ solishtirma elektr o'tkazuvchanlik qiymatining ayirmasiga teng.

$$\kappa = \kappa_i - \kappa(\text{N}_2\text{O})$$

Kumush xloridni suvdagi eruvchanligi juda oz bo'lgani sababli undagi kumush kationi va xlorid anioni harakatchanliklarini chegaraviy suyultirgan eritmadagi harakatchanlik ya'ni $\lambda^+(\text{Ag}^+) = \lambda^\circ(\text{Ag}^+) = 62,2$, $\lambda(\text{Cl}^-) = \lambda^\circ(\text{Cl}^-) = 76,4$. (1- jadvalga qarang) teng deb qabul qilish mumkin.

$$c = \frac{1000[\kappa_i - \kappa(\text{H}_2\text{O})]}{62,2 + 76,4} \quad (6')$$

Darajalash chizma usuli. Xar birida aniqlanuvchi modda konsentratsiyasi aniq bo'lgan qator etalon eritmalar tayyorlanadi va termostatlangan konduktometrik yacheykada ularni solishtirma elektr o'tkazuvchanligi o'lchanadi. Olingan natijalar asosida absissa o'qiga etalon eritmalar konsentratsiyalari ordinataga – solishtirma elektro'tkazuvchanlik qiymatlarini qo'yib darajalash chizmasi chiziladi. (6) tenglamaga muvofiq solishtirma elektr o'tkazuvchanlikni o'zgarishi konsentratsiyalarni tor oralig'ida odatda to'g'ri chiziqli ko'rinishda bo'ladi. (6) tenglamadagi kation va anionlar, harakatchanligi sezilarli darajada o'zgarib ketadigan konsentratsiyalar oralig'ida to'g'ri chiziqli bog'lanishdan chetlanish kuzatiladi.

So'ngra aynan o'sha sharoitda noma'lum konsentratsiyalik s_x tahlil etiluvchi eritmadagi elektrolitni solishtirma elektro'tkazuvchanligi $\kappa(x)$ o'lchanadi va darajalash chizmasidan $\kappa(x)$ ga tegishli $s(x)$ qiymati topiladi. Masalan, bariyli suvdagi (bariy gidroksidni to'yingan eritmasi) bariyni miqdori aynan shu usulda aniqlangan.

Vositasiz konduktometriyani qo'llanishi. Vositasiz konduktometriya usuli sodda, juda sezgir ($\sim 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$), xatolik nisbatan kam $\pm 2\%$ gacha. Ammo bu usul selektivligi kam. Vositasiz konduktometriya tahlilda kam qo'llanadi. Bu usul oz eruvchan elektrolitlar eruvchanligini, distillangan suv va ozuqa mahsulotlar (sut, ichimliklar va boshqalar) sifat nazoratida, mineral, dengiz suvidagi tuzlarni umumiy miqdorini aniqlashda ishlatiladi.

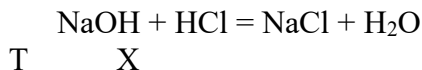
Konduktometrik titrlash

Konduktometrik titrlash konduktometrik yacheykadagi ikkita inert (odatda platina) elektrodlar orasidagi tahlil etiluvchi eritmani elektr o'tkazuvchanligini, titrlash jarayonida, o'zgarishini o'lchab bajariladi. Olingan natijalar asosida titrlanuvchi eritma elektr o'tkazuvchanligini qo'shilgan titrant hajmidan (bog'lovchi) bog'liqlik konduktometrik egrisi chiziladi. Titrlashni so'ngi nuqtasi, aksariyat xollarda, titrlash egrisini ikki (2-rasmida qo'rsatilgan) qismi ekstrapolyasiya chiziqlarini kesishgan nuqtasidan topiladi. Shu sababdan EN yaqinida o'z rangini o'zgartiruvchi indikator qo'llash extiyoji yo'q.

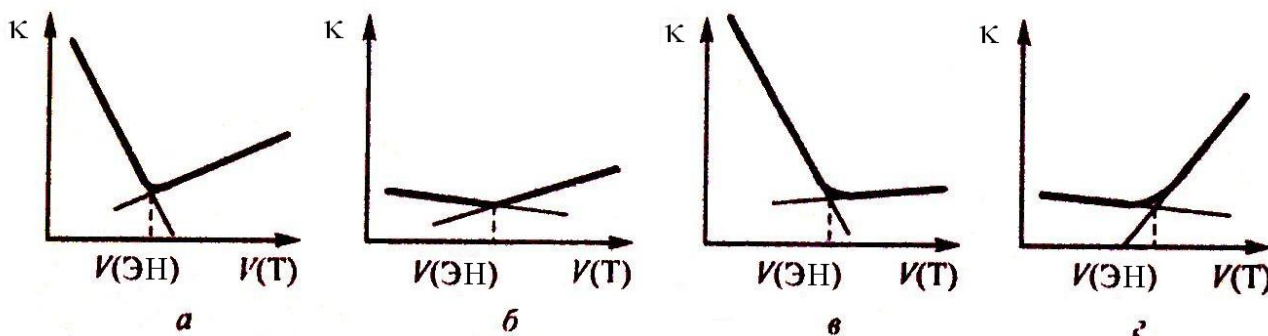


titrlash

Konduktometrik titrlashni turli: kislota-asos, kompleks xosil bo'lish reaksiyalariga qo'llash mumkin. Reaksiyaga kirishayotgan yoki reaksiya natijasida xosil bo'layotgan ionlarning xiliga ko'ra konduktometrik titrlash egrilari turli ko'rinishda bo'ladi. 2-rasmda konduktometrik titrlash egrilarini ba'zi turlari sxematik tasvirlangan. 2 rasmdagi (a) xolatda kuchli kislota kuchli asos (ishqor) bilan masalan xlorid kislotani natriy gidroksid bilan titrlash tasvirlangan.



Ion ko'rinishida



2-rasm. Konduktometrik titrlashni ba'zi turlarini sxematik tasviri κ -solishtirma elektr o'tkazuvchanlik, $V(T)$ qo'shilgan titrant hajmi.

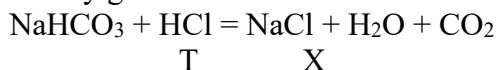
- a) kuchli kislota eritmasini ishqor eritmasi bilan titrlash
- b) titrlanuvchi modda va titrant ionlarini elektr o'tkazuvchanligi kichik,
- v) kuchli kislota natriy gidrokarbonat eritmasi bilan titrlash:
- g) titrlanuvchi modda ionlari elektrik harakatchanligi kichik, titrant ionlari katta harakatchanlikka ega.

Kislota titrlangan sari titrlanuvchi eritma elektro'tkazuvchanligi keskin kamayadi chunki eritmadagi harakatchanligi yuqori bo'lgan vodorod ionlari N^+ sarflanib (suvga aylanib) kamaya boradi. ENdan keyin, titrlanuvchi eritmada harakatchanligi vodorod ionlaridan kamroq bo'lsa-da, yetarli xarakatchan gidrksil ionlari ortaborgan sari eritmada elektr o'tkazuvchanlik ortaboradi.

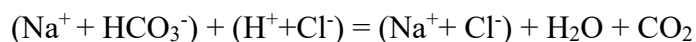
Titrlash egrisidagi bukilish nuqtasi noaniq bo'lganda ENga tegishli titrant hajmi-ni 2-rasmda ko'rsatilgandek ikkita urinma to'g'ri chiziqlarining kesishgan niqtasini absissa o'qiga to'g'ri kelgan qiymatidan topiladi. Tasvirda vertikal punktir chiziq bilan ko'rsatilgan.

2-rasmdagi (b) egrilik titrant va titrlanuvchi modda ionlarini teng va kichik harakatchanlikka ega bo'lgan xolatiga mansub.

2-rasmdagi (v) egrilik kuchli kislota eritmasi ionlarini harakatchanligi kichik bo'lgan titrant bilan titrlashga, masalan xlorid kislotani natriy gidrokarbonat eritmasi bilan titrlashga mansub.

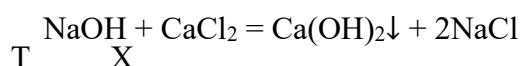


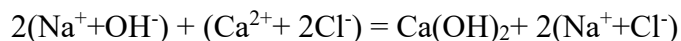
Ion holida



Titrlash jarayonida xarakatchanligi katta bo'lgan vodorod N^+ ionlari neytrallanadi, Shuning uchun ENda eritmani elektr o'tkazuvchanligi keskin kamayadi ENdan keyin eritmani elektr o'tkazuvchanligi ortiqcha qo'shilgan titrant (NaHCO_3) hisobiga bir oz ortaboradi.

10.2 rasmdagi (g) egrilik ionlar harakatchanligi kichik modda eritmasini ionlar harakatchanligi katta moddaning eritmasi bilan titrlashga mansub. Masalan kalsiy xlorid eritmasini ishqor eritmasi bilan titrlash.





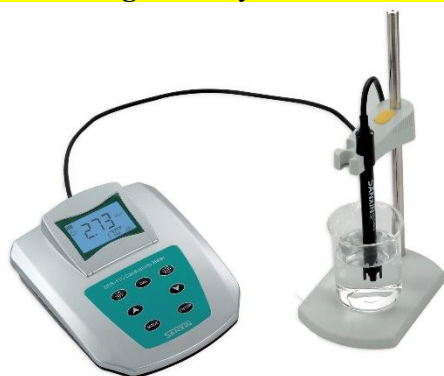
EN-gacha sarflanayotgan kalsiy ionlarini o'rniga natriy kationi paydo bo'layotgani sababli titrlanuvchi eritmaning elektr o'tkazuvchanligi kam o'zgarib qoladi. ENdan keyin, eritmada harakatchanligi katta gidroksil ionlarini ortib borishi hisobiga eritmani elektr o'tkazuvchanligi orta bormoqda.

Konduktometrik titrlashni qo'llanishi. Konduktometrik titrlash usuli quyidagi qator afzalliklarga ega. Titrlashni, rangli, loyqa, tiniq bo'lmagan muhitlarda ham bajarish mumkin. Mazkur usulning sezgirlikligi $\sim 10^{-4}$ mol/dm³ yetarli darajada yuqori xatoligi 0,1dan 2%gacha. Tahlilni avtomatlashtirishi mumkin. Ammo selektivligi kichik-bu esa usulni kamchiligi hisoblanadi.

Yuqori chastotali (radiochastotali) konduktometrik titrlash haqida tushuncha. Titrlash jarayoni, o'zgaruvchan tok chastotasi sekunda million tebranishni tashkil etadigan, takomillashgan o'zgaruvchi tokli konduktometrik uskuna vositasida bajariladi. Odatda elektrodlar elektrolit quyilgan idish - konduktometrik yacheykani tashqi tomoniga o'rnatiladi va elektrodlar titrlanuvchi eritmaga tutashmaydi.

O'lchangan natijalar asosida konduktometrik titrlash eg'risi chiziladi. Titrlashni so'nggi nuqtasi yuqoridagi kabi titrlash egrisini bukilgan, joyidagi chiziqlarni (ekstrapolyasiya) davom ettirib ular kesishgan nuqtasining absissa o'kidagi qiymatidan topiladi.

Asbobning umumiy tuzilishi bilan tanishish va ish jarayoniga tayyorlash



O'tkazuvchanlikni aniqlash uchun keng diapazon qo'llaniladigan Stol usti turli laboratoriya konduktometri.

SanXin DDS-11C laboratoriya konduktometri tasvirlanishi

- O'rnatilgan zamonaviy mikroprotsessor, avtomatik kalibrlash, avtomatik temperatura qoplash almashinuvi funktsiyasi (haroratni avtomatik qoplash), sinov qurilmasining xotirasida ma'lumotlarni saqlash funktsiyasi, sozlash va h.k.

• Elektr o'tkazuvchanligini o'lchash uchun samarali va asl texnologiyadan foydalanish, doimiy $K = 1$ bo'lgan elektrod, bir nuqtali kalibrlashdan foydalanishda $0,5\mu\text{S} / \text{sm} \sim 200 \text{ ms} / \text{sm}$ oralig'idagi aniqlik talablariga javob beradi.

• 8 turdagi standart kalibrlash eritmalarini avtomatik ravishda aniqlash. Foydalanuvchi ikkita seriyadan birini tanlashi mumkin: Evropa / AQSh seriyasi va Xitoy.

• Avtomatik ravishda aniqlash funksiyasida elektrod bilan jixozlangan, tez va aniq o'lchovlar.

SanXin DDS-11C laboratoriya o'tkazgichining texnik xususiyatlari:

- Elektro'tkazuvchanlik o'lchash diapazoni: 0 - 200 000 mkSm/sm (0 - 199.9 mkSm; 200 - 1999 mkSm; 2.00 - 19.99 mSm; 20.0 - 199.9 mSm)
- Bo'linmaning narxi: 0.1/1 mkSm/sm; 0.01/0.1 mSm/sm
- Xatolik: $\pm 1.5\%$ to'liq shkala
- Avtokompensatsiya: $0^\circ\text{C} - 50^\circ\text{C}$ (avtomatik yoki qo'lda)
- Elektrod konstantasi: $0.1 / 1 / 10 \text{ cm}^{-1}$
- Avtokalibrlash: 4 nuqtadan tanlab olib
- Tester xotirasi: 50 guruh (elektro'tkazuvchanlik va xarorat)
- Quvvat adaptori: 9V DC (Komplektda adaptori tarmog'i)
- O'lchovlari (mm): 160 x 190 x 70
- Elektrod diametri: 9,5 mm
- Og'irlik (gramm) : 750
- Sertifikat ISO9001:2008, SE va SMT (CE i CMC)

- Qo'llash temperaturasi: temperatura $5 \sim 35\text{ }^{\circ}\text{C}$ (0.01), nisbiy namlik $\leq 85\%$

Komplektda etkazib berish: 2301-F turli platina elektrodi (konstanta $K=1$, funksiya ATC, plastikovyy korpus), 1413mkSm/sm (hajmi 50ml), kalibrlash eritmasi, 9V DC quvvat adaptori, elektroda ushlagich (model 600).

4- MA'RUZA. Dori vositalarining optik xossalariga asoslangan tahlil usullari: polyarimetriya va refraktometriya.

Ma'ruza rejasi:

1. Optik usullarning dori vositalar tahlilida qo'llanilishi.
2. Dori vositalarining zarrachalarini mikroskopik usulda tahlil qilish
3. Dori vositasini qutblangan nurni burish ko'rsatkichi bo'yicha polyarimetrik usulda aniqlash.

Tayanch so'z va iboralar: *Optik usul, mikroskopik tahlil, nur burish burchagi, qutblangan nur, polyarimetriya.*

Optika — fizikaning bir bo'limi bo'lib, yorug'likning nurlanishini, uning turli muhitlarda tarqalishi va moddalar bilan o'zaro ta'sirini o'rganadi.

Optik nurlanish elektromagnit to'lqinlar bo'lib shuning uchun optika Elektromagnit maydon haqidagi bilimlarning bir bo'lagidir.

Yorug'lik ikkilamchi xarakterga ega. Bir xil optik ko'rinishlarda u to'lqinsimon xarakterga ega bo'lsa (yorug'lik elektromagnit to'lqin), boshqa xollarda korpuskulyar (yorug'lik zarrachalar oqimi sifatida) xarakterga ega.

Yuqorida keltirilganlardan kelib chiqib optikani quyidagi turlarga bo'lish mumkin:

Geometrik, Uning asosida yorug'lik nurlari yotadi;

To'lqinli, bunda yorug'likning to'lqinsimon xossalari namoyon bo'lgan holatlar o'rganiladi;

Kvant optika, yorug'likning korpuskulyar xossasi namoyon bo'ladigan holatlarda yorug'likning modda bilan o'zaro ta'siri o'rganiladi;

Geometrik optika - To'lqinli optikaning kam uchraydigan xodisasi bo'lib, bu vaqtda to'lqin uzunligi $\lambda \rightarrow 0$ ya'ni to'lqin uzunligi ob'ektlar o'lchami bilan taqqoslanganda ancha kichik bo'ladi.

Yorug'lik nuri- geometrik optikaning birlamchi elementi bo'lib, yonida yorug'lik energiyasi tashiladigan to'g'ri chiziqdır.

Yorug'lik ikki muhit chegarasiga tushgan paytda uning sinishi va akslanishi kuzatiladi.

Birin ketin joylashtirilgan linzalar tizimi optik tizim deyiladi.

Singan yuzalar egrilik markazi tizimning asosiy optik o'qi deb nomlanuvchi yagona to'g'ri chiziqda yotsa bu optik tizim ishlashga tayyor bo'ladi.

Mikroskopiyaning asoslari. Elementar optik qurilma – lupa, uncha katta bo'lmagan (10-100 mm) fokus masofasida yig'uvchi linza yoki linzalar tizimi. Lupa 2 dan 50 martagacha kattalashtiradi.

Lupaning o'ziga xos tomonlaridan biri (G).

Lupaning kattalashtirishi- Ob'ektni lupa yordamida ko'rgandagi vizual balandlikning oddiy ko'z bilan eng yaxshi ko'rish oralig'ida ($q = 25\text{ sm}$) ko'rgandagi vizual balandligiga nisbatiga tengdir:

$$G = h'/h = q/p.$$

Kattalashtirish - ikkinchi xolatga nisbatan birinchi xolatda tasvirning ko'z to'rpardasidagi o'lchami necha barobar kattalashganligini ko'rsatadi.

Mikroskopning kattalashtirishi— Okulyar kattalashtirishining ob'ektivning kattalashtirishiga ko'paytmadir

Polyarimetrik usul

Polyarimetrik usul — moddalarning undan o'tayotgan qutblangan nur sathini ma'lum bir burchakka burishiga asoslangan.

Optik faol moddalar tabiatiga ko'ra qutblangan nur sathi burilishi bir xil yo'nalishda va kattalikda bo'ladi. Agarda qutblangan nur sathi soat strelkasi bo'yicha burilsa, modda o'nga buruvchi bo'lib va "+" ishorasi bilan, soat strelkasiga teskari tomonga burilsa, u holda modda chapga buruvchi bo'ladi va "-" ishorasi bilan belgilanadi.

Boshlang'ich holatdan qutblangan nur sathining o'zgarishi burish burchagi deyiladi va burchak

graduslarida ifodalanadi. Burish burchagi grek harfi “ α ” bilan belgilanadi. Burish burchagi kattaligi optik faol moddaning tabiatiga, qutblangan nurni optik faol muhitdagi bosib o'tgan yo'li uzunligiga va nurning to'lqin uzunligiga bog'liq bo'ladi. Eritmalar uchun burilish burchagi kattaligi erituvchi tabiatiga, qatlam qalinligiga, optik faol modda tabiatiga va konsentratsiyasiga bog'liq.

Burish burchagining kattaligi optik faol modda yoki uning eritmalarining qatlam qalinligi bilan to'g'ri proporsional bo'ladi. Harorat ko'p hollarda sezilarli ta'sir etmaydi.

Turli moddalarning qutblangan nur sathini burish qobiliyatini tavsiflash uchun solishtirma burish burchagining $[\alpha]_D$ qiymati aniqlanadi.

Solishtirma burish burchagi $[\alpha]_D$ konsentratsiyasi lg/ml ga teng bo'lgan optik faol moddaning qutblangan monoxromatik nurni 1 dm qalinlikdagi muhitdan o'tishidagi nur sathini burish burchagiga teng.

Maxsus ko'rsatma bo'lmasa, solishtirma burish burchagini 20°C haroratda natriy (589,3 nm) D spektri to'lqin uzunligida aniqlanadi.

Optik faol modda eritmasining solishtirma burish burchagi $[\alpha]_D$ erituvchi tabiatiga va konsentratsiyasiga bog'liq. Erituvchining almashtirilishi solishtirma burish burchagini kattaligi ishorasining ham o'zgartirishga olib kelishi mumkin. Shuning uchun me'yoriy hujjatda dori vositasining solishtirma burish burchagi, erituvchi turi va eritmaning konsentratsiyasi ko'rsatiladi.

Solishtirma burish burchagining kattaligi quyidagi formulalardan foydalanib aniqlanadi.

Eritma holdagi moddalar uchun

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

α — o'lchangan burilish burchagi, gradus;

L — qatlam qalinligi, dm;

S — eritmaning foiz miqdori.

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

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

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

Optik faol moddalarning foiz miqdori quyidagi formula orqali topiladi:

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

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

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

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

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

Solishtirma burish burchagi orqali dori vositalarining sifati aniqlanadi.

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

REFRAKTOMETRIK USULDA DORI VOSITASINIG CHINLIK VA MIQDORINI ANIQLASH.

Ma'ruza rejasi:

- 1.Refraktometriya usulining nazariy asoslari
2. Refraktometriya usulining qo'llanilish

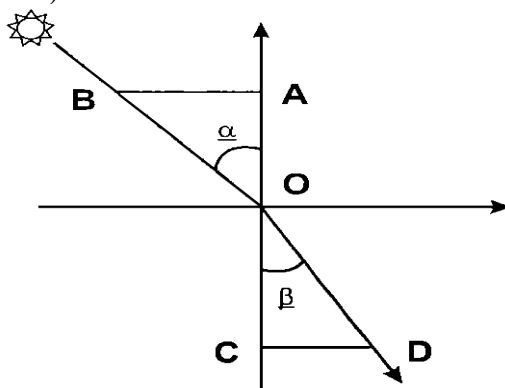
Tayanch so'z va iboralar: *Nur sindirish ko'rsatkichi, refraktometriya, nurning tarqalish tezligi, sinish burchagi,*

Refraktometrik usul

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

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

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



14-rasm

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

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

$$\sin \alpha = \frac{BA}{BO}; \quad \sin \beta = \frac{CD}{DO};$$

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

Eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi aniqlanuvchi moddaning tabiatiga, eritma konsentratsiyasiga, sinayotgan nurning to'liq uzunligiga, nur sindirish ko'rsatkichi o'lchanayotgan refraktometr turiga, erituvchining tabiatiga, haroratga va boshqa bir qancha omillarga bog'liq. Amalda farmatsevtik tahlilda Abbe turidagi refraktometrlardan foydalanilib, bu uskuna yordamida natriy spektri to'liq 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'lchangan nur sindirish ko'rsatkichi formula orqali normal haroratga o'tkaziladi.

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

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

Refraktometrik usul bilan bajariladigan tahlil quyidagi bosqichlardan iborat:

1. Refraktometmi sozlash;
2. Tekshiriluvchi eritmaning nur sindirish ko'rsatkichini aniqlash va uni, agar lozim bo'lsa, normal

haroratga o'tkazish;

3. Hisoblash formulasi yoki refraktometrik jadvaldan foydalanib, aniqlanuvchi moddaning foiz yoki gramm miqdorini hisoblash.

Refraktometr tozalangan suv yordamida sozlanib, buning uchun kamida besh marotaba nur sindirish ko'rsatkichi aniqlanadi va tozalangan suvning aniqlangan nur sindirish ko'rsatkichlari bilan solishtirilganda farq (Δn_D^{20}) 0,0002 dan ortiq bo'lmasligi kerak.

Tekshiriluvchi eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi aniqlanib, lozim bo'lsa normal haroratga o'tkaziladi. Eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi $n = n_0 + CF$ formula bilan ifodalangani uchun eritmaning konsentratsiyasi

$$C = \frac{n - n_0}{F},$$

formula bilan hisoblanadi.

C — eritmaning foiz konsentratsiyasi;

n — eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi;

n_0 — erituvchining nur sindirish ko'rsatkichi;

F — refraktometrik omil bo'lib, eritma konsentratsiyasi 1% ga o'zgarganda nur sindirish ko'rsatkichi qanchaga o'zgarishini ko'rsatadigan kattalik.

Aniqlanuvchi eritma bir nechta moddalardan iborat bo'lsa, nur sindirish ko'rsatkichi erituvchining va eritmada moddalar nur sindirish ko'rsatkichlari yig'indisidan iborat bo'ladi.

$$n = n_0 + n_1 + n_2 + \dots + n_i \text{ yoki } n = n_0 + S_1 F_1 + C_2 F_2 + \dots + C_i P_i$$

Bir nechta moddalardan iborat bo'lgan eritmada moddalardan birining konsentratsiyasi quyidagi hisoblash formulasi yordamida aniqlanadi:

$$C_1 = \frac{n - (n_0 + C_2 F_2 + \dots + C_i F_i)}{F_1},$$

n — murakkab tarkibli eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi;

n_0 — erituvchining nur sindirish ko'rsatkichi;

S_1, S_2, S_i — eritmada moddalarning foiz konsentratsiyasi;

F_1, F_2, F_i — refraktometrik omillar.

Nur sindirish ko'rsatkichining qiymati asosida aniqlanuvchi modda konsentratsiyasini refraktometrik jadvaldan foydalanib aniqlash ham mumkin. Bunda ko'pincha jadval qiymatlarini interpolatsiyalashga to'g'ri keladi.

Refraktometrik jadvalni interpolatsiyalash, nur sindirish ko'rsatkichining butundan keyingi to'rtinchi qiymatiga mos kelgan konsentratsiyadagi farqni refraktometrik jadval ma'lumotlari asosida topib, so'ng eritma konsentratsiyasini hisoblashdan iborat.

Masalan: 10% li glukoza eritmasining nur sindirish ko'rsatkichi $n_D^{20} = 1,3474$ ga teng.

Refraktometrik jadvalda quyidagi qiymatlar berilgan:

n	S%
1,3470	9,80
1,3480	10,10
$\Delta n = 0,001$	$\Delta S = 0,3$

Nur sindirish ko'rsatkichining butundan keyingi to'rtinchi xonasiga mos konsentratsiya quyidagi formuladan topiladi:

$$b = \frac{a \cdot \Delta C}{0,001} = \frac{0,0004 \cdot 0,3}{0,001} = 0,12\%$$

formulada:

b — nur sindirish ko'rsatkichining butundan keyingi to'rtinchi xonasiga mos kelgan konsentratsiya;

a — nur sindirish ko'rsatkichining butundan keyingi to'rtinchi xonasi qiymati;

ΔS — refraktometrik jadvaldan olingan konsentratsiyadagi farq.

Eritmaning konsentratsiyasi esa quyidagicha hisoblanadi:

$$X\% = S + b = 9,80 + 0,12 = 9,92\%$$

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

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

$$X\% = C - b = 10,10 - 0,18 = 9,92\%$$

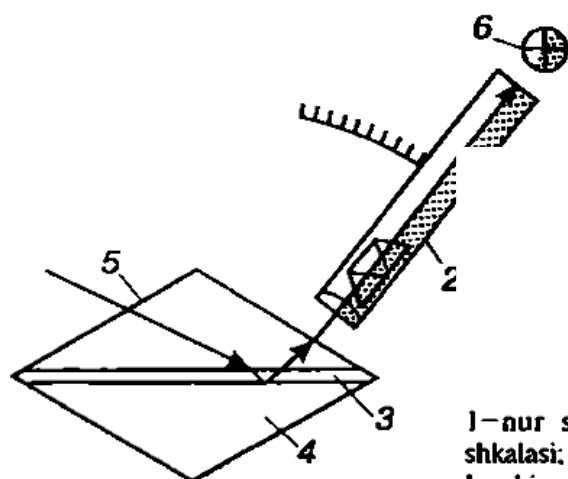
C — nur sindirish ko'rsatkichining yuqori qiymatiga mos konsentratsiya.

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

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

k—tuzatish koeffitsiyenti;

S—eritma konsentratsiyasi.



15-rasm. Refraktometrning tuzilishi chizmasi.

1 — nur sindirish ko'rsatkichini aniqlash shkalasi; 2 — ko'rish naychasi; 3 — tekshiriluvchi eritma yoki modda; 4, 5 — ostki va ustki prizmalar; 6 — okulyar.

1 ml eritmadagi glyukozaning gramm miqdori quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$X = \frac{n - n_0}{0,00142 \cdot 100}$$

X — 1 ml eritmadagi glukozaning grammlardagi miqdori;

n — eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi;

n_0 — tozalangan suvning nur sindirish ko'rsatkichi;

0,00142 — glukozaning refraktometrik omili.

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

Davlat farmakopeyasiga optik usullardan refraktometriya usuli ham kiritilgan bo'lib, bu usul nazorat analitik laboratoriyalarida, dori-xonalarda, dori-darmonlar sifatini nazorat qilishda keng qo'llaniladi. Refraktometriya usulidan dori moddalarning chinligi, tozaligi va ularning eritmadagi konsentratsiyasini tahlil qilishda foydalaniladi. Berilgan to'lqin uzunlikda tiniq va toza har qanday suyuqlik, eritma, kristall faqat o'ziga xos qiymatiga ega bo'lgani uchun mazkur qiymat tahlil etiluvchi moddaning chinligini aniqlashda ishlatiladi.

5-MA'RUZA. Dori vositalarining tahlilida spektral usullarning qo'llanilishi. Ultrabinafsha va ko'rinadigan spektr sohalaridagi spektrofotometriyaning mohiyati..

Ma'ruza rejasi:

1. Fotometriyaning nazariy asoslari.
2. Buger-Lambert Ber qonuni
3. Fotometriya usulining qo'llanish doirasi va afzalliklari.
4. Optik zichlikni additivlik qonuni
5. Asosiy qonundan chetlanish.

Tayanch so'z va iboralar: *Fotometriya, Buger Lambert Ber qonuni, Elektromagnit nurlanish,*

Fotometrik usullarga tekshiriluvchi eritma tomonidan nurning yutilishiga — absorbsiyasiga asoslangan fotoelektrokolorimetrik 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:

$$\Delta E = h\nu = h \cdot \frac{c}{\lambda}$$

formulada:

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 ($1\text{A} = 10^{-10}$ m) bilan ifodalanadi.

Ba'zan nurlanish to'lqin soni bilan ham tavsiflanadi:

$$\nu' = \frac{1}{\lambda} = \frac{1}{c} \cdot \nu$$

ν' nurning 1 sm iga to'g'ri kelgan to'lqin soni bo'lib, sm^{-1} larda ifodalanadi. Monoxromatik nurning 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 nurning dastlabki intensivligini J_0 , kyuvetadan qaytgan nur intensivligini J_k , modda tomonidan yutilgan nur

intensivligini J_{yu} va eritmadan 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:

$$\lg \frac{J_0}{J} = K \cdot C \cdot l, \quad \lg \frac{J_0}{J} = D \quad D = K \cdot C \cdot l$$

$$D = E_{1\%}^{1\text{cm}} \cdot C \cdot l \quad D = \varepsilon \cdot C \cdot l$$

formulalarda:

J_0 — nurning dastlabki intensivligi;

J — eritmadan o'tgan nur intensivligi;

k — yutilish ko'rsatkichi;

D — eritmaning optik zichligi;

$E_{1\%}^{1\text{cm}}$ — solishtirma yutilish ko'rsatkichi;

ε — molyar yutilish ko'rsatkichi yoki ekstinksiya koeffitsienti;

l — eritma qatlamining qalinligi;

c — eritmaning konsentratsiyasi.

Nur yutilishining birlashgan qonuni Buger-Lambert va Ber qonunlari asosida keltirib chiqariladi.

Buger-Lambert qonuni numing yutilishini yutuvchi eritmaning qatlam qalinligiga bog'liqligini ifodalaydi.

$$\frac{J}{J_0} = 10^{-k \cdot v} \quad \lg \frac{J_0}{J} = k \cdot v$$

k — yutilish ko'rsatkichi.

Ber qonuni esa nurning yutilishini eritma konsentratsiyasi bilan bog'laydi.

$$k = k \cdot c$$

k — konsentratsiyasi birga teng bo'lgan eritmaning yutilish ko'rsatkichi.

$$\frac{J_0}{J} = 10^{-k \cdot v}; \quad \frac{J_0}{J} = 10^{-k \cdot c \cdot v} (\lg);$$

$$\lg \frac{J_0}{J} = -k \cdot C \cdot v \cdot \lg 10; \quad \lg 10 = 1$$

$$\lg \frac{J_0}{J} = -k \cdot C \cdot v (-1)$$

$$\lg \frac{J_0}{J} = -k \cdot C \cdot v; \quad \lg \frac{J_0}{J} = D$$

$$D = k \cdot C \cdot v$$

Nur yutilishining birlashgan qonuniga ko'ra, eritmaning optik zichligi yutilish ko'rsatkichiga, eritma konsentratsiyasiga va qatlam qalinligiga to'g'ri proporsional.

Fotokolorimetrik va spektrofotometrik usullarning o'xshashlik va 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'yinmagan orbitalga o'tishiga asoslangan.

Farqi:

- Fotokolorimetrik usul rangli eritmalar tomonidan monoxromatik ko'zga ko'rinadigan nurning yutilishiga, spektrofotometrik usul esa rangli va rangsiz eritmalar tomonidan ko'zga ko'rinadigan va ultrabinafsha monoxromatik nurning yutilishiga asoslangan.

Fotokolorimetrik va spektrofotometrik usullardan dori vositalarining chinligini, tozaligini va miqdorini aniqlashda foydalanish mumkin.

Fotometriya usuli moddalar sifati va miqdorini aniqlashda, moddalar eritmalarini nur yutish qobilyatlariga asoslanadi.

Har qanday modda eritmaları o'ziga nur yutish va qaytarish xususiyatga ega.

Nurlar ma'lum to'lqin uzunligidagi tebranishlarga ega bo'ladi. To'lqin tebranishining har bir chastotasini masofasi to'lqin uzunligi deyiladi.

Uzunlik km, m, sm, mm, mmk o'lchamlari bilan quyidagicha belgilanadi (millimikron yoki nm $1\text{nm}=10^{-9}\text{m}$).

10^{-5} – $6\cdot 10^{-3}$ mmk – gamma nurlar

$6\cdot 10^{-3}$ – 2 mmk – rengen nurlari

2 mmk – 18 mmk – UB vakuum nurlari

185 – 275 – UB nurlanishning uzoq diapazoni

275 – 320 mmk - UB nurlanishning o'rtacha diapazoni

320 – 400 mmk - UB nurlanishning yaqin diapazoni

400 - 760 mmk – ko'rinadigan yorug'lik nurlari

760 mmk – 1 mm – infraqizil nurlar

1 mm – 10 m – ultra qisqa radioto'lqinlar

10 m – 100m – qisqa radioto'lqinlar

100 m – 1000m - o'rtacha radioto'lqinlar

1000 m- 10.000 - uzun radioto'lqinlar

10.000 - o'ta uzun radioto'lqinlar

Bu usul absorbsiometriya, fotometriya, spektrofotometriya, spektrokolorimetriya, ba'zi xollarda kolorimetriya deb ham ataladi.

Usulning qo'llanilish doirasi va uning afzalliklari

Asosiy afzalliklari. 1. Ishlatilish doirasi juda keng. Agar tekshiriluvchi modda yorug'likni, kuchsiz yutsa, uni tegishli reaktiv qo'shib, yorug'likni kuchli yutadigan moddaga aylantirish mumkin.

2. Turli reagentlarni qo'llash bilan uning sezgirligini oshirish mumkin. Ayniqsa bu usul bilan turli moddalarni (qoldiq) yuqlarini aniqlash mumkin.

3. Bu usul bilan aniqlash juda tez olib boriladi, chunki bu usul titrlangan eritmadan qo'shmasdan bajariladi va eng oxirgi o'lchash operatsiyasi juda ham sodda. Bundan tashqari o'tkaziladigan ajratish sonini qisqartirish yoki oldini olish mumkin, chunki xalaqit qiluvchi ionlarni yo'qotish uchun analitik kimyoda ishlatiladigan barcha usullardan (reaktiv tanlash, oksidlanish-qaytarilish, ph--muhitini zarur sharoitga keltirish, komplekslar hosil qilish, organik erituvchilarni ishlatish) foydalanish mumkin

4. Tekshiriluvchi eritma barcha xalaqit qiluvchi moddalar saqlagan eritma bilan (nazorat tajribasi) solishtirish mumkin, bundan tashqari, ko'pincha kerakli moddani aniqlashni boshqa nur yutuvchi moddalar ishtirokida olib borish mumkin.

Moddalarning nur yutishi va nur o'tkazishining xarakteri va qiymati tekshiriluvchi moddaning tabiatiga va eritmadagi konsentratsiyasiga bog'liq bo'ladi.

Murakkab tarkibdagi molekulalar eritmalarini aniq bir to'lqin uzunligida nur yutish xususiyatini ko'rsatkichi ma'lum qiyinchiliklar keltiradi. Shuning uchun amaliy olib boriladigan natijalar yordamida biror bir xulosaga ega bo'lishi mumkin. Ma'lum to'lqin uzunligida murakkab modda eritmasini nur yutishi uning kimyoviy tuzilishiga bog'liqdir, unda tashqi elektron orbitallarini kimyoviy bog'larni hosil qilishiga asoslangan. Shundan ko'rinib turibdiki organik molekulalarning spektral xususiyati tarkibidagi quyidagi elektron bog'larni hosil bo'lishiga bir xil bog'larni hosil qilishi, δ - elektron bog'larni, qo'sh bog'larni hosil qilishi - π - elektron bog'larni va molekulalarda azot, kislorod elementini saqlaganlar erkin elektron parlarini yoki n – elektronlari ishtirokida bo'lishi kuzatiladi. Bunday har xil elektronlarning o'zgarishi natijasida, har xil spektral xususiyatga ega bo'lgan xolatlarni kuzatish mumkin. Ulardan tashqari spektrlarning hosil bo'lishida qo'llanilgan organik erituvchilarning xususiyatlariga ham bog'liqdir.

Modda eritmalarining ma'lum spektrda nur yutishi modda molekulasida aniq atomlarning mavjudligiga bog'liqdir.

Rang hosil qiluvchi gurux moddalarini nur yutishi ko'zga ko'rinadigan spektr oralig'ida bo'lib, ularni xromaformlar deb yuritiladi. Quyidagi jadvalda xromafor hosil qiluvchi gurux, ularni nur yutish oralig'i va shu guruxga to'g'ri keladigan yuqori nur etish oralig'i to'g'risida ma'lumotlar keltirilgan.

Xromafor guruxi	formulasi	Modda	Erituvchi	$\lambda_{\max}, \text{nm}$	ε
karbonil	$>\text{S}=\text{O}$	atseton	spirt	270,0	15,8
karbonil	$>\text{S}=\text{O}$	atsetaldegat	spirt	293,4	11,8
karboksil	$-\text{SOON}$	Sirka kis-si	Toza suv	204,0	60,0
etilen	$-\text{S}=\text{S}-$	Etilen	Toza suv	193,0	$10 \cdot 10^3$
azometin	$>\text{S}=\text{N}-$	atsetoksim	Toza suv	190,0	$5 \cdot 10^3$
nitroza	$-\text{N}=\text{O}$	Nitrozo-butan	efir	665,0	20
nitrit	$-\text{O}-\text{N}=\text{O}$	Oktilnitrit	geksan	230,0	$2,2 \cdot 10^3$
benzol	S_6N_6	oktilnitrit	geksan	255,0	230
nitrat	$-\text{O}-\text{NO}_2$	etilnitrat	dioksan	270,0	12

Yuqorida keltirilgan jadvaldagi ma'lumotlar modda molekulasidagi guruxlar yordmida ma'lum aniqlikdagi spektral nur yutish xususiyati tadiqlab olishga yordam beradi. Ayrim xolatlarda bunday xromoform guruxi bilan bir qatorda uning tasrkibida bo'lgan aktiv atomlar ishtirokida o'zi xech qanday nur yutish xususiyatiga ega bo'lmagan, lekin xromoform guruxi ishtirokidagi rang hosil bo'lishi va nurning intensivligini oshirishda xizmat qiladi.

Bunday guruxlarga ($-\text{NN}_2$; $\text{N} \begin{smallmatrix} \text{SN}_3 \\ \text{SN}_3 \end{smallmatrix}$; $-\text{ON}$; $-\text{O}-\text{SN}_3$)

Nur yutishni xarakterlovchi asosiy qiymatlari

Agar modda eritmasi J_0 intensivlikda yorug'lik (nur to'plami) o'tkazilsa, nur eritma qatlamidan o'tgandan keyin uning intensivligi J_t gacha kamayadi. Bularning nisbati yorug'lik

$$T = \frac{J_0}{J_t}$$

o'tkazishning (yutishni) xarakterlaydi. Yorug'lik o'tkazish qiymati (T) 0 dan 1 gacha o'zgarishi mumkin. Ba'zi xollarda bu qiymat protsentlarda ifodalanadi. Agar T qiymat kattaligini 1 sm qatlam qalingiga tavsiya etilsa, bu qiymatni nur yutish ko'effitsenti deyiladi. Moddalarning nur yutish qiymatini optik zichlik D bilan ifodalash mumkin.

$$D = -\lg T \quad D = \lg \frac{J_0}{J_t}$$

D qiymatlari turli musbat qiymat bo'lib, 0 dan ∞ gacha bo'lishi mumkin. Lekin zamonaviy asboblarda optik zichlik qiymatini 2 gacha aniqlash imkonini beradi.

2. Rangli eritma konsentratsiyasi juda ham yuqori bo'lishi maqsadga muvofiq emas.
3. Ba'zi bir kimyoviy reaksiyalarsiz, rangsiz eritmalarining yuqori konsentratsiyasi nur yutish qiymatlariga ta'sir ko'rsatishi mumkin.

4. Ber qonuni flyuoressensiya hosil qiluvchi moddalar va suspenziya hosil qiluvchi moddalar uchun rioya qilmaydi.

5. Agarda suyultirilgan eritmalar kimyoviy muvozanatli kuchli siljitsa, u xolda nur yutish qonuniga qisman bo'ysunmaslik kuzatiladi.

Optik zichlik additivlik qonuni

Ikkita bir xil qalinlikdagi kyuvetada turli modda eritmaları bor deb faraz qilamiz.

E_1 va S_1 ham da E_2 va S_2 bo'lsin. Xuddi shu qalinlikdagi kyuvetaga, shu ikki moddaning ma'lum konsentratsiyasidagi $S_1 + S_2$ eritmas bo'lsin.

Agar 1 chi, 2 si va 3 chi kyuvetadagi eritmalaridan monoxromatik nur o'tkazilsa, u xolda 3 chi kyuvetadagi eritmaning optik zichligi birinchi va ikkinchi kyuvetadagi eritmaning optik zichlik yig'indisiga teng bo'ladi.

$$D_3 = D_1 + D_2 = (E_1 C_1 + E_2 C_2)$$

Bir moddaning boshqa modda ishtirokida aniqlash imkonini beradi, bu xususiyat katta ahamiyatga ega.

Optik zichlikni additivlik qonuni

Tekshiriladigan eritmada bir nechta yutadigan modda bo'lsa, ularning optik ko'rsatkichining yig'indisi eritmaning umumiy optik ko'rsatkichiga teng bo'lishini tasvirlaydi. Agarda eritmada M, N, R va Q moddalar bo'lsaya, ularning har birining optik ko'rsatkichi mos ravishda

$$A_M = \epsilon_m \cdot S_m \cdot l_m; \quad A_N = \epsilon_N \cdot S_N \cdot l_N; \quad A_R = \epsilon_r \cdot S_r \cdot l_r;$$

$$A_Q = \epsilon_Q \cdot S_Q \cdot l_Q \text{ bo'ladi.}$$

Ushbu optik ko'rsatkichlarining yig'indisi eritmaning umumiy optik ko'rsatkichini

$$A = A_M + A_N + A_R + A_Q = \epsilon_m S_m \cdot l_m + \epsilon_N \cdot S_N \cdot l_N + \epsilon_r \cdot S_r \cdot l_r + \epsilon_Q \cdot S_Q \cdot l_Q \text{ ni tashkil etadi.}$$

Yutilishning asosiy qonunidan chetlanishi

Buger-Lambert-Ber qonuni konsentratsiyaning muayyan chegaralaridagina to'g'ri chiziqlidir. SHu chegaralardan chetga chiqqanda qonunning to'g'ri chiziqliligiga ajralmaydi. Buning bir necha sabablari bor. Shu sabablardan biri nurning monoxromatik bo'lmasligidir, chunki qonunni keltirib chiqarganda asosiy shart sifatida nurning monoxromatikligiga qo'yilgan edi. Aslini olganda aniq monoxromatik nurni hosil qilish juda qiyindir, chunki har qanday nur boshqa to'lqin uzunligiga ega bo'lgan nur bilan birga bo'ladi. Ularni aniq ajratish masalasi nihoyatda qiyin masaladir. Nurning monoxromatik emasligi oqibatida yutilish qonunida chetga chiqishning tushunib olish uchun to'lqin uzunliklari λ_1 va λ_2 intensivliklari J_1 va J_2 bo'lgan nurlar tekshiriladigan modda eritmasiga tushayapti deb qaraladi.

Monoxromatiklikdan tashqari nurning modda eritmasiga tushganda sochilishi ham qonundan chetga chiqishga olib keladi. Linza, ko'zgu va boshqa optik materiallardan qaytgan va sochilgan begona nurlar J_s manbadagi barcha to'lqin uzunliklariga ega bo'lgan nurlardir. SHuning uchun ham tekshiriladigan moddaga J_0 nurgina emas, balki $J_s + J_0$ nur ham tushadi va uning optik ko'rsatkichi D^1 bo'lsa, bu qiymat D dan kichik bo'ladi, chunki

$$D^1 = \lg \frac{J_0 + J_s}{J_1 + J_c} \quad D = \lg \frac{J_s}{J}$$

Eritmaga tushayotgan sochilgan nurning intensivligi teshikning kattaligiga bevosita bog'liq. Eritmaga tushishdan oldin nurni maxsus svetofiltrlardan o'tkazish uning sochilish ta'siri kamaytiradi.

YUtilish qonunlaridan chetga chiqishga, bulardan tashqari kimyoviy jarayonlar ham ta'sir ko'rsatadi. Dissotsiatsiya, assotsiatsiya, gidroliz, solvoliz, komplekslanish, oraliq moddalar hosil bo'lishi, tautomer o'zgarishlar, o'zaro ta'sir (eritmada moddalar, erituvchi va boshqalar) yoki boshqa kimyoviy o'zgarishlar natijasida tekshiriladigan moddaning konsentratsiyasi o'zgaradi, bu esa optik zichlikning egri chiziqli o'zgarishiga olib keladi. Misol qilib dixromat ionining muvozanatini qarab chiqsak:



Qator to'liqin uzunliklarda dixromat, gidroxromat va xromat ionlarning molyar yutish koeffitsientlari turlicha. Bundan tashqari, instrumental sababalar va sistemaning sindirish ko'rsatkichi ta'siri va boshqalar oqibatida ham qonundan chetga chiqishlar kuzatiladi. Shularning barchasini hisobga olib, tekshirishlar muayyoyan optimal sharoitda, konsentratsiyaning tegishli oralig'i va kyuvetaning, muayyan qalaniligida o'tkaziladi.

Additivlik qonuni qo'llanilishi

1. Agar ikki eritma aralashmasi molekulararo kuchlarni o'zgartirmasa, kimyoviy reaksiya hosil qilmasa va muvozanatni siljitmasa monoxromatik nurlarni qo'llashda bu qonun o'z kuchiga ega.

2. Polixromatik nurlarni qo'llashda 2 ta modda eritmasidan bittasi albatta Ber qonuniga bo'ysunishi kerak. Agar aniqlashda n modda eritmasi ishtirok etsa, u xolda bu qonunga bo'ysunish uchun n-1 moddalar Ber qonuniga bo'ysunishi kerak.

Nur yutish spektri. Moddaning nur yutishi bilan to'liqin uzunligi orasidagi bog'lanish shu moddaning nur yutishi (absorbsiya) egri chizig'i (spektri) bilan ifodalanadi. Nur yutish spektri chizma xolida firdalanadi. Bunda absiss o'qiga to'liqin uzunligi (A_1 nm yoki m.km) yoki to'liqin uzunligi qiymatlari (to'liqin uzunligiga teskari qiymatlari sm^{-1}) qo'yiladi. Ordinatsiya o'qida optik zichlik, zichlik logarifmi D_1 E_1 E bo'ladi. Nur yutish spektri undagi ma'lum chiziqlar miqdori bilan xarakterlanadi. Har bir chiziq ham o'z navbatida maksimum xolati bilan ifodalanadi va shunga munosib to'liqin uzunligi λ yoki uning balandligi, h yoki yarim eni, μ ya'ni to'liqin uzunliklari maksimumi o'rtasidagi masofa bilan ifodalanadi.

Nur yutish spektri har bir moddaning o'ziga xos xarakteristikasi hisoblanadi. Nur yutish spektrini o'rganish nur yutuvchi moddani sifatini tahlil qilish, bundan tashqari organik moddalarni ko'pgina funksional guruxlarni aniqlashga asoslangan.

Modda eritmasi orqali nur yutishni miqdorini aniqlash Buger-Lamber-Ber qonuniga asoslangan.

Moddalarni nur yutishi bo'yicha miqdorini aniqlash – fotometriya deb yuritiladi va quyidagi usullarga bo'linadi.

1. Kolorimetriya
2. Fotokolorimetriya
3. Spektrofotometriya.

Kolorimetriya – asosan biron – bir rangli eritmani oddiy ko'rish bilan yoki ma'lum moslama yordamida solishtirilib aniqlashga asoslangan.

Fotokolorimetriya – moddani polixromatik nurlanishda spektrning ko'rinadigan qismida o'lchab tahlil qilishga asoslangan.

Spektrofotometriya – monoxromatik nurlarni ko'rinadigan hamda spektrning unga yondoshgan ultrabinafsha va infraqizil qismida aniqlashga asoslangan.

Spektrofotometrik aniqlash fotokolorimetrik usuldan farqli xolda to'liqin uzunliklarining keng diapazonida aniqlash hamda monoxromatik nurlanishni qo'llashda katta aniqlik bilan ishlashning imkonini beradi.

Fotometriya usulida to'liqin uzunligini va svetofiltr tanlash.

Fotometrik usul bilan aniqlashda spektrning shunday qismi tanlanadiki, bunda modda miqdorini aniqlashda yuqori sezgirlik va aniqlikka erishiladi. O'lchash uchun to'liqin uzunligida quyidagi bir qancha talablarga rioya qilishi kerak.

1. Tanlangan to'liqin uzunligiga fotoelement retseptorlarining sezgirligi yuqori bo'lishi kerak.
2. Yutilayotgan nur to'liqin uzunligini biroz siljishida olinayotgan natijalarni qayta tekshirilganda bir-biriga yaqin natijalar olish.
3. Fotometriyaning asosiy qonuniga bo'ysunish kerak. Optik zichlikni o'lchash sharoiti λ_{max} , λ_{opt} , λ_{izob} nuqtalarga bog'liq.

1. Agar faqat tekshiriluvchi rangli eritma nur yutsa bunda boshlang'ich komponentlar – nur yutmaydi, u xolda eritmaning optik zichligi D maksimum to'liqin uzunligida o'lchanadi va bunda tekshiriluvchi modda eritmasining maksimal nur yutishi kuzatiladi.

Tenglikni differensiallasak $D = E \cdot l \cdot S$

$$\frac{dD}{dC} E_{\text{make}} = \frac{\Delta D}{\Delta C} = E_{\text{make}}$$

Chizmadan ko‘rinib turibdiki, eritmaning konsentratsiyasi tekshiriluvchi eritmaning molyar nur yutish ko‘effitsentiga qaraganda qancha ko‘p o‘zgarsa, eritmaning optik zichligi D ham shunday o‘zgaradi. Maksimal nur yutish to‘lqin uzunligida E har doim katta bo‘ladi. Eritmaning optik zichligi D gi bir xil o‘zgarganda $D \lambda_{\text{max}}$ qaraganda biroz yuqori bo‘ladi, ya’ni optik zichlikni aniqlash darajasi nur yutish λ_{max} , λ_{max} ga qanchalik yaqin bo‘lsa, uni alohida darajasi, shunchalik yuqori bo‘ladi.

λ_{max} to‘lqin uzunligida modda eritmasining optik zichligini D o‘lchamning sezgirligini ko‘tarish imkonini beradi.

Bu esa λ_{max} ning yuqori qiymatlarida aniqlash E qiymatlarining sezgirligini oshiradi.

λ_{max} bilan birga monoxromatik nur monoxromatorlar yordamida ajratiladi. Fotokolorimetrik usulda aniqlash modda eritmalarining nur yutish maksimumi kerakli svetofiltr yordamida amalga oshiriladi.

Fotometrik o‘lchashlarning optimal sharoitini tanlash

Buger-Lamber-Ber qonuniga asosan, optik ko‘rsatkich tekshiriladigan modda eritmasining molyar yutish ko‘effitsenti, eritmaning konsentratsiyasi va yutish qatlamining qalinligiga bog‘liq. Nazariy hisoblashlar va tajribalar fotometrik aniqlashlarda xatoning minimal qiymti optik ko‘rsatkichning 0,2-1 qiymatlariga to‘g‘ri kelishini ko‘rsatadi. SHundan kelib chiqib, aniqlashlarning optimal sharoiti tanlanishi kerak. Ko‘pchilik moddalarning molyar yutish ko‘effitsenti birning ulushlaridan 10^5 gacha bo‘lgan oraliqda o‘zgaradi. Yuqorida yutish qatlamining 1 sm qalinligini maqsadga muvofiligi ko‘rsatilgan edi, agar $l = 1\text{cm}$ bo‘lsa, optimal hisoblanadigan optik ko‘rsatkich qiymatini 0,5 deb olinsa, molyar yutish ko‘effitsenti 100 bo‘lgan eritma uchun konsentratsiyasi $S_x = 0,5/100 = 0,005$ bo‘lishi kuzatiladi.

Agar moddaning molyar yutish ko‘effitsenti 1000 bo‘lsa, optik ko‘rsatkichning 0,5 bo‘lgan qiymati uchun konsentratsiyasi

$S_x = 0,5/1000 = 0,0005$ bo‘ladi.

Tekshirish uchun olingan modda eritmasining optik ko‘rsatkichi katta bo‘lsa, optimal sharoit tanlash uchun eritmaning konsentratsiyasini yoki yutish qatlamining qalinligini kamaytirish zarur. Optik ko‘rsatkich juda kichik bo‘lganda yutish qatlamining qalinligini oshirish orqali optimal sharoitni tanlanishi mumkin. Bunday o‘lchashlar eritmadan o‘tayotgan nurning to‘lqin uzunligi optik ko‘rsatkichning eng katta qiymatiga mos keladigan soxasida amalga oshirilishi kerak. Bu soxada yutish eng katta qiymatga ega bo‘ladi. Agar tekshiriladigan modda bir nechta yutish yo‘laklariga ega bo‘lsa, yutish ko‘effitsenti eng katta bo‘lgan yo‘lak (optik ko‘rsatkichning eng katta qiymatiga to‘g‘ri keladigan uchinchi soxasini) tanlanadi.

Svetofiltr shunday tanlanadiki, tekshiriluvchi moddaning nur yutish spektriga asoslangan xolda rangli eritmaning maksimal nur yutish spektri va svetofiltrning, ya’ni eritmaning nur yutish maksimumi svetofiltrning nur o‘tkazish maksimuminiga (nur yutish minimumi) to‘g‘ri kelishi kerak.

Agar svetofiltrning yoki tekshiriluvchi eritmaning nur yutish spektri xarakteristikasi ma’lum bo‘lmasa, svetofiltr eritmaning rangiga moslab tanlanadi.

Rangli eritmalar va ularga xos svetofiltrlar.

Eritma rangi	λ_{max}	Svetofiltr rangi
Sariq-yashil	400-450	Qizil- binafsha
Sariq	450-480	Zangori
Sariq-qo‘ng‘ir qizil	480-490	YAshil-zangori
Qizil	490-500	Zangori-yashil
Qizil alvon	500-560	YAshil
Binafsha	560-575	Sariq-yashil

Zangori	575-590	Sariq
YAshil-zangori	590-625	Binafsha
Zangori-yashil	625-700	Qizil

Agar eritmaning nur yutish to'liq uzunligi maksimumi $\lambda_{\max}$ ishlatilayotgan fotoelementning sezgirlik maksimumiga to'g'ri kelmasa, u xolda svetofiltr tajriba yo'li bilan tanlanadi, buning uchun har gal svetofiltrlar bilan eritmaning optik zichligi D o'lchanadi. Berilgan rangli eritmaning qaysi svetofiltrdagi optik zichlik qiymati eng yuqori bo'lsa, shu svetofiltr fotometriya usulida aniqlash uchun to'g'ri keladi.

2. Agar tekshiriluvchi eritmaning rangi bilan tekshirish uchun tanlangan reaktivi (R) rangi bir xil bo'lsa va nur yutish spektri bir xil bo'lsa, u xolda eritma optik zichligi D maksimal nur yutish oralig'idan emas, balki optimal nur yutish (λ_{opt}) oralig'ida o'lchanadi, yani tekshiriluvchi eritma bilan reaktivning shunday to'liq uzunligida (yoki spetnning o'sha qismida) o'lchanadiki, bunda tekshiriluvchi eritma va reaktivning optik zichliklari orasidagi o'zgarish D yuqori qiymatga ega bo'ladi. Bu xolda fotometriya usulida eritmani tekshirish uchun λ_{opt} da maksimal nur o'tkazuvchi svetofiltr qo'llaniladi.

Svetofiltrning berilgan to'plamida va uning spektral xarakteristikasi bo'lmasa tekshiriluvchi moddaning optik zichligini D va xuddi shu konsentratsiyada reaktivning optik zichligini o'lchash uchun svetofiltr tajriba yo'li bilan tanlanadi va shu berilgan ham ma svetofiltrlarda optik zichlik o'lchanadi.

Tekshiriluvchi eritma bilan reaktiv optik zichliklari qiymatlari orasidagi o'zgarish qaysi svetofiltrni ishlatilganda eng yuqori qiymatga ega bo'lsa o'sha svetofiltr tekshiriluvchi moddani fotometrik usulda aniqlashda mos keladi.

3. Tarkibi jihatdan bir-biriga yaqin rangli eritmalarining bir xil bo'lib, faqat maksimal nur yutish xolati bilan farq qilsa, u xolda eritmani fotometrik usulda aniqlash izobestik nuqtaga (spektr chiziqlar kesishgan nuqta) ega bo'lgan to'liq uzunligida olib boriladi.

Izobestik nuqtada ikki modda aralashmasi eritmasi rangli moddalarning aralashmasida aniqlanayotgan bir xilda nur yutishga ega bo'ladi, shuning uchun tekshiriluvchi eritmani muvozanat saqlovchi rangli eritma formasi ishtirokida tekshirish natijalariga ta'sir ko'rsatadi.

Fotometriyada rangli eritmalar uchun qo'llaniladigan svetofiltrlar to'plami quyidagi talablarga rioya qilish kerak: a) svetofiltoning maksimum nur o'tkazish spektr bo'yicha filtrdan-filtrga, spektrning bir xil qismlarini o'z ichiga olib siljishi kerak. b) svetofiltr. UB va infraqizil nurni to'liq yutishi kerak. v) svetofiltr yuqori qiymatli o'tkazish koeffitsientiga ega bo'lgan xolda qisqa intervaldagi to'liq uzunligini o'tkazishi kerak.

Spektrofotometriya va fotokolorimetriya usullarining sezgirligi.

Fotometrik tahlil usulning asosiy ko'rsatkichlaridan biri uning sezgirligidir. Usulning sezgirligi yordamida modda tarkibidagi kichik miqdordagi qoldig'ini (sledov) aniqlashda, sanoatda ishlab chiqarayotgan maxsulotlarni, ayniqsa yarim o'tkazgich materiallarini tarkibi nazorat qilishda keng qo'llaniladi. Usulga qo'yiladigan talablar taqqoslovchi kolorimetrik hamda fotokolorimetrik va spektrofotometrik usullar uchun har xildir.

Taqqoslovchi (vizual) kolorimetrik usulda tekshiriluvchi rangli eritmani, taqqoslovchi moddaning rangiga solishtirib miqdorini aniqlashga asoslanadi.

Fotoelektrokolorimetrik usulda, usulning sezgirligiga asosan izlanuvchi va taqqoslovchi eritmalarining optik ko'rsatkichini taqqoslash yuqori sezgirlikda amalga oshiriladi. Bunda asosan tahlil jarayonida o'zgarmas to'liq uzunligida kyuvetaning bir xil hajmida olib borish bir xil natijalarni aniqlikda olishga asos bo'ladi. Yana boshqa xatoliklarga olib keladigan sabablardan dastlabki moddaning eritmasini tayyorlash, hamda halaqit beradigan moddalardan tozalash jarayonida bo'lishi mumkin.

Shuning uchun fotometrik usulning sezgirligini xususiyati fotometrik reaksiyalarni hosil bo'lishi va fotometrik usulning o'zini moddaga nisbatan va uning tarkibidagi moddalarni xolatiga bog'liqdir.

Fotometrik usulda uning sezgirligiga ijobiy ahamiyatga ega bo'lgan ko'rsatkichlarda quyidagilar inobatga olinadi:

1. Fotometrik reaksiya asosida izlanuvchi va taqqoslovchi modda eritmalarini nur yutish xususiyatini aniqlashda molyar nur yutish koeffitsenti (ϵ) yordamida amalga oshirish yaxshi natijalarga olib keladi.

Fotokolorimetrik usulni amalga oshirishda optimal konsentratsiyadagi eritmani tanlash

Ma'lumki moddalarning konsentratsiyasi bilan yutilgan nurning intensivligi orasida miqdoriy bog'lanish mavjud.

$$S = \frac{D}{\epsilon \cdot l};$$

Aniq to'lqin uzunlikda (λ) va kyuvetaning qalanligida (l) tajribaning nisbiy xatoligini qiymati o'zgarmasdir.

SHunga qaramay olib borilayotgan tahlilni sezgirligii oshirish mumkin, agarda differensial fotokolorimetriya usulida amalga oshirilsa. Bunda tekshiriluvchi eritmaning optik ko'rsatkichini aniqlashda erituvchi bilan emas, balki aniq miqdor saqlagan moddaning eritmasi yordamida taqqoslash maqsadga muvofiqdir.

Taqqoslovchi eritmaning konsentratsiyasini (S_k) bu xolatda aniqlanuvchi moddaning konsentratsiyasidan (S_x) kichikroq miqdorda olinishi tavsiya etiladi. ($S_k < S_x$)

Differensial fotokolorimetriyaning xatoligini kamaytirish uchun quyidagilarni inobatga olish kerak:

1. Erituvchining optik ko'rsatkichiga nisbatan tekshiriluvchi moddaning optik ko'rsatkichi yuqori bo'lishi ($D > 0,43$).
2. Taqqoslanayotgan eritmaning optik ko'rsatkichi umuman ($D_x = 0$) qiymatga ega bo'lishi maqsadga muvofiq.
3. Nur tushirayotganda modda eritmalarining konsentratsiyasini nur o'tkazishi, standart eritmaning nur o'tkazishidan kam bo'lishi kerak
4. Qo'llanilayotgan kyuvetalarning uzunligida farqi bo'lmasligi.
5. Tekshirilayotgan eritmaning konsentratsiyasini yuqori bo'lishi.

Fotometrik apparatlarni qo'llanishi bilan eritmalarini nur yutish xususiyatini har xil usullar asosida olib boriladi. Unda standart va tekshiriluvchi eritmalarining optik ko'rsatkichini bir xil sharoitda olib boriladi.

Taqqoslash usulidagi kolorimetriya

1. Standart eritmalar yordamida. Buning uchun bir xil kolorimetrik probirkalarga aniq hajmdagi tekshiriluvchi va standart eritmalarining rangini taqqoslash asosida amalga oshiriladi. Unda izlanuvchi eritmaning rangini standart eritma rangiga to'g'ri kelishi uning miqdorini tasdiqlaydi.
 2. Kolorimetrik titrlash usulida. Ikkita bir xil hajmdagi probirkaga biriga rangli izlanuvchi eritmadan, ikkinchisiga tozalangan suvdan solinadi. So'ngra tozalangan suv solingan probirkaga byuretka orqali rangli standart eritmadan asta-sekin qo'shib, birinchi probirkadagi eritmani rangiga tenglashtirilguncha qo'shiladi. Aniqlanuvchi eritmadagi modda miqdorini, tozalangan suvga qo'shilgan eritmaning miqdori bilan aniqlab olinadi.
 3. Tenglashtirish usulida. Eritmadagi moddani miqdorini aniqlashda tekshiriluvchi va standart eritmalarining rangini tenglashtirish yordamida amalga oshiriladi.
- A) Solishtirish usulida. Ikkita bir xil hajmdagi probirkaga standart va tekshiriluvchi rangli eritmalaridan solib, so'ngra rangi to'q bo'lgan probirkadagi eritmani tozalangan suv yordamida ikkinchi probirkani rangigacha tenglashtiriladi. Izlanuvchi eritmadagi moddaning miqdorini quyidagi tenglama asosida hisoblab olinadi.

$$q_x = q_{st} \frac{V_x}{V_{st}} \text{ yoki } q_x = q_{st} \frac{h_x}{h_{st}}$$

q_{st} – standart eritmadagi moddaning miqdori

V_x, V_{st} – izlanuvchi va standart eritmalarining hajmi yoki

h_x va h_{st} – probirkadagi izlanuvchi va standart eritmalarining hajmini balandligi.

Spektrofotometriya va fotokolorometriya usullarida moddalar miqdorini aniqlash uchun shu moddalarni eng kam miqdori bilan rangli eritma hosil qilishi uchun qo'llaniladigan kimyoviy reaksiyalarni ob'ektiv baholash lozim bo'ladi. Buning uchun molyar nur yutish ko'rsatkichlarini $E_{\max}$ aniqlanadi va shu qiymatlardan foydalaniladi.

$$S_{\min} = \frac{D_{\min}}{E_{\max} \cdot \lambda_{\max}}$$

Shu formula asosida $E_{\max}$ (molyar konsentratsiyadami) spektrofotometriya usulida qo'llash uchun moddaning eng kichik miqdorini aniqlash mumkin.

Agar $D = 0,001$, $l = 1\text{sm}$, $E_{\max} = 100000$ deb qabul qilinsa u xolda

$$S = \frac{1 \cdot 10^{-3}}{1 \cdot 10^5} = 1 \cdot 10^{-8} \text{ mol/l bo'ladi.}$$

Agar l ni 10 sm gacha oshirsak sezgirlikni 10 marta oshirish mumkin, demak $S_{\min} = 1 \cdot 10^{-9} \text{ mol/l bo'ladi.}$

Hozirgi zamon fotokolorimetriyalarida aniqlash aniqlik darajasi $D_{\min} - 0,01$ ga yaqin qiymatga ega. Rangli eritmalarida molyar yutish koeffitsienti (E) ning qiymati 50000 dan oshmaydi va shunga ko'ra $S_{\min}$ qiymati $1 \cdot 10^{-7} \text{ mol/l}$ gacha ($l = 1\text{ sm}$ bo'lganda) kamayadi.

Reaksiya sezgirligi faqat minimal konsentratsiyani emas, balki aniqlash minimumini xarakterlaydi, yani ma'lum bir sharoitda moddani reaktivlar bilan hosil qiladigan reaksiya mahsulotlarni aniqlash uchun ketgan eng kam miqdoriga aytiladi. L.B.Ginzbur va YU.Lure, hamda Sendal shuni ko'rsatkdilardi, rangli reaksiya sezgirligi optik zichligi $D = 0,01$ ga teng bo'lgan 1sm^2 ko'ndalang kesimli eritmaning rangli eritmaga aylantirilgan tekshiriluvchi eritma mikrogramm ($\text{mkg} = 1 \cdot 10^{-6}\text{g}$) qiymati bilan ifodalangan (rangli reaksiyaning shartli sezgirligi).

Ko'pgina rangli reaksiyalarning minimum sezgirligi spektrofotometrik va fotometrik usullarni aniqlashda $0,01 - 0,001 \text{ mkg/sm}^2$ oralig'ida bajariladi.

Moddalar eritmasini nur yutish xususiyatini tahlil qilishda quyidagi xatoliklar uchrashi mumkin.

1. Ayrim xolatlarida rangli eritmalar dissotsiatsiyaga yoki polimerlanishga, erituvchilar bilan birikishi yoki tarkibidagi mavjud boshqa moddalar bilan (masalan: tuzlar, kislotalar va asoslar), natijada rangli eritmalarini nur yutish xususiyati o'zgarishi mumkin.

2. Natijada izlanuvchi moddaning optik ko'rsatkichi o'zgarishi, hamda optik ko'rsatkichni modda eritmasining konsentratsiyasiga bog'liq xolati, ya'ni Buger-Lambert-Ber qonuniga bo'ysinmasligi kuzatiladi.

3. Kolorimetrik tahlil uchun hosil qilingan rangli eritma ma'lum sharoitda, aniq rang hosil qiluvchi reaktiv miqdorida va hosil bo'lish oralig'i, hamda aniq xarorat jarayonida olib borishni talab etiladi. Masalan: ayrim modda eritmalar turg'un emas, havodagi kislotrod ta'sirida oksidlanishi, yorug'lik ta'sirida parchalanishi, yoki kogulyasiyaga uchrashi mumkin. Bunday xolatlarida yangi tayyorlangan reaktiv eritmalaridan, hamda eritmadagi moddani turg'unligini oshirish uchun stabilizatorlardan foydalanishni talab etadi yoki himoyachi kolloidlardan jelatina, kraxmallardan foydalaniladi.

4. Ko'proq kolorimetrik tahlilni olib borishda begona moddalar rang hosil qilishda xalaqit qilishi mumkin. Bunday xolatlarida niqoblash usullaridan foydalaniladi. Ular oksidlanish-qaytarish, kompleks birikma hosil qilish yoki ekstraksiya jarayonlari asosida amalga oshiriladi. Ayrim xolatlarida nur yutish oralig'ini o'zgartirish asosida, ya'ni xalaqit qiladigan moddani nur yutmaydigan oralig'ida aniqlashni olib borish tavsiya etiladi.

Fotometriya usulining oddiyligi, universalligi va tez olib borilishida nur yutishiga asoslanib moddani hamda tarkibidagi chiqindi moddalarni qoldig'ini ($10^{-6}\%$) gacha aniqlashni olib borilishi mumkin. Ayniqsa sanoatda po'latni, ayrim rangli qotishmalarni va qora metallarni, yarim-o'tkazgichlarni, har xil modda eritmalarini, suv xavzalaridagi suvlarni sifatini aniqlashda keng qo'llanilmoqda.

SPEKTROFOTOMETRIYA. SPEKTROFOTOMETRIK USULDA QO‘LLANILADIGAN SPEKTROFOTOMETRLAR VA KYUVETALAR HAQIDA MA‘LUMOT. NUR YUTISH SPEKTRI HAQIDA MA‘LUMOT.

Ma'ruza rejasi:

1. Spektrofotometriya usulining nazariy asoslari.
2. Spektrofotometr qurilmasining tuzilish sxemasi.
3. Detektorlar, nur manbai, kyuvetalar, svetofiltr haqida ma'lumot
4. Nur yutish spektri.

Tayanch soʻz va iboralar: *SF, monoxromator, nur manbai, kyuveta, detektor, nur yutish spektri*

Oʻtkazuvchi muhit yutgan nurning solishtirma miqdori, tushayotgan nurning intensivligiga bogʻliq emas. Bir xil qalinlikdagi xar bir qatlam eritmaning konsentratsiyasi oʻzgarmas boʻlganda tushayotgan monoxromatik nurni teng miqdorda yutadi.

Ma'lum bir qatlamdan oʻtgan nurning intensivligi ikki barobar kamayadi deb faraz qilsak nur oqimi intensivligini oʻtgan qatlamning qalinligiga bogʻliqligini grafik ravishda koʻrsatish mumkin.

Bu bogʻlanish quyidagicha matematik tenglama bilan ifodalanadi.

$$I_z = I_0 e^{-k\ell}$$

bunda I_z - qatlamdan oʻtgan nurning intensivligi

I_0 - tushayotgan yorugʻlik nurining intensivligi

k - yutilish koeffitsienti. (jismning nur yutilishini va uning xossasiga bogʻliqligini xarakterlovchi koeffitsient).

ℓ - yutilish qatlami.

U tushayotgan nur intensivligini 10 marta kamaytirish uchun kerak boʻlgan nur yutuvchi qatlamning qiymatiga toʻgʻri keladi.

Faraz qilaylik, eritmadan oʻtganda yorugʻlik nurining intensivligi 10 baravar kamaygan boʻlsin yaʼni

$$\frac{I_t}{I_0} = \frac{1}{10} \quad \text{бунда} \quad \frac{1}{10} = 10^{-1} \quad \text{булса} \quad 10^{-k\ell} = 10^{-1} \quad \text{ва} \quad k \cdot \ell = 1 \Rightarrow k = \frac{1}{\ell}$$

K - yutilish koeffitsienti faqat eritmadagi moddaning tabiatiga, tushayotgan nurning toʻlqin uzunligi va haroratga bogʻliq.

Ber eritmalarida nurning yutilishini oʻrganib, 1852 yilda yutilish koeffitsienti K ning nurni yutayotgan modda konsentratsiyasiga toʻgʻri proporsional ekanligini aniqladi.

$$K = \epsilon S \quad \text{bunda}$$

ϵ - yutilish koeffitsienti va u konsentratsiyaga bogʻliq emas

Bu koeffitsient molyar soʻndirish koeffitsienti deyiladi.

S - moddaning konsentratsiyasi.

Buger-Lambert qonuni modda konsentratsiyasi oʻzgarmas boʻlganda nurning yutilishi yutuvchi qatlamning qalinligiga bogʻliq ekanligini ifodalasa, Ber qonuni nurning yutilishi konsentratsiyaga bogʻliqligini ifodalaydi:

Xar ikki qonun birlashtirilib Buger-Lambert -Ber qonuni deb qabul qilindi va quyidagi formula bilan ifodalanadi.

$$I_t = I_0 \cdot 10^{-\epsilon c \ell} \quad \text{ёки логарифмик холда} \quad \lg \frac{I_0}{I_t} = \epsilon c \ell$$

$\lg \frac{I_0}{I_t}$ kattalik nur yutayotgan moddaning optik zichligi deb ataladi va A harfi bilan belgilanadi.

Bu erda A - optik zichlik, nurning yutilgan miqdorini ifodalovchi, oʻlchovi yoʻq kattalik.

Buger-Lambert-Berning umumlashtirilgan qonuni quyidagicha taʼriflanadi:

Eritmaning optik zichligi bir xil sharoitda moddaning molyar sindirish koeffitsienti va yutish qalinligi bir hil boʻlganda, konsentratsiyaga toʻgʻri proporsional.

Spektrofotometrik tahlil fotometriya usullaridan biri hisoblanadi. Biroq spektrofotometriya tahlilida eritmalarining nur yutish koʻrsatkichlarini aniqlashda monoxromatik nur orqali xam koʻrinuvchi, hamda

unga yondosh spektrning UB va IQ sohalarida o'lchanadi. Spektrofotometriyada nur yutilishining to'liq uzunligiga bog'liqligi moddaning nur yutish spektri deyiladi.



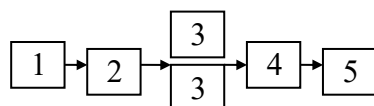
1-rasm. Spektrofotometr – Agilent 8354 va uning kyuvetasi.

Nur yutilishini o'lchashni ta'minlaydigan asbob ikki asosiy vazifani bajarishi kerak:

- 1) polixromat nurni parchalab, zarur bo'lgan to'liq uzunlikdagi nurni ajratib berishi kerak.
- 2) moddaning nur yutishini o'lchash imkonini berishi kerak.

Har qanday spektral asbob quyidagicha bo'limlar bilan ta'minlangan bo'ladi: nur manbai, bizga kerakli bo'lgan to'liq uzunlikdagi nurni ajratib beradigan qurilmasi (monoxromator yoki nurfiltr), kyuvetalar joylashtiriladigan bo'limi), detektor va indikator joylashgan bo'limi bo'ladi.

Quyida absorbsion asboblarning asosiy qismlari sodda holda joylashtirilgani keltirildi:



Nurning yutilishini o'lchaydigan asbobning asosiy bo'limlari.

1. Nur manbai
2. Monoxromator yoki nurfiltr
3. Kyuvetalar
4. Signalni tok kuchiga aylanturuvchi asbob (detektor)
5. indikator

To'liq uzunlikning qaysi sohasida ishlashga qarab, manba, monoxromator va detektor tanlanadi.

Bu sxemada nur manbai, monoxromator va detektor asosiy qismlar hisoblanadi.

Shuning uchun ularga batafsilroq to'xtalamiz.

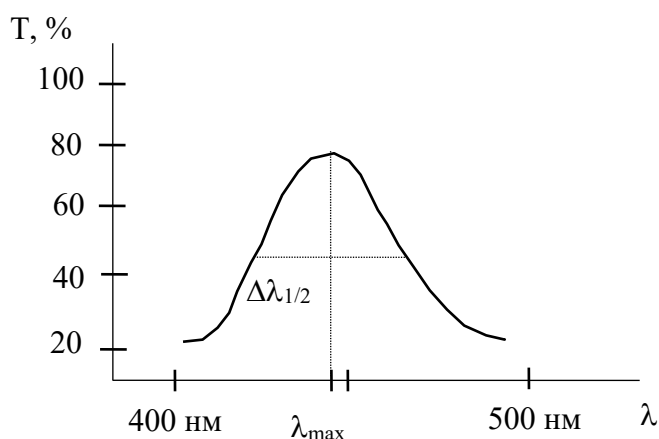
1. Nur manbai.

Ma'lum spektral sohada ishlash uchun asbob tegishli spektral intervalga va etarlicha intensivlikka ega bo'lgan nur manbai bilan jihozlangan bo'lishi kerak.

<i>Ultrabinafsha sohada UB</i>	Deyterili, vodorodli lampalar. Simobli lampalar ham chiziqli spektrlar beradi
<i>Ko'rinuvchan va yaqin infraqizil soha</i>	Odatdagi volframli lampalar.
<i>Fundamental va uzoq infraqizil soha</i>	Issiqlik nur manbalari, Nernst lampasi, Globar (SiC)

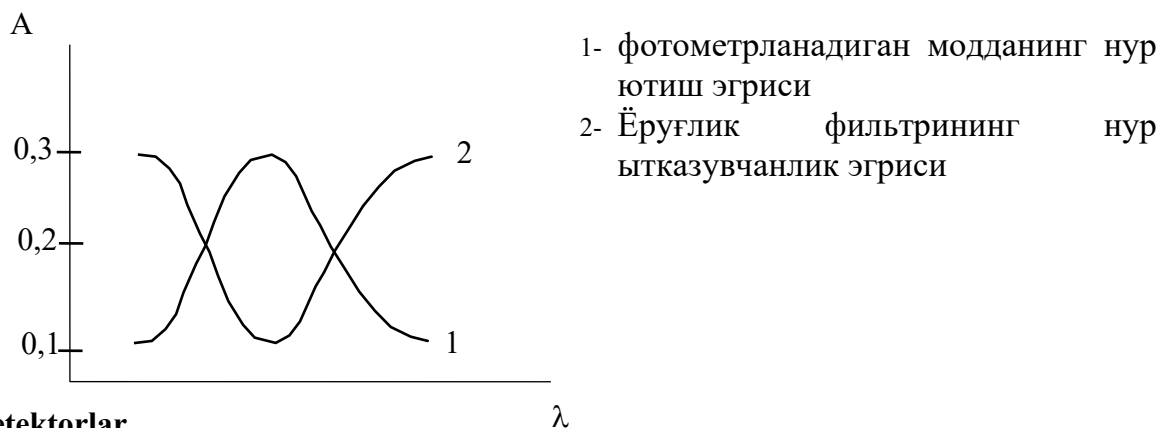
2.Monoxromatorlar.

Yorug'lik filtrlari shishalar, jelatina, sellofanli moddalar yoki rangli suyuqliklar yorug'lik filtrlari bo'lishi mumkin. Bunday moddalar o'zidan qisqa intervaldagi to'liq uzunligiga ega bo'lgan nurlarni o'tkazadi. Har bir yorug'lik filtri $\lambda_{\max}$ o'tkazuvchanlik va maksimumning yarim kengligiga ega bo'lgan ma'lum egrisi bilan xarakterlanadi.



Maksimal o'tkazuvchanlikning yarim kengligi turli yorug'lik filtrlari uchun turlichadir. Uning qiymati 30-40 nm dan 100 nm gacha o'zgarishi mumkin. $\Delta\lambda_{1/2} = 100$ nm li yorug'lik filtrlari bilan jihozlangan asboblarda moddalarning spektral xarakteristikalarini olib bo'lmaydi. Bunday hollarda yorug'lik filtrlari miqdoriy aniqlashning sezgirligi va aniqligini ma'lum miqdorda oshirish uchun xizmat qiladi. Bunday yorug'lik filtrlari FEK-M asboblariga o'rnatilgan.

Fotoelektrokolorimetrlarga nisbatan yanada takomillashgan asboblar mavjud. Bunday asboblarda nurni monoxromatlash uchun prizmalar va difraksion panjaralar o'rnatilgan bo'lib spektrofotometrlar deyiladi. SF-4 da dispergirlovchi prizma 200-1100 nm intervalida SFD-2 da difraksion panjara 220-1100 nm intervalida. Moddalar eritmalarini fotometrlashda yorug'lik filtrlari quyidagicha tanlanadi: bunda moddaning nur yutish maksimumi sohasi, yorug'lik filtring maksimal o'tkazuvchanlik sohasiga to'g'ri kelishi kerak.



3. Detektorlar.

Vizual asboblarda detektor vazifasini analiz qiluvchining ko'zi bajaradi. Ammo inson ko'zi ko'rinuvchan spektral sohanigina sezadi va turli odamda ko'zning sezgirligi turlicha (ya'ni moda rangining intensivligini sezishi turlicha) bo'ladi. Bunday hollarda rang intensivligini baholashda turlicha sub'ektiv xatoliklarga yo'l qo'yish mumkin.

Hozirgi zamon asboblarida nur intensivligini o'lchashda detektor sifatida fotoelementlar qo'llaniladi. Fotoelementning ishlashi Stoletov qonuniga asoslangan. Nur ta'sirida modda sirtidan elektronlar uziladi, natijada modda zaryadlanadi. Bu hodisa yorug'lik kvanti energiyasi elektronni modda sirtidan uzish uchun sarflanadigan ishdan va unga beriladigan kinetik energiyadan katta yoki teng bo'lgandagina amalga oshadi:

$$E = h \cdot \nu = \frac{h \cdot c}{\lambda} \geq A_{\text{уик}} + E_{\text{кин}}$$

Har bir yorug'lik sezuvchi modda uchun nurning ma'lum to'liq uzunligi λ mavjud, u fotoeffekt hodisasi boshlanadigan **fotoeffekt ostonasi** deyiladi.

Fotoelementlar ma'lum to'liq uzunligidagi elektromagnit nurlariga spektral sezgirligi va integral sezgirligi bilan xarakterlanadi.

Sezgirlikning spektral taqsimlanishi yorug'lik sezuvchi qatlamning tabiatiga va haroratga bog'liq bo'ladi.

Stoletov qonuni bo'yicha fototok kuchi fotoelementga tushayotgan nurlanish intensivligiga to'g'ri proporsionaldir. Qat'iy proporsionallik monoxromatik nurlar uchun o'rinlidir.

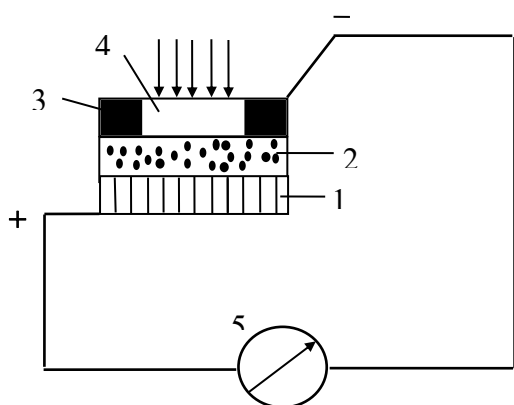
Ta'sir etish prinsipi asosida fotoelementlar 3 ga bo'linadi.

1) Berkitiladigan qavatli fotoelementlar (ventilli ham deyiladi) (ruscha fotoelementы с запирayuhim sloem).

2) Tashqi fotoeffektli fotoelementlar (vakuumli yoki gaz to'ldirilgan).

3) Ichki fotoeffektli fotoelementlar (fotoqarshiliklar).

Ventilli fotoelementlar quyidagicha tuzilgan: Yarim shaffof metall plastinkasi va yarim o'tkazgich orasidagi chegaralari berkitiladigan qavat sifatida xizmat qiladi, chunki bu qavat metall plyonkadan yarim o'tkazgichga qarab faqat bir yo'nalishda o'tkazadi.



Темирдан қилинган пластинкага ярим отқазгичнинг қатлами орнатилган *селен, мис(І)оксид, кумуш сульфиди) ва устидан ярим шаффоф металнинг ультра юпка плёнкаси опланган (Au, Ag, Pt, Cu).

1-temir elektrod; 2-selenli yarim o'tkazgich; 3-metall halqa; 4-oltin plyonkali elektrod; 5-galvanometr.

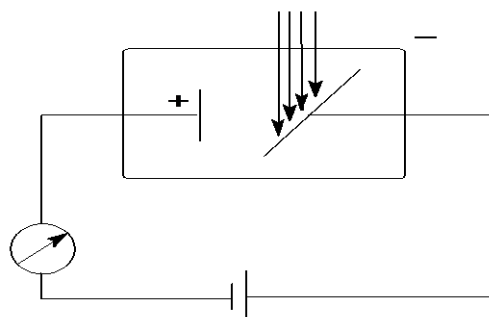
Fotoelementga yorug'lik nurlari tushirilganda yarim o'tkazgichdagi elektronlar qo'shimcha energiya oladi va bekituvchi qatlamdan o'tib, yarim shaffof metal plyonkaga keladi. Bu elektronlar galvanometr va temir elektrod orqali o'zining dastlabki o'rniga yarim o'tkazgichga keladi. Shu bilan zanjir ulanadi va unda fototok hosil bo'ladi. Fotoelement -bu yorug'lik energiyasini elektr energiyasiga aylantirib beruvchi asboddur.

Fotoelementga qanchalik yorug'lik ko'p tushsa, unda shuncha ko'p tok hosil bo'ladi.

Selenli fotoelement ko'zga ko'rinuvchan nurlar sohasida ishlaydi. Selen o'rniga kumush va talliy sulfidlari ishlatilsa ham bo'ladi. Ularning spektral sezgirlik sohasi yanada kengroqdir.

Tashqi fotoeffektli fotoelementlar.

Bunday fotoelementlarning tishlash prinsipi yorug'lik nuri ta'sirida elektronlarning "sezgir qatlam" katoddan anodga o'tishiga asoslangan.



Tashqi fotoeffektli fotoelementlardan ko'proq tarqalgani surma-seziyli va kislorod-seziylilardir.

Surma-seziyli UB va ko'rinuvchan nurlar sohasida ishlaydi.

Kamchiligi: tashqi kuchlanishdan foydalaniladi.

Bu fotoelementlarning spektral sezgirligi ancha keng bo'lganligi uchun spektrofotometrlarda ishlatiladi.

Ichki fotoeffektli fotoelementlar (fotoqarshilik)

Bunday fotoelementlarning ishlash prinsipi yorug'lik nurlari ta'sirida yarim o'tkazgichlar qarshiliklarining kamayishini o'lchashga asoslangan. Yarim o'tkazgichlar sifatida talliy oksidi va sulfidi aralashmasi, qo'rg'oshin sulfidi hamda selendan foydalaniladi.

Bunday fotoelementlar spektrning infraqizil sohasida sezgirdir.

Bunday fotoqarshilikli fotoelementlarning kamchiligi temperatura o'zgarishlariga sezgirligi va yuqori inersionligidadir.

Fotoelementlar bilan ishlashda ularning quyidagi xossalarini e'tiborga olish lozim:

- 1) fotoelementlarning qarishi;
- 2) fotoelementlarning charchashi
- 3) fotoelement sirti turli qismlari sezgirligining bir xil emasligi.

Spektrofotometrilar

Qayd qilinmaydigan spektrofotometrilar SF-4, SF-4A, SF-16.

Nur manbai: vodorodli va deyteriyli lampalar UB sohada 186-380nm.

cho'g'lanish lampasi ko'rinuvchan va IQ sohada 350-1100nm.

Monoxromator-dispergirlovchi prizma.

Detektorlar: surma-seziyli fotoelement 186-650nm.

kislorod-seziyli fotoelement 600-1100nm.

Bunday spektrofotometrilar 1 ta nur yo'liga ega bo'lgan asboblarga kiradi.

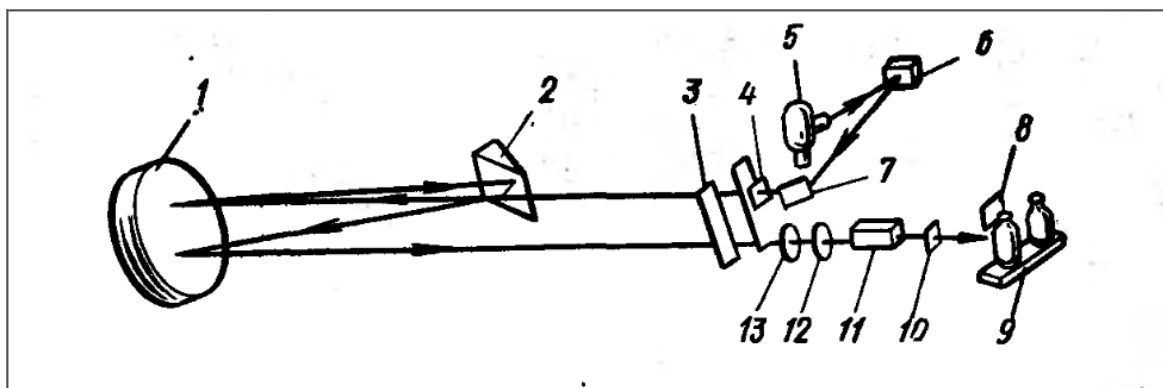
Qayd qilinadigan spektrofotometrilar SF-10, SF-14, SF-26, SF-46 va boshq.

Bunday asboblarning eritmalarining nur yutish spektrlarini va qattiq hamda kukun holidagi rangli moddalar spektrlarini o'zi chizadi. Nur yo'liga bu moddalarni qo'yib, asbob elektr tokiga ulansa sxema asosida asbob o'zi spektrni chizadi.

Spektr yozuvi 2 minutdan 12 minutgacha davom etadi. Ikkilangan monoxromatorlar ishlatiladi. Nur manbai-cho'g'lanish lampasi. Ish diapazoni 400dan 750nm gacha.

SF-10 va SF-14 2ta nur yo'liga ega.

SF-26 va SF-46 lar esa 1ta nur yo'liga ega.



2-rasm. SF-4 spektrofotometrini optik chizmasi.

1-oyynali ob'ektiv; 2- disperlovchi kvarsli prizma; 3- tirqish(shel); 4-kvarsli plastinka; 5-nur manbaasi; 6- oynali kondensator; 7-tekis yuzli oyna; 8-shtorka; 9-fotoelement; 10-kfavsli plastinka; 11-kyuveta; 12- svetofiltr; 13-kvarsli linza.

6-MA'RUZA. Fotometrik sifat va miqdoriy tahlil. Fotometrik usullar yordamida dori vositalarining miqdorini aniqlash usullari..

Ma'ruza rejasi:

1. Spektrofotometrik usulda dori vositalari chinligini tahlil qilish asoslari

Dori vositalarning chinligini aniqlashda spektming ko'zga ko'rinadigan va ultrabinafsha qismidagi spektrofotometrik usul qo'llanilganda ularning spektrdagi yutilish maksimumlariga asoslaniladi. Agar dori moddaning kimyoviy tuzilishidagi xromafor 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 boshqalar)ning 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, gidrokortizon, 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 foydalaniladi.

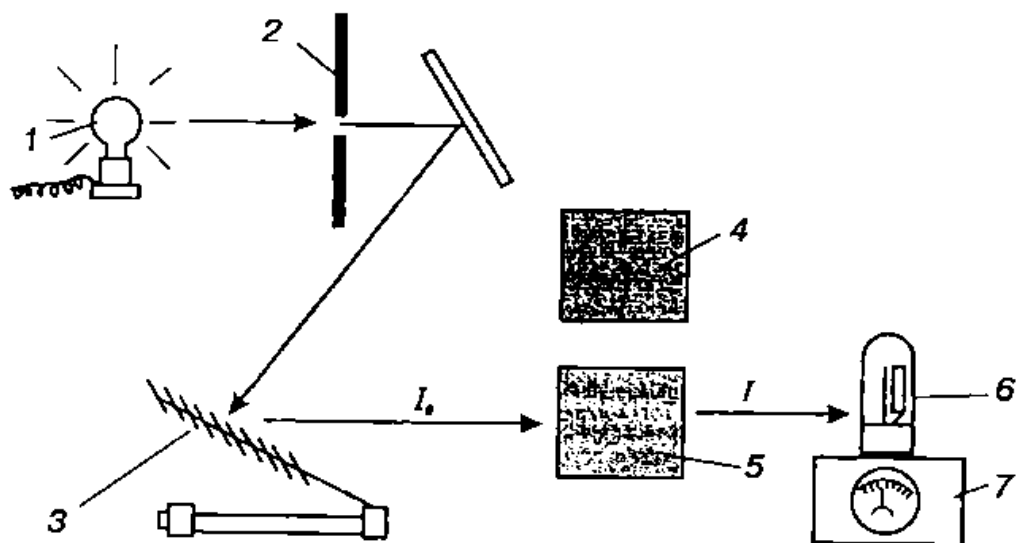
Sefaleksinning 0,002% li suvli eritmasini UB-spektrida 260 ± 1 nm da yutilish maksimumi kuzatilsa, sulfapiridazinning 0,001% li 0,1 mol/l natriy gidroksid eritmasida olingan UB-spektrida 230 nm dan 400 nm gacha oraliqda 255 ± 2 nm da yutilish maksimumi kuzatiladi.

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-spektrdagi joyi bilan bir qatorda uning kattaligi ham ko'rsatiladi.

Piridoksin gidroksloridning 0,05% li pH=6,9 bo'lgan fosfat buferidagi eritmasining UB-spektrida 230 nm dan 350 nm oralig'ida 254 nm va 324 nm da yutilish kattaligi (optik zichligi) 0,18 va 0,35 ga teng bolgan ikkita maksimum bolishi lozim.

Ba'zi hollarda dori moddasining chinligini aniqlashda ikki xil to'lqin uzunligiga mos keladigan yutilish maksimumlarining nisbatidan foydalaniladi.



17-rasm. Spektrofotometrning tuzilish chizmasi.

1—nur manbai; 2—tirqisli; 3—difraksiya setkasi; 4—solishtiriluvchi eritma;

5—tekshiriluvchi eritma; 6—fotoelement; 7—tok kuchini o'lchovchi 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 vaqtda, 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 moddaning chinligini aniqlashda eng ishonarli yo'l hisoblanadi. Ammo solishtirish tekshirilayotgan moddaning standart namunasi bilan olib borilishi kerak. Ba'zan ma'lum to'lqin uzunligidagi solishtirma yutilish ko'rsatkichining qiymati aniqlanadi -

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'rinuvchi soxadagi spektrlarni o'lchash uchun mo'ljallangan, optik sistemadan tarkib topgan bo'lib 190 dan 780 nm gacha bo'lgan to'lqin uzunlik soxada monoxromatik nurni ajratib, uni namunadan o'tishini va optik zichlikni o'lchovchi uskunada qayd etilishini ta'minlaydi.

Bu uskunalarning asosiy qismlari: nur manbai, dispersgirlovchi uskuna (prizma yoki panjara), to'lqin uzunligini ajratuvchi tirqish, namunalar uchun kyuveta, detektor, kiritilgan kuchaytirgich va o'lchov uskunalari.

To'lqin uzunligi shkalasini UB va ko'zga ko'rinadigan nur soxasida tekshirish

Uskunaning kalibrovka aniqligi to'lqin uzunligi shkalasi spektral qatori bo'yicha jadvalda keltirilgan vodorod (H β) spektral chiziqlar yoki deyteriy (D β) razryadli lampada, simob bug'lari chizig'idan (Hg), kvarts-simobli dugli lampa, xamda golmiy perxlorat (Ho) eritmasining maksimum nur yutish ko'rsatkichi bo'yicha (spektrofotometrni kalibrovkasi uchun tayyor reaktiv 4% li golmiy oksidini 1,4 M xlorid kislotadagi eritmasidan iborat) aniqlanadi. Ruksat etilgan chetlanish ultrabinafshada ± 1 nm va ko'rinuvchi soxada ±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'rinuvchi nur soxada qayd etiladigan nur yutish yo'llari spektrlaridan iborat bo'lib, ular standart shisha didim (prazeodim va neodim aralashmasidan) va gольmьydan tashkil topgan shishadan iborat bo'lishi mumkin.

Optik zichlik shkalasini tekshirish.

Optik zichlik shkalasini tekshirish uchun standart noorganik shisha filtrlar yoki kaliy bixromat eritmasining jadvalda keltirilgan to'lqin uzunligidan foydalaniladi, bunda har bir to'lqin uzunligiga mos ravishda solishtirma nur yutish ko'rsatkichlari $E^{1\%}_{1\text{sm}}$ 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 kislota eritmasida eritiladi va 1000 ml gacha belgisigacha yetkaziladi.

1- jadval

Standart eritmaning turli xil to'lqin uzunliklaridagi solishtirma yutilish ko'rsatkichlari

To'lqin uzunliklar, nm	Nur yutish ko'rsatkichi $E^{1\%}_{1\text{sm}}$	Ruxsat etilgan chetlanishlar, $E^{1\%}_{1\text{sm}}$ 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 darajasi. 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 ishlatilganda optik zichligi 2 ga teng bo'lishi kerak.

Aniqlay olish meyori (chinligini aniqlash uchun). Xususiy maqolada ko'rsatma bo'lsa, spektrofotometrni ruxsat etilgan ko'rsatkichini quyidagicha aniqlanadi. toluolni gekсандagi 0,02 % li spektr eritmasi yoziladi.

Optik zichlik nisbatining minimal ruxsat etilgan qiymati mak. nur yutilishi 269 nm va min. nur yutilishi 266 nm to'lqin uzunligida deb ko'rsatilgan. Spektral tirqishning kengligi (miqdoriy tahlil uchun). Spektrofotometrni qo'llash vaqtida tanlab olingan to'lqin uzunligidagi spektral tirqish qalinligining o'zgaruvchanligi shu tirqishning qalinligiga bog'liq. Monoxromatik nurlanishning yuqori qiymatini olishda tirqishning qalinligi yutilish yo'liningyarim kengligiga nisbatan kichik bo'lishi, bir vaqtning o'zida

yutilish yo'lini maksimal qiymatida katta bo'lishi zarur (Io). Tirqishning 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'rinadigan soxalarda nur yutilish intensivligini aniqlash uchun, tekshiriluvchi modda namunasi o'lchash 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 eritmaları bo'lishi mumkin.

UB-SPEKTROFOTOMETRIK USULDA DORI VOSITALARI MIQDORINI VA YOD MODDALARNI TAHLIL QILISH ASOSLARI

Spektrofotometrik usulning moddalar tozaligi va miqdorini aniqlashda qo'llanilishi

Tayanch so'z va iboralar: *Vizual kolorimetriya, Differensial spektrofotometriya, suyultirish usuli, kolorimetrik titrlash*

Fotometriyada qo'llaniladigan moslamalarga, fotometriyani olib borish sharoitlariga, moddalarni fizik-kimyoviy xususiyatlariga qarab moddalarni nur yutish spektriga asosanib, ularni konsentratsiyalarini aniqlash turlicha usulda olib boriladi. Fotometriya usulida standart va tekshiriluvchi modda eritmalarini konsentratsiyasini aniqlash bir xil sharoitda olib borilishi lozim. Fotometriyada moddalarni miqdori:

1. Vizual kolorimetriya
2. Fotokolorimetriya.
3. Spektrofotometriya usullarida olib boriladi.

Vizual kolorimetriya

1. Standart eritmalarini solishtirish. Bir xildagi kolorimetrik probirkalarga, bir xil hajmdagi standart va tekshiriluvchi modda eritmaları solinib, ranglar solishtiriladi va tekshiriluvchi rangli eritmani rangi qaysi standart eritma rangiga to'g'ri kelgan miqdori asosida aniqlanadi.

2. Kolorimetrik titrlash. Bir xil o'lchamli 2 ta probirka yoki silindrga tekshiriluvchi rangli eritma va tozalangan suv solinadi. So'ngra tozalangan suvli probirkaga byuretkadan rangli standart eritma birinchi probirkadagi rangga to'g'ri kelguncha aralashtirib qo'shiladi.

Noma'lum tekshiriluvchi modda eritmasi miqdori, qo'shilgan standart eritma miqdoriga tenglab hisoblanadi.

3. Tenglashtirish usuli. Bu usul bo'yicha tekshiriluvchi eritma konsentratsiyasi shu eritmaning nur yutish intensivligini standart eritma intensivligi bo'yicha quyidagi usullarda tenglashtirib aniqlashga asoslangan.

a). Suyultirish usuli. 2 ta aniq o'lchamli grafirlangan probirkalarda tekshiriluvchi va standart moddalarni rangli eritmaları tayyorlanadi. So'ngra rangi kuchli bo'lgan eritmaga erituvchi (tozalangan suv) solinib ranglar tenglashtiriladi. Tekshiriluvchi moddani noma'lum konsentratsiyasi quyidagi formula asosida aniqlaniladi.

$$q_x = q_{st} \frac{V_x}{V_x} \quad \text{yoki} \quad q_x = q_{st} \frac{h_x}{h_{st}}$$

bunda: q_{ct} - standart eritma tarkibidagi modda miqdori.

V_x, V_{st} - tekshiriluvchi va standart eritmalarni hajmi

h_x, h_{st} -tekshiriluvchi va standart eritmalarni balandligi.

b) Quyib olib, kolorimetrdagi nur yutish ko'rsatkichini tenglashtirish usuli. 2 ta bir xil jo'mrakli silindrga (Tener ilindri) standart va tekshiriluvchi moddalarning rangli eritmaları solinadi. So'ngra nur yutish o'atlamini (l) o'zgartirish (jo'mrakdan suyuqlikni chiqarish) bilan tekshiriluvchi eritma va standart eritma nur yutish intensivligi tenglashtiriladi.

Bunda $D_x = D_{st}$ bo'ladi.

$D_x = \epsilon C_x l_x$ va $D_{st} = \epsilon \cdot C_{st} l_{st}$. Bu erda $S_x l_x = C_{st} l_{st}$

l_x va l_{ct} qatlam qalinliklari hisoblangach S_{st} ma'lum bo'lgani tufayli

$$S_x = \frac{C_{st} \cdot l_{st}}{l_x} \text{ bo'ladi.}$$

v) CHo'ktiriluvchi kolorimetrlarda nur yutish ko'rsatkichlarini tenglashtirish usuli. Bunda tekshiriluvchi va standart rangli eritmalarni nur yutish ko'rsatkichlari kolorimetrlardagi prizmalarni joylashishini o'zgartirish bilan olib boriladi. Hisoblash Yuqorida gi kabi bajariladi.

FEK-56 fotometrida rangli eritmalar miqdorini aniqlash, vizual kolorimetriyadan deyarli farq qilmaydi.

Fotokolorimetrik va spektrofotometrik tahlillarda asosan quyidagi usullardan foydalaniladi.

1. Solishtirish usuli,
2. Absolyut Kalibrlash (chizma grafigi) usuli,
3. Qo'shish usuli, qo'shib aniqlash usuli
4. Differensiallash usuli,
5. Rangli reaktivlar qo'llab tahlil qilish usuli,
6. Estraksion-fotometriya usuli,
7. Rangli eritmalar aralashmasini aniqlash usuli.

1. Solishtirish usuli - bunda tekshiriluvchi xamda standart moddalar rangli eritmalarini bir xil qalinlikdagi kyuvetada optik zichliklari solishtirib aniqlanadi :

$$D_x \text{ va } D_{st} \text{ uchun } l_x = l_{st}.$$

Fotometriyaning asosiy qonuni qo'llanganda

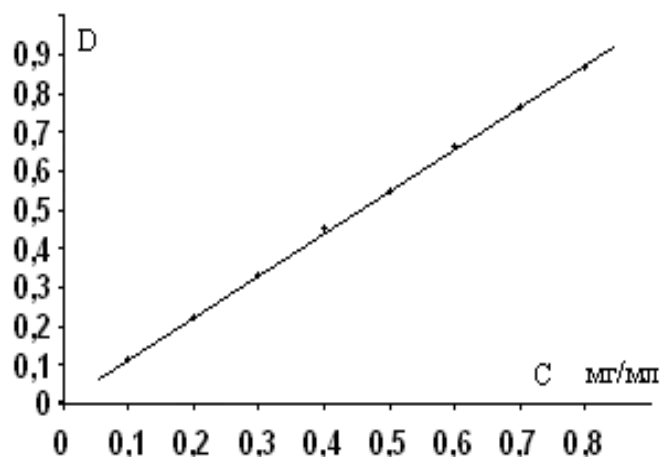
$$D_x = \epsilon C_x l; \quad D_{st} =$$

$\epsilon S_{st} l$. tenglamasi hosil bo'ladi.

Bu tengliklarni noma'lum konsentratsiyasi (S_x) nisbatan olib hisoblash formulasi quyidagicha:

$$S_x = C_{st} \frac{D_x}{D_{st}}$$

2. Grafik kalibrlash (chizma) usuli, bunda bir necha standart, ya'ni ma'lum miqdorda tekshiriluvchi modda saqlagan, eritmaları optik zichliklari aniqlanadi. Olingan natijalar asosida kalibrlash grafik chizmasi chiziladi. Abssiss o'qlariga standart eritma konsentratsiyasi ko'rsatkichlari, ordinat o'qiga shu eritmaları optik zichliklari qo'yiladi. So'ngra tekshiriluvchi modda eritmaları optik zichliklari aniqlanilib, chizma asosida uni konsentratsiyasi, ya'ni miqdori topiladi. Bu usul ko'p sonli moddalarni eritmaları aniqlashda qo'llaniladi.



$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{D}{S} \quad S = \frac{D}{\operatorname{tg} \alpha}$$

3. Qo'shib aniqlash usuli. Tekshiriluvchi modda eritmasini optik zichligi (D_x) o'lchanadi. So'ngra unga modda eritmasidan aniq miqdor qo'shiladi va yana aralashmani optik zichligi (D_{x+a}) o'lchanadi. Tekshiriluvchi moddani noma'lum konsentratsiyasi shu eritmaning optik zichligini aralashma optik zichligi bilan solishtirib aniqlanadi. Fotometriyaning asosiy qonuni bo'yicha

$$D_x = \epsilon C_x I \quad \text{va} \quad D_{x+a} = \epsilon I (C_x + C_a) \text{ hosil bo'ladi.}$$

Bu tenglamalarni matematik nisbiy echimi asosida S_x ni quyidagi formula asosida topiladi.

$$S_x = S_a \frac{D_x}{D_{(x+a)} - D_x}$$

Bunda S_a - aniqlanuvchi eritmaga qo'shilgan eritma konsentratsiyasi.

Qo'shish usuli asosan fotometriya usulida noma'lum eritma hamda standart qo'shiladigan eritmalar uchun bir xil sharoitda olib borilganligi tufayli, bo'lishi mumkin bo'lgan aralashmalarning salbiy ta'sirini kamaytirib, usul sezgirligini va aniqlik darajasini oshiradi.

4. Diferensiallash usuli. Bu usulda tekshiriluvchi xamda standart modda eritmalarini optik zichliklari Yuqorida ko'rsatilgan usullardagidek optik zichligi nol bo'lgan reaktiv aralashmalariga nisbatan emas, balki konsentratsiyasi ma'lum bo'lgan, rangli, ammo S_0 nol deb qabul qilingan modda eritmasiga nisbatan o'lchanadi. Eritma rangi odatda tekshiriluvchi modda eritmasi konsentratsiyasiga yaqin tayyorlanadi. Aniqlanishi lozim bo'lgan modda miqdori (S_x) nisbiy optik zichlik-konsentratsiya asosidagi kalibrovkali chizma asosida, yoki quyidagi formula asosida hisoblab topiladi.

$$S_x = S_0 + F D_x$$

Bunda G' - hisoblash faktori bir nechta standart eritmalaridan asosida quyidagi formula asosida hisoblab topiladi:

$$G' = \frac{S_{st} - S_0}{D_{st}} = \frac{\Delta C}{D_{st}}$$

D_x va D_{st} - tekshiriluvchi va standart eritmalarini nisbiy optik zichligi.

S_{st} - standart eritmalarini konsentratsiyasi.

Diferenssiyalash usuli asosan katta konsentratsiyadagi modda miqdorini aniqlashda, uni aniqlik darajasini oshirish oraliq komponentlarni salbiy ta'sirini yo'qotish hamda reaktivlarni nur yutishini yo'qotish, maqsadida qo'llaniladi. Bu usul boshqa usullardan farqli o'laroq, eritmadagi modda konsentratsiyasining yuqoriligi tufayli fotometriyaning asosiy qonuniga bo'ysunmaganda, eritmani optik zichligini aniqlashda moslamani shkalasi etmaganda, hamda modda eritmasini suyultirish maqsadga muvofiq bo'lmagan xollarda qo'llanishi mumkin.

Diferenssiyalash usuli o'zining bir necha variantlarda b'ylish mumkin, ular $S_0 < C_x$ yoki $S_0 > C_x$ ikki taraf lama differenssiyalash va qo'shib differenssiyalash usullaridir. Bu usul asosan eritmalaridagi asosiy komponentni tuz eritmaları, qotishmalar va boshqalarda aniqlash uchun qo'llaniladi.

5. Rangli eritmalar ishtirokida tahlil qilish. Agarda tekshiriluvchi eritmada rangli qo'shimcha modda, yoki tahlil uchun rangli reaktiv ishlatilsa, unday xolatlarida tekshiriluvchi eritmani optik zichligi tekshiriluvchi modda saqlamagan, ammo rangli qo'shimcha modda yoki rangli reaktiv saqlagan eritmalar aralashmasiga nisbatan solishtiriladi. YOki tekshiriluvchi eritma, hamda rangli aralashma yoki rangli reaktiv saqlagan eritmalarini optik zichliklari toza erituvchiga nisbatan solishtiriladi (tozalangan suv). Bunda tekshiriluvchi eritma konsentratsiyasi tekshiriluvchi eritma optik zichligi hamda rangli aralashma yoki rangli reaktiv saqlagan eritma optik zichligi orasidagi farqni hisoblagan xolda aniqlanadi.

6. Ekstraksiya-fotometriya usuli. Ekstraksiya-fotometriya usuli asosan tekshiriluvchi moddani ayrim reaktivlar bilan hosil qilgan rangli mahsulotini ekstraksiya usulida ajratib olinib, so'ngra fotometriya usulida aniqlashga asoslangan. Bu usul ko'proq murakkab aralashmalar tahlilida, ya'ni moddani kam miqdorini boshqa moddani ko'p miqdordagi aralashmasidan aniqlash lozim bo'lsa, ba'zi kam miqdordagi modda aralashmasini asosiy komponent ichida aniqlash qiyin bo'lgan xollarda qo'llanadi. Bu usulni yana bir ijobiy tomoni ekstraksiyalab olinganda tekshiriluvchi moddani konsentratsiya si oshiriladi. SHuning uchun ekstraksiya-fotometriya usuli dori moddalar va ularni tarkibidagi bo'lishi mumkin bo'lgan aralashmalarni aniqlashda keng qo'llaniladi.

7. Rangli eritmalar aralashmalarini aniqlash - o'zaro bir-biri bilan kimyoviy ta'sirga ega bo'lmagan rangli eritmalarini optik zichliklari shu eritma- larni ma'lum bir to'lqin uzunlikdagi optik zichliklarini yig'indisiga teng.

$$D\alpha_1 = d_1 \alpha_1 + d_2 \alpha_1 + \dots + d_n \alpha_1$$

$$\text{Har bir eritmani optik zichligi... } d_1 \chi_1 = E_1 \chi_1 \cdot J C_1$$

Fotometriya tahlillaridagi xatoliklar manbai.

Ba'zi xollarda tekshiriluvchi modda eritmaları dissotsiyanadi, polimerlanadi, erituvchilar yoki eritma tarkibidagi moddalar bilan o'zaro kimyoviy ta'sirlanadi. Natijada erit mani nur yutishi o'zgaradi. Bunday xolat ayniqsa konsentrlangan eritmalarida ko'proq sodir bo'ladi. Bu jarayonlar sodir bo'lganda eritmani optik zichligi konsentratsiyasiga bog'liq bo'lmagan xolda o'zgaradi, ya'ni nur yutish qonuni buziladi. Nur yutishni konsentratsiyasiga bog'liqlik grafigi to'g'ri chiziq asosida bo'lganda fotometriya qonuni saqlanadi. SHuni takidlab o'tish lozimki fotometriya qonuni modda konsentratsiyasini ma'lum chegarasida, rN muhitda, reaktivlarni ma'lum miqdorida, ma'lum xaroratda va ma'lum bir vaqtda saqlanadi. Bu sharoitlardan biror biri buzilsa, u ma'lum xatoliklarga olib keladi. Ayrim birikmalar xavo kislorodi ta'sirida oksidlanishi, nur ta'sirida parchalanishi, koogulyasiya va boshqa sabablar ta'sirida o'zgarishi mumkin. Bunday sharoitlarda yangi tayyorlangan eritmalar tarkibiga stabilizatorlar qo'shib, ximoya kolloidlari (jelatina, kraxmal) ishlatiladi.

Ko'pchilik xolatlarida fotometriyaga rangli yot moddalar yoki ularni reaktiv bilan xosil qilgan rangli birikmalari rangli eritma olishga xalaqit beradi. Bunday xolatlarida niqoblash usullari qo'llaniladi (oksidlash, kompleks birikmalar xosil qilish, ekstraksiyalab ajratish. Ba'zan tekshiriluvchi moddani aniqlash xalaqit beruvchi modda nur yutmaydigan to'lqin uzunligida olib boriladi.

Yuqorida aytib o'tilgandek xatolikni kamaytirish maqsadida solishtirish, qo'shimcha qo'shish, differenssiyalash usullardan xam foydalaniladi.

Agar aniqlanuvchi modda rangli bo'lsa, lekin kolorimetrlanuvchi modda bilan birikma hosil qilmasi, u xolda optik zichlik bunday reaktiv qo'shishdan oldin va reaktiv qo'shgandan keyin aniqlaniladi.

Uning soddaligi, universalligi va tez bajarilishi tufayli, nur yutish yordamida asosiy komponentlarni aralashmadan ayniqsa (mikroprimesslarni) kam miqdorli qo'shimcha moddalarni (10^{-6} % gacha) aniqlashda keng qo'llaniladi. Misol sifatida po'lat, rangli qotishmalar, qora metallar, lyumoforlar yarim o'tkazgich materiall va turli eritmalar suv tarkibini aniqlashlarni shu usulda bajarilishini ko'rsatish mumkin.

Fotometrik usulni qo'llashda rangli eritmalarini tanlash murakkab tarkibga ega bo'lgan dori shakli tarkibidagi biror bir moddani aniqlashga erishiladi. Masalan: fenolgipoxlorid yordamida olib boriladigan reaksiya asosida kodeinni murakkab tarkibli aralashmadan aniqlash mumkin. Bunda kodeinni aniqlanishida 20 taga yaqin moddalarni xalaqit bermasligi kuzatilinadi.

Paratsetamolni miqdoriy tahlilini fotokolorimetrik usulda olib borishda tarkibida analgin, kofein va salitsilat tuzlari bo'lgan taqdirda, paratsetamolni avval gidrolizga uchratib, so'ngra gidroliz mahsulotiga diazotirovka reaktivdan qo'shish yordamida azobo'yoq hosil qilib miqdori aniqlanadi.

Fenatsetinni dori shakllari tarkibidan (atsetil salitsil kislotasi va kodein) xromat kislotasi va ammoniy sitrat ishtirokida hosil bo'lgan rangli eritmani fotokolorimetrik usulda aniqlashni amalga oshiriladi.

Spektrofotometrik usulda moddalarni miqdoriy tahlilini olib borishda murakkab tarkibdagi ayrim komponentlarni aniqlashda bir xil nur yutish to'lqin uzunligida optik ko'rsatkichini aniqlash mumkin.

Spektrofotometrik usulda ikkita va undan ortiq tarkibdagi moddalarni nur yutish xususiyatiga asoslanib quyidagicha olib boriladi.

1. Dori shakli tarkibida ikkita moddadan tashkil topgan, uning bittasi UB nurini ma'lum to'lqin uzunligida yutsa, tarkibidagi ikkinchi modda UB nurini yutmasa, u xolda spektrofotometrik usulni xuddi bir komponentli moddalarni aniqlanishdek qo'llashni talab etiladi.

2. Agarda ikki komponentli dori shakli tarkibidagi moddalar har xil nur yutish to'lqin uzunliklariga ega bo'lsa, u xolatda moddalarni ajratmasdan o'ziga to'g'ri keladigan yuqori nur yutish to'lqin uzunligida tahlili olib boriladi.

Spektrofotometrik usulda miqdoriy tahlilini olib borish:

V - suyultirilgan hajmi

a - aniq tortma

D_0, D_1 – standart va aniqlanuvchi eritmalarning optik ko'rsatkichi

C_0 – standart eritmaning konsent-si

Tabletka tarkibidagi moddani gramm miqdori (x).

$$X_{gr} = \frac{D_1 \cdot C_0 \cdot V_q}{D_0 \cdot \alpha} \quad \begin{array}{l} q - \text{tabletka} \text{ning o'rtacha og'irligi,} \\ \text{gramm.} \end{array}$$

Spektrofotometrik aniqlashning metrologik kattaliklari.

Hisoblashlar natijasida molyar yutish koeffitsientining 10^5 (amalda $10^3 - 10^4$), bo'lishi optik ko'rsatkichning minimal qiymati 10^{-2} va o'tkazish qatlamining qalinligi ko'pchilik analitik o'lchashlar uchun 1sm bo'lishi aniqlangan. SHundan kelib chiqilsa, spektrofotometrik o'lchashlarning sezuvchanligi $10^{-7}M$ (ko'pchilik xollarda $10^{-4} - 10^{-6}M$) bo'ladi.

Fotometrik aniqlashlarda kuzatiladigan tasodifiy xatolar eritma tayyorlash aniqlanadigan moddani yutadigan ko'rinishga aylantirish, begona moddalar ta'siri, boshqalar asosida yuzaga keladi. Bunga kyuveta va etalon eritma tanlash xatolari ham kiradi. Nur manbasiga berilayotgan kuchlanishning o'zgarib turishi, ham nurga ta'sir qilmay qolmaydi. Bularning hammasi aniqlanishning qayta takrorlanuvchaligiga katta ta'sir ko'rsatadi. Tajribalarning ko'rsatkichiga D va T ni o'lchash xatolari ham sezilarlidir. SHuning uchun ham optik ko'rsatkichni o'lchash xatosi, uning minimal qiymati ikkilanganidan katta bo'lmasligi kerak.

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 zichliklari 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 spirtidagi eritmasining 300; 311,5; 337; 360 nm dagi optik zichliklari o'lchanib, 300; 311,5; 337 va 360 nm lardagi optik zichliklar qiymatining 326 nm dagi optik zichlik qiymatiga nisbati quyidagicha bo'lishi talab etiladi:

Tolqin 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 spirtidagi eritmasining optik zichligi 375 nm va 362,5 nm larda o'lchanib, so'ng ularning nisbatlari hisoblanadi:

$$\frac{D_{375}}{D_{362,5}} = 0,879 \quad \text{bo'lishi kerak}$$

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.

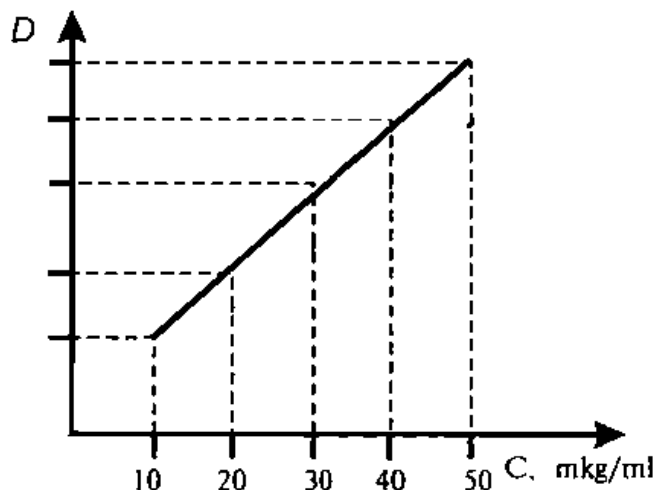
Benzilpenitsillin kaliyda 0,18% li yangi tayyorlangan eritmaning 280 nm dagi optik zichligi 0,18 va $D_{263} - D_{280} > 0,72$ bo'lishi talab etiladi.

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'lgan 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 (**lgD**), molyar yutilish ko'rsatkichi (**e**) yoki molyar yutilish ko'rsatkichining logarifmi (**lge**) qo'yilib, grafik holdagi 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'liq uzunligiga mos kelgan yutilish maksimumi (I_{max} ; D_{max}) yoki to'liq 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.

Konsentratsiyasi ma'lum bo'lgan standart eritmalarining optik zichliklarini yutilish maksimumiga mos keladigan to'liq uzunligida aniqlash (I_{max}) asosida kalibrlangan grafik chiziladi. Bunda agar eritma aniqlangan konsentratsiyalarda nur yutishning birlashgan qonuniga amal qilsa, koordinatalar boshidan boshlangan to'g'ri chiziqli 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.

$$E_{1sm(o'rt)}^{1\%} = \frac{\sum_{i=1}^n E_{1sm}^{1\%}}{n}, \quad E_{1sm}^{1\%} = \frac{\varepsilon \cdot 10}{M \cdot m}$$

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'lmaganligi 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.

7-MA`RUZA. INFRA-QIZIL SPEKTRAL TAHLIL, NAZARIY ASOSLARI VA DORI VOSITALARI TAHLILIDA QO`LLASH.

Ma'ruza rejasi:

1. IQ- spektroskopiyasining nazariy asoslari.
2. IQ - spektrometrning tuzilishi va spektrlar olish sharoitlari.
3. Ayrim funksional guruxlar spektrlari xarakteristikasi.
4. IQ - spektral tahlillarini dori moddalar miqdorini aniq lash uchun qo'llash.

Tayanch so`z va iboralar:*IQ-spektroskopiya, Kvant energiyasi, Tebranishlar, Guk qonuni.*

Infraqizil spektroskopiyasi usulining dori moddalarini tahlilida qo'llanilishi

Odatda bu usulda ko'pchilik organik dori moddalarning sifati va miqdori aniqlanadi. Har qanday organik moddalar o'zining quyidagi parametrlari bilan xarakterlanadi:

1. Reaksiyaga kirishish qobiliyatiga ega bo'lgan funksional guruxlar saqlashi;
2. Moddalarning fizik va agregat xolati bo'yicha tekshiriluvchi moddalar molekularining elektromagnit nurlar ajratishi.

Organik modda molekulariga elektromagnit nurlari ta'sir ettirilganda molekularlarda qo'zg'olish paydo bo'ladi va o'zidan nur ajratadi. Elektromagnit nurlanishni moddalar bilan o'zaro ta'siri natijasida modda molekulasiga ma'lum miqdor energiya yutiladi. Natijada molekuladagi energiya bir xolatdan boshqa energetik xolatga o'tadi. Ana shu energiya o'zgarishlarini o'rganish infraqizil (IQ) spektroskopiyani asosini tashkil etadi.

Organik moddalar molekulasi tuzilishini aniqlashda elektromagnit nurlanishning gamma nurlaridan boshlab radio to'lqin uzunligigacha bo'lgan barcha nurlar qo'llaniladi.

Odatda organik molekularlar atrof muhit bilan uzviy muloqotda bo'ladigan o'z ichki energiyasiga ega bo'ladi. Ichki energiya molekular xarakteri, atomlar va atom guruxlarining tebranishi, hamda elektronlar xarakati bilan belgilanadi.

Molekulaning ichki o'zgarishi turlari asosan, ular ichki energiyasining nurlanishiga, ya'ni shu ichki nurning elektromagnit to'lqin uzunligiga bog'liq. Chunki to'lqin uzunligi va nurlanish energiyasi bir-biri bilan bog'liq.

SHuning uchun, moddalar ichki energiyasining sarflanishi, ular ajratadigan nurlanish to'lqin uzunligiga bog'liqligi bilan xarakterlanadi.

Moddaga ma'lum chastotadagi nur ta'sir ettirilsa, molekula Kvant energiyasini yutadi va natijada u qo'zg'algan xolatga o'tadi.

Uning boshlang'ich energiyasi E_0 o'zgaradi va E_2 gacha ortadi.

YUtilgan energiya o'zida hñKvant energiyasini ajratib o'zi ni boshlang'ich E_0 energetik xolatiga qaytadi. Ba'zan yutilgan energiya qaytayotganda kamroq energiya ajratib boshlang'ich energetik xolatga emas, balki oraliq E_1 xolatda qoladi.

Qo'shimcha energitik qatlami hosil bo'ladi. Ana shu o'zgarishlarni o'rganish IK- spektroskopiyaning asosini tashkil etadi.

$\Delta\nu$ qiymati 4400^{-1} sm gacha, asosan infraqizil nur qismida joylashgan bo'ladi. Spektroskopiyada qo'shimcha spektr, ya'ni yuqori chastotaga ega bo'lgan bo'lakchalarni hosil bo'lishi asosan yuqori energetik qatlamga siljishi hisobiga qo'shimcha energiya yutilishi bilan tushuntiriladi. Hosil bo'lgan to'lqin chastotalari sm^{-1} uzunligida belgilanib to'lqin tebranish qiymatini aniqlaydi.

Organik birikma molekulari atomlarining tebranish turlari

Organik birikma molekulası qattiq bo'lmay, molekuladagi atomlar to'xtovsiz tebranma xarakatda bo'ladi. SHuning uchun xatto tashqi muhit ta'siri bo'lmaganda ham molekula tebranish xolatida bo'lib, ma'lum bir tebranish energiyasiga ega. Bunday xolat nol tebranish xolati deyiladi.

Ikki atomli molekula uchun tebranish faqat bog'lar bo'yicha bo'lib, yadrolar orasidagi masofa o'zgarishi mumkin. Murakkabroq molekulalarda atomlar tebranishi ikki turga bo'linadi.

1. Valentli tebranish (Y) - bog'ning o'qi bo'yicha ritmik tebranish. Bunda tebranayotgan atomlar orasidagi masofa kattalashadi yoki kamayadi, lekin atomlarning o'zi valentli bog' o'qida qoladi. (bog' cho'ziladi yoki qisqaradi).

2. Deformatsion tebranish (δ) - atomlar valentli bog' o'qidan chiqib valent burchagini o'zgartiradi. Bunda bog'lar tekislikda (tekislik tebranish) yoki har xil tekisliklarda (tekislikdan tashqari fazoviy tebranish) bir-biriga nisbatan o'z xolatlarini almashtiradilar.

Odatda valentli va deformatsion tebranishlarni me'yoriy tebranishlar deb ataladi. O'z shakliga ko'ra me'yoriy tebranishlar simmetrik (S) va assimetrik (aS) tebranishlarga bo'linadi.

Murakkab molekulalar uchun valentli va deformatsion tebranishlar bir necha xil bo'ladi.

Ba'zi valent tebranishlardan misol keltiramiz.

IQ- spektrlarning kelib chiqishi

Molekulada valentli va deformatsion tebranishlar to'xtovsiz va aniq kvant chastotasida yuzaga keladi. SHunda agar molekulaga shu chastotali yorug'lik nur tushsa, energiya yutilishi ro'y beradi va spektrogrammada chiziqlar ko'rinishida o'z aksini topadi. Ko'p sonli bir xil atomlar gruppasi saqlagan molekulalarni tajribaviy tekshirish shuni ko'rsatadiki, molekulalarning qolgan qismining turlicha bo'lishiga qaramasdan bir xil gruppada atomlar aniq bir chastota intervalida energiyani yutadilar.

Spektrdagi chiziqlar o'rni to'lqin uzunligi yoki to'lqin chastota bilan belgilanadi. IQ- spektrlarni grafik tasvirlashda ko'proq to'lqin ko'rsatkichi (sm^{-1}) dan foydalaniladi. To'lqin soni 1 sm masofada qancha to'lqin joylashishini ko'rsatadi.

Infraqizil spektrlar bo'yicha molekula xolatini xarakterlash mumkin. Bu birinchi navbatda molekula va atom yadrolarining tebranuvchi va aylanma xarakatiga tegishli. SHuning uchun infraqizil spektrlarni ko'proq molekula spektrlari deb ham atashadi.

Infraqizil yoki boshqacha aytganda molekulyar spektrlar murakkab tuzilishga ega. Ularni o'rganish molekulaning nozik tuzilishini sinchiklab tekshirishga juda qo'l keladi.

Agar turli juft atomlar molekulasidagi tebranish yo'lni solishtirilsa, ba'zi xollarda atomlar jufti bir vaqtning o'zida yaqinlashishi va uzoqlashishi kuzatiladi. Boshqa xollarda turli atomlarning yaqinlashishi va uzoqlashishi bir vaqtda bo'lmaydi. Bunday tebranishlar antisimetrik tebranish deyiladi. Rasmda (a) SN bog'larining tebranishlari simmetrik, (v) rasmdagi tebranish esa antisimetrik.

Guk qonuniga asoslanib, kvant mexanikasidan foydalanib, atomlar tebranish chastotasini xisoblash mumkin va shu usulda spektrni o'qish, ya'ni spektr chastotalarini aniq bir atomlar tebranishlariga tegishli ekanligini xisobga olinadi. Lekin amaliyotda bu oddiy molekulalarda amalga oshirilgan (masalan: atsitilen).

Murakkab molekulalarda ko'p atomlarning valentli, deformatsion tebranishlarini o'zaro ta'siri kuzatiladi va Yuqoridagi hisoblash nisbiy xarakterda bo'ladi.

Murakkab tuzilishga ega molekulalar spektrini o'qish qiyin

bo'lganligi uchun spektrlarni o'rganishda solishtirish usulidan foydalaniladi. Buning asosida tuzilishi bir-biriga yaqin birikmalar spektrlarini solishtirish yotadi: bunda shuni ham nazarda tutish kerakki, birikmadagi yo u yoki bu o'zgarish spektrtlarda aksini topadi. SHunday qilib, ko'pgina atom guruxlari (-ON, -NN₂, -NO₂ va boshqalar) xamda ma'lum bir bog'lar (-S=S-, S=C) turli birikmalarda kam farqlanuvchi aniq chastotalar bilan xarakterlanadi. Bunday chastotalar xarakterli yoki guruxli chastotalar nomini oldi. (jadval 1)

Spektrda xarakterli chastotalarning topilishi moddaning spektri bo'yicha funksional tarkibiy tahlilda ahamiyatli bosqichdir.

Boshqa tarafdin organik molekula skeletini tashkil qiluvchi qator bog'lar (S-S, S-O, S-N) tebranishlari molekulaning boshqa qismlari tebranishlariga juda bog'liq bo'lib, tuzilishning arzimagan o'zgarishi natijasida tebranishlar kuchli o'zgarishga sabab bo'ladi.

Spektrning mos keluvchi qismlari moddalarning chinligini

aniqlash uchun ishlatiladi. CHunki har bir modda faqat ungagina xos bo'lgan yutilish chiziqlari yig'imiga ega bo'ladi.

Bu chiziqlar spektrning 1500-700sm qismida joylashgandir. Bu qismni ba'zida " barmoq izlari" qismi deb ataladi.

CHunki u barmoq izlari kartotekasiga o'xshab "kimyoviy individiumni" aniqlash imkoniyatini beradi. Rasmda turli atom guruxlari va bog'lamlarning IQ- chastotalar spektrida, joylashishi sxematik tarzda ko'rsatilgan.

Jadval-1

IQ- spektrlardagi ba'zi bir xarakterli yutilish chastotalari

Bog'lar yoki atom guruxlar	Birikmalar	CHastota –sm	Intensivligi va chiziq xarakteri
-S-N	alkanlar	2850-2960	Kuchli
-S-N	alkenlar	3010-3100	O'rtacha
-S-N	Alkinlar	330	Kuchli
-S-S	Alkanlar	600-1500	Kuchsiz
-S-S-	Alkenlar	1620-1680	O'zgaruvchan
-S-S-	Alkinlar	2100-2260	O'zgaruvchan
-C-N-	Nitrillar	2200-2300	O'zgaruvchan
-S-O-	Spirtlar	1000-1300	Kuchli
	Oddiy efir		
	Kislotalar		
	Murakkab ef		
S=O	Aldegidlar	1720-1740	Kuchli
S=O	Keton	1705-1725	Kuchli
S=O	Kislota va murak efirlar	1700-1750	Kuchli
-ON	Spirtlar, fenollar	3590-3650	O'zgaruvchan Keskin

IK-spektroskopiya usulida tahlilni amalga oshirishda asosan suyuq eritmalarini to'g'ridan-to'g'ri yoki ma'lum erituvchi eritmasida olib boriladi. Ammo ma'lum qalinlikdagi hajm erituvchilar IK to'lqin uzunlikda xar doim tiniq bo'lmasligi mumkin. SHuning uchun kvpincha xlorto'rtuglerodi, xloroform va dixlormetan qo'llaniladi.

Tahlil uchun tekshiriluvchi moddalarni ikki xil usulda tayyorlanadi:

1. Ma'lum (2-5mg) miqdordagi moddani oz miqdordagi mineral yog'da yoki to'g'ot keladigan erituvchida bir xil aralashma xosil bo'lgunicha aralashtiriladi. Hosil bo'lgan pastani NaCl yoki tuzlardan tayyorlangan plastinkalar orqali tahlili amalga oshiriladi.
2. Aniqlanuvchi moddani quruq kaliy bromid (kaliy bromid yoki kaliy xlorid IK-spektroskopiya uchun) bilan 1:200 prizmalik uskunalar uchun, 1:300 difraksion reshotkalar uchun nisbatda olinib stupkada aralashtiriladi, so'ngra maxsus moslamada vakuum sharoitda preslanadi. Hosil bo'lgan rangsiz diskni IK uskunasi joylashtirib tahlilni olib boriladi.

IQ- spektroskopiyaning qo'llanilishi

1. Moddalarni sifatini aniqlash uchun.

Masalan: sintezlangan moddani, aniq namuna bilan solishtirish orqali aniqlash.

2. Aniqlanuvchi modda funksional guruxlari bergan spektr chastota xarakteristikalariga asoslanib, modda molekulasini tuzilishini aniqlash.
3. Intensivlikning konsentratsiyasiga bog'liqlik chizmasiga asoslanib, farmatsevtik dori vositalari miqdorini aniqlash.

4. Moddalar tarkibidagi atom va molekularlarning o'zaro ta'sirlarini (vodorod bog'lanish, kordinatsion bog'lanish kabilarni) o'rganish.

IK- spektroskopiyada moddalarni vaqt birligida molekuladagi inersiyasi aniqlanadi. Moddalar atomlari massasini bilgan xolda va atomlar oraliq masofalarini va ularning o'zaro bog'lanish burchaklarini aniqlash imkonini beradi.

Moddalarni IK-spektrini aniqlashda IK-spektroskoplaridan foydalaniladi. Olingan spektr natijalariga asoslanib modda molekulasidan funksional guruxlar tebranishlar turlari va bog'lanishlar aniqlaniladi, xamda modda strukturasi belgilanadi. Olingan spektr tahlili ma'lum qoida bilan bajarilmasdan, balki gaz suyuqlik xromatografiya, mass-spektroskopiya vaYAMR spektrlari kabi qo'shimcha informatsiyalarga asoslanib bajariladi.

Masalan: spirtlarni IK-spektr chizmasida asosiy xarakterli spektr 3700^{-sm} ga teng bo'lib, bu spirtlardagi – ON guruxiga mos keladi.

Undan tashqari 3350^{-sm} vodorod va kislorod orasidagi bog'lanish spektri, $1200-1000^{-sm}$ oraliqda uglerod va kislorod oraliq bog'lanish (-S-O) spektrlari nomoyon bo'ladi.

Spektral xarakteristikalar 10% dan ortiq qiymat ko'rsatkichlari bo'yicha quyidagi oraliqlarda funksional guruxlar tekshiriladi.

$3600-3100^{-sm}$

$3100-2800^{-sm}$

$2800-1800^{-sm}$

$1800-1400^{-sm}$

So'ng 10% dan kam oraliq ko'rsatkichlari, bunda S-N, -S=S-, S_6N_5O - kabi bog'lanishlar belgilanadi.

Spektr ko'rsatkich qiymati 1400^{-sm} kam qismidagi spektrlarni " barmoq izi" belgilari (otpechatki palsev) deb yuritiladi, xamda ma'lum jadval yordamida qanday gruppaga yoki bog'ga taalluqli ekani aniqlanadi.

Spektr ko'rsatkichi $3600-3100^{-sm}$ oralig'ida bo'lsa, NH_2OH guruxi borligidan dalolat beradi.

Tebranish to'lqin uzunligi $3100-2800^{-sm}$, qo'shimcha $1650-1400^{-sm}$ oraliqlarda spektr chiziqlar hosil qilsa -S-S- bog'laridan va ularning joylanish xolatlaridan dalolat beradi.

$2800-1800^{-sm}$ oralig'idagi spektrlar -S=S, hamda -S=N- bog'lanishlariga yana karbon kislotasi va uni hosilalariga (ammoniyli tuzlar) aminokislotalar hamda alkanlarga xos bo'ladi.

$1800-1400^{-sm}$ oraliqdagi hosil bo'lgan spektrlar esa benzol xalqasi, karbonil va karboksil guruxlari, anidridlar, nitro va nitroza guruxlar, -S=S- qo'sh bog'lar tebranishlari, -S-N-orasidagi deformatsion tebranishlar haqida ma'lumot beradi.

Moddalarni IK-spektrlari bo'yicha aniqlanganda qo'llanilgan erituvchilarning kimyoviy xususiyatlari, eritmaning fizik xususiyatiga, konsentratsiyaga va xaroratga bog'liq bo'lishini e'tiborda saqlash kerak. Bunday ko'rsatkich qiymatlarini o'zgarishi spektr chastotalarining o'zgarishiga sababchi bo'ladi.

Assotsiatsiya, dissotsiatsiya, salvotatsiya hamda ichki steriokimyoviy o'zgarishlar moddaning elektrik o'zgarishlariga sabab bo'ladi va spektrlarda 50^{sm-1} gacha o'zgarishlar namoyon bo'ladi.

SHuning uchun hamma vaqt olingan IK-spektrlar standart modda spektrlari bilan solishtiriladi va xulosa chiqariladi.

Ba'zi organik moddalar sinflarini spektral xarakteristikasi.

Spirtlar-bug' xolida bo'lsa, 3700^{-sm} da eritmada bo'lsa, 3350^{-sm} da spektr hosil qiladi. Bunday o'zgarish eritmada vodorod bog'lari hosil bo'lishi bilan tushuntiriladi.

Spirtlar spektrida $1200-1000^{-sm}$ oraliqda qo'shimcha chiziqlar bo'lib bular -S-O- (uglerod-kislorod) ta'sirini belgilaydi.

$1400-1250^{-sm}$ qismida esa S-ON defarmatsion tebranish spektri bo'ladi.

Alkanlar - to'yingan uglevodorodlar spektri odatda $3000-2850^{-sm}$ orasida namoyon bo'ladi, bular molekuladagi S-N valent bog'lanish tebranishlarini bildiradi. Valent bog'lanishda ikkita atom oraliq masofalari o'zgaradi. Alkanlardan metil- SN_3 gruppalari $1470-1400^{-sm}$ da spektr namoyon qiladi.

Alkenlar - to'yinmagan uglevodorodlar odatda $-S=S-$ ugleroduglerod qo'sh bog'lar va ularga yondosh guruxlar hosil qilgan spektrlari bilan xarakterlanadi.

$-S=S-$ bog'i 1650^{-sm} da spektr hosil qiladi, bundan tashqari $-S-N$ o'rtasida bog' 3100^{-sm} - 1420^{-sm} , 91.5^{-sm} oraliqlar da spektrlar hosil qiladi.

Aldegidlar - formaldegid 1745^{-sm} asosiy spektr namoyon qiladi, boshqa aldegid guruxlari uchun esa bu spektr 1740^{-sm} -

1720^{-sm} oraliq'ida siljishi mumkin. Bularga qo'shimcha 1830^{-sm} oraliqda yondosh spektr hosil bo'ladi.

Ketonlarda $-S=O$ karbonil guruxi uchun eritmalarda 1725^{-sm} - 1705^{-sm} oraliq'ida spektr namoyon bo'ladi.

Karbon kislotalardagi $-S=O$ guruxi $1720-1700^{-sm}$ orasida keng spektr chizig'i beradi. Karbon kislotalarda $-ON$ guruxi assotsiyalanishi natijasida 3000^{-sm} qismida keng spektr hosil qiladi. Karbon kislotalar tuzlari spektri 1610^{-sm} va $1400-1300^{-sm}$ qismlarda namoyon bo'ladi. Bular odatda simmetrik va antisimmetrik $-S=O$ guruxlar orasidagi tebranishlariga xos bo'ladi.

8-MA`RUZA. Fluorimetriya. Usulning nazariy asoslari, dori vositalari tahlilida qo'llanilishi

Ma'ruza rejasi:

1. Fluorimetrik tahlil usulining nazariy asoslari
2. Lyuminessent tahlil usulining tasniflanishi.
3. Stoks-Lommel qonuni.

Tayanch so'z va iboralar: *Lyuminissensiya, katodolyuminissensiya, fotolyuminissensiya, rentgenolyuminissensiya, radiolyuminissensiya, ionolyuminissensiya, elektrolyuminissensiya*

Tahlilning lyuminessent usuli

Nazariy asoslari. Bir xil tur moddalar xona haroratida qizdirilmasa ham o'zlaridan yorug'lik tarqatadilar. Bu xodisa sovuq nur sochish yoki *lyuminessensiya* deb ataladi. **Lyuminessensiya** lotincha *lumen* — nur va *-escent* — kuchsiz ta'sir ma'nolarini anglatadi. Atomlar va molekulalarning yorug'lik energiyasini yutish xususiyatiga ko'ra, ular yorug'lik energiyasini o'zlarida yig'adilar. Bu atomning qo'zg'alishiga sabab bo'ladi. Qo'zg'algan atom yoki molekulalar o'zlarining ortiqcha energiyalarini yoki shu energiyaning bir qismini yorug'lik ko'rinishida nurlantirishlari mumkin. Ortiqcha energiyaning boshqa qismi moddadagi elektronlarni uzishga - moddani ionlashtirishga, fotokimyoviy reaksiyalarga, moddani qizdirishga sarflanishi mumkin. Lyuminessent nurlanish yorug'lik ta'siri to'xtagandan keyin nisbatan uzoq vaqt davom etishi mumkin. Nurlanish davomiyligi turli lyuminessent moddalar uchun turlichadir: soniyaning milliardlar ulushidan (alohida atom va molekulalar uchun) to soatlar va hattoki bir necha sutkagacha (kristallofosforlar uchun) davom etishi mumkin.

Lyuminessent tahlil usuli jarayon holatidan kelib chiqib, qo'yidagicha sinflanadi.

I. Nurlanuvchi modda tabiatiga qarab:

- a) atomlar lyuminessensiyasi
- b) molekulalar lyuminessensiyasi
- v) qattiq jism lyuminessensiyasi

II. Lyuminessensiya jarayoni tabiatiga qarab:

- a) fluoressensiya
- b) sekinlashgan fluoressensiya
- v) fosforenressensiya

III. Qo'zg'alish energiyasi manbaiga qarab:

1. **Fotolyuminessensiya (fluoressensiya)** - yorug'lik yoki nurlanish energiyasini yutilishi natijasida hosil bo'ladigan nurlanish.
2. **Katodolyuminessensiya** – yuqori tezlikda harakatlanayotgan elektronlar, bombardimoni natijasida hosil bo'ladigan nurlanish.
3. **Rentgenolyuminessensiya**
4. **Radiolyuminessensiya**
5. **Ionolyuminessensiya**

6. Alfa-lyuminessensiya

7. Elektrolyuminessensiya

3. **Xemilyuminessensiya** - kimyoviy jarayonlar natijasida hosil bo'ladigan nurlanish.

4. **Tribolyuminessensiya** - ishqalanish natijasida hosil bo'ladigan lyuminessensiya nurlanishi.

Lyuminessensiya turlari qo'zg'alish energiyasi xarakteri, nurlanish davomiyligi va lyuminessensiyalovchi moddaning kimyoviy xususiyatlari bilan aniqlanadi.

Barcha lyuminessensiyalanuvchi moddalar umumiy *lyuminiforlar* nomi bilan ataladi. **Lyuminofo** lotincha **lumen** — nur va grekcha **phoros** — tashuvchi ma'nosini anglatadi. Qo'zg'alishiga qarab ular fotolyuminofoforlar, rentgenolyuminofoforlar, radiolyuminofoforlar, katodolyuminofoforlar, elektrolyuminofoforlarga farqlanadi. Ayrim **lyuminofoforlarni aralash turi ham uchraydi** (M, ZnS·Cu foto-, katodo- i elektrolyuminofoforom hisoblanadi). Odatda *neorganik nurlanuvchi moddalar lyuminiforlar deb, organik nurlanuvchi moddalar esa organolyuminofoforlar deb ataladi.*

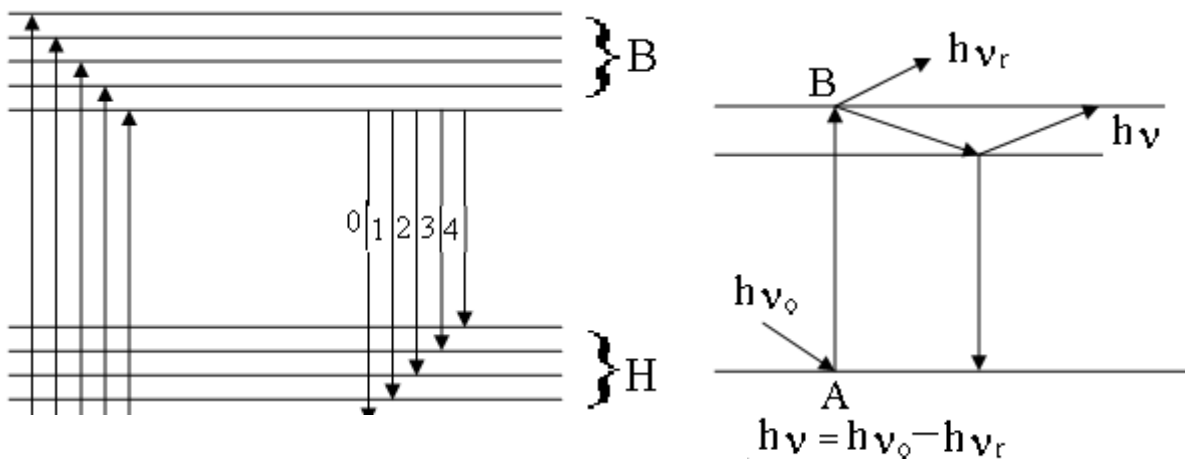
Agar fluoressensiya hosil bo'lishida kristallar ishtirok etsa, bu tur nurlanish **kristallofosfor nurlanish** deb ataladi.

Lyuminofoforlarni tahlil uchun ishlatilishi ko'p qirralidir. Lyuminessensiya rangiga qarab turli moddalarni aniqlash mumkin (sifat tahlil), buni tog' jinslarni tarkiblarga ajratishda, shisha, surtma moylar sifatini aniqlashda, ifloslanishni aniqlashda, tibbiyotda, qishloq xo'jaligida ishlatiladi. Masalan, sifati yaxshi va buzilayotgan don o'zidan turlicha nurlanish chiqaradi. Ko'pgina organik preparatlarni ham bir-biridan ajratish mumkin.

Lyuminessent mikroskopiyaning metal quymalarida defektlarni aniqlash uchun ishlatiladi. Detal yuzasiga lyuminessensiyalanuvchi mineral moy suriladi. Bu moy detal yorig'larida o'rnatilib mineral moyni detal yuzasidan olib tashlaganda ham darzlarda orasida saqlanib qoladi va lyuminessensiyalanadi.

Lyuminessensiyaning hosil bo'lishi.

Analitik tajribada tahlil qilinayotgan eritmalar va kristallofosforlarni ultrabinafsha yorug'likda nurlanishi - fluoressensiya moddalar tahlilida keng qo'llaniladi. Oddiy ko'rinishda lyuminessensiyani uyg'onishi va nur sochishni quyidagi sxema chizma **holida** ko'rsatish mumkin, bu erda N - 0, 1, 2, 3, 4 tebranuvchi kichik qavatlariga ega bo'lgan atom asosiy holati (normal darajasi) V- 0,1, 2, 3, 4 tebranuvchi kichik qavatlariga mos kelgan atomning uyg'onish (darajasi) holati.



Yuqoriga yo'nalgan o'qlar elektronlarni yorug'lik kvantini yutganida yoki nurlangandagi o'tish yo'nalishini ko'rsatadi, o'qlar uzunligi to'lqin chastotasiga to'g'ri proporsional yoki to'lqin uzunligiga teskari proporsional.

N qavatdan V_0, V_1, V_2, V_3 va V_4 qavatlariga o'tish yorug'lik absorbsiyasi (yutilishi) natijasida ro'y beradi. So'ngra $10^{-9} - 10^{-8}$ soniya vaqt davomida elektronlar tebranishi kichik qavatlarida qayta taqsimlanib, elektronlarning ehtimolligi katta bo'lgan V_0 qavatdan N_0, N_1, N_2, N_3 va N_4 kichik qavatlariga o'tishi natijasida yorug'lik kvantlarining nurlanishi ro'y beradi.

Fluoressensiya spektrining to'lqin uzunligi yutilish spektriga nisbatan kattaroqdir. Elektronlarning normal qavatdan uyg'ongan qavatga va teskari qaytib o'z qavatiga o'tishi boshqa kichik qavatlarida ham amalga oshishi mumkin. Natijada yutilish spektriga nisbatan uzunroq to'lqinlar tomoniga surilgan keng strukturasisiz flyuouressensiya spektri hosil bo'ladi.

Stoks - Lommel qonuni – fluoressensiyalanish nuri spektrini maksimumi tushayotgan nur spektri maksimumiga nisbatan doimo uzun tulqinlar tomon siljigan bo'ladi.

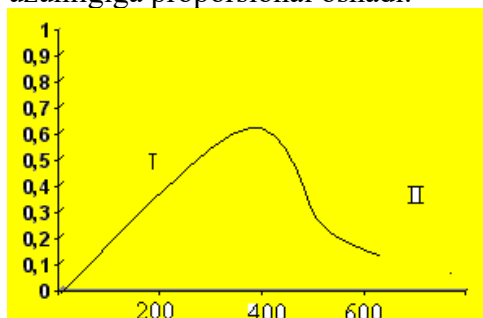
Ultra-binafsha nurlanishni yutib, fluoressensiyalanadigan moddalar turli rangda fluoressensiyalanishi, mumkin. Masalan: ko'k yorug'lik bilan uyg'onadigan moddalar och binafsha rang taratmasdan balki, yashil-sariq qizil, ya'ni spektrning uzun to'lqin qismida joylashgan yorug'lik taratishi mumkin. YUtilish spektrining maksimumi va lyuminessensiya spektrining maksimumi orasidagi masofa farqi **Stoks siljishi** deb ataladi. Stoks siljishi qancha katta bo'lsa, lyuminessent usuli bilan moddalarni aniqlash ishonchliligi shuncha katta bo'ladi.

Nurlanish va yutilish spektrlari ko'p moddalar qatori uchun bir-biriga aks o'xshashdir (Levshin qoidasi). Lekin, yutilish va nurlanish spektrlarining aks simmetriyasi murakkab molekulalarda ayon bo'lib, oddiy molekulalarda ko'rinmaydi. Lyuminessensiya uyg'otuvchi yorug'lik intensivligi va lyuminessension nurlanish intensivligi orasida aloqa bor. Lyuminessensiyadagi uyg'otuvchi energiyani lyuminessensiya nurlanishiga o'tish qiymati V_e energetik chiqish bilan xarakterlanadi. V_e - qiymati E_l lyuminessensiya nurlanish energiyasining E_v yutilgan nurni uyg'onish energiyasi nisbatiga tengdir.

$$V_e = \frac{E_l}{E_v} \quad (1)$$

V_e modda uchun qancha katta bo'lsa, analitik uslubning sezgirligi shuncha katta bo'ladi.

S.I.Vavilov lyuminessensiyaning energetik chiqishini uyg'otuvchi yorug'likning to'lqin uzunligiga bog'liqligini aniqlagan. Bu bog'lanish grafik ko'rinishga ega va quyidagicha ta'riflanadi: lyuminessensiyaning spektrining qisqa to'lqinli qismida uyg'otilganda energetik chiqish kattaligi uyg'otuvchi yorug'likning to'lqin uzunligiga proporsional oshadi.



Yorug'lik to'lqin uzunligining ma'lum bir spektral oraliqda oshishida chiqish doimiy (bir xil I) bo'ladi, nurlanish va yutilish spektrlari ustma-ust tushgan oraliqda esa keskin (II) kamayadi. Energetik chiqishning to'lqin uzunligiga proporsionalligini ko'rsatuvchi chiziq bo'lagini quyidagicha tenglama bilan ifodalash mumkin.

$$V_e = a\lambda_v \quad (2)$$

$$\text{SHu vaqtda } V_e = \frac{\lambda_v}{\lambda_l} \cdot V_k \quad (3)$$

V_k – lyuminessensiyaning kvant chiqishi

(3.2) va (3.3) tenglamalarni birlashtirib va lyuminessensiya lanuvchi moddani ma'lum to'lqin uzunligi nurlanishini bilgan holda quyidagi tenglamani hosil qilamiz.

$$V_k = L \cdot \lambda_l = \text{const} \quad (4)$$

Demak, lyuminessensiyaning kvant chiqishi V_k lyuministensiyani uyg'otuvchi yorug'lik to'lqin uzunligining ma'lum bir qiymatgacha oshguncha doimiy bo'ladi va lyuminessensiya spektri ushbu modda spektrining qanday bo'lagi bilan uyg'otilayotganiga bog'liq bo'lmaydi. Agar molekulalar uyg'otilishi katta kvant energiyasiga ega bo'lgan ultrabinafsha nurlanish orqali hosil bo'lsa, yutilgan kvant energiyasining ortiqcha qismi (nurlangan Kvant energiyasiga nisbatan) molekulalararo tebranishlarga, ya'ni issiqlik energiyasiga sarf bo'ladi.

Egri chiziq bo'lagi, lyuminessensiya energetik chiqishining keskin kamayishini ko'rsatadi. Lyuminessensiya chiqishini kamayishiga olib keluvchi jarayonlar **lyuminessensiyaning so'nishi** deyiladi. U quyidagi hollarda sodir bo'ladi:

Lyuminissensiyaning so'nishi

Turli omillar ta'sirida modda chiqaradigan shulaning intensivligi kamayadi. Bunday xodisaga lyuminissensiyaning so'nishi deyiladi. Eritmalar konsentratsiyalari oshganda lyuminissensiya oldin oshadi, muayyan qiymatdan so'ng to'g'ri chiziqli oshish kuzatiladi, katta konsentratsiyalarda esa u keskin kamayadi. Bunday hol lyuminissensiyaning konsentratsion so'nishi deyiladi. Lyuminissensiya so'nish ikki turga ajraladi: lyuminissensiya so'nishining birinchi turiga hatto molekular qo'zg'atilmagan holatda bo'lganda ham uning ichki qayta guruxlanishi kiradi. Bunday **holda** lyuminissensiyaning so'nishi shulalanishining davomiyligi bilan bog'liq bo'lmasdan, u kiyoviy reaksiyalar natijasida shulalanuvchi moddaning shulalanmaydigan moddaga aylanishi bilan bog'liq. Bunda yutilish va lyuminissensiya spektrlarining o'zgarishini ko'riladi. Lyuminissensiyaning ikkinchi tur so'nishida yutilish va lyuminissensiya spektrlari o'zgarmaydi. Ikkinchi tur so'nish tashqi ta'sirlar oqibatida yangi modda hosil bo'lishi bilan yuzaga keladi. Ko'pchilik hollarda lyuminissensiya so'nishining sabablari ma'lum emas. Lyuminissensiyaning so'nishi konsentratsiyadan tashqari, harorat, rN va boshqalar ta'sir qilishi mumkin.

Konsentratsion so'nish

Lyuminissensiyaning energetik chiqishi lyuminissensiyalovchi moddaning kichik konsentratsiyalarida uning eritmada tarkibiga proporsionaldir va bu miqdoriy lyuminessent tahlil uchun ishlatilishi mumkin. Lekin lyuminessent modda konsentratsiyasi oshishi bilan nurlanish yorqinligi kuchaymay aksincha susayadi. Moddaning ma'lum bir konsentratsiyasida lyuminissensiyani to'liq o'chishi kuzatiladi. SHunday qilib, turli lyuminessent moddalar uchun konsentratsion to'siq mavjud bo'lib, bu to'siqdan Yuqorida nurlanish kuzatilmaydi. Ko'pchilik lyuminessent moddalar uchun konsentratsion to'siq $1 \cdot 10^{-4}$. $1 \cdot 10^{-3}$ mol konsentratsiyalar oraliqida bo'ladi.

Konsentratsiya oshishi bilan zarrachalar orasidagi o'zaro ta'sir ham osha boradi. Buning natijasida nurlanish uyg'ongan molekular ortiqcha energiyalarini boshqa molekularga uzatadi. Molekularning energetik qavatlari o'zgaradi, bu qavatlar orasida nurlanishsiz o'tishlarga sabab bo'ladi. Konsentratsion so'nish teskari xususiyatga ham egadir: eritmalar suyultirilganda nurlanishni qaytadan kuzatish mumkin.

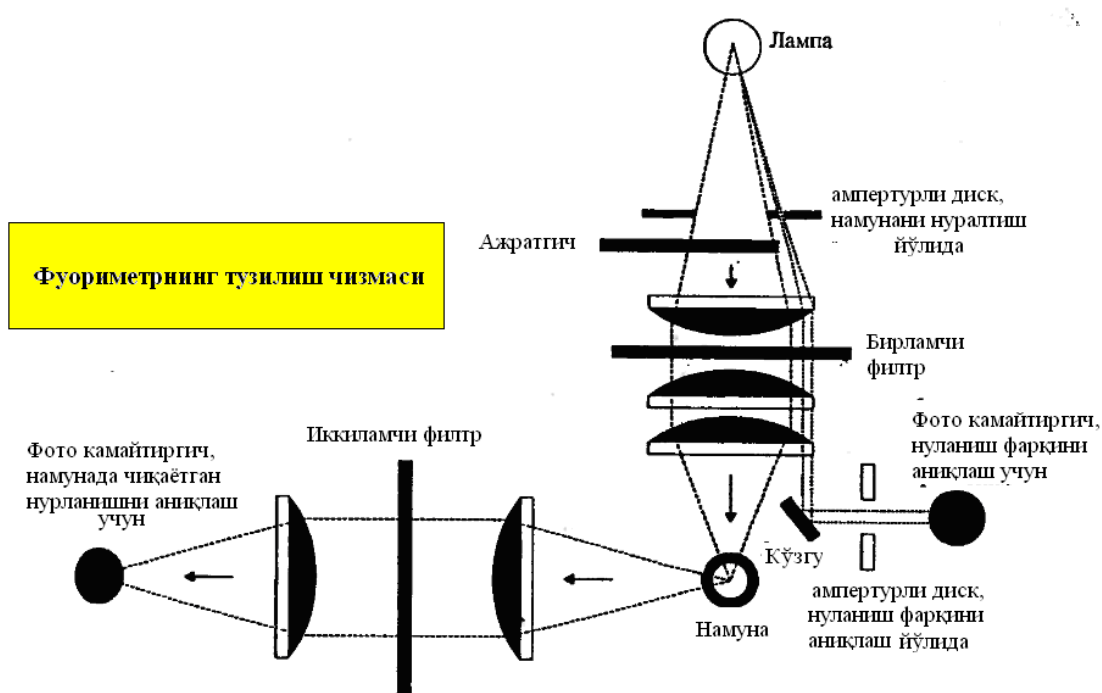
Harorat ta'sirida so'nish. Haroratning oshishi organik molekular va kristallofosforlarda kuzatiladigan lyuminissensiyaning intensivligini kamaytiradi, chunki harorat oshishi bilan erituvchining qovushqoqligi kamayadi, molekularning tebranish energiyasi ortadi, molekular orasidagi bog'lanishlar susayadi va molekula normal nurlanmagan holatga o'tishi mumkin.

Ba'zi bir organik moddalar past haroratdagi eritmalarda lyuminissensiyalanmay, muzlash harorati atrofida lyuminissensiyalanadi. Harorat o'zgarganida uyg'ongan kristallofosforning nurlanishi, elektronlarning kristall panjara orasidan o'tishlari sababli, bir necha maksimumga ega bo'ladi.

Lyuminissensiyani qo'shimchalar ta'sirida so'nishi. Lyuminissensiyalanuvchi eritmalar ba'zi bir moddalarni qo'shilishi natijasida lyuminissensiyani so'nishi kuzatiladi. Bunday moddalarni lyuminissensiyani so'ndiruvchilar deyiladi. Bunday moddalarda lyuminissensiyani so'ndirilish, ya'ni mahsulotlar hosil bo'lishi va so'ndiruvchining uyg'ongan molekulasining energiyasi uzatilishi hisobiga hosil bo'ladi. So'nish ko'p jihatdan erituvchiga bog'liq. Lyuminissensiyalanuvchi birikmalar uchun elementar yod, temir, mis, kumush ionlari aktiv so'ndiruvchi bo'ladi. Kislorodning so'ndiruvchilik xususiyati aromatik birikmalarga nisbatan kuchli namoyon bo'ladi. Azot oksidini ham so'ndirish kuchi jihatidan kislorod bilan tenglashtirish mumkin. Azot, argon va ba'zi bir boshqa inert gazlar lyuminissensiyaga ta'sir ko'rsatmaydi, balki energiyani issiqlikka o'tishini oldini oladi.

FLUORIMETRLAR VA ULARNING TUZILISHI

Analizator FLYUORAT-02-3M



Сифат lyuminessent tahlili

Neorganik va organik moddalarni aniqlash uchun sifat tahlilida xususiy lyuminessensiyalanish ishlatiladi. Ultrabinafsha yorug'likda erigan holatda, neorganik birikmalardagi Fe, Sn, Sb, Rb, Vi, Zn va boshqa og'ir metallar tuzlari lyuminessensiyalanadi. Seriy guruxiga kiruvchi lantanoidlar 3 razryadli samariy, evropiy, gadoliniy, terbiy va diproziy ionlari yorqin lyuminessensiyalanadi.

Organik molekulalar ham xususiy lyuminessensiyaga ega. Masalan: vazelin moyi - och binafsha rang, parafin och moviy, kanifol och ko'k, qarag'ay mumi sariq tovlanuvchi to'q yashil, mineral moy och ko'k, tozalangan asfalt to'q yashil yoki jigar rang nur taratadi.

Ko'pgina vitaminlar, parafinlar, adrenalın va bir qator kanserogen moddalar xususiy lyuminessensiyalanish xususiyatiga egadir.

Sifat tahlilida reagentning aniqlanuvchi modda ta'sirida lyuminessensiya rangini o'zgartirishi yoki lyuminessensiyani so'ndirishda foydalanish mumkin. Ko'plab suvli eritmalarida lyuminessensiyalanmaydigan kationlar organik reagent molekulası bilan birikma hosil qilganida lyuminessensiya nurlanishi yoki lyuminessensiyani rangi o'zgarishi kuzatiladi. Natriy ioni sinkuranilatsetat bilan yashil sariq lyuminessensiya beradi. Berilliy Morin bilan yorqin yashil rangli lyuminessensiya hosil qiladi. Ko'p kationlar 8-oksixinolin bilan o'ziga yarasha lyuminessensiyaga ega-birikma hosil qiladi.

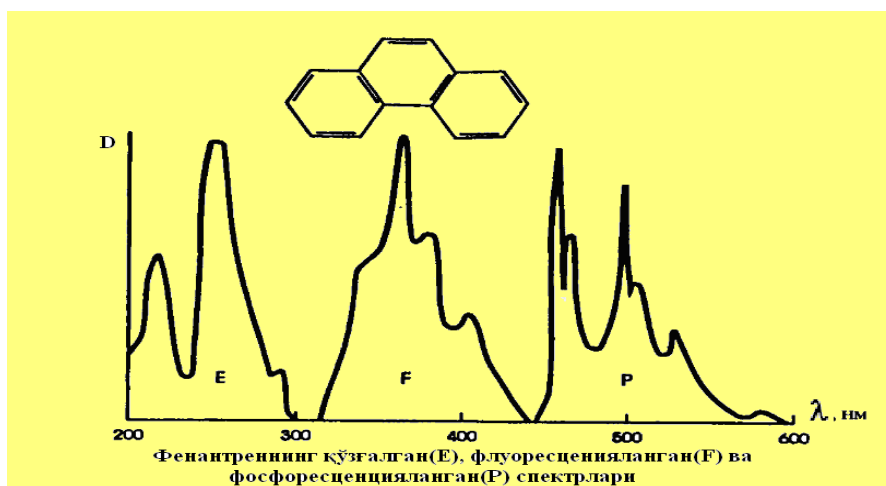
Ko'pgina moddalar kristal holatda lyuminessensiyalanishga ega emas. Ularga boshqa element atomlarini (aktivatorlar) qo'shib kirgizilganda o'ziga xos lyuminessensiya hosil bo'ladi.

Bunday moddalar kristallofosforlar deb ataladi. Kristallofosfor lyuminessensiyasi intensivligi orqali izlanuvchi kationni aniqlash usuli ishlab chiqilgan. Ko'pchilik elementlar kalsiy oksidi asosidagi xarakterli lyuminessensiyaga ega bo'lgan kristallofosforlar hosil qiladi.

Ko'pgina hollarda, moddalarni aniqlashda lyuminessensiyani oddiy kuzatish bilan cheklanish mumkin. Bir necha lyuminessensiyalovchi moddalar aralashmasi bo'lganda sifat tahlili murakkablashadi. Bu holda svetofiltrlar ishlatiladi yoki xromatografik ajratiladi.

CaO asosidagi kristallofosforlar lyuminessensiyalanish xarakteristikasi

Aktivator	Lyuminessensiya Rangi	Aniqlanuvchi minimum	Suyultirish chegarasi
Bi^{+3}	Ko'k binafsha	2	$1:1 \times 10^{-5}$
Pb^{+2}	Och havo rangdan to binafshagacha	1	$1:1 \times 10^{-5}$
Ti^{+}	Sariq yashil	2	$1:1 \times 10^{-5}$
Se^{+2}	Qizil	4	$1:1 \times 10^{-5}$
Te^{+2}	Qizil	4	$1:1 \times 10^{-5}$



Miqdoriy lyuminessent tahlil

Miqdoriy aniqlashlarda lyuminessensiya intensivligini aniqlanuvchi modda konsentratsiyasiga bog'liqligidan foydalaniladi. Miqdoriy tahlilning asosiy sharti yutilgan energiyani etarli darajada to'liq lyuminessent nurlanishga o'tishidir. Flurimetrik o'lchashlar vizual, hamda mahsus asbob – flurimetrlar yordamida amalga oshiriladi.

Mikro qo'shilmalarni fluorimetrik usul bilan aniqlash.

Usul moddani tahlilga tayyorlash va nurlanish intensivligini baholashdan iboratdir. Usul yuqori sezgirlikka ega bo'lganligi sababli kimyoviy yoki maxsus toza reagentlar qo'llanilishi lozim. Ko'p hollarda reagentlar qayta kristallanish, xaydash, ekstraktsiya, xromatografiya usullari bilan qo'shimcha tozalanadi. Toza moddalarni polietilen yoki kvars idishlarda saqlash tavsiya etiladi. Foydalaniladigan suvning sifatiga alohida e'tibor berilishi kerak. Ko'p hollarda ultrabinafsha yorug'likda uyg'otilgan lyuminession nurlanish intensivligi va rangini vizual taqqoslash lyuminessent tahlili uchun etarlidir.

Tahlil qilinayotgan eritma nurlanish intensivligi bilan standart eritmalar intensivligi taqqoslanadi. Buning uchun o'rganilayotgan modda eritmasi va bir necha standart, tarkibi aniq eritmalar tayyorlanadi.

Barcha eritmalarga mos keluvchi reagentlar qo'shiladi va lyuminessent birikma hosil bo'lishi lozim bo'lgan vaqt o'tgandan so'ng, tekshirilayotgan eritmaning lyuminessensiya intensivligini etalon

eritmaniki bilan solishtiriladi. SHunday qilib olingan qism tekshiriluvchi eritmada yot modda miqdori aniqlanadi. YOt modda miqdori X foizlarda quyidagi formula bilan hisoblanadi.

$$X = \frac{S \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot V_2} \quad (5)$$

Bunda S - yot modda konsentratsiyasi, m - tekshiriluvchi modda massasi, V_1 - eritma hajmi (tekshiriluvchi modda eritilgan), V_2 - olingan alikvot qism eritma hajmi.

Fluorimetr yordamida nurlanish intensivligini o'lchashda graduirlangan grafik yoki qo'shimcha qo'shish usulidan foydalaniladi. Agar tekshirilayotgan eritmada yot moddalar yoki yuqori konsentratsiyadagi tuzlar orqali lyuminessensiyani o'chishi sodir bo'lmasa, graduirlangan grafik ishlatiladi. Grafikni tuzish uchun yot moddaning aniq konsentratsiyali qator standart eritmalarining lyuminessensiya intensivligi o'lchanadi. Graduirlangan grafikni tuzishdagi moslama sezgirligi lyuminessensiyalanuvchi etalon eritmalar yoki oynalar orqali belgilanadi. Agar tekshiriluvchi eritmada lyuminessensiyani qisman o'chiruvchi yot moddalar bo'lsa, qo'shimcha qo'shish usulidan foydalaniladi. Tekshiriluvchi eritma teng ikki qismga bo'linadi. Ulardan biriga tekshiriluvchi komponentning ma'lum miqdoriga lyuminessensiyalanuvchi kompleks hosil bo'lishi uchun etarli reagent qo'shiladi. SHu bilan barobar, tekshiriluvchi komponentsiz nazorat tajribasi qolgan hamma reagentlari bilan o'tkaziladi. Tekshiriluvchi komponent miqdorini foizlarda quyidagi formula yordamida hisoblanadi.

$$X = \frac{\Delta S (J_x \cdot J_0) V_1 \cdot 100}{m \cdot (J_{\Delta s} - J_x) V_2} \quad (.6)$$

Bunda

J_x -tekshiriluvchi eritma lyuminessensiyasining nisbiy intensivligi

$J_{\Delta s}$ - qo'shimchali tekshiriluvchi eritma lyuminessensiyasi ning nisbiy intensivligi,

J_0 - nazorat uchun olingan tajriba lyuminessensiyasining nisbiy intensivligi,

ΔS - qo'shimcha massasi,

V_1 -tekshiriluvchi modda eritilgan eritma hajmi,

V_2 -tahlil uchun olingan alikvot qism eritma hajmi

m -tekshiriluvchi modda massasi.

Lyuminessensiyalanuvchi indikatorlarni qo'llab titrlash

Lyuminessensiyalanuvchi indikaitorlarning oddiy indikatorlardan farqi shundaki, ular xira va rangli eritmalar tahlilida ishlatilsa nur ta'siridan va rN-muhit o'zgarishi asosida rangi aniqlanadi. Bunda oddiy indikator o'tish rangi sezilmasa ham, lyuminessensiyalanuvchi indikatorning nurlanishi esa yaqqol ko'zga tashlanadi. Lyuminessensiyalanuvchi indikatorlar neytrallanish, kompleks hosil qilish, oksidlanish -qaytarilish reaksiyalarida ham ishlatilishi mumkin.

Lyuminessensiyalanuvchi indikatorlar

Indikator	rN-o'tishi	Rangi
Salitsil kislota	3,0-3.5	Rangsiz to'q ko'k
Fluorissent	3,8-6,1	Rangsiz yashil
Dixlofluorescent	4.0-6,0	Rangsiz yashil
Akridin	4,8-5.0	YAshil och pushti
Xromatrop kislota	6,0-7.0	Rangsiz ko'k
Magniy 8-oksixinolin	7.0-7,2	Rangsiz tilli sariq
Kumar kislota	7,2-9.0	Rangsiz yashil
Akridin zarg'aldoq	8,4-10,4	Rangsiz sarg'ish yashil

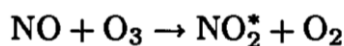
Xemilyuminessensiya. Kimyoviy reaksiya energiyasi natijasida molekula va atomlarning shulanish xodisiga **xemilyuminessensiya** deyiladi. Ko'pgina ekzotermik reaksiyalarda issiqlik energiyasi bilan bir qatorda yorug'lik energiyasi ham ajraladi. Bu xodisaga xemilyuminessent aniqlashning negiziga qo'yilgan. Ajraladigan energiya 170k J/mol dan bo'lganda xemilyuminessensiya kuzatiladi. Xemilyuminessent reaksiyani sxematik tarzda quyidagicha tasvirlash mumkin.



Ushbu reaksiya bilan bir vaqtda nurlanishsiz yo'qolishi ya'ni bo'lishi ham mumkin



Havo tarkibidagi NO ni aniqlashda O₃ dan foydalaniladi.



Xemilyuminessensiyaning intensivligi xemilyuminessent reaksiyaning tezligiga (V) bog'liq:

$$J = \eta \cdot V \text{ yoki } \frac{d\varepsilon(h\nu)}{dr} = 6,02 \cdot 10^{23} \eta \frac{dc}{dr}$$

Bu tenglamada mutanosiblik koeffitsenti η xemilyuminessensiyaning kvant unumini tashkil etadi:

$$\eta = N_l / N_o$$

N_o – shu'lanuvchining umumiy molekular soni,

η - mutanosiblik koeffitsenti ayrim biokimyoviy reaksiyalar uchun 1 ga yaqinlashadi, ko'pchilik boshqa hollarda u bir necha o'n foizdan oshmaydi.

Xemilyuminessent reaksiyalarning mexanizmi juda murakkab, ularda komplekslanish, katalik va radial reaksiyalarning ahamiyati katta. Xemilyuminessent reaksiyalardan oksidlanish-qaytarilish, komplekslanish reaksiyalari va qo'zg'otilgan molekularni o'rganishda foydalaniladi. Bu usul $10^{-10} - 10^{-4}$ g/ml miqdordagi moddalarni 5 ml eritmadan aniqlash imkonini beradi.

Kimyoviy lyuminessent tahlil- fluorimetriya usuli aniqlanuvchi modda uchun etarli darajada sezgir va tanlovchi fotometrik usullar bo'lmaganda qo'llaniladi. Metall ionlari ularning suvli eritmalaridagi fluoressensiyalovchi komplekslar orqali yoki organik erituvchilar bilan ekstraksiya qilingandan keyin hamda kristallofosforlar nurlanishi intensivligi yordamida aniqlanadi.

Lyuminessent usulining sezgirlik chegarasi fotometrik tahlilga nisbatan pastroqdir. Aniqlanish chegarasi $10^{-5} - 10^{-8}$ g/ml. **Masalan:** berilliyning Morin bilan fluoressensiyalovchi birikmasi hattoki 2×10^{-9} g/ml, berilliy va $1 \cdot 10^{-11}$ g uranni eritilgan tuzlarda aniqlash imkoniyatini beradi.

Yorug'lik rangi muxitga, ya'ni erituvchiga bog'liq bo'lgan ko'plab organik lyuminessensiyalovchi indikatorlar ma'lum.

Lyuminessent xromatografiya

Lyuminessent xromatografiya xromatografik va lyuminessent usullarining o'zaro birga qo'llanilishiga asoslangan. Bunda bitta xromatogrammada tekshiriluvchi aralashmadagi qator komponentlarni bir universal reagent qo'llab aniqlash mumkin bo'ladi. Ko'p moddalar toza holda lyuminessensiyalanmasa ham adsorbsiyalangan holatda xromatografik holatda lyuminessensiyalanishi mumkin. Masalan: sellyuloza qog'ozida aminokislotalar lyuminissensiyalanish xususiyatiga ega.

9-MA'RUZA. XROMATOGRAFIK TAHLIL USULLARI HAQIDA UMUMIY MA'LUMOTLAR. XROMATOGRAFIYANING RIVOJLANISH TARIXI VA SINFLANISHI.

Ma'ruza rejasi:

1. Xromatografiya turlarini kimyo va farmatsevtikani rivojlanishidagi ahamiyati.
2. Xromatografiyaning rivojlanish tarixi va dunyo olimlarining xromatografiyaning rivojlanishiga qo'shgan xissalari.

3. Xromatografiya usullarining sinflanishi.

1. fazalarni agregat xolati bo'yicha.
2. qo'zg'almas faza bilan tekshiriluvchi modda o'rtasida sodir bo'ladigan o'zaro ta'siri.
3. fazalarni o'zaro harakatlanishi.
4. xromatografiya jarayonini olib borishda qo'llaniladigan moslamalar bo'yicha.
5. xromatografiya jarayoni maqsadi.

Tayanch so'z va iboralar: *Xromatografiya, Qo'zg'aluvchi faza, qo'zg'almas faza, sorbent, start chizig'i, front chizig'i.*

Xromatografiya - kimyoviy tahlilning zamonaviy usullariga talluqlidir. Bu usulning ahamiyati juda katta. Xromatografiya tabiatda moddalarni o'zgarishlarini o'rganishga, atmosferada va tabiiy suv xavzalarida iflosliklarni aniqlashga yordam beradi. Dori turlarini ishlab chiqarish, tadbiiq qilishda hamda odam a'zosida moddalarni parchalanishi aniqlashda qo'llaniladi. Xromatografiyani rivojlanishi analitik kimyoning uslublarini ishlab chiqish bilan bog'liq. Xromatografiya o'zining soddaligi, tezkor va oddiyligi tufayli toksikologik kimyo va biologik kimyoda qo'llaniladigan analitik usullardan eng ko'p tarqalgan usuldir. Farmatsevtik preparatlarni tahlil qilishda, sintezning oraliq va oxirgi xosil bo'lgan maxsulotini tadbiiq etishda, dorilarni barqarorligini aniqlashda va tabiiy moddalarni tahlil qilishda bu usul boshqa usullardan ustundir.

Xromatografiyaga 1903 yili rus botanigi M.S.Svet chop etgan "Adsorbsion xolatlarining yangi ilmiy tushunchalari va ularni biokimyoviy tahlilda qo'llash" nomli tadqiqotlari asos bo'ldi. Shuning uchun 1903 yil xromatografiya usulining tashkil topishining boshi deb hisoblanadi. O'zi tavsiya etgan xromatografik usulning asoslarini ta'kidlar ekan, Svet "Aralashgan eritmalarini adsorbent ustunidan filtrlarda pigmentlar har xil rangdagi aloxida zonalarga ajraladilar. Spekrtdagi yorug'lik nurlari kabi murakkab pigmentning tarkibiy qismlari (komponentlari) adsorbent ustunida qonuniyatga binoan birin – ketin ajraladi va sifatini aniqlashga qulay xolatga o'tadi. Ushbu rangli preparatni "Men xromatogramma deb nomladim, bu usulni esa tahlilining xromatografik usuli, deb atadim" deb yozgan edi. Bu jumlaning M.S.Svet tahlil qilayotgan komponentlarning tanlangan adsorbentga nisbatan xususiyatlariga asoslangan adsorbsion xromatografik usulning aniq va ravshan ifodasini berdi.

M.S. Svet kashf etgan usul ko'pincha bunday xollarda bo'lgani kabi, uning zamondoshlari tomonidan qabul qilinmadi va uzoq yillar qo'llanilmadi. Ammo shu yillar adsorbsiya sohasida N.D.Zelenskiy, N.A. SHilova, M.M.Dubinina, L.K. Lepin, K.V.CHmutova va M.L.CHepelevskiy tomonidan olib borilgan ilmiy izlanishlar xromatografiyani rivojlanishiga asos yaratdi. 1931 yilda R.Kun, A.Vintershteyn, E.Lederlar Svet usuli bilan karotindan λ va β - karotinlarni ajratib olib, bu usulni qanchalik qimmatli ekanligini namoyish etishdi. M.S.Svet tekshirilayotgan moddalar eritmasini va qo'zg'aluvchi faza naychaga joylashgan adsorbent ustunidan o'tkazgan. SHu sababli bu usul ustunli xromatografiya nomini olgan (kolonkali xromatogra-fiya).

1938 yilda N.A.Izmaylov va M.S. SHraybu Svet taklif etgan usul shaklini o'zgartirishni, yani moddalar aralashmasini yupqa sorbent qatlami bilan qoplangan plastinkada ajratishni taklif qilishdi. SHunday qilib, moddalarni mikromiqdorini tahlil qilish imkonini beruvchi yupqa qatlamli xromatografiya usuli vujudga keldi.

1941 yilda Martin va Sindjlar moddalarni bo'linishini asosiga tahlil qilayotgan moddalarni ikkita o'zaro aralashmaydigan suyuqliklarga nisbatan taqsimlanish koeffetsenti har xilligi asosida taqsimlanish xromatografiyasini kashf etishlari xromatografiyani keng rivojlanishiga turtki bo'ldi. Qo'zg'almas fazani ushlab turuvchi sifatida qog'oz qo'llanma boshlangandan so'ng taqsimlovchi xromatografiya keng qo'llaniladigan bo'ldi, ayniqsa oqsil moddalarni tadbiiq etishga uning ahamiyati katta bo'ldi.

1947 yilda T.V.Gapon, E.N. Shemyakin ilk bor eritmada ionlar aralashmasini xromatografik usul bilan ajratdi va buni sorbent va eritmada ionlarning roasidagi almashinuv reaksiyasi deb izohladi. SHunday qilib, xromatografiyaning yana bir yo'nalishi ion almashinuv xromatografiyasi kashf etildi.

1948 yilda E.N. Gapon va T.V.Gaponlar M.S.Svet tomonidan qiyin eriydigan cho'kmalarni eruvchanlik xususiyatlariga asoslangan xolda moddalar aralashmsini xromatografik usul bilan ajratish mumkinligi haqidagi qilingan bashoratini ro'yobga chiqarishdi. SHunday qilib, cho'ktiriluvchi xromatografiya kashf etildi.

1951 yilda A.A.Juxovitskiy o'z hamkasblari bilan gazlar aralashmasini ajratish uchun qo'zg'aluvchi faza gaz bilan birga sorbentga va ajratilayotgan aralashmaga harorat maydoni ma'lum bir me'yorda ta'sir qilishni taklif qildilar. Ushbu usul gaz xromatografiyasi deb nomlandi.

Xromatografiya usuli A.Martin va A.Jeyms tomonidan gaz suyuqlik taqsimlanish xromatografiyasi ishlab chiqishgach yangi suyuq qo'zg'almas faza va qo'zg'almas gaz fazasi orasida tahlil qilinayotgan aralashmaning komponentlarini taqsimlanish koeffitsienti har xilligiga asoslanganligi isbotlangandan keyin yana ham ravnaq topdi. Xromatografiyaning ana shu yo'nalishi o'zining universalligi, sezgirligi va selektivligi tufayli juda ham keng qo'llaniladi.

1957 yilda M.Goley sorbentni ingichka nayning ichki qavatiga o'tkazishni, yani kapillyar xromatografiyani taklif qildi. Bu variant ko'p komponentli aralashmani mikromiqdorda tahlil qilish imkonini beradi.

60 yillarda aniq o'lchamli g'ovakchalarga ega bo'lgan ionogen, shuningdek, zaryadlanmagan gellarni sintez qilish imkoni tug'ildi. Bu vaziyat gel – xromatografiyani, yani moddalar aralashmasini ularning gellarga har xil singish xususitlariga asoslanib ajratish usuli – xromatografiyaning yangi yo'nalish vujudga kelishiga turtki bo'ldi. Bu usul har xil molekulyar og'irlikka ega bo'lgan moddalar aralashmasini ajratishga imkon berdi va molekulyar xromatografiya deb nomlandi.

Ammo bu yo'nalishlar tashqi ko'rinishda qanchalik bir-biridan yiroq bo'lmasin M.S.Svet izohdagan umumiy qonunga asoslanadi. Bu ajratilayotgan aralashmaning komponentlari ikki faza orasida biri ustki qavati rivojlangan qo'zg'almas, ikkinchisi esa oqim bo'ylab qo'zg'almas qavatdan filtrlanib taqsimlanishi qoidasidir.

Xromatografiya usulini sinflanishi

Sinflanishga asos qilib har xil xususiyatlarni olish mumkin:

- a) fazalarning agregat xolati bo'yicha.
- b) elementar aktning tabiati bo'yicha.
- v) fazalarning nisbatan qo'zg'ash xususiyatiga asosan.
- g) jarayonni asboblarda bajarilishi bo'yicha.
- d) jarayonni maqsavdi asosida.

Fazalarning agregat xolati bo'yicha sinflanishi

Qo'zg'almas faza qattiq, qo'zg'aluvchan faza suyuqlik yoki gaz bo'lishi mumkin. SHu sababli suyuqlik – qattiq modda yoki gaz – qattiq modda xromatografiyasi bo'lishi mumkin. Bu xromatografiya turi har xil ko'rinishga ega.

Qo'zg'aluvchan va qo'zg'almas fazalar suyuq bo'lsa, suyuqlik – suyuqlik xromatografiyasi deb nomlanadi.

Agar qo'zg'aluvchi faza gaz bo'lsa, u gaz suyuqlik xromatografiyasi deyiladi. Qo'zg'aduvchi faza modda bo'lsa, u xolda bu fazada eriydigan qattiq suyuqlik moddalar tekshirilishi mumkin. Agar qo'zg'aluvchi faza gaz bo'lsa, tahlil qilinayotgan moddalar gaz yoki bug' xolatida bo'lishi lozim.

Elementar aktning tabiati bo'yicha sinflanishi

Qo'zg'almas faza qattiq modda bo'lsa, tahlil qilinayotgan modda (sabat) qattiq faza (sorbent) bilan o'zaro ta'siri yana:

1. adsorbsiya akti – molekulyar adsorbsion xromatografiyasi bo'lishi mumkin.
2. qattiq faza ionlarini eritmalardagi ionlarga almashishi ionalmashuv xromatografiyasi.
3. xromatografik tahlilida qiyin eruvchi moddalarni kimyoviy reaksiyalar natijasida hosil bo'lishi va bir biridan ajralishi cho'ktiruvchi xromatografiyasi.

Suyuq va gazsimon moddalarni molekulyar adsorbsion xromatografiyasi yordamida ajralishi, ajratilayotgan komponentlar aralashmasini va qattiq faza adsorbentini o'zaro bir-biriga mos kelishiga bog'liq. Xromatografiyani bu yo'nalishi rangli klassik yo'nalishdir.

Ionalmashuv xromatografiyasida qattiq faza va eritma ionlari bir-biriga ta'sir qiladi. Eritmadagi ionlar aralashmasining ajralishi qattiq fazaga nisbatan, ularni mos kelish darajasiga bog'liq. Bu xolatda qattiq fazaning moddasi ionlari bilan almashish xususiyatiga ega bo'lishi – ionalmashuvchi yoki ionit bo'lishi kerak. Tahlil qilinayotgan modda faqat eritma xolatida bo'lishi lozim.

Cho'ktiruvchi xromatografiyada ajralayotgan aralashma komponentlarni qattiq faza tarkibidagi cho'ktiruvchi bilan kimyoviy reaksiyaga kirishib, qiyin eruvchi cho'kmalar xosil qiladi.

Agar qo'zg'almas faza suyuqlik bo'lsa, elementar akti tahlil qilinayotgan moddani suyuq fazaning eritmasida erish adsorbsiyasi sodir bo'ladi. Bu xolatda taqsimlanish xromatografiyasi namoyon bo'ladi.

Tahlil qilinayotgan aralashma komponentlarni ajralishi qo'zg'almas va qo'zg'aluvchi faza suyuq fazalar yoki suyuq va gaz xolidagi fazalar orasidagi taqsimlanish koeffitsientlarni turliligiga asoslansa, birinchi yo'nalish suyuqlik – suyuqlik, ikkinchi gaz suyuqlik taqsimlanishi xromatografiyasi deyiladi.

Gel xromatografiyada suyuqlik faza ma'lum o'lchamli g'ovakchalarga ega bo'lgan maxsus sorbent gelda bo'ladi, aralashmaning ajralishi esa uning komponentlarni gel g'ovakchalariga joylanish xususiyati darajasining turliligiga asoslanadi. Real sharoitda doim tahlil qilinayotgan moddalar va qo'zg'olmas faza orasidagi jarayondan tashqari yana bir qator xodisalar kechishi mumkin. Jumladan ionalmashuvidan tashqari ionitda adsorbsiya jarayoni yuz beradi, gaz suyuqlik xromatografiyasida moddani suyuq qo'zg'almas fazada erishdan tashqari gaz va suyuqlik oralig'ida adsorbsiyalanishi kuzatilishi mumkin.

Fazalarga nisbatan qo'zg'alish xususiyatiga asoslangan sinflanish

To'rtta yo'nalish mavjud: elyuent xromatografiyasi, frontal, siqib chiqaruvchi va umumlashtirilgan xromatografik variantlar.

Elyuant xromatografiyasi

Sorbent bilan to'ldirilgan shisha nayni toza yoki gazsimon qo'zg'aluvchan faza V bilan yuviladi. Qo'zg'aluvchi fazani oqimini to'xtatmasdan nayning yuqori qismiga suyuq yoki gazsimon tahlil qilinayotgan aralashmaga (A va V moddalar) yuboriladi. Sorbentni ustiga tushib moddalar shimila boshlaydi va qo'zg'aluvchi fazaning yo'nalishi bo'yicha harakatlanadi. Bu moddalarning harakat tezligi turlichadir. Nayda dastlab qo'zg'aluvchi faza toza xolda chiqadi. So'ng qo'zg'aluvchi faza bilan A moddasi chiqib boshlaydi, u ko'paya borib, keyin nolga tushadi. Keyin naydan yana toza qo'zg'aluvchi faza chiqadi va nixoyat V modda chiqadi. Elyuent usuli xromatografiyaning eng keng tarqalgan usulidir. Uning afzalligi aralashmani komponentlarga to'liq ajralishidir. Kamchiligi esa aralashma moddalarni qo'zg'aluvchi faza moddasi bilan ancha suyulishi va moddaning kalonkadan chiqayotgan konsentratsiyasini pasayishi.

Frontal xromatografiya

Sorbent bilan to'ldirilgan nayni A va V moddalar eritilgan gaz yoki suyuq erituvchi bilan yuviladi. Bunda A – moddasi V ga nisbatan sorbentga shimilish xususiyati pastroqdir. Aralashma sorbent qavatidan tinmay o'tkaziladi. Sorbentning ustki qavatiga tushayotgan A va V moddalar borib E erituvchini naydan siqib chiqarishadi, bu aralashmaning harakat fronti kamroq shimiluvchi A moddasi, so'ng dastlabki aralashma harakatidan iborat. SHunday qilib, sorbent avval kam shimiluvchi A moddasi bilan to'ydiriladi. So'ng V moddasi bilan. Bunday xollarda xromatogramma pog'ona ko'rinishiga ega bo'ladi. Pog'onalarni soni tahlil qilinayotgan aralashma komponentlariga teng bo'ladi. Elyuent xromatografiyasi va frontal xromatografiyalar ikkinchisining aralashmadan toza xolda faqat bitta sorbentga kam shimiluvchi moddani ajratish xususiyati bilan farq qiladi.

Siqib chiqaruvchi usul

Siqib chiqaruvchi usulda aralashma komponentlarini siqib chiqariluv moddasi desorbsiyasi siqib chiqaruvchi moddani eritma oqimiga yuborish bilan amalga oshiriladi. Sorbent bilan to'ldirilgan nayni qo'zg'alish fazasi bilan oldindan yuviladi. So'ng naydan siqib chiqaruvchi modda saqlovchi qo'zg'aluvchi fazani oqim bilan yuboriladi. Frontal usuldan farqi xromatogrammaning har bir pog'onasi aralashmaning komponentiga talluqliligi bilan farq qiladi. Elyuant xromatografiyasida siqib chiqaruvchi usulda eritma aralashma komponentlarini suyultirilmaydi.

Umumlashtirilgan usul

Xromatografik tahlilda qattiq shimiladigan moddalarni yuvishda qiyinchiliklar namoyon bo'lishi mumkin. Bunday xollarda birlashtirilgan usuldan foydalaniladi. Buning ma'nosi shundaki, dastlab elyuent usul qo'llaniladi, bunda naydan kam shimiluvchi moddalar yuvilib chiqadi. So'ng erituvchiga

kuchli shimiluvchi modda qo‘shilib, kam shimiluvchi moddalar yuvib chiqariladi yoki eritmani kuchli shimdiriluvchi modda aralashtirilib, aralashma komponentlarini siqib chiqariladi.

Jarayonni asboblarda bajarilishi bo‘yicha sinflanishi

Xromatografiyani ba’zi bir variantlari asboblarda qo‘zg‘almas fazani joylashishi bilan farq qiladi. Eng tarqalgan varianti, (kolonkali) nayli usuldir. Qo‘zg‘aluvchi faza va tahlil qilinayotgan moddalarni bir – biriga tegishli sorbent zarralarini ustki qavatini aralashma komponentlarini qo‘zg‘aluvchi fazadagi eritmasi bilan yuvilishi va bu moddalarni sorbent qavatlarida ari orasiga joylashishi orqali sodir bo‘ladi.

Suyuqlik – suyuqlik taqsimlovchi xromatografiyani qog‘ozda bajariladigan usuli keng tarqalgan. Qo‘zg‘almas faza ustidan yupqa qog‘oz qatlami qoplanadi, suyuq qo‘zg‘aluvchi faza harakati qog‘ozning kapillyar kuchlari ta’sirida qog‘oz bo‘ylab yo‘nalishida amalga oshiriladi.

Xromatografik jarayonni maqsadi bo‘yicha sinflanishi

1) Analitik reaksiya xromatografiya

Xromatografiyaning katta ahamiyatli tahlil usuli sifatida uni moddalar aralashmasidan ayrim moddani sifat va miqdoriy aniqlashda qo‘llanishi hisoblash kimyoviy reaksiyalar bilan tarkibni aniqlashni oddiylashtirish va sodda birikmalar xosil qilish bilan birga erituvchilar sistkmasida xromatografik jarayonni uyg‘unlashtirib olib borilishi analitik reaksiya xromatografiyasi deyiladi.

2) Preparativ xromatografiya

Ushbu usul analitik kimyodan, shuningdek preparativ xromatografiyadan farq qiladi, hamda xromatografiyaning mustaqil bir varianti hisoblanadi. Preparativ xromatografiyada aralashmalar preparativ maqsadda bir-biridan ajratiladi (qorishmalar xoli toza moddalar olish uchun). Bunday vaziyatda xromatografik asbob uskunaning ishlab chiqarish unumdorligi xamda ajratilayotgan moddaning tozaligi asosiy o‘rinda turadi. Preparativ xromatografiyaning (shuningdek asosiy moddaga qo‘shimcha bo‘lib) saqlanayotgan kam miqdordagi moddaning konsentratsiyasini kupaytirish va butunlay ajratib olish asosiy maqsaddir.

10-MA'RUZA. MODDALARNI XROMATOGRAFIK USULDA AJRALISHINING FIZIK-KIMYOVIY XOSSALARI. QOG'OZ XROMATOGRAFIK TAHLIL USULI VA UNING VARIANTLARI.

Ma'ruza rejasi:

- I. Moddalarni xromatografik usulda ajralishining fizik-kimyoviy asoslari.
 - a) tekshiriluvchi modda bilan sorbent va qo‘zg‘aluvchi faza o‘rtasida sodir bo‘ladigan ta’sir kuchlari, o‘zaro ionli kuchlar, kordinatsion kuchlar, dipol ta’siri, vodorod bog‘lanish, xelat komplekslarni hosil bo‘lishi, disperss kuchlar.
 - b) xromatografik jarayonni, sorbentlarni va erituvchilar sistemasini tanlash.
- II. Qog‘oz xromatografik tahlil variantlari.
 - a) qog‘oz xromatografiyasi ajratish xromatografiya sining bir bo‘lagi.
 - b) qog‘oz xromatografiyasida qo‘zg‘almas faza va unga qo‘yiladigan talablar.
 - v) qog‘oz xromatografiyasining turlari: aylanma (radial) kalonkali xromatografiya.
 - g) qog‘oz xromatografiyasining dori moddalarini taxlil qilishda qo‘llanilishi.

Tayanch so‘z va iboralar: *Qog‘oz xromatografiyasi, ion kuchlar, koordinatsion kuchlar, sorbent, sistema, taqsimlanish koeffitsienti.*

Xromatografik ajratish jarayonining fizik-kimyoviy asoslari

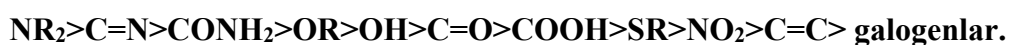
Xromatografiya qilinayotgan moddaga sorbent yoki erituvchilar aralashmasi tomonidan bitta yoki bir necha kuch ta’sir qilish mumkin.

1. Ionli kuchlarning o‘zaro samarali ta’siri.

Bunday kuchlar kuchli nordon yoki kuchli asosli yoki ion almashuvchi sorbentlar bilan xromatografiya qilinayotganda o'z ta'sirini ko'rsatadi. Bunday o'zaro ta'sir birikmalarni anion yoki kation shaklida - organik kislotalarni ishqoriy Al_2O_3 da yoki organik asoslarni silikagelda xromatografiya qilinganda kuzatiladi. Ionli kuchlar ta'sirini kamaytirish uchun yuqori dielektrik o'tkazuvchan katta dipol xolatli (suv, polyar organik erituvchi), molekulari ionlarini zaryadini kamaytirib ionlarni qo'zg'aluvchanligini oshiruvchi erituvchilar aralashmasini qo'llash maqsadga muvofiqdir. Bu aralash malarni kamchiliklari ularni yuqori xromatografik faolligi va ushbu vaziyat ta'sirida molukulada polyar gruppalari aktivligi sababli moddalar yaxshi aralashmasligidadir. SHu boisdan ko'p xollarda ionlar hosil bo'lishini kamaytiradigan sorbent va erituvchilar aralashmasi qo'llanadi.

2. Koordinatsion kuchlar ta'siri.

O'zaro koordinatsion kuchlar, elektron zaryadli atomi bo'lgan (Al, Si, Ca, Mg, Fe va boshqalar) sorbent va bo'linmagan elektron juftli funksional gruppalar yoki atomlar (galogenlar, -O-, -N-, -S-, S=S) orasida kuzatiladi. Koordinatsion kuchlar ta'siri xromatografiya qilinayotgan modda adsorbent yuzasi bilan bog'langan erituvchi molekulasini siqib chiqarishga qodir bo'lganda yuzaga keladi. Funksional gruppalarning koordinatsion kuchlari ta'siri quyidagi qatordagi tartibda kamayib boradi.



Ushbu qator faqat sorbent yuzasi va ba'zi bir funksional gruppalarni o'zaro ta'sir kuchlarini tashkil qiluvchi kuchlardan biri hisoblangan koordinatsion kuchlar uchun ahamiyatlidir. YAkuniy kuch, boshqacha qilib aytganda funksional gruppalarni adsorbsiyalanish xususiyati shu gruppani va adsorbsion markazni hamma o'zaro ta'sir kuchlari yig'indisidan iborat.

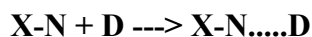
Bu qatorda amin gruppalar sorbent yuzasidan suvni siqib chiqara oladi, lekin nitrogruppalar yoki galogenlarni siqib chiqara olmaydi. Koordinatsion bog'larni hosil bo'lishi va ularni mustaxkamligi xromatografiya qilinayotgan modda molekulasida funksional gruppalarni mavjudligiga, shuningdek sorbent tarkibida tegishli metall atomi bo'lishiga ham bog'liq. SHunday qilib bunday bog'larni hosil qilish xususiyatiga ega qattiq sorbentlarda xromatografiya qilish funksional gruppalar bilan farqlanadigan izomerlarni ajratishda qo'l keladi.

3. Dipollarni o'zaro ta'siri.

Dipollar ta'siri - o'rtacha quvvatli ta'sirlardandir. Bunday o'zaro ta'sirni molekulada barqaror dipol mavjud bo'lganda, molekulada nitril, amid, laktam, karbonil, karboksil, gidroksil, nitrogruppalar, ayrim xollarda galogenlar bo'lganda nazarda tutish kerak. Koordinatsion kuchlar barqaror kuchli dipolli birikmalar spirtlar, ketonlar, galogenga almashgan uglevodorodlar, efirlar aralashmalarda yoki yaqqol dipol xususiyatli qo'zg'olmas fazada xromatografiya qilinayotganda muhim o'rin tutadi. Ba'zi bir jihatdan bunday kuchlar alyuminiy oksidi va silikagelda xromatografiya qilinganda namoyon bo'ladi.

4. Vodorod bog'lari ta'siri.

Vodorod bog'lari ta'siri - moddalarni xromatografik xossalarni belgilovchi asosiy hisoblanadi. Vodorod bog'lari proton sifatida ajralish xususiyatiga ega bo'lgan aktiv vodorodi bor va bo'sh juft elektroni bo'lgan almashinuvchilar orasida vujudga keladi (Lyuis asosi).



N-donori, N.akseptori vodorod bog'i

D - Lyuis asosi, X esa-O, N, F, Cl, S ba'zan S atomlari bo'lishi mumkin.

Bunda vodorod qanchalik kuchsiz bog'langan bo'lsa (kislotalik xususiyatlari qanchalik kuchli bo'lsa) va Lyuis asosi ham shunchalik mustahkamdir. Bunday kuchlar o'rtacha kuchdagi o'zaro ta'sir kuchlarga kiradi. Chunki sarflanadigan maksimal energiya 10 kkal/mol dan oshmaydi.

Vodorod donori yoki akseptori o'rnida, erituvchi yoki qo'zg'almas faza bo'lishi mumkin. Kimyoviy birikmalarda bog'larni engil vujudga kelishi nuqtai nazaridan 5 guruxga bo'lish mumkin, ulardagi moddalar bog'larni mustahkamligi kamayib borishi bo'yicha quyidagi tartiblarda joylashgan.

a) vodorod donorlari $SNCl_3 > CH_2Cl_2 > CH_2Cl-CH_2Cl$

b) vodorod akseptorlari alkilgidrazinlar $> NN_2 > \text{azobirikmalar} > \text{nitrillar} > \text{oddiy efirlar} > \text{ketonlar} > \text{murakkab efirlar} > \text{nitrobirikmalar} > \text{aramatik uglevodorodlar} > \text{olefinlar}.$

v) bir vaqtning o'zida vodorod donor va akseptori bo'la olish xususiyatiga ega gruppalarni saqllovchi birikmalar: $\text{ON} > \text{N}_2 > \text{kislotalar} > \text{fenollar} > \text{oqsillar} > \text{spirtlar} > \text{imidlar} > \text{amidlar} > \text{gidrazin} > \text{hosilalari} > \text{birlamchi va ikkilamchi aminlar}$.

g) molekulasida Yuqorida ko'rsatilgan gruppalarni kamida ikkitasini saqllovchi bir-biridan ancha molekulalararo vodorod bog'lari yordamida mustaxkam bo'shliq panjaralarni yuzaga keltiruvchi masofada bo'lgan birikmalar: ko'p asosli organik kislotalar, spirtlar, aminlar va boshqa polifunksional guruxlar saqlagan moddalar.

d) vodorod bo'o'larni yuzaga kelishida ishtirok etmaydigan moddalar CS_2 (serouglerod), to'rt xlorli uglerod, siklogeksan, alifatik yog' qatori uglevodorodlari.

5. Xelat kompleksining hosil bo'lishi.

Metall atomida bo'sh gidroksil gruppasi bo'lgan sorbentlarga xosdir. Bu turdagi bog'larni ichki molekulyar bog'larni hosil qiluvchi moddalar yuzaga keltiradi. Bunday bog'lar nafaqat alyuminiy oksidini ishlatganda, balki temir oksidi yoki magniy gidroksidini ishlatganda ayniqsa α -amino spirtlar, α -oksialdegidlar yoki ketonlar, O.aminofenol, α -oksibenzoy kislotalarni xromatografiya qilganda hosil bo'ladi. Substrat xossalriga qarab qayd etilgan birikmalar yo xelat (bunda sorbent va moddaning o'zaro ta'siri kuchayadi) yoki ichki molekulyar vodorod bog'lari xosil qiladi (modda bilan sorbentning o'zaro ta'siri kamayadi). SHu sababli Yuqorida qayd etilgan birikmalarni alyuminiy oksidida xromatografiya qilganda izomerlarga qaraganda R_f qiymati -kichkina bo'ladi, qog'oz yoki silikagelda esa buning aksi kuzatiladi.

6. Dispersion (Vander-Vals) kuchlari.

Dispersion (Vander-Vals) kuchlari - eng kuchsiz o'zaro ta'sir kuchlaridir, ammo ular molekuladagi uglevodorodli qismlarining gidrofob o'zaro ta'siriga mas'uldirlar yoki xromatografiya qilinayotgan modda va erituvchi bir-biri bilan uchrashganda namayon bo'ladi. Aynan shu kuchlar gamologlarni ajralishiga mas'uldirlar, chunki uglevodorod zanjiri qanchalik uzun bo'lsa shunchalik erituvchi bilan uning o'zaro ta'siri samarali bo'ladi.

Ba'zi molekulalardagi funksional gruppalar bir vaqtning o'zida bir necha tur bog'larda qatnashi mumkin. 1-jadvalda funksional gruppalarni qatnashishi xususiyatiga ega bo'lgan bog'larning turlari haqida, bu o'zaro ta'sirning yarim miqdorini baholash bilan birgalikda ma'lumotlar keltirilgan. Xromatografiya qilinayotgan moddaning va sorbent hamda eritmaning u yoki bu o'zaro ta'sirga beriluvchanlik xususiyati bilan baxolanadi.

1-jadvalda ko'rinib turibdiki, SN_2 gruppasiga faqat dispersion o'zaro ta'sir kuchlar xosdir. SHunday qilib, $-\text{SN}_2$ gruppasining soni bilan farq qiladigan moddalarni ajratishda faqat dispersion kuchlarga ega sorbentlar tanlanadi. 2-jadvalda takidlanganidek, bunday ajratish uchun parafin moyi bilan qoplangan sorbentlar kukunli polietilen, sellyuloza va dezaktivlangan silikagel qo'l keladi. Alyuminiy oksidi va aktivlangan silikagel bunga to'g'ri kelmaydi.

Xromatografik sistemani tanlash

Sorbent va erituvchilar sistemasini dastlabki mo'ljalini belgilash uchun SHtal xromatografiya qilayotgan moddaning ikki qutbliligini taxmin qilgan xolda uni ajratilishini taminlaydigan aktivlikka ega sorbent va ikki qutbli erituvchi sistemalarini tanlash uchun chizma tavsiya qildi.

Sorbentni tanlash

Sorbentni tanlashda aniqlanayotgan moddalar molekulalaridagi funksional guruxlar soni va ularning xossalari asosiy omildir. Odatda modda va sorbentning o'zaro ta'sir kuchi funksional gruppalar soni va adsorbsion aktivligi oshgan sari ko'payadi. Ba'zi bir funksional gruppalarni adsorbsion aktivligini tahlil qilib Brokman va Volpers ularni qutbliligi ortishi bo'yicha quyidagicha qatarga joylashtiriladi.



Ushbu qator faqat informativ xususiyatiga ega, chunki uning tartibi sorbent va erituvchilar sistemasi xossalriga shuningdek elektron zichligi, funksional gruppalariga ta'sir

qiluvchi molekulaning qismlariga bog'liqdir. SHu sababli moddalarni xromatografik ajratish imkoniyatlarini ularni kimeviy tuzilishidan kelib chiqib aniqlanadi. Quyidagi qoidalarga rioya qilish kerak bo'ladi.

1. Zanjirda uglerod atomlari soni yoki ularni joylashishi bilan farq qilinadigan moddalar dispersion o'zaro ta'sirga ega bo'lgan sorbentlar yordamida ajratiladi (uglevodorodlar yoki silikon moyi bilan shimdirilgan va ba'zan kam aktiv sorbentlarda).
2. Ikki bog' va uch bog'lari bo'lgan moddalarni qattiq koordinatsion bog'lar hosil qiladigan sorbentlarda ajratiladi (aktivlangan alyuminiy oksidi, silikagel, gips (CaSO_4). Ular ayniqsa kumush nitrati shimdirilgan silikagelda yaxshi ajratiladi, chunki kumush ionlari olefin va atsetilenlar bilan juda barqaror kompleks hosil qiladi.
- Kumush nitrat saqlagan silikagelda ikkilamchi va uchlamchi uglerod-uglerod bog'li molekulada kuchli qutbli guruxlar bo'lganda ham ajratilishiga ta'sir qiladi.
3. Funksional guruxlarni joylashishi va bo'shliqdagi tahminiyl joylashuvi bilan farq qiluvchi moddalar aktiv sorbentlarda kam aktiv sorbentlarga qaraganda yaxshiroq ajratiladi.
4. Bitta funksional guruxlarni, ammo tabiati har xil moddalar hamma turdagi sorbentlarda yaxshi ajratiladi.
5. Ko'p sonli qutbli guruxlarga ega moddalarni ajratish uchun oldin ularni alohida guruxlarini bir biriga ta'sirini tadbiq etib, so'ng taqqoslash kerak. Qutbli gruppalarni soni ko'paygan sari aktiv sorbentning sezgirligi keyingi keladigan guruxga nisbatan kamayadi. SHu boisdan silikagel va alyuminiy oksidida xromatografiya qilishda funksional guruxlarni qutbliligini pasaytirish zarur. Qutbli guruxlarni modifikatsiya qilish kutgan natijalarni bermasa, u xolda funksional guruxlar va ularni xususiyatlariga juda sezgir bo'lgan, taqsimlovchi xromatografiyani qo'llash tavsiya etiladi. Bir necha qutbli guruxlarga ega molekullari moddalarni ajratish uchun kuchli aktivgan silikagel, kizelgur, silon va parafin formamid shimdirilgan kizelgur ishlatish mumkin.

Erituvchilar sistemasini tanlash

Amaliyotda ma'lumki erituvchilar sistemasi moddalarni bir-biridan ajratish xususiyati $R_{f_{\max}} - 0,5$ atrofida bo'lsa, eng yuqori samarali hisoblanib, start tomonga ham front tomonga ham u pasaya boradi. Shuning uchun mazkur aniqlanuvchi moddalar aralashmasini R_f qiymati 0,5ga nisbatan simmetrik joylashadigan erituvchilar sistemasini tanlash kerak. Turli erituvchilar moddalar aralashmasini turli darajada ajratish xususiyatiga ega. Ba'zi bir mualliflar erituvchilarni shu xususiyati asosida ularni elyutrop qatoriga joylashtirdilar. Bu qatorlar bir-biriga o'xshash, lekin butunlay bir-biriga mos kelmaydi. Erituvchilarni bu elyutrop qatorida joylashish tartibi faqat sanoqli xollarda xaqiqatga to'g'ri keladi va ular aniqlagan moddalarga talluqlidir. Masalan: Trappening ma'lumotlariga qaraganda dietil efiri xloroformga nisbatan, ko'proq xromatografik aktivlikga ega, boshqa mualliflarning ta'kidlashicha, buning aksidir. Streyn tuzgan elyutropik qator butunlay farq qiladi, unda efir va atseton benzoldan oldin joylashgandir.

Bunday farqlarning sababi erituvchining ajratish xususiyati xromatografiya qilinayotgan modda bilan erituvchi orasidagi o'zaro ta'sir kuchlari yig'indisi bilan belgilanadi. Dispersion o'zaro ta'sir kuchlari va dipollar assotsiatsiyasi oshib ketgan xollarda erituvchilarni modda bilan o'zaro ta'sir kuchiga proporsional bo'lgan dielektrik o'tkazuvchanlik yaxshi ko'rsatkich hisoblanadi. Vodorod bog'lari hosil bo'lishi mumkin bo'lgan xollarda erituvchanlik qanchalik kuchli donor yoki akseptorlikni namoyon etishi kerak. Koordinatsion bog'lar vujudga kelishi mumkin bo'lgan xollarda ham bu ko'rsatkichdan foydalanish mumkin. SHunday qilib tanlanayotgan erituvchini uning qanday o'zaro ta'sirlarga qodirligini bilish zarur.

3- jadvaldan ko'rinib turibdiki, har bir erituvchiga ma'lum tur o'zaro ta'sirlar ko'proq taalluqlidir. Masalan: geksaning xromatografiya qilinayotgan modda bilan o'zaro ta'siri faqat dispersion kuchlar yordamida amalga oshadi.

Xloroform ajratilayotgan modda bilan vodorod akseptoriga ega bo'lsa, uni dispersion kuchlar va vodorod bog'lar bilan bog'lash xususiyatiga ega bo'lishi xisobiga dipollar assotsiatsiyasi orqali o'zaro ta'sirini ko'rsatadi. Dietil efiri ham shunday xususiyatga ega, lekin efir ajralayotgan modda donor bo'lsa, barqaror vodorod bog'lar hosil qilishi mumkin. Bu misollardan ko'rinib turibdiki universal elyutrop qatorini tuzish xarakatlari zoe ketadi, turli erituvchilar sistemasini ajratish xususiyatini baholayotganda barcha o'zaro ta'sirlarni va ularni kuchini nazarda tutish kerak.

Biron bir ajratish xususitiga ega sistemasini olishning eng sodda usuli bu ikkita har xil qutbli erituvchilarni bir-biri bilan turli nisbatda aralashtirishdir.

YUqori qutbli erituvchini konsentratsiyasini 1-4 % ga ko'paytirganda sistemaning ajratish xususiyati to'g'ri emas, balki deyarli eksperimental oshadi yoki boshqacha qilib aytganda qutbliroq erituvchini oz qo'shganligimizda uning ajratish xususiyati juda tez oshadi. Eksperimental egri chiziqning dastlabki ko'tarilishi ikkala erituvchining qutbliligi har xil bo'lishiga qarab shunchalik yaqqol bo'ladi.

Ikkita turli qutbli erituvchilarni aralashtirib har xil ajratish xususiyatiga ega sistema tayyorlash mumkin. Ammo xromatografiya qilinayotgan moddaning Rf-ko'rsatkichi 0,5 ga teng bo'lgan hamma erituvchilar sistemasi ham bu turdagi moddalarni yaxshi ajratavermaydi. SHu sababli ba'zi xollarda bir necha sistemalarni qo'llab ko'rib, komponentlarni maksimal ajratishga erishgan sistemani tanlash kerak. Bunday sistemalar jumlasiga xloroform, efir va etanolning benzoldagi 5% eritmasi, bo'lishi mumkin. Bularda xloroform vodorod donori, efir vodorod akseptori, uchinchi sistema esa donor va akseptorlik xususiyatiga ega. Bu sistemalarni ajratish xususiyatini har xilligini kam qutbli va o'rta qutbli moddalarni bir-biridan ajratayotganda kuzatish mumkin.

Erituvchilarning elyutotrop qatorlari (turli avtorlar tomonidan tuzilgan)

№	Trappe	Streyn	Djeks va Metyu	Rayxshteyn va SHoppe	Neger	SHtal
1	Petroleyn efir	Petroleyn efir	Geksan	pentan	pentan	Pentan, geksan, heptan
2	Siklogeksan	Siklogeksan	Benzol	Petroleyn efir	Petroleyn efir	Siklogeksan, siklopentan
3	Tetraxlor-metan	Uglerod sulf	efir	benzol	Tetroxlor-metafos	SSI
4	Triaxlor-etilen	Efir	Xloroform	efir	benzol	Toluol, benzol
5	Toluol	atseton	etilsetat	xloroform	Efir	Dixloretan, xloroform
6	Benzol	Benzol	Dixloretan	metanol	Dixlor-metan	tetraxloretan
7	Dixlor-metan	toluol	Butanol-2		xloroform	Efir
8	Xloroform	Efir, organik k-ta	atseton		atseton	metiletilatseton
9	Efir		Etanol		Etilatsetat	Etilatsetat
10	Etilatsetat	Dixlor-etan	metanol		propanol	Piridin
11	Atseton	Spirtlar			Etanol	Tetragidrofuran
12	Propanol-1	piridin			Suv	Dioksan, atseton
13	Etanol	Organik k-ta			Sirka k-ta	Anilin, fenol
14	Metanol					Etanol, metanol, SN ₃ SOON, sut kis-ta, suv

Xromatografiyada bog'larni hosil qilish uchun ko'proq qo'llaniladigan erituvchilarning yarim miqdoriy baholanishi

№	Erituvchi	Akseptor	Donor	Dipollar ta'siri	Dispersion	Koordinatsion	Ion
1	Alifatik uglevodorodlar (geksan)	-	-	-	++++	-	-
2	Tetraxlorometan	-	-	(+)	+++	+	-
3	Serouglerod	-	-	(+)	+++	+	-
4	Benzol	+	-	-	+++	+	-
5	Xloroform	-	++	++(+)	++	+	-
6	Dixlorometan	-	++(+)	+++	++	+	-

7	Dixloretan	-	+	+++	+++	+	-
8	Efir	+++	-	++	+++	+++	-
9	Diizopropil efir						-
10	Tetragidrofuran	+++(+)	-	++	+++(+)	++(+)	-
11	Metanol	+++(+)	-	+++	++	+++(+)	-
12	n-butanol	++(+)	+++	+++	++	+++	+
13	Fenol	++	+++(+)	+++	++	++	++
14	Atseton	+++	+	+++	++	+++	-
15	Sirka kislotasi	++	++++	++	++	++	++++
16	Etilatsetat	++(+)	(+)	+++	+++	++(+)	-
17	Suv	+++	+++	+++(+)	+	+++	++
18	Formamid	+++	++	++++	+	+++	-
19	Dimetilformamid	++++	+	++++	++	++++	-
20	Piridin	++++	-	++	++(+)	++++	-

Eng ko‘p qo‘llaniladigan qo‘zg‘almas fazalarni turli bog‘lanishlar
hosil qilishdagi yarim miqdoriy qobilyati

№	Qo‘zg‘almas faza	Akseptor	Donor	Dipollar ta’siri	Dispersion	Koordinatsion	Ion	Xelat hosil qilish
1	Sellyuloza	+++	+++	+++	+++		(+)	-
2	Parafin shimdirilgan	-	-	+	+++	-	-	-
3	Formamid shimdirilgan	++++	+++	++++	++	-	-	-
4	Glikol shimdir	+++	+	+++	+++	-	-	-
5	Murakkab efir shimdi	+++	+	+++	+++	-	-	-
6	Silikagel+5%sv	++	+++	+++	+	+++	+	+
7	Silikagel+10-15%sv	+++	++++	+++	++	++	++	+
8	Silikagel+20-40%sv	+++	++++	+++	+++	+	+	-
9	Al ₂ O ₃ 1stepen aktivnost	++	+	+++	+	++++	++	+++
10	Al ₂ O ₃ 3 stepen aktivnost	++	++	+++	++	+++	++	++
11	Al ₂ O ₃ 5 stepen aktivnost	+++	+++	+++	++	++	++	+
12	Kremnezem	+++	+++	++	++	+	-	-
13	Florisil	++	+++	+++	++	+++	+++	+++
14	CaSO ₄	+	+	+++	+	+++	+++	+
15	MqCO ₃	++	+	+++	+	+++	+++	+++
16	Temir oksidi	++	+	+++	+	+++	+++	+++
17	Poliamid	++++	+++	++++	+++	+	-	-
18	Kislotali ionit	++	++++	+++	+++	++	++++	-
19	Asosli ionit	++++	++	+++	+++	-	++++	-

Amaliyotda ko‘proq uchrab turadigan funksional gruppalarning har-xil bog‘larni hosil qilish darajasini yarim miqdoriy baholanishi

№	Funksional gruppa	N-bog'ining hosil bo'lishi		Dipollarning o'zaro ta'siri	Ta'sir etuvchi kuchlar		
		Akseptor	donor		disperson	koordinatsion	ionli
1	SN	-	-	-	++++	-	-
2	S=C	(+)	-	-	+++	+	-
3	C=C	(+)	-	-	+++	+	-
4	C ₆ H ₅	+	-	-	+++	++	-
5	galogen	+	-	++	++	++	-
6	OH	+++	++++	+++	+	+++	(++)
7	OR	+++(+)	-	+++	++	+++	-
8	SH	(+)	+++	+++	+	+++	++
9	SR	(+)	-	+++	++	+++	-
10	NH ₂	++++	+++	+++	+	+++(+)	+++(+)
11	NR ₂	++++	-	+++	+++	++++	++++
12	NO ₂	+++	-	++++	++	++	-
13	CN	++	-	++++	+	+++	-
14	CO	+++	-	+++	++	+++	-
15	COOR	++(+)	-	+++	+++	++(+)	-

II. Qog'oz xromatografik tahlil. Qog'oz xromatografiyasining nazariy asoslari.

Qog'oz xromatografiyasi usulida xromatografik jarayonga bir qancha xolatlar ta'sirida namoyon bo'ladi. Ular qog'oz tolalarining joylashishi, absorsiya jarayoni, ion almashuv protsesslari.

Dori vositalarini xromatografik taxlil qilishda moddani ikki faza orasida taqsimlanishi nazarda tutiladi. 1944 yil A.Martin, R.Konden va A.Gordonlar tomonidan kolonkali xromatografiyada taqsimlanish nazariyalarini qog'oz xromatografiyasiga tatbiq etdilar.

Kolonkali taqsimlanish xromatografiyasida moddani ikki faza orasidagi taqsimlanishi quyidagi formula bilan isbotlanadi:

$$K_D = \frac{S_n}{S_n}$$

S_n - qo'zg'almas fazadagi modda konsentratsiyasi.

S_n - qo'zg'aluvchi fazadagi modda konsentratsiyasi.

K_d - taqsimlanish koeffitsient.

Qog'oz xromatografiyasida moddani qo'zg'aluvchi va qo'zg'almas fazalar orasidagi miqdoriy proporsiya bilan aniqlash katta xatoliklarni keltirib chiqaradi. Shuning uchun R_f qiymati asosida xisoblab topish mumkin.

$$R_f = \frac{\text{startdan modda dog'igacha masofa}}{\text{startdan frontgacha masofa}}$$

Formulani quyidagicha talqin qilinsa:

$$R_f = \frac{R. A_n}{A_p + K_d \cdot A_n} = \frac{A_n}{A_n + K_d \cdot A_n}$$

$$A_n = 1$$

$$\text{bundan: } K_d = \frac{A_p}{A_n R_f}$$

A_p - qo'zg'aluvchi faza hajmi

A_n - qo'zg'almas faza hajmi.

Qog'oz xromatografiyasida dori vositalarini aniqlashda quyidagi formulani qo'llash mumkin:

$$R_f = \frac{l}{L}$$

l - moddani xarakatlangan masofasi

L - erituvchi xarakatlangan masofa.

R_f - qiymatning doimiyliги A_p/A_n nisbatdagi qiymatni doimiyligiga bog'liq. Bu doimiylikni o'zgarishi qo'zg'almas va qo'zg'aluvchi fazalar orasidagi adsorbsion va ion almashuv jarayonlarini o'zgarishiga bog'liq bo'ladi.

R_f - qiymat qog'oz xromatografiyasida qo'zg'almas faza tarkibiga, tajriba olib borish texnikasiga, xaroratga va bosim kabi omillarga bog'liq. Lekin modda konsentratsiyasiga bog'liq emas.

Taqsimlovchi xromatografik jarayonni qog'oz variantini amalda qo'llashda eng asosiy talab xromatografik qog'ozning sifati bo'lib, u o'zida qo'zg'almas faza sifatida qog'ozda saqlanuvchi suv miqdori nazarda tutiladi.

Qo'zg'almas fazani ushlovchi qog'ozga quyidagi talablar qo'yiladi:

qog'oz kulsiz va organik chiqindilardan xoli bo'lishi;

qog'ozning qalinligi butun satx bo'ylab bir xilligi;

qo'zg'aluvchi faza va aniqlanuvchi modda bilan reaksiyaga kirishmasligi;

standart eritmani aniq va to'liq ajratib berishi;

qo'zg'aluvchi fazani bir xil tezlikda xarakatlanishini ta'minlashi.

Bunday xromatografik qog'ozlar yuqori sifatli paxta tolalaridan maxsus tayyorlanadi. Ular N1, 2, 3, 4 raqamlari bilan va M, B va "Vatman" belgilari bilan chiqarilib, sekin va tez xromatografik jarayonlar o'tkazishda qo'llaniladi. Qog'oz qancha zich bo'lsa, (B) qo'zg'aluvchi faza xarakati shunchalik sekin bo'ladi.

Maxsus xromatografik qog'oz bo'lmagan xollarda oddiy filtr qog'oz tasmasi olinib, uni 0,1n natriy ishqoriy spirtli eritmasi bilan so'ng 2% xlorid kislota eritmasi bilan yuvib quritilgach, xromatografik jarayon uchun qo'llash mumkin.

Qog'oz xromatografiyasi xam, gaz-suyuqlik xromatografiyasi kabi, taqsimlovchi xromatografiya hisoblanadi, chunki har ikkala xolatda xam moddalar aralashmasi qo'zg'almas va qo'zg'aluvchi fazalar orasida qayta taqsimlanadi. Gaz-suyuqlik xromatografiyasida o'tkazuvchi o'ovak material (shixta) bo'lsa, qog'oz xromatografiyasida bunday vazifani qog'oz tolalari, ya'ni selluloza bajaradi yoki qog'oz xromatografiyasi yuza qatlam xromatografiyasidir.

Xromatografik qog'oz yot moddalar saqlamasligi, ayniqsa og'ir metall tuzlari-texnologik jarayonlar hisobiga shimilib qolishi mumkin bo'lgan temir va mis saqlamasligi zarur. Qog'oz tayyorlashda ishlatiladigan suv (deionlangan) ionlardan tozalangan bo'lishi shart. Xatto olingan qog'oz varaqlari ishlatishdan avval qo'shimcha suyultirilgan kislota eritmasi xamda suv bilan yuvib yot moddalar qoldiqlaridan tozalanishi talab qilinadi.

Hozirgi kunda, qog'oz xromatografiyasining turli varianlari qo'llaniladi. Ulardan qo'llashga qulay usullarni tushuntiramiz.

Pastdan yuqoriga ko'tariluvchi xromatografik jarayon.

Zarur kenglik va uzunlikda qirqib olingan xromatografik qog'ozni bir uchidan start chizio'i belgilanib, u erga nuqta xolida (yoki chiziqli xolda) aniqlanuvchi namuna aralashmasi kapillyar naycha yordamida shimdiriladi va nuqta dog'i quriguncha kutiladi. So'ng qog'oz tasmasi start chizig'i tomoni bilan oldindan tayyorlab qo'yilgan, organik erituvchi sistemasi qo'yilib, uning bug'i bilan 20-30 daqiqa

to'yintirilgan kameraga tushiriladi va maxsus moslama yordamida osib qo'yiladi. Qog'ozga shimdirilgan nuqta yoki chiziq erituvchilar sistemasidan tashqarida qolishi zarur. Erituvchi sistemasini saqlagan idish germetik berkitiladi va qo'zg'aluvchi faza zarur balandlikka ko'tarilguncha qoldiriladi. Bu vaqt bir necha soat yoki sutkaga cho'zilishi mumkin.

Qog'oz tolalarining kapillyar quvvati hisobiga qo'zg'aluvchi erituvchi sistemasi qog'oz tasmasi bo'ylab sekin asta shimilib yuqoriga ko'tariladi va u o'zi bilan start nuqtasiga qo'yilgan aniqlanuvchi aralashma komponentlarini ham xarakatlantiradi.

Har bir xolatda modda komponentlari aralashmasi qo'zg'aluvchi organik erituvchi fazasi va qog'oz tolalaridagi sellulozaning gidrofillik xususiyati tufayli unda saqlanuvchi qo'zg'alims faza (suv) orasida taqsimlanish jarayoni sodir bo'ladi. Bu taqsimlanish moddani suv va organik erituvchi orasidagi taqsimlanishiga deyarli mos xolda amalga oshadi. Bunday taqsimlanish jarayoniga moddalarning selluloza tolalari bo'ylab adsorbsiyalanish jarayoni ham o'z ta'sirini ko'rsatadi. Natijada aralashma komponentlaridan biri qog'oz bo'ylab shimilayotgan erituvchi bilan birga tezroq xarakatlansa, boshqasi sekinroq xarakatlanadi. Ayrim moddalar umuman xarakatlanmasdan startda qolishi mumkin.

Qo'zg'aluvchi faza ma'lum masofaga ko'tarilgach, qog'oz tasmasi idishdan chiqarib olinadi, quritiladi va xromatogramma natijalari aniqlanadi.

Yuqoridan pastga tamon (vosxodiyamaya) xromatografiyasi.

Qirqib olingan xromatografik qog'oz tasmasi start chizig'iga tomoniga tekshiriluvchi aralashma eritmasi mikropipetka (yoki kapillyar) yordamida tomiziladi, quritiladi va germetik idish yuqori qismiga o'rnatilgan suyuqlik solishga mo'ljallangan maxsus moslamaga osiladi. Moslamali idishga erituvchi aralashmani qo'yiladi, erituvchi sorbent vazifasini bajaruvchi qog'oz tolalari bo'ylab shimilib xarakatlanadi va qo'zg'aluvchi faza vazifasini o'taydi. Xromatografik qog'ozning modda shimdirilgan qismi erituvchi aralashmasi solingan idishga tushiriladi, ikkinchi uchi esa erkin osiltirilib qo'yiladi. Germetik idishda doimiy bir xil xarorat bo'lishi, zarur xollarda esa inert gaz bilan to'ldirilishi ta'minlanadi. Idish havosi qo'zg'oluvchi faza (erituvchi) bug'lari bilan to'yintirilganligi tufayli xromatografik tasma qo'rib qolmaydi. Qo'zg'oluvchi faza xromatografik qog'oz tasmasi bo'ylab shimilishi va pastga xarakatlanishi davomida start chizig'iga (nuqtaga) shimdirilgan modda aralashmasini yuvadi. Bunda modda aralashmasi qog'oz tasma bo'ylab turli tezlikda ya'ni qo'zg'oluvchi va qo'zg'almas faza orasida taqsimlanishi koeffitsientiga mos xolda xarakatlanadi.

Qog'oz tasmasi bo'ylab turli masofalarda joylashgan noaniq shakldagi dog'lar esa xromatogramma deb ataladi. Rangsiz dog'lar oddiy xolda qog'ozda ko'ri nmasligi mumkin.

Ma'lum vaqt o'tgan qo'zg'oluvchi fazadan xolis bo'lgan qog'oz tasmasi rangli birikmalar hosil qiluvchi reaktivlar bilan purkaladi yoki UF-lampa nurida ko'riladiva ko'rinmagan dog'lar rangli dog'lar aylanadi. Qog'oz xromatografiyasini murakkab aralashmalarni ajratish uchun qo'llash mumkin. Ajralishni muvofaqiyatli bo'lishi qo'llanuvchi reagentlarga bog'liq bo'ladi.

Xromatogrammada ayrim doimiy bir xil sharoitlar ta'minlanganda modda komponenti uchun xarakterli bo'lgan R_f kattaligini aniqlash mumkin.

Ikkilama qog'oz xromatogrammasi varianti

Bu usul aralashmasi eng qulay (original) usul hisoblanadi. Bunda aniqlanuvchi modda aralashmasi to'rt burchak shaklidagi xromatografik qog'oz varaqning bir burchagiga nuqta xolida shimdirilgan, bir sistemada xromatogramma boshqa modda joylashishi tarkibiga asoslangan xolda ikkinchi erituvchiga boshqa qirg'og'i bo'yicha joylashtiriladi. Bunda birinchi galda olingan xromatogramma dog'lari boshlang'ich nuqta xolatida bo'lib, ikkinchi erituvchida qaytadan taqsimlanadi. Xromatografik qog'oz quritilib, so'ng aniqlovchi reaktiv purkaladi va rangli dog'lar hosil qilinadi.

Masalan: G^{e+3} , So^{+2} , Mn^{+2} , Al^{+3} , Bi^{+3} , Aq^{+} ionlari aralashmasini bitta erituvchi qo'llab bir yo'la bir-biridan ajratib bo'lmaydi. Qo'zg'aluvchi faza sifatida butil spirti bilan HCNS aralashmasi qo'llangach SO^{+2} , G^{e+3} , Cd^{+2} ionlari $R_f = 0,98$ masofasida umumiy dog' hosil qiladi. Xromatografik qog'oz yonboshlatib boshqa piridin saqlagan sistemaga tushurilsa, bu ionlar bir-biridan ajraladi.

2 - $R_f = 0,2$ - Mn^{+2} , Al^{+3} ,

3 - $R_f = 0,8$ - Bi^{+3} , Aq^{+} kationlari dog'i

4 - $R_f = 0,98$ - $G'e^{+3}$, SO^{+2} , Cd^{+2}

Birinchi start nuqtasi

Strelkalar qo'zg'aluvchi faza yo'nalishini ko'rsatadi.

Radikal qog'oz xromatografiyasi

Aniqlanuvchi modda aralashmasi aylana disk xolidagi xromatografik qog'oz markaziga nuqta bo'yicha qo'yiladi va shu erga osma pilik orqali qo'zg'oluvchi faza doimiy shimdirib turiladi. Moddalar aralashmasi aylana bo'yicha shimilib ajraladi.

Xromatogramma qog'oz radiusi bo'ylab qirqib olinadi va har bir sektor ayrim reaktivlar bilan ishlov berilib, modda aniqlanishi mumkin.

Kalonkali qog'oz xromatografiyasi

Bu usulda xromatografik taqsimlanish xromatografik qog'oz aylanmasi bo'ylab bajariladi. Aniqlanuvchi modda aralashmasi xromatografik qog'oz aylanmasi bo'ylab shimdiriladi va shu yo'sinda qo'zg'aluvchi erituvchi shimdiriladi. Tajriba oxirida qog'oz aylanmasi yoziladi va xromatogramma asosida har bir modda ayrim-ayrim o'rganiladi.

Qog'oz xromatografiyasini dori vositalari sifatini aniqlashda qo'llash

taqsimlanuvchi qog'oz xromatografiyasida kationlarning murakkab aralashmalarini bir-biridan ajratib, dog'larni rangli reaksiyalar asosida yoki fluoressensiyalanishi yordamida aniqlanadi. R_f qiymati element ionini individual taqsimlanish koeffitsienti to'g'ri proporsional taqsimlanadi. Bu maqsadda qo'zg'aluvchi faza sifatida 5-8% NSI saqlagan n-butanol aralashmasi so'ng ikkilamchi xromatografik jarayonni 40% suv saqlagan piridin qo'llab bir-biridan ajratib olish mumkin.

Qog'oz xromatografiyasi ayrim dori moddalarni tabiiy ma'nabalaridan ajratib olishda, sanoat sharoitida ajratib olingan moddalarni (rutin, fitin) sofligini aniqlashda qo'llaniladi. Bu usul yordamida glikozidlarning tozaligi aniqlaniladi (selanid, digitoksin, kortizon). Glikozidlar uchun aniqlanish sezgirligi 4 mkg atrofida. Glikozidlar tashqi muhit ta'sirida o'zgarishlarga uchraydi, parchalanadi. Shuning uchun ularning sofligi aniqlash aktual ahamiyatga ega.

Qog'oz xromatografiyasini organik va neorganik moddalar sifatini va miqdorini aniqlash uchun qo'llash mumkin.

"Ko'k tasma" (siniy lenta) deb nomlanuvchi maxsus xromatografik qog'oz yordamida radiaktiv moddalarni aniqlash va bir-biridan ajratish mumkin.

Elektroxromatografiya

Elektroxromatografiya turi suvli eritmalarda ionlarga dissotsialanuvchi noorganik moddalarni ionlarini siljishi xolatiga asoslangan holda qo'llaniladi.

9-MA'RUZA. YuQX va YuSYuQX usullarining nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.

Yupqa qatlamli xromatografiya uch yo'nalishda qo'llanadi:

- 1) moddalar va aralashmalarning sifat tahlili uchun,
- 2) moddalar aralashmasining miqdoriy tahlili uchun,
- 3) har bir komponentni preparativ ajratish uchun.

Yupqa qatlamli xromatografiyani o'tkazish bir necha bosqichda kechadi:

- a) yupqa qatlamli plastinkani tayyorlash,
- b) namuna eritmalarini tayyorlash,
- v) namuna eritmasini yupqa qatlam plastinkasiga o'tkazish,
- g) xromatografik ajratishni amalga oshirish,
- d) xromatogrammadagi dog'larni aniqlash,
- e) ajratish natijalarni izoxlash va xromatogrammalarni (ishchi daftarga) qayd etish.

Bu bosqichlarni amalga oshirish uchun laboratoriya stoli, kerakli o'lchamlarda oyna, plastinkalar va zarur sorbentlar (yoki tayyor firma plastinkalari), mikropipetkalar, xromatografik ajratishni plastinkada o'tkazish uchun kamera, modda yig'ilgan joyni ko'rsatuvchi reaktivni sepish uchun purkagich, havoni yangilash shkafi va plastinkalarni quritish uchun qurituvchi shkaf zarur.

Yupqa qatlamli xromatografiya qilishda asosan ikki xil yopishtirilgan va yopishtirilmagan qatlamli plastinkalar qo'llanadi.

Mustahkamlangan (yopishtirilgan) qatlamli plastinkalar, ularga maydalab elangan xromatografik materiallarni suvda yoki organik erituvchidagi suspenziyasini quyib tayyorlanadi. Suspenziyaga odatda yopishtirish uchun bog'lovchi moddalar qo'shiladi. Agar bog'lovchi sifatida olingan modda tahlil natijalariga ta'sir qiladigan bo'lsa, unda bog'lovchi qo'shilmaydi.

Muskahkamlanmagan (yopishtirilmagan) qatlamli plastinkalar quruq sorbentni plastinka yuziga bir xil qalinlikda yotqizilish yo'li bilan tayyorlanadi. Har ikki xil xromatografik qatlamlar bir vaqtda qo'llana boshlandi. Yopishtirilmagan qatlamli plastinkalarning afzalligi shundaki, uni oddiy moslamada tez va oson tayyorlash mumkin.

Yopishtirilgan qatlamli plastinkalar oldindan tayyorlab qo'yish imkoniyati, ehtiyot choralari talab qilmasligi va ularda xromatogrammalarni aniqlash osonligi bilan laboratoriya texnikasining ajralmas qismi bo'lib qoldi. Ularni eng muxim afzalliklari, moddalarni ajratish qobiliyatining yuqoriligidir.

Xromatografik sorbentlar

Silikagel va alyuminiy oksidi eng universal-turli xildagi birikmalarni ajratish qobiliyatiga ega bo'lgan sorbentlardir. Ular keng tarqalgan, arzon va ajratish qobiliyati kuchlidir. Ushbu sorbentlarni faolligini rN-muxitni, mayda-yirikligini o'zgartirib boshqarish mumkin. Silikagel, shuningdek ajratadigan xromatografiyasida qo'zg'almas fazani saqlovchi sifatida xam qo'llanadi. Silikagelni moddalar sifatini, aniqlash samaradorligi va ba'zi bir o'zgaruvchan kimeviy birikmalarni barqarorligini belgilaydi. Masalan: pirozalon xosilalarini ajratishda uni parchalanishi kuzatilishi mumkin, demak namunani start chizig'iga tomizgandan so'ng tezda xromatografiya qilinmagan.

Alyuminiy oksidi ham juda qulay sorbentdir. U har xil faollikka, turli rN-muhitga ega. Alyuminiy oksidini 125°S qizdirilganda, uning λ - shakli olinadi, u ham yaxshi sorbent hisoblanadi.

Bunday alyuminiy oksidida odatdagi firma plastinkalariga nisbatan yana xam sifatli va qayta tahlillarda aniq natijalar olinadi.

Qandlarga o'xshagan ba'zi bir moddalarni ajratish uchun silikagel va alyuminiy oksidini aralashmasi - alyusil qo'llanadi.

Oxirgi paytda poliamidlar yordamida moddalarni bir-biridan ajratish keng qo'llanilyapti. Poliamidlar ularni olish usuliga qarab har xil ajratish qobiliyatiga ega.

Poliamidli qatlamlarda bog'lovchi sifatida selliyulozadan foydalanish yaxshi natijalar beradi. Sellyulozadan tashqari kraxmal xam bog'lovchi sifatida qo'llanadi. Poliamid, silikagel va kraxmal aralashmasidan ajoyib mexanik xususiyatli plastinkalar olish mumkin.

Poliamid- fenollarni ajratishda qo'l keladi. Sellyuloza qatlamida xromatografiya qilish ham keng qo'llanadi. Bunda qog'oz xromatografiyasida orttirilgan tajribalardan foydalanish mumkin. Qog'oz xromatografiyasidan farqi-yupqa qatlamli xromatografiyaning xamma afzalliklari bu usulga xosligi, usulning tezkorligi, dog'larni diffuziyasi yo'qligi, qatlamni keng hajmga egaligi va aniqlash uslubini yuqori sezgirlikka egaligi bilan belgilanadi.

Yupqa qatlamli, yopishtiriladigan universal sorbentlar

Yopishtiriladigan yupqa qatlamli plastinkalarni tayyorlash uchun asosan zarralari 5-400 mmk o'lchamda bo'lgan sorbentlar ishlatiladi. Lekin ba'zan bundan yirik zarrali sorbentlar ham ishlatilishi mumkin. Katta o'lchamli yoki aksincha juda mayda zarra li sorbentlarda xromatografik ajratish jarayoni sifati pasayadi. Mexanik mustahkamligini oshirish uchun sorbentga 10-20 % bog'lovchi modda qo'shiladi. Bog'lovchi modda ajratishga ta'sir etmasligi zarur.

Ko'pincha bu ta'sir juda oz bo'lib, unga ahamiyat berilmaydi. Bog'lovchilardan eng keng tarqalgani gipsdir. Kraxmal ham juda samarali yopishtiruvchi vositadir. Lekin uni kislotali reagentlar qo'llanganda, qizdirish kerak bo'lganda qo'llash mumkin emas.

Agar-agar xam bog'lovchilar qatoriga kiradi. Agar-agar xromatografik ajratishlarga salbiy ta'sir qilmaydi. Boshqa bog'lovchi moddalardan - aktivlashgan ko'mirdan yupqa qatlam plastinkasi tayyorlashda polietelen va sellyuloza asosida tayyorlanadigan bog'lovchilardan foydalaniladi.

Yopishtirilgan yupqa qatlamli plastinkalar tayyorlash uchun yanchilgan va elangan materialni suyuq fazada aralashtirib gemogen suspenziya hosil qilinadi va plastinkaga bir xil yupqa qatlam bilan joylashtiriladi.

Yopishtirilmagan qatlamlar esa xozirgacha farmpreparatlarni aralashmasini tahlil qilishda qo'llanilmoqda.

Yopishtirilmagan qatlamlarni tayyorlash uchun odatda yirik zarrali sorbentlar olinadi. Zarralarni optimal o'lchami 0,02-0,12 mm bo'lishi kerak. Bunday mayda zarrali sorbentlarni qo'llash qatlamni tayyorlanishi qiyinligi sababli chegaralangandir. Yirik zarrali sorbentlarni qo'llash, moddalarni ajratish sifatini pasaytiradi - dog'lar cho'zilib chiqishiga yoki xira bo'lishiga olib keladi. Yupqa qatlamli plastinka tayyorlash uchun mo'ljallangan material elakdan o'tkazilib har xil mexanik iflosliklardan tozalangan bo'lishi kerak. Kolonkali xromatografiyada qo'llanadigan sorbentlar ko'p xollarda yupqa qatlamli yopishtirilmagan xromatografiya usuli qo'l keladi. Uning kamchiligi sifatida zarrachalar o'lchamining har xilligi ma'lum bir o'lchamli silikagel ham bunga yaraydi. YOpishtirilmagan qatlamli plastinkalar tayyorlash uchun zarrachalari 0,1-0,2 mm o'lchamdagi poliamid ham ishlatiladi.

Xozirgi paytda butun dunyoda keng ishlab chiqarilayotgan tayyor xromatografik plastinkalar eng ko'p yo'qlanilyapti. Qator firmalari (yupqa qatlamli) oyna plastinkalarni ishlab chiqaradi.

Alyuminiy yoki plasmassa falgaga yopishtirilgan tayyor yupqa qatlamli plastinkalar juda qulaydir. Ular so'zsiz ko'p afzalliklarga ega. Bunday plastinkalarni oldindan tayyorlash zarurati yo'q. YAxshi taxlangan bo'ladi, uzoq saqlanadi va mexanik mustaxkam, sifatli, toza, yaxshi ajratish qobiliyatli sorbentlardan tayyorlangan.

Sorbentlarning aktivligini aniqlash.

Sorbentlar adsorbsion aktivligini aniqlash qisman yoki to'liq bir xil natijalarni qaytarilishini ta'minlashi zarur bo'lgan xollarda o'tkaziladi. Takroriy tahlillar bilan aniqlanayotganda qo'llanayotgan sorbentning xususiyatlarini, shu jumladan aktivligini bilish zarur bo'ladi. Sorbentning aktivligi uning tarkibidagi suv miqdori bilan bog'liq, lekin bu havoning namligiga bog'liq xolda o'zgaradi.

Alyuminiy oksidini aktivligini tayyorlangan yupqa qatlamli plastinkada azobo'yoqlar yig'masini xromatografiya qilib olingan xromatogramma Rf qiymatiga asoslanib aniqlanadi.

1-jadval

Alyuminiy oksidi va silikagel aktivligiga bog'liq bo'lgan azobo'eqlar Rf qiymati ko'rsatkichlari (to'rt xlorli uglerod bilan purkaladi).

№	Azobo'yoqlar	Alyum.oks.aktivligi				Silikagel aktiv			
		2	3	4	5	2	3	4	5
1	Azobenzol	59	74	85	95	61	70	83	86
2	n-metoksibenzol	16	49	69	89	28	43	67	79
3	Sudan sarig'i	1	25	57	78	18	30	53	64
4	Sudan qizili	0	10	33	56	11	13	40	50
5	n-aminobenzol	0	3	8	19	4	7	20	29
6	n-oksiiazobenzol					1	1	7	18

Bu usul bilan aktivlik darajasini 3 dan 5 gacha aniqlash mumkin.

1 - darajali aktivlikni aniqlash mumkin emas, 2 - darajali aktivlikni 4 - xlorliuglerod atmosferasida aniqlash mumkin. Alyuminiy oksidini aktivligi yuqoriroq bo'lganda hamma jarayon- qatlamni tayyorlash, azobo'yoq namunalarini tomizib xromatogrammani kameraga quyish, bir daqiqada bajariladi. Alyuminiy oksidi qatlamiga havo namligi ta'sirini kamaytirish uchun xromatogrammani konsentrik sulfat kislotali eksikatorida saqlanadi.

Muskahkamlangan qatlamli plastinkalarni tayyorlash.

Odatda plastinkalarga maxsus moslama - qo'lda tayyorlangan aplikatar yordamida yupqa qatlamli plastinkalar tayyorlanadi. Lekin sifati va ajratish xususiyati bilan, qatlamli bir tekisligi bilan R_f - o'lchamiga ta'siri bo'yicha turli plastinkalardan foydalanilinish mumkin. Qo'lda tayyorlanadigan plastinkalar sodda, qulay va hech qanday ortiqcha sarf-harajatlarni talab qilmaydi. Shuning uchun ko'p xollarda plastinkalar odatda qo'lda tayyorlanadi.

Namunalarni xromatografik plastinkaga tomizish.

Buning uchun miqdor tahlili bilan bog'liq tahlillarda, odatda kalibrovka qilingan mikropipetkalardan foydalaniladi. Sifat tahlili olib borilayotganda, namunalarni kapillyar naycha yordamida tomiziladi, namunalarni shuningdek, shpatel yoki skalpel bilan tomizish mumkin. Shpatel uchida tajriba orqali yig'ilgan modda bo'lib, uning yoniga erituvchining tomchisi og'izilib, so'ng shpatel qiyalashtirilib modda bilan aralashtiriladi. Modda erib, eritma hosil bo'ladi va uni xromatogrammaning start chizig'iga tomiziladi. SHunday usul bilan maydalangan tabletkalarni xromatogrammaga tomiziladi.

Namunani bir nuqtaga tomizmaslikka harakat qilish kerak, chunki bunda reagent purkab xromatogramma ko'rilganda modda uzun chiziqli dog' shaklida bo'ladi. Aralashma komponentlari ushbu xolatda ajratilmasligi mumkin. Yopishtirilgan qatlamda startdagi dog'ning diametri 3-4 mmdan oshmasligi kerak, yopishtirilmagan qatlamda esa 6-8 mm. Moddalar eritmasini uzun chiziq shaklida tomizilsa yaxshi natijalar olinadi. Bu chiziqlar 1 dan 4 smgacha uzunlikda iloji boricha ingichka bo'lishi kerak.

Xromatografiya qilish

To'g'ri keladigan erituvchilar sistemasini tanlash uncha qiyin emas. Yupqa qatlamli xromatografiyani afzalliklaridan biri erituvchilar sistemasini qutbligini o'zgartirib moddani yaxshi ajratish zonasiga yo'naltirish mumkin.

Zarur sistemani oldindan tayyorlash uchun Shtal usuli qo'llanadi. Bu usul bo'yicha plastinkaning start chizig'iga bir necha nuqtaga aralashmadan tomiziladi. So'ng bu nuqtalarga pipetka yordamida har xil erituvchilar sistemasidan tomiziladi. Ushbu usul bilan qilingan kichik aylanma xromatogrammalar qaysi sistema qanday natija berishini yaqqol ko'rsatadi. Sistemani aniqlashning ya'na boshqa usuli bo'yicha uzun shisha naychaga sorbent qatlamli solib, so'ng unga moddalar aralashmasi tomiziladi va probirkada ko'riladi.

Xona haroratining o'zgarishi natijalariga deyarli ta'sir qilmaydi. R_f - o'lchamining o'zgarishi asosan harorat oshishi bilan va xonaning nisbiy namligi o'zgarmaganda yuz beradi. Xromatografik jarayonning faqat og'zi maxkam yopiladigan duch kelgan idishda o'tkazish mumkin. Kamera germetik yopilishi kerak, chunki erituvchilar buO'lanib ketishi kerak emas.

Aks xolda xromatografiya jarayoni buziladi. Aksincha ko'p komponentli sistemalarning tarkibi o'zgaradi. Amalda kichik hajmdagi kameralar qulaydir.

Xromatografiya qilishdan oldin kamerani erituvchilar sistemasiga to'yintirish tavsiya etiladi. To'yintirilgan kameralarni qo'llash "chetlash" effektini oldini olishi, yoki R_f - qiymatining o'lchamini xromatogrammaning o'rtasida va chekkasida ham bir xil bo'lishini ta'minlaydi.

YUpqa qatlamli xromatogrammada erituvchilar sistemasini ko'pincha yuqoriga qaratib harakatlantiriladi. Ko'p komponentli sistemalar bilan ishlanganda xromatografiya qilayotganda sistemaning tarkibi o'zgaradi. SHu sababli har gal yangi sistema tayyorlash kerak. Gemogen azeotrop aralashmalar sistemasidan foydalanganda tarkibda o'zgarishi yuz bermaydi va shu sababli unda o'ntagacha xromatogramma olish mumkin.

Xromatogrammada moddalarning dog'larini ko'rish

Agar tekshiriluvchi namuna rangli moddalar bo'lsa, ularni maxsus reaktiv yordamida aniqlash talab etmaydilar. Lekin ko'pincha xromatografiya qilgandan so'ng moddalarni ko'rintirish zarur bo'ladi. Ko'rintirish qog'oz xromatografiyasidagi kabi xromatogrammaga to'g'ri keladigan rang hosil qiluvchi

reagentni purkash yo'li bilan amalga oshiriladi. Bir qator moddalarni kimeviy reagentlarsiz, masalan: UB - nurlarida nurlantirib ko'rish ham mumkin.

Natijalarni ishlab chiqish

Alohida moddalarning harakat xususiyati R_f - bilan o'lchanadi. R_f - bu modda dog'ining markazi va start orasidagi masofani (A) erituvchi fronti va start orasidagi masofaga (B) nisbatidan olinadigan qiymat. Bu o'lcham 0 dan 1 gacha o'zgaradi. Modda start chizig'ida bo'lsa, $R_f = 0,0$, o'rtasida $R_f - 0,5$ ga teng, front chizig'ida esa $R_f - 1$ ga teng. Agar tajriba bir xil sharoitda bajarilmasa R_f - fizik ko'rsatkich hisoblanmaydi. Ko'p xollarda R_f -moddaning harakatlanishi xususiyatini va ushbu xromatografik sistemaning ajratish qobiliyatini ko'rsatadi. R_f -o'lchami ko'pincha omillarga bog'liq bo'lganligi sababli moddaning R_c -nisbiy o'lchami yoki moddaning R_f -qiymatini standart birikma R_f qiymatiga nisbati ko'rsatkichiga aniqroq ma'lumot beradi.

R_f -o'lchamini ifodalanishi.

R_f -o'lchamini kiritilishi dog'ning xromatogrammani joylashishini ifodalaydi. Ko'pincha mualliflar bu ko'rsatkichni fizik yoki fizik-kimyoviy ko'rsatkich deb hisoblamaydilar, uni faqat aralashmadagi boshqa moddalarga nisbatan moddaning joylashishini ifodalovchi ko'rsatkich, deb takidlaydilar. Moddani standart modda bilan R_f -larini solishtirish orqali identifikatsiya qilish uchun ajratishning xromatografik jarayonini takrorlash muxim ahamiyatga egadir.

R_f -o'lchamini doimiyligi ko'p omillar ta'sir qiladi. Eng avvalo erituvchilar sistemasi, kamerani to'yintirishning shakli va darajasi, xromatografik sorbentlarning aktivligi, nisbiy namlik, erituvchi frontining masofasi, sorbentning pH yoki sistemaning pH-muhit ko'rsatkichlari shular jumlasidandir.

R_f - o'lchamiga shuningdek sistemadagi erituvchilarning tozaligi, qatlamning qalinligi, sorbentning maydaligi, plastinka tayyorlashda suspensiyasining pastanining quyuq-suyuqligi, namunaning miqdori start chizig'ining plastinka chetiga uzoq-yaqinligi, plastinkaning sistemaga qanchalik botib turishi va purkakichning yo'naltirilishi ta'sir qiladi.

Yupqa qatlamli xromatografiya natijalarini qayd qilish va xromatogrammalarni saqlash.

Xromatografik ajratish natijalarini aniq bayon etish zarurati ko'p bo'ladi. Xromatogrammalarni dog'lar rangi uchib ketishi va xromatografik qatlam mexanik mustaxkam emasligi sababli saqlash qiyin.

YUQORI SAMARALI YUPQA QATLAM XROMATOGRAFIYASI, UNING USLUBIY ASOSLARI.

Yupqa qatlamli xromatografiya uch yo'nalishda qo'llanadi:

- 1) moddalar va aralashmalarning sifat tahlili uchun,
- 2) moddalar aralashmasining miqdoriy tahlili uchun,
- 3) har bir komponentni preparativ ajratish uchun.

Yupqa qatlamli xromatografiyani o'tkazish bir necha bosqichda kechadi:

- a) yupqa qatlamli plastinkani tayyorlash,
- b) namuna eritmalarini tayyorlash,
- v) namuna eritmasini yupqa qatlam plastinkasiga o'tkazish,
- g) xromatografik ajratishni amalga oshirish,
- d) xromatogrammadagi dog'larni aniqlash,
- e) ajratish natijalarni izoxlash va xromatogrammalarni (ishchi daftarga) qayd etish.

Bu bosqichlarni amalga oshirish uchun laboratoriya stoli, kerakli o'lchamlarda oyna, plastinkalar va zarur sorbentlar (yoki tayyor firma plastinkalari), mikropipetkalar, xromatografik ajratishni plastinkada o'tkazish uchun kamera, modda yig'ilgan joyni ko'rsatuvchi reaktivni sepish uchun purkagich, havoni yangilash shkafi va plastinkalarni quritish uchun qurituvchi shkaf zarur.

Yupqa qatlamli xromatografiya qilishda asosan ikki xil yopishtirilgan va yopishtirilmagan qatlamli plastinkalar qo'llanadi.

Mustahkamlangan (yopishtirilgan) qatlamli plastinkalar, ularga maydalab elangan xromatografik materiallarni suvda yoki organik erituvchidagi suspensiyasini quyib tayyorlanadi. Suspensiyaga odatda

yopishtirish uchun bog'lovchi moddalar qo'shiladi. Agar bog'lovchi sifatida olingan modda tahlil natijalariga ta'sir qiladigan bo'lsa, unda bog'lovchi qo'shilmaydi.

Muskahkamlanmagan (yopishtirilmagan) qatlamli plastinkalar quruq sorbentni plastinka yuziga bir xil qalinlikda yotqizilish yo'li bilan tayyorlanadi. Har ikki xil xromatografik qatlamlar bir vaqtda qo'llana boshlandi. Yopishtirilmagan qatlamli plastinkalarning afzalligi shundaki, uni oddiy moslamada tez va oson tayyorlash mumkin.

Yopishtirilgan qatlamli plastinkalar oldindan tayyorlab qo'yish imkoniyati, ehtiyot choralari talab qilmasligi va ularda xromatogrammalarni aniqlash osonligi bilan laboratoriya texnikasining ajralmas qismi bo'lib qoldi. Ularni eng muxim afzalliklari, moddalarni ajratish qobiliyatining yuqoriligidir.

Xromatografik sorbentlar

Silikagel va alyuminiy oksidi eng universal-turli xildagi birikmalarni ajratish qobiliyatiga ega bo'lgan sorbentlardir. Ular keng tarqalgan, arzon va ajratish qobiliyati kuchlidir. Ushbu sorbentlarni faolligini rN-muxitni, mayda-yirikligini o'zgartirib boshqarish mumkin. Silikagel, shuningdek ajratadigan xromatografiyasida qo'zg'almas fazani saqlovchi sifatida xam qo'llanadi. Silikagelni moddalar sifatini, aniqlash samaradorligi va ba'zi bir o'zgaruvchan kimeviy birikmalarni barqarorligini belgilaydi. Masalan: pirozalon xosilalarini ajratishda uni parchalanishi kuzatilishi mumkin, demak namunani start chizig'iga tomizgandan so'ng tezda xromatografiya qilinmagan.

Alyuminiy oksidi ham juda qulay sorbentdir. U har xil faollikka, turli rN-muhitga ega. Alyuminiy oksidini 125°S qizdirilganda, uning λ - shakli olinadi, u ham yaxshi sorbent hisoblanadi.

Bunday alyuminiy oksidida odatdagi firma plastinkalariga nisbatan yana xam sifatli va qayta tahlillarda aniq natijalar olinadi.

Qandlarga o'xshagan ba'zi bir moddalarni ajratish uchun silikagel va alyuminiy oksidini aralashmasi - alyusil qo'llanadi.

Oxirgi paytda poliamidlar yordamida moddalarni bir-biridan ajratish keng qo'llanilyapti. Poliamidlar ularni olish usuliga qarab har xil ajratish qobiliyatiga ega.

Poliamidli qatlamlarda bog'lovchi sifatida selliyulozadan foydalanish yaxshi natijalar beradi. Sellyulozadan tashqari kraxmal xam bog'lovchi sifatida qo'llanadi. Poliamid, silikagel va kraxmal aralashmasidan ajoyib mexanik xususiyatli plastinkalar olish mumkin.

Poliamid- fenollarni ajratishda qo'l keladi. Sellyuloza qatlamida xromatografiya qilish ham keng qo'llanadi. Bunda qog'oz xromatografiyasida orttirilgan tajribalardan foydalanish mumkin. Qog'oz xromatografiyasidan farqi-yupqa qatlamli xromatografiyaning xamma afzalliklari bu usulga xosligi, usulning tezkorligi, dog'larni diffuziyasi yo'qligi, qatlamni keng hajmga egaligi va aniqlash uslubini yuqori sezgirlikka egaligi bilan belgilanadi.

Yupqa qatlamli, yopishtiriladigan universal sorbentlar

Yopishtiriladigan yupqa qatlamli plastinkalarni tayyorlash uchun asosan zarralari 5-400 mmk o'lchamda bo'lgan sorbentlar ishlatiladi. Lekin ba'zan bundan yirik zarrali sorbentlar ham ishlatilishi mumkin. Katta o'lchamli yoki aksincha juda mayda zarra li sorbentlarda xromatografik ajratish jarayoni sifati pasayadi. Mexanik mustaxkamligini oshirish uchun sorbentga 10-20 % bog'lovchi modda qo'shiladi. Bog'lovchi modda ajratishga ta'sir etmasligi zarur.

Ko'pincha bu ta'sir juda oz bo'lib, unga ahamiyat berilmaydi. Bog'lovchilardan eng keng tarqalgani gipsdir. Kraxmal ham juda samarali yopishtiruvchi vositadir. Lekin uni kislotali reagentlar qo'llanganda, qizdirish kerak bo'lganda qo'llash mumkin emas.

Agar-agar xam bog'lovchilar qatoriga kiradi. Agar-agar xromatografik ajratishlarga salbiy ta'sir qilmaydi. Boshqa bog'lovchi moddalardan - aktivlashgan ko'mirdan yupqa qatlam plastinkasi tayyorlashda polietelen va selliyuloza asosida tayyorlanadigan bog'lovchilardan foydalaniladi.

Yopishtirilgan yupqa qatlamli plastinkalar tayyorlash uchun yanchilgan va elangan materialni suyuq fazada aralashtirib gemogen suspenziya hosil qilinadi va plastinkaga bir xil yupqa qatlam bilan joylashtiriladi.

Yopishtirilmagan qatlamlar esa xozirgacha farmpreparatlarni aralashmasini tahlil qilishda qo'llanilmoqda.

Yopishtirilmagan qatlamlarni tayyorlash uchun odatda yirik zarrali sorbentlar olinadi. Zarralarni optimal o'lchami 0,02-0,12 mm bo'lishi kerak. Bunday mayda zarrali sorbentlarni qo'llash qatlamni tayyorlanishi qiyinligi sababli chegaralangandir. Yirik zarrali sorbentlarni qo'llash, moddalarni ajratish sifatini pasaytiradi - dog'lar cho'zilib chiqishiga yoki xira bo'lishiga olib keladi. Yupqa qatlamli plastinka tayyorlash uchun mo'ljallangan material elakdan o'tkazilib har xil mexanik iflosliklardan tozalangan bo'lishi kerak. Kolonkali xromatografiya qo'llanadigan sorbentlar ko'p xollarda yupqa qatlamli yopishtirilmagan xromatografiya usuli qo'l keladi. Uning kamchiligi sifatida zarrachalar o'lchamining har xilligi ma'lum bir o'lchamli silikagel ham bunga yaraydi. Yopishtirilmagan qatlamli plastinkalar tayyorlash uchun zarrachalari 0,1-0,2 mm o'lchamdagi poliamid ham ishlatiladi.

Xozirgi paytda butun dunyoda keng ishlab chiqarilayotgan tayyor xromatografik plastinkalar eng ko'p yo'qilanilyapti. Qator firmalari (yupqa qatlamli) oyna plastinkalarni ishlab chiqaradi.

Alyuminiy yoki plasmassa falgaga yopishtirilgan tayyor yupqa qatlamli plastinkalar juda qulaydir. Ular so'zsiz ko'p afzalliklarga ega. Bunday plastinkalarni oldindan tayyorlash zarurati yo'q. Yaxshi taxlangan bo'ladi, uzoq saqlanadi va mexanik mustaxkam, sifatli, toza, yaxshi ajratish qobilyatli sorbentlardan tayyorlangan.

Sorbentlarning aktivligini aniqlash.

Sorbentlar adsorbsion aktivligini aniqlash qisman yoki to'liq bir xil natijalarni qaytarilishini ta'minlashi zarur bo'lgan xollarda o'tkaziladi. Takroriy tahlillar bilan aniqlanayotganda qo'llanayotgan sorbentning xususiyatlarini, shu jumladan aktivligini bilish zarur bo'ladi. Sorbentning aktivligi uning tarkibidagi suv miqdori bilan bog'liq, lekin bu havoning namligiga bog'liq xolda o'zgaradi.

Alyuminiy oksidini aktivligini tayyorlangan yupqa qatlamli plastinkada azobo'yoqlar yig'masini xromatografiya qilib olingan xromatogramma Rf qiymatiga asoslanib aniqlanadi.

1-jadval

Alyuminiy oksidi va silikagel aktivligiga bog'liq bo'lgan azobo'eqlar Rf qiymati ko'rsatkichlari (to'rt xlorli uglerod bilan purkaladi).

№	Azobo'yoqlar	Alyum.oks.aktivligi				Silikagel aktiv			
		2	3	4	5	2	3	4	5
1	Azobenzol	59	74	85	95	61	70	83	86
2	n-metoksibenzol	16	49	69	89	28	43	67	79
3	Sudan sarig'i	1	25	57	78	18	30	53	64
4	Sudan qizili	0	10	33	56	11	13	40	50
5	n-aminobenzol	0	3	8	19	4	7	20	29
6	n-oksiiazobenzol					1	1	7	18

Bu usul bilan aktivlik darajasini 3 dan 5 gacha aniqlash mumkin.

1 - darajali aktivlikni aniqlash mumkin emas, 2 - darajali aktivlikni 4 - xlorliuglerod atmosferasida aniqlash mumkin. Alyuminiy oksidini aktivligi yuqoriroq bo'lganda hamma jarayon- qatlamni tayyorlash, azobo'yoq namunalarini tomizib xromatogrammani kameraga quyish, bir daqiqada bajariladi. Alyuminiy oksidi qatlamiga havo namligi ta'sirini kamaytirish uchun xromatogrammani konsentrik sulfat kislotali eksikatorida saqlanadi.

Muskahkamlangan qatlamli plastinkalarni tayyorlash.

Odatda plastinkalarga maxsus moslama - qo'lda tayyorlangan aplikatar yordamida yupqa qatlamli plastinkalar tayyorlanadi. Lekin sifati va ajratish xususiyati bilan, qatlamli bir tekisligi bilan Rf - o'lchamiga ta'siri bo'yicha turli plastinkalardan foydalanilinish mumkin. Qo'lda tayyorlanadigan plastinkalar sodda, qulay va hech qanday ortiqcha sarf-harajatlarni talab qilmaydi. Shuning uchun ko'p xollarda plastinkalar odatda qo'lda tayyorlanadi.

Namunalarni xromatografik plastinkaga tomizish.

Buning uchun miqdor tahlili bilan bog'liq tahlillarda, odatda kalibrovka qilingan mikropipetkalardan foydalaniladi. Sifat tahlili olib borilayotganda, namunalarni kapillyar naycha yordamida tomiziladi, namunalarni shuningdek, shpatel yoki skalpel bilan tomizish mumkin. Shpatel uchida tajriba orqali yig'ilgan modda bo'lib, uning yoniga erituvchining tomchisi og'izilib, so'ng shpatel qiyalashtirilib modda bilan aralashtiriladi. Modda erib, eritma hosil bo'ladi va uni xromatogrammaning start chizig'iga tomiziladi. SHunday usul bilan maydalangan tabletkalarni xromatogrammaga tomiziladi.

Namunani bir nuqtaga tomizmaslikka harakat qilish kerak, chunki bunda reagent purkab xromatogramma ko'rilganda modda uzun chiziqli dog' shaklida bo'ladi. Aralashma komponentlari ushbu xolatda ajratilmasligi mumkin. Yopishtirilgan qatlamda startdagi dog'ning diametri 3-4 mmdan oshmasligi kerak, yopishtirilmagan qatlamda esa 6-8 mm. Moddalar eritmasini uzun chiziq shaklida tomizilsa yaxshi natijalar olinadi. Bu chiziqlar 1 dan 4 smgacha uzunlikda iloji boricha ingichka bo'lishi kerak.

Xromatografiya qilish

To'g'ri keladigan erituvchilar sistemasini tanlash uncha qiyin emas. Yupqa qatlamli xromatografiyani afzalliklaridan biri erituvchilar sistemasini qutbligini o'zgartirib moddani yaxshi ajratish zonasiga yo'naltirish mumkin.

Zarur sistemani oldindan tayyorlash uchun Shtal usuli qo'llanadi. Bu usul bo'yicha plastinkaning start chizig'iga bir necha nuqtaga aralashmadan tomiziladi. So'ng bu nuqtalarga pipetka yordamida har xil erituvchilar sistemasidan tomiziladi. Ushbu usul bilan qilingan kichik aylanma xromatogrammalar qaysi sistema qanday natija berishini yaqqol ko'rsatadi. Sistemani aniqlashning ya'na boshqa usuli bo'yicha uzun shisha naychaga sorbent qatlami solib, so'ng unga moddalar aralashmasi tomiziladi va probirkada ko'riladi.

Xona haroratining o'zgarishi natijalariga deyarli ta'sir qilmaydi. R_f - o'lchamining o'zgarishi asosan harorat oshishi bilan va xonaning nisbiy namligi o'zgarmaganda yuz beradi. Xromatografik jarayonning faqat og'zi maxkam yopiladigan duch kelgan idishda o'tkazish mumkin. Kamera germetik yopilishi kerak, chunki erituvchilar bu O'lanib ketishi kerak emas.

Aks xolda xromatografiya jarayoni buziladi. Aksincha ko'p komponentli sistemalarning tarkibi o'zgaradi. Amalda kichik hajmdagi kameralar qulaydir.

Xromatografiya qilishdan oldin kamerani erituvchilar sistemasiga to'yintirish tavsiya etiladi. To'yintirilgan kameralarni qo'llash "chetlash" effektini oldini olishi, yoki R_f - qiymatining o'lchamini xromatogrammaning o'rtasida va chekkasida ham bir xil bo'lishini ta'minlaydi.

Yupqa qatlamli xromatogrammada erituvchilar sistemasini ko'pincha yuqoriga qaratib harakatlantiriladi. Ko'p komponentli sistemalar bilan ishlanganda xromatografiya qilayotganda sistemaning tarkibi o'zgaradi. SHu sababli har gal yangi sistema tayyorlash kerak. Gemogen azeotrop aralashmalar sistemasidan foydalanganda tarkibda o'zgarishi yuz bermaydi va shu sababli unda o'ntagacha xromatogramma olish mumkin.

Xromatogrammada moddalarning dog'larini ko'rish

Agar tekshiriluvchi namuna rangli moddalar bo'lsa, ularni maxsus reaktiv yordamida aniqlash talab etmaydilar. Lekin ko'pincha xromatografiya qilgandan so'ng moddalarni ko'rintirish zarur bo'ladi. Ko'rintirish qog'oz xromatografiyasidagi kabi xromatogrammaga to'g'ri keladigan rang hosil qiluvchi reagentni purkash yo'li bilan amalga oshiriladi. Bir qator moddalarni kimeviy reagentlarsiz, masalan: UB - nurlarida nurlantirib ko'rish ham mumkin.

Natijalarni ishlab chiqish

Alohida moddalarning harakat xususiyati R_f - bilan o'lchanadi. R_f - bu modda dog'ining markazi va start orasidagi masofani (A) erituvchi fronti va start orasidagi masofaga (B) nisbatidan olinadigan qiymat. Bu o'lcham 0 dan 1 gacha o'zgaradi. Modda start chizig'ida bo'lsa,

$R_f = 0,0$, o'rtasida $R_f - 0,5$ ga teng, front chizig'ida esa $R_f - 1$ ga teng. Agar tajriba bir xil sharoitda bajarilmasa R_f - fizik ko'rsatkich hisoblanmaydi. Ko'p xollarda R_f -moddaning harakatlanishi xususiyatini va ushbu xromatografik sistemaning ajratish qobiliyatini ko'rsatadi. R_f -o'lchami ko'pincha

omillarga bog'liq bo'lganligi sababli moddaning R_c -nisbiy o'lchami yoki moddaning R_f -qiymatini standart birikma R_f qiymatiga nisbati ko'rsatkichiga aniqroq ma'lumot beradi.

Rf-o'lchamini ifodalanishi.

R_f -o'lchamini kiritilishi dog'ning xromatogrammani joylashishini ifodalaydi. Ko'pincha mualliflar bu ko'rsatkichni fizik yoki fizik-kimyoviy ko'rsatkich deb hisoblamaydilar, uni faqat aralashmadagi boshqa moddalarga nisbatan moddaning joylashishini ifodalovchi ko'rsatkich, deb takidlaydilar. Moddani standart modda bilan R_f -larini solishtirish orqali identifikatsiya qilish uchun ajratishning xromatografik jarayonini takrorlash muxim ahamiyatga egadir.

R_f -o'lchamini doimiyligi ko'p omillar ta'sir qiladi. Eng avvalo erituvchilar sistemasi, kamerani to'yintirishning shakli va darajasi, xromatografik sorbentlarning aktivligi, nisbiy namlik, erituvchi frontining masofasi, sorbentning pH yoki sistemaning pH-muhit ko'rsatkichlari shular jumlasidandir.

R_f - o'lchamiga shuningdek sistemadagi erituvchilarning tozaligi, qatlamning qalinligi, sorbentning maydaligi, plastinka tayyorlashda suspensiy pastaning quyuk-suyuqligi, namunaning miqdori start chizig'ining plastinka chetiga uzoq-yaqinligi, plastinkaning sistemaga qanchalik botib turishi va purkakichning yo'naltirilishi ta'sir qiladi.

Yupqa qatlamli xromatografiya natijalarini qayd qilish va xromatogrammalarni saqlash.

Xromatografik ajratish natijalarini aniq bayon etish zarurati ko'p bo'ladi. Xromatogrammalarni dog'lar rangi uchib ketishi va xromatografik qatlam mexanik mustaxkam emasligi sababli saqlash qiyin.

12-MA'RUZA. GAZ XROMATOGRAFIYASI. USULNING NAZARIY ASOSLARI VA DORI VOSITALARI TAHLILIDA QO'LLANILISHI.

Ma'ruza rejasi:

1. Gaz xromatografiyasining rivojlanish tarixi.
2. Gaz xromatografiyasining asosiy tamoyillari.
3. Gaz xromatografiyasining nazariy asoslari.
4. Gaz suyuqlik xromatografiyasining qo'zg'aluvchi va qo'zg'almas suyuq fazalari.

Tayanch so'z va iboralar: *Gaz xromatografiyasi, elyuent, inert gaz, detektor, kolonka, sorbent, gaz adsorbsion xromatografiya, gaz suyuqlik xromatografiyasi, xromatogramma, ushlanish vaqti, ushlanish masofasi, ajratish koeffitsienti.*

Gaz xromatografiyasining tarixiy rivojlanishi va asosiy bosqichlari

Murakkab gazlar, bug'lar, suyuqliklar yoki eritilgan moddalarni ajratish va tahlil qilish uchun fizik-kimyoviy usullar orasida gaz xromatografik usul alohida o'rin egallaydi. Gaz xromatografiyasi dinamik sharoitda sorbsiya (yutilish) protsesslariga asoslangan.

Xromatografiyani birinchi bor 1903 yili rus olimi, biolog va botanik M.S.Svet tomonidan yashil o'simliklar barglaridagi o'simlik pigmentlari murakkab aralashmasini ajratish uchun qo'llagan.

1941 yil Angliyalik bioximiklar Martin va Sinj **qog'oz xromatografiyani** taklif qilishgan. Mualliflar keyinchalik qo'zg'aluvchi faza sifatida nafaqat suyuqlik, balki gaz ham ishlatish mumkinligini aniqlashgan.

Djeyms va Martinning tadqiqotlari 1952 yilda gaz adsorbsion va gaz suyuqlik xromatografiyasi usulini yuzaga keltirdi.

1953 yilda D.A.Vyaxirov, A.I. Bruk va S.A.Guglin, YAnaklar birinchi marta gaz xromatografik kolonkadan chiqayotgan tekshiriluvchi moddalarni aniqlash usulini taklif etdilar. Bunda kolonkadan chiqayotgan gaz oqimining (SO_2) byuretkadagi ishqorda yutilishini ko'rsatilib o'tilgan.

Gaz xromatografiyasi amaliyotida yangi sorbentlarni, qo'zg'almas suyuq fazalarni, turli ko'rinishdagi kolonkalarni yaratish uslubi analitik imkoniyatlarini ma'lum darajada kengaytiradi.

Gaz xromatografiyasi ham quyidagi belgilariga asoslanib sinflanadi:

- a) fazalarni agregat xolatiga asoslanib;
- b) elementar xususiyatlariga asosan;
- v) fazalarni o'zaro harakatiga asosan;

d) olib boriladigan ishning maqsadiga asosan.

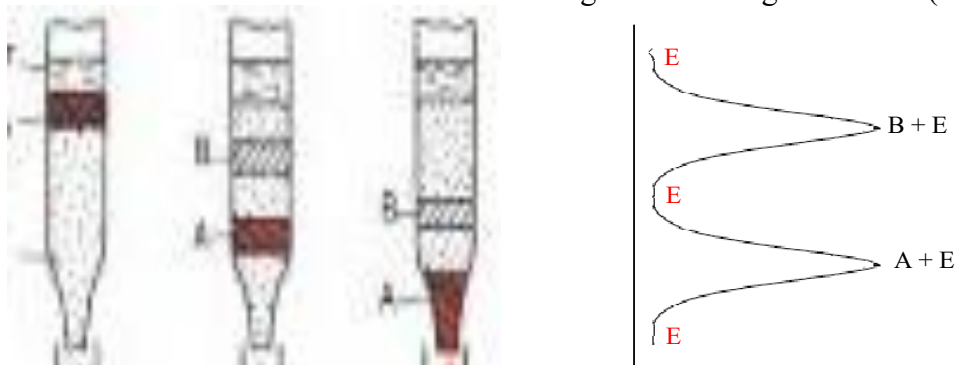
Gaz adsorbsion xromatografiyaning birinchi turi qo'zg'almas faza sifatida qattiq sorbent - adsorbit, ikkinchi turi esa qattiq sorbent ustiga bir xil qalinlikda joylashtirilgan suyuqlikdan iborat.

v) **Fazalarni o‘zaro harakatiga asoslangan** GX turi uchta usul dan iborat:

1. Elyuent. 2. Frontal. 3. Siqib chiqarish.

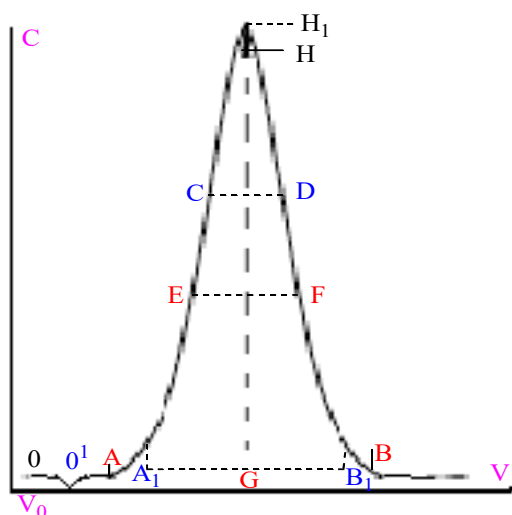
Bu usul GSX da ko‘p ishlatiladi, chunki tahlilning optimal sharoitida amaliy tekshiriluvchi aralashma komponentlari to‘liq ajraladi. Buni ushlanish vaqti bilan belgilanib, miqdoriy tarkibi esa xromatogrammadagi cho‘qqiga asoslanib, aniqlanadi. Ajralishni tashqari kolonkadan chiqayotgan alohida moddalarni har xil kimyoviy va fizik-kimyoviy usullar bilan ham aniqlash va baholash mumkin.

Elyuant xromatografiya usulida sorbent bilan to'lg'izilgan kolonka orqali (E) gaz yuborish natijasida avval kolonkada toza gaz, so'ngra dori moddalarning sorbent orasida taqsimlanish xususiyatiga asoslanib ajralishi sodir bo'ladi. Masalan: A va V moddalar kolonkadagi sorbent ustiga shimiladi (rasm 1).



1-rasm. Elyuant xromatografiya

Soʻngra gazning harakati natijasida sorbent bilan yaxshi adsorbsiyalanuvchi V modda sorbent tarkibidan sekin harakatlanadi, kam sorbsiyalanuvchi A modda tez harakat qilib bir biridan ajraladi.



2-rasmda

O-moddani kolonkaga yuborilgan vaqti;
 O^1 - soʻrilmay qolgan gaz miqdori;
 OO^1 - oraligʻi kolonkaning bir qismidagi gazning soʻrilmagan miqdori (V_0);
 ANV-moddaning xromatografik piki;
 GH – pikning balandligi
 A^1B^1 – pikning asosi kengligi (μ)
 EF – oraligʻi pikning oʻrtacha kengligi yarmini oʻlchami ($1/2\mu$)

Elyuent xromatografiya usuli yordamida dori moddalarini bir-biridan ajratib olishda keng foydalaniladi. SHunga qaramay bu usulni kamchiligi gazning koʻp miqdorida kolonkaga tushishi natijada yuvilish asosida modda konsentratsiyasini yoʻqolishi kuzatiladi. Lekin bu kamchilikni sezgirliги yuqori asboblarda yordamida bartaraf etish mumkin.

2. Frontal usul. Bajarilishi boʻyicha frontal usuli oddiyroq. Bu usul aralashmadagi moddalarni ajratishni tahlil davomida haroratni boshqarib yoki maʼlum bir dastur asosida sorbent haroratini oʻzgartirib ham bajarsa boʻladi. Haroratni dasturlash tahlil imkoniyatlarini oshirish bilan bir qator komponentlar aralashmasini toʻliq ajralishini taʼminlaydi. Frontal usul yordamida dori moddasini kolonka orqali oʻtkazilganda unda qoʻzgʻaluvchi faza sifatida sorbent bilan soʻrilmaydigan erituvchi yordamida siqib chiqarish jarayonida foydalaniladi. Bu usul kam ishlatiladi.

3. Siqib chiqarish usuli – aralashmadagi moddalar sorbent qatlami boʻylab oʻzlarining yutilish xususiyati ortishi hisobga qoʻzgʻaluvchi fazada bir-biriga yopishgan zonalar koʻrinishida moddani absorbsion moyilligi ortishiga bogʻliq tartibda harakat qiladi. Qoʻzgʻaluvchi faza sifatida tanlanadigan tarkib modda erigan suyuqlikdan olingan sorbentdagi aralashmaning boshqa komponentlariga nisbatan yuqori darajada yutilishi kerak.

G) Asbob uskunani jihozlanishiga asoslanib olib boriladigan xromatografiya usuli kolonkali va kapillyar xromatografiyasi deb yuritiladi.

D) Xromatografiya usulini olib borish jarayoniga asoslanib sifat va miqdor tahlilni olib borishda xromatografiya usulini boshqa fizik-kimyoviy tahlil usullari bilan birgalikda bajarishga qaratilgandir (mass-spektrometriya, IK-spektrometriya, YAMR va EPR-spektroskopiya).

Gaz suyuqlik xromatografiyasining asosiy turlari

Yuqorida aytilgan barcha xromatografik usullarda aralashma komponentlari ikki faza, statsionar (qoʻzgʻalmas) va qoʻzgʻaluvchi faza oʻrtasida taqsimlanadi. Agar qoʻzgʻaluvchi faza sifatida gaz ishlatilsa, qoʻzgʻalmas faza sifatida faqat, qattiq jism-sorbent (aktivlangan koʻmir, silikagel, alyuminiy oksidi va boshqalar) qoʻllanilsa, boʻnday koʻrinish gaz-adsorbsion xromatografiyasi deyiladi.

Agar qoʻzgʻaluvchi faza sifatida gaz, qoʻzgʻalmas faza sifatida qattiq modda ustiga qoplangan yuqori qaynash darajasiga ega suyuqlik qoʻllanilsa bunday koʻrinish gaz-suyuqlik xromatografiyasi deyiladi.

SHunday qilib GSX usuli tahlil qilinayotgan moddalarning gaz va suyuqlik fazalari orasidagi qayta taqsimlanishni aniqlashga asoslangan usuldir.

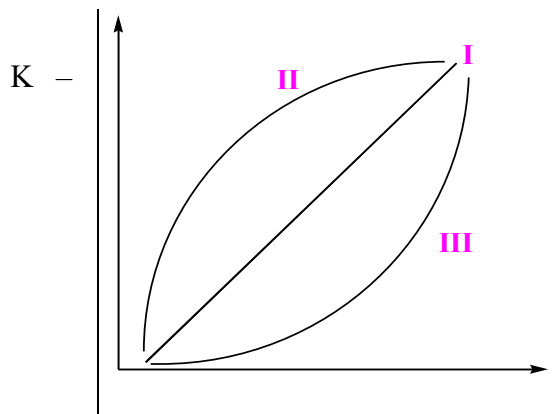
GSX da tahlil qilinuvchi aralashmaning komponentlari qattiq sorbent ustiga qoplangan suyuqlik fazasida turli eruvchanlikka ega boʻlgani sababli xromatografik kolonkalarda turlicha ajralish vujudga keladi.

Tahlil qilinuvchi aralashma qoʻzgʻaluvchi gaz oqimiga kiritilganda bugʻlanadi va bugʻsimon xolatda sorbentli kolonkadan oʻtib, adsorbsiya va desorbsiya xodisalarini qaytarilishi sababli gaz va suyuqlik oʻrtasida taqsimlanadi.

Aralashmani tashkil etuvchilarni gaz-xromatografik boʻlinish jarayoni taqsimlanish koeffitsienti K bilan harakterlanadi. Bu koeffitsent qoʻzgʻalmas suyuq fazadagi modda konsentratsiyasini (S_n) qoʻzgʻaluvchi fazadagi konsentratsiyasiga (S_n) nisbatini belgilaydi.

$$K = \frac{C_H}{C_n}$$

K –koeffitsentning o'zgaras kattaligida tashkil etuvchi komponentlarning suyuq va gazsimon fazadagi konsentratsiyalari nisbati umumiy konsentratsiyasining turli qiymatlarida o'zgaras bo'ladi va natijada adsorbsiya chiziqli harakterga ega bo'ladi. (1-ko'rinishdagi chizma)



3-rasm. Adsorbsiya izotermiyasi. I- K-

Gaz o'zgaras kattalik
II,III – K- qiymat o'zgaruvchan bo'lsa, qavariq yoki botiq

koeffitsent doimiyligi o'zgarganda qo'zg'aluvchi va qo'zg'almas fazadagi nisbatlarga bog'liq bo'lgan xolda qavariq yoki botiq 2, 3 ko'rinishdagi izotermalar hosil bo'ladi.

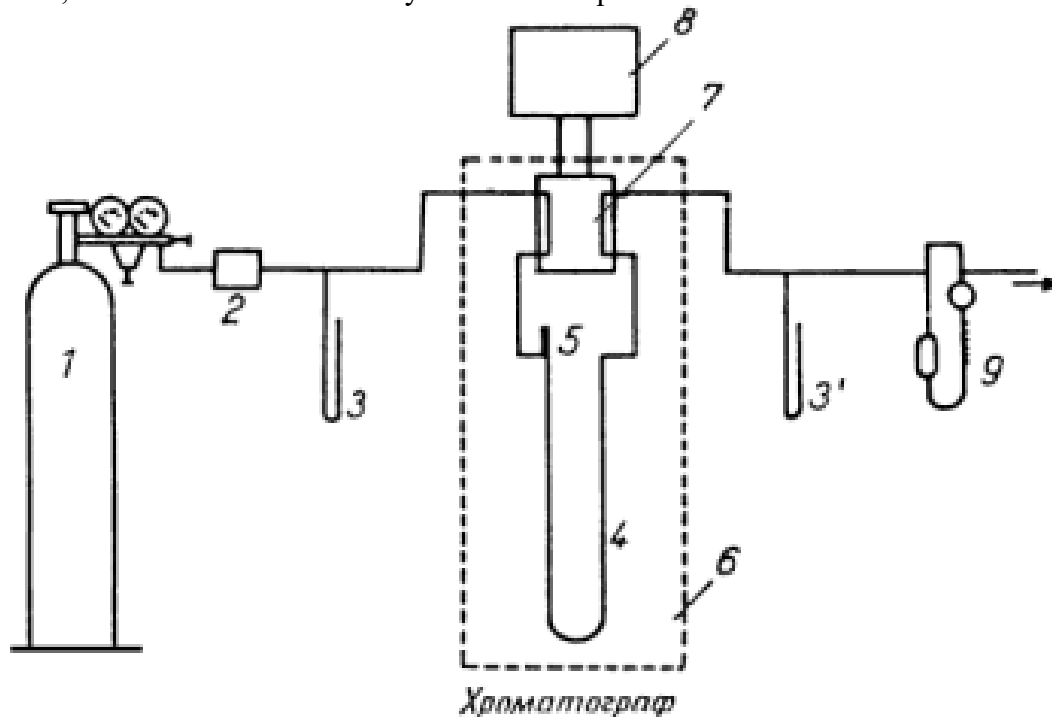
Agar modda koeffitsenti kichik qiymat bo'lsa, moddaning qo'zg'almas fazadagi qismi uning gaz fazasidagi qismiga nisbatan kam bo'ladi va qo'zg'almas faza tomonidan kam ushlanib kolonka bo'ylab tez harakatlanadi. K – koeffitsenti qiymati katta bo'lsa uning qo'zg'almas fazada miqdori gaz fazasidagiga nisbatan ko'p bo'ladi va bunday modda kolonka orqali sekin harakatlanadi.

suyuqlik xromatografiya usuli. Bu usulda qo'llaniladigan sorbentlar. Qo'zg'olmas suyuq fazalarni sorbentga o'tkazish va tayyorlash

Gaz suyuqlik xromatografiyasi (GSX) xromatografiya usullaridan biri bo'lib, hozirgi vaqtda keng tarqalgan usullardan hisoblanadi. GSX da sorbent quruq inert moddalardan iborat – suyuq fazani ushlovchi sifatida (nositelb) sifatida foydalaniladi. Ushbu nert moddalar usuli turli elastomerlar qo'zg'olmas faza sifatida shimdiriladi, bularga quyidagilar misol bo'ladi. ZE-30, XE-60, OV- 101 va xokozolar. Elastomerlar inert moddalarga turli miqdorda shimdirilgan bo'ladi. 5% ZE-30, 3%-XE 60.

Qo'zg'aluvchi faza sifatida azot va turli inert gazlar ishlatiladi. Masalan: organ va geliy.

Aralashmalar komponentini gazoxromatik taqsimlash va tahlil qilish maxsus uskunalar - gazxromatograflar yordamida amalga oshiriladi. Hozirgi vaqtda analitik laboratoriyalarda turli markalardagi xromatograflar qo'llanilmoqda. Barcha xromatograflar asosan quyidagi qismlardan tashkil topgan: gaz balon, gaz bosimini va tezligini aniqlovchi asbob-oqim stabilizatori, reduktor va kolonkalar uchun termostat, detektorlar hamda lentali yozib oluvchi qurilma.



4-rasm. Gaz xromatografining tuzilish sxemasi:

1 – gaz balloni; 2 – oqim stabilizatori; 3 i 3' – monometrlar; 4 – xromatografik kolonka; 5 – dozator (namuna yuborish uchun uskuna); 6 – termostat; 7 – detektor; 8 – o'zi yozuvchi moslama; 9 – chiqim o'lchagich

Balon xromatografga qo'zg'aluvchi gaz berish uchun mo'ljallangan.

Dozator (bug'latgich) kolonkaning boshlang'ich qismi bilan birlashgan idish bo'lib, rezinali membrana bilan ta'minlangan. SHu membrana orqali mikroshprits yordamida tekshiriluvchi gazsimon yoki suyuq tarkib kerakli hajmda yuboriladi. Aniqlanuvchi moddani bug'latish va zarur haroratni ushlab turish uchun dozatorni termostatga joylashtiriladi.

Termostatlar – Xromatografik kolonkalar termostat kamerasiga joylashtiriladi va zarur haroratgacha isitiladi. Xozirgi zamon xromatograflarida isitishning turli usullaridan foydalaniladi. Isitilgan havoni purklash yo'li isitilgan suyuqlik yordamida qaynovchi suyuqlik porlari yordamida kolonkalarni tok yordamida isitiluvchi metall sterjenlar bilan biriktirib isitish kabi usullardan foydalaniladi.

Xromatografik kolonkalar. Moddalarni ajratish jarayoni xromatografik kolonkalarda o'tadi. Gazxromatik tahlilarda uch turdagi nasadkali (sorbent bilan to'ldiriladigan), mikronasadkali va kapillyar analitik kolonkalardan foydalaniladi. Kolonkalarda moddalar aralashmalari aloxida moddalar komponentlariga ajralish sodir bo'ladi.

Nasadkali kolonkalar – eng ko'p qo'llaniladi, ular shisha yoki metall (zanglamaydigan po'lat, mis) naylardan iborat. Kolonkalar ko'proq U – simon, zigzagsimon, spiralsimon yoki aylanma shakllarida bo'ladi. Nasadkali kolonkalar diametri 3-10m gacha, uzunligi esa 0.5-3 m gacha, goxo 10-15 m gacha bo'lishi mumkin.

Mikronasadkali kolonkalar nasadkalilardan farqli o'laroq ichki diametri kichik, ya'ni 0,6-1mm, uzunligi esa 20m gacha bo'ladi. Kolonka shakli moddalarni ajratish effektivligiga ta'sir etmaydi, shuning uchun ularni to'ldirish oson bo'lgan formalar beriladi. Zanglamas po'latdan tayyorlangan kolonkalardan uzoq muddat foydalaniladi, zanglamasligi tufayli sorbent bilan to'ldirishdan avval qo'shimcha tozalash zarur emas. Mis naychalardan kolonkalar oson tayyorlanadi, ammo ularning ichki naylarini, oksid qoplamalardan tozalab, so'ng sorbent to'ldirish kerak. Metallar ta'siridan o'z xolatini o'zgartiradigan moddalar tahlilida shisha nayli kolonkalardan foydalaniladi.

Kapillyar kolonkalar ichki diametri 0,3-0,5 mm o'lchamdagi shisha, zanglamas yoki mis naylardan iborat bo'lib, uzunligi 20-100 m gacha goxo 200 m gacha bo'lishi mumkin. Bunday kolonkalarining ichki satxiga yupqa qatlam (0,2 mm) qo'zg'almas suyuq faza joylashtiriladi. Kapillyar kolonkalar uchun eng yaxshi material zanglamaydigan po'lat hisoblanadi, chunki uning ichki satxi silliqligi uchun yaxshi effektivlik ta'minlanadi. Shisha naylar mo'rtligi tufayli ishlatish uchun noqulay hisoblanadi.



Qattiq sorbentlarning asosiy harakteristikalari

GSX da aniqlanuvchi aralashmaning ajralishi aralashma komponentlarining qo'zg'aluvchi gaz va qattiq sorbent ustiga shimdirilgan yoki kapillyar naychaga to'ldirilgan qo'zg'almas suyuq faza orasda uzluksiz qayta taqsimlanishi natijasida yuzaga keladi.

Qattiq sorbent GSX jarayonida qo'zg'almas suyuq fazani o'z sirtida saqlashidan tashqari tekshiriluvchi moddani optimal taqsimlanish sharoitini ta'minlashi xamda qo'zg'aluvchi – gazni va suyuq qo'zg'almas faza bilan qayta yuzada yaxshi bilan surkalishni ham ta'minlashi zarur.

Qattiq sorbent kimyoviy inert materialdan iborat bo'lishi minimal adsorbsion xususiyatga ega bo'lishi, yuqori mexanik mustaxkam bo'lishi, kichik solishtirma sig'im yuzasiga (0,05-10m²) ega bo'lishi, yuqori darajada xo'llanuvchan bo'lishi, kamida 400-500⁰S haroratda qizdirishga chidamli, yuqori harorat ta'sirida o'zgarmasligi zarur.

Qo'zg'almas suyuq fazalarning fizik-kimyoviy haraktristikasi

GSX da moddalarni tarkibiy qismlarga ajralishi qo'zg'aluvchi gaz bilan qo'zg'almas suyuq faza o'rtasida beto'xtov amalga oshadi. Qo'zg'olmas suyuq faza qattiq moddaga shimdirilgan bo'lishi yoki kolonka ichi to'ldirilgan bo'lishi mumkin. Bunda qo'zg'olmas suyuq faza katta yuzaga ega bo'lishi hamda gaz fazasi bilan yaxshi tegishini ta'minlanishi kerak.

Suyuq fazani ushlovchi modda ya'ni sorbent kimyoviy jihatdan inert, yaxshi xo'llanishi, sirt yuzasi 0,05 dan 10m²/g bo'lishi va yuqori haroratda parchalanmaligi lozim.

GSX tahlilida qo'zg'almas suyuq faza moddalarni ajralishiga sezilarli ta'sir ko'rsatadi. Kimyoviy tarkibiga bog'liq holda suyuq fazalar polyarlik darajalari bo'yicha farqlanadi.

Qo'zg'almas suyuq fazaga quyidagi talablar qo'yiladi:

1. Modda aniqlanadigan ishchi haroratda porlanmasligi kerak.
2. Aniqlanuvchi aralashma komponentlariga nisbatan etarlicha tanlash ajratish qobiliyatiga ega bo'lishi.
3. Kimyoviy inert va haroratga chidamli ishchi harorat ta'sirida qo'zg'almas suyuq faza kolonkadan 2 –3 oy davomida foydalanishni ta'minlashi lozim.
4. Ishchi haroratda moddalar almashinuvida sezilmaydigan por bosimiga ega bo'lishi.
5. Qattiq sorbent yuzasi yoki kapillyar naycha ichki devorini yaxshi xo'llashi, shu bilan birga, kolonkani yaxshi effektivligini ta'minlashi.
6. Keng qo'llanadigan organik erituvchilarda yaxshi erishi.

Polyarlik darajasiga asoslanib suyuq fazalar besh guruxga bo'linadi.

1. Qutbsiz (nopolyar) qo'zg'almas fazalar – parafinlar deb nomlanadi. Ularga skvalan, suyuq parafin, H, J, K, L, M, N, O apiezonlar, tozalangan vazelin moyi, geksadekan, geptadekan va boshqalar misol bo'ladi. Bular asosan qutbsiz yoki kam qutblanuvchi xususiyatli moddalarni ajratishda qo'llaniladi. Ularga uglevodorodlar murakkab efirlar, aldegidlar, ketonlar, ko'p atomli yog' kislotalarining murakkab efirlari va b.
2. Kam qutbli funksional guruxlar saqllovchi o'rtacha qutblanuvchi qo'zg'almas suyuq fazalar - qutbsiz va qutbli xususiyatga ega moddalarni ajratishda qo'llaniladi.
3. Molekulasida ko'p sonli yuqori qutbli funksional guruxlar saqllovchi qo'zg'olmas fazalar kuchli va kuchsiz qutblanuvchi moddalarni ajratishda qo'llaniladi.
4. Molekulalari tekshiriluvchi modda molekulalari bilan kuchli vodorod bog'lari hosil qiluvchi suyuq fazalar (glikollar, glitsirin va b).
5. Spetsifik xususiyatli suyuq fazalar. Bularda xromatografik ajralish jarayonida kompleks birikmalar hosil bo'lishiga asoslangan (kumush nitrati bilan to'yintirilgan glikollar).

Qattiq inert moddalarga suyuqlik fazani o'tkazish

Bu jarayon qattiq sorbent ustiga suyuq fazani bir xilda qoplanishini ta'minlashi lozim. Suyuq qatlamning bir xilligi kolonkalarining ajratish samaradorligiga kuchli ta'sir qiladi.

Suyuq fazani sorbent yuzasiga o'tkazishdan avval uning mos keluvchi erituvchida (spirt, atseton, benzol, xloroform, dixloretan, uglerodto'rtxlorid, metanol, dietil efiri, petroleyn efiri va b), eritmasi tayyorlab olinadi. SHundan so'ng u sorbent bilan aralashtiriladi. Suyuq fazani sorbentning yuzasiga o'tkazishning qulay va keng tarqalgan usuli bu erituvchini bug'latish yo'li bilan tayyorlash. Buning uchun tagi yumaloq kolbaga suyuq faza eritmasidan quyiladi va qattiq sorbent solinadi. Suyuq faza eritmasini qattiq sorbent hajmiga nisbatan 5-10% miqdorida ko'proq olinadi. Toki eritma sorbentni to'la qoplasin.

Kolbani tez-tez chayqatib turiladi va bu jarayon ko'p soat davot etadi. Keyin kolbani suv hammomiga tushiriladi yoki vakuum-nasosga ulab, organik erituvchi bug'latiladi. Hosil bo'lgan sorbentni quritish javonida erituvchi uchish haroratdian 10-50⁰S yuqori haroratda qizdiriladi.

Xozirgi vaqtda sanoat miqyosida suyuq faza bilan qoplangan tayyor sorbentlar chiqarilmoqda. Bu xromatografik kolonkalarni tayyorlash jarayonini ancha engillashtiradi.

Dori vositalarini GSX yordamida aniqlashda qo'llaniladigan kolonkalarni sorbent bilan to'ldirish
Qattiq sorbent – sferoxrom (zarrachalar o'lchami 0,2-0,3mm) quritish javonida 20-50⁰S haroratda 3 soat mobaynda quritiladi. CHinni tavoqcha 40-50ml xloroform va 1g vazelin moyi solinib, to vazelin moyi eriguncha aralashtiriladi. Unga 10g sferoxrom qo'shib aralashtiriladi. Keyin suv hammomiga qo'yiladi.

Tovoqcha ichidagi moddalar vaqti-vaqti bilan aralashtiriladi. Qizdirish xloroform to'liq uchib ketguncha qadar davot ettiriladi.

CHinni tovoqchaga 80ml xloroform solinib, unga 1,4g parafin qo'shiladi. Parafin to'liq erib ketguncha aralashtiriladi. So'ng 28g sferoxrom-1 qo'shiladi va yaxshilab aralashtiriladi. Aralashma suv hammomida xloroform butunlay uchib ketguncha qizdiriladi. 0,6m uzunlikdagi kolonkani to'ldirish uchun vazelin moyi bilan tayyorlangan sorbentdan taxminan 9,6g sarf bo'ladi. 1,8m li kolonkani to'ldirish uchun parafinli sorbentdan taxminan 28-29g sarf bo'ladi.

Boshqa sorbentlarni tayyorlash uchun quyidagilar olinadi:

A) uch etilinglikol – 5,7g, qattiq sorbent-38g

B) benzildifinil – 3,8g, qattiq sorbent – 38g.

V) dinonilftalat-3,8g, qattiq sorbent – 38g.

Ularni ham parafinli sorbentga o'xshab tayyorlanadi.

Sorbentlar kolonkaga shisha yoki qog'oz voronka orqali solinadi va bu vaqtda sorbent bir meyorda to'lishi uchun yog'och yoki rezinka tayoqcha bilan kolonkaga urib turiladi. Kolonka og'izlari shisha paxta bilan berkiladi.

Xromatografik nasadkali kolonka

Zarrachalar kattaligi 0,25-0,5 mm bo'lgan inzim g'ishti yoki boshqa sorbentlar zarrachalarini 1:1 nisbatdagi xlorid kislotasi bilan 10 daqiqa qaynatib ishlanadi. Ishlov 2-3 marotaba qaytariladi, so'ng neytral sharoitgacha tozalangan suv bilan yuvilib, quritgich shkafida 120-150⁰S da quritiladi. Quritilgan inzim g'ishti yoki sorbent mufel pechida 3 soat 100-500⁰S issiqlikda qizdiriladi. Natriy ishqori va alkil sulfanatni natriyli tuzidan 0,1g dan olib 100 ml metil spirtida eritiladi.

30g qizdirib, sovitilgan inzim g'ishtini chinni tovoqchaga solib, unga 0,1g natriy ishqori va alkil sulfanatni natriyli tuzini saqlagan metanol eritmasidan 100 ml quyiladi. Aralashmali tovoqchani suv hammomida spirt uchib ketgunga qadar qizdiriladi.

6g tozalangan SHostakov balzami saqlagan 100 ml xloroform eritmaini ishlangan sorbent ustiga qo'yiladi. Aralashmadagi erituvchi uchib ketguncha qadar aralashtirib turiladi. Kolonkani 17-18g nasadka bilan to'ldiriladi. Maxsus asbob bo'lmagan taqdirda nasadkani joylashtirish maqsadida qattiq buyum bilan sekin-asta urib turiladi. To'ldirilgan kolonka xromatografga joylashtiriladi va ishchi haroratda kolonkaga 2-5 soat davomida azot gazi yuboriladi, o'zgarish O (nol) chizig'igacha) so'ng tekshiruv olib boriladi.

Alkilsulfatni natriyli tuzini olinishi

Alkilsulfat saqlovchi kir poroshogini metil spirti bilan ishlanadi. Eritma filtr orqali suzib, suv hammomida quruq qoldiq qolguncha bug'latiladi. Hosil bo'lgan sarg'imtir qoldiq jihatidan sovigunga o'xshash bo'ladi.

Shostakov balzamini tozalash

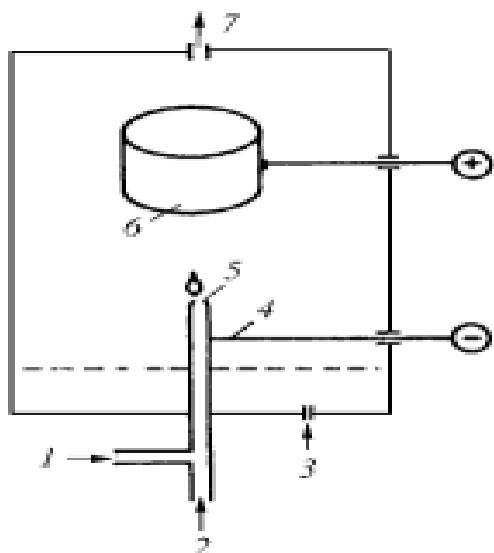
Balzamni suvchli (vakuum) nasos bilan ulangan xolda qaynayotgan suv hammomida 50-60⁰S haroratda qizdirib uchuvchan yot moddalardan tozalanadi. Nasadkani tayyorlash uchun boshqa reaktivlardan ham foydalanish mumkin. Qattiq sorbent sifatida sferoxrom (TND-TS-M-), rizorb, xromaton, xromasorb, teflonlardan qayta ishlovsiz foydalanish mumkin. Qo'zg'olmas faza sifatida molekulyar massasi 1000-5000 bo'lgan polietilenglikol ishlatilishi mumkin. Alkilsulfatlar bilan bir qatorda ditergenttvin-60, tvin-80, skvalantlarni ishlatish mumkin.

Detektorlar

Detektorlar qo'zg'aluvchi gaz fazasini va ajralgan komponentlarning ma'lum bir xususiyatlarini aniqlaydi.

Komponentlarni aniqlash xromatografik kolonkadan chiqayotgan gaz oqimining fizikaviy, kimyoviy yoki fizik-kimyoviy xususiyatlarini o'zgarishi elektr quvvatiga o'tkazish hisobiga amalga oshiriladi. Detektor hosil qilgan signali orasidagi moddalar aralashmasini ajralish signalini aniqlanadi. Signalning hosil bo'lishi modda aralashmasining u yoki bu o'lchanayotgan parametri yoki xususiyatining o'zgarishiga bog'liq bo'ladi.

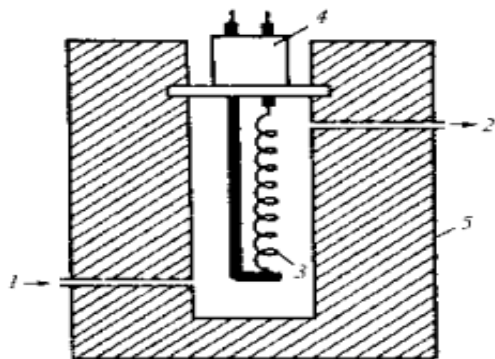
Detektorning elektr signali sistemaning fizik-kimyoviy xususiyatlari: zichlik, issiqlik-o'tkazuvchanlik, issiqlik ta'sirida ionlanish kabi o'zgarishi natijasida hosil bo'ladigan detektorning elektr signalini-xromatogrammani yozib oluvchi qurilma yordamida belgilanadi. Xromatogrammani tahlil qilish aralashmadagi moddalarning sifat va miqdoriy tahlilini bajarish imkoniyatini beradi.



6-rasm. Alangali-ionizatsion detektor sxemasi

1 –vodorod kiritilishi; 2 – xromatografik kolonkadan kelaetgan gaz okimi; 3 – xavoning kiritilishi; 4 – katod; 5 – gaz alangasi; 6 – yiguvchi elektrod; 7 – enish maxsulotlarining atmosferaga chikarilishi

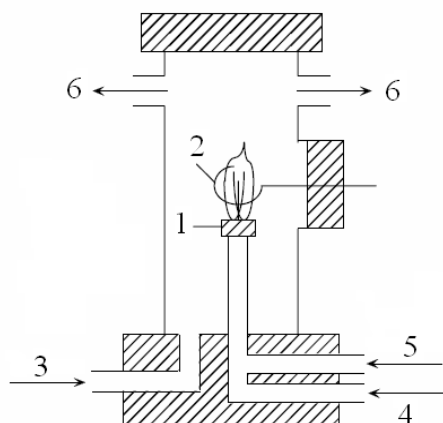
Gaz-xromatografik tahlilda bir-biridan ish bosqichlari va tuzilishi jihatidan farqlanadigan: katorometrlar, alanga ionizatsion, elektron ushlab qoluvchi detektorlar, termoion detektorlar va alangali fotometrik detektor



5-rasm. Katarometr sxemasi:

1 – xromatografik kolonkadan kelaetgan gaz okimi; 2 – maxsulotning atmosferaga chikarilishi; 3 – karshilik simi; 4 – izolyator; 5 – metall blok

Katorometr issiqlik o'tkazuvchanlikni aniqlovchi detektor bu detektorning ishlash tartibi o'tkazuvchilarni elektr qarshiligini, gazlarni issiqlik o'tkazuvchanligiga bog'liqligiga asoslangan. Katorometr yordamida toza qo'zg'aluvchi gazning issiqlik o'tkazuvchanligi va qo'zg'aluvchi gaz fazasini tahlil qilinayotgan modda bilan aralashmasi issiqlik o'tkazuvchanligi orasidagi farqi o'lchanadi.



7-rasm. Termoion detektor sxemasi:

1- tuzli manba; 2 - elektrod-kollektor; 3- havo oqimi; 4- N_2 oqimi; 5-

xromatografik kolonkadan kelayotgan gaz oqimi; 6 –mahsulotlarining atmosferaga chiqarilishi.

vodorod yonganida ionlar deyarli hosil bo'lmaydi. Shuning uchun vodorod alangasining elektr o'tkazuvchanligi juda kichik. Vodorod alangasida yonuvchi moddalarning ionlanishi engil ko'chadi (ionlar yoki radikallar hosil bo'ladi), zaryadlangan zarralarning hosil bo'lishi alanganing elektr o'tkazuvchanligini o'zgartiradi. Alanganing elektr o'tkazuvchanligi yongan modda miqdoriga proporsional ravishda ortadi.

Termoion detektor – alanga ionizatsion detektorning modifikatsiyasi bo'lib, fosfor, azot va galogenlarga nisbatan yuqori sezgirlikka egadir. Termoion detektorning ishlash bosqichi vodorod alangasiga element-organik birikmalarning tushishi natijasida ishqoriy metallar tuzlarini ionlanishining ortishiga asoslangan.

Elektron ushlab qoluvchi detektorda – radioaktiv nurlanish ta'siri ostida ionlar hosil bo'ladi. Bu ionlarning elektr o'tkazuvchanligi elektrodlar yordamida aniqlanadi. Radioaktiv nurlanish manbaalari sifatida N^3 , N^{63} , Sr^{60} va boshqalarni olinishi mumkin. Ushbu detektorda hamma neytral molekularlar ham elektronlarni ushlab qola olmaydi. Bu xususiyatga tarkibida (Cl, P, N_2 , S, O_2) ba'zi bir elementlar atomlari tarkibida bo'lgan molekularlar yoki ma'lum ($COOH$ NO_2) funksional guruhlar birikmalari ega.

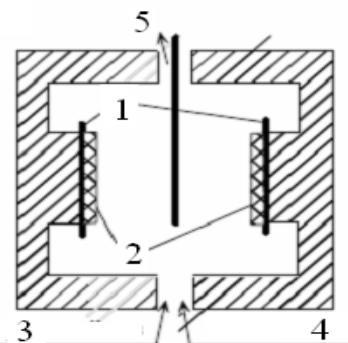
Detektorlar signallarini yozib oluvchi qurilma

Detektorlar signali to'g'ridan-to'g'ri yoki kuchaytirgich orqali yozib oluvchi qurilma – registratorga beriladi. Ko'chaytirgichga kelayotgan tok $10^{-3} - 10^{-10}$ A atrofida bo'lib, uni bir necha millivoltgacha kuchaytiriladi. Signallarni aniqlashda ko'proq yozib oluchi qurilma - potensimetrlar ishlatiladi.

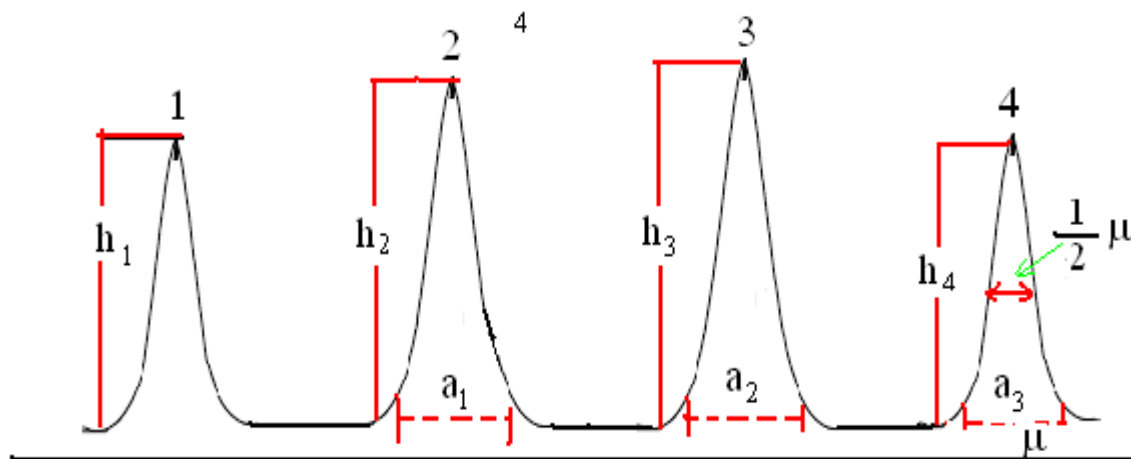
GSX da moddalar sifatini aniqlash bosqichlari

Detektorlardan olingan signalning gaz oqimi hajmiga yoki kolonkadan ajralayotgan moddaning kolonkada ushlanish vaqtiga bog'liqligini ko'rsatuvchi egri ajralish chiziqlari yoki xromatogramma deb ataladi.

Diagramma tasmasidagi to'g'ri chiziqli kolonkadan o'tayotgan gaz oqimi tozaligini, 1-chi cho'qqi kolonkadan chiqayotgan yutilmagan havoni yoki eritmani, 2-,3-,4-chi va hokozo cho'qqilar kolonkadan ajralib chiqayotgan alohida moddalarni signalini ko'rsatadi.



8-rasm. Elektron ushlab qoluvchi detektor sxemasi: 1 – eletrodlar (anod); 2 – radiaktiv manbaa (Ni^{63}); 3- produvochniy gaz; 4- gaz tashuvchi; 5 – maxsulotning atmosferaga chiqarilishi;



Xromatogramma chizmasi quyidagi parametrlar bilan harakterlanadi cho'qqi yuzasi(S) yoki balandligi (h), asosi (a), cho'qqi balandligining yarim kengligi ($\frac{1}{2}\mu$) va cho'qqining xromatogrammadagi joylashgan o'rni. Balandlik yoki cho'qqi yuzasi kolonkadan chiqayotgan modda miqdoriga bog'liq. Cho'qqining xromatogrammadagi joylashuvi va uning kengligi ajralishni harakterlaydi. Balandlik deb cho'qqining uchidan to asosigacha bo'lgan masofaga aytiladi.

Cho'qqining yarim kengligi bu konturdagi nuqtalar balandliklarining yarmidagi masofa bilan belgilanadi.

Cho'qqi bilan asosi o'rtasida joylashgan yuzaga cho'qqi yuzasi deyiladi va u turli usullarda elektron detektor qo'llab, planimetrik usulda, cho'qqini qirqib va og'irligini tortib aniqlash, Kandel-Bosh usuli bilan, uchburchak ko'rinishidagi usul bilan o'lchanadi.

Lekin amaliyotda xromatografik cho'qqi yuzasini formula bo'yicha hisoblanadi.

$$S = h \cdot \frac{1}{2} \mu$$

GSX usuli bo'yicha moddalarni ajratish imkoniyatini uch faktor bilan belgilanadi: ajratish koeffitsenti, kriteriy yoki ajralish darajasi va kolonka effektivligi (ish unumi).

1. Ajratish koeffitsenti α ikki ajraluvchi moddalar ushlanish hajmlarining nisbatidan kelib chiqadi:

$$\alpha = \frac{V_1}{V_2}$$

2. Ajralish kriteriysini quyidagi formula bilan ifodalanadi.

$$K_1 = \frac{V_R}{\frac{1}{2} \mu_{(1)} + \frac{1}{2} \mu_{(2)}}$$

Bu erda $\frac{1}{2} \mu_{(1)}$ va $\frac{1}{2} \mu_{(2)}$ moddalar xromatografik cho'qqi balandlikning yarmida bo'lgan kenglik, ΔV_R

- birinchi va ikkinchi aralashma moddalarining ushlanish hajm ko'rsatkichlarining farqi.

Agar aralashma komponentlari ajralsa, cho'qqilar maksimumlari orasidagi masofa Δl cho'qqilar yarim balandlikdagi kengliklari yig'indisidan katta bo'ladi.

$$\Delta l > \frac{1}{2} \mu_{(1)} + \frac{1}{2} \mu_{(2)}$$

Agar cho'qqilar maksimumlari orasidagi masofa yarim kengliklari yig'indisiga teng bo'lsa,

$$\Delta l > \frac{1}{2} \mu_{(1)} + \frac{1}{2} \mu_{(2)}$$

$$K_1 = \frac{\Delta l}{\frac{1}{2} \mu_{(1)} + \frac{1}{2} \mu_{(2)}} = \frac{\Delta l}{\Delta l} = 1$$

Moddaning xromatografik kolonkada ushlanish vaqti, moddani xromatografik kolonkaga yuborilgandan uni kolonkadan eng ko'p miqdorda chiqishigacha bo'lgan vaqt t^0 bilan belgilanadi. Xaqiqiy ushlanish vaqtini olingan modda ushlanish vaqti bilan kolonkadagi yutilmaydigan (adsorbsiyalanmaydigan) gaz yoki erituvchi ushlanish vaqtlarining farqni (o'lik vaqtni) ko'rsatadi.

$$t_{xak} = t_m - t_R$$

Ushlanish masofasi xam sifat harakteristikasi xisoblanadi.

$$l_{xak} = l_m - l_R$$

Bir xil sharoitda olib boriladigan xromatografik ajratish (kolonka uzunligi uni to'ldirish, harorat va gaz fazasi oqimining tezligi, diagramma tasmasining yurish tezligi), ushlanish vaqti va masofasi berilgan modda uchun xos kattalik hisoblanadi.

Gaz xromatografik usulda modda aralashmalarini ayrim komponentlariga ajratishda asosiy jarayon xromatografik kolonkada bo'lib, unda quyidagi ko'rsatkichlar inobatga olinadi.

L – kolonka uzunligi yoki sorbentni o'lchami, sm

S – egallagan hajmi, sm^2

X – gaz va qo‘zg‘aluvchi faza hajmi

V_j – qo‘zg‘almas fazani egallagan hajmi, sm^3

V_r – gaz fazasini egallagan hajmi, sm^3

X_i – suyuq fazani egallagan hajmi, $[X_i=1-X]$

$$V_j = X_i \cdot L \cdot S$$

$$V_r = X \cdot L \cdot S$$

Kolonkadan chiqayotgan gaz detektor orqali o‘tish jarayonida ma’lum cho‘qqilar shaklida chiqishi kuzatiladi. Bular o‘lchov asboblari yordamida tekshirilib aniqlanadi.

$$W = W_p \frac{P_o - P_v}{P_o} = \frac{T_k}{T_r}$$

W – kolonkadan chiqayotgan gaz miqdori

W_p – gazning sarflangan o‘lchami, sm^3/min

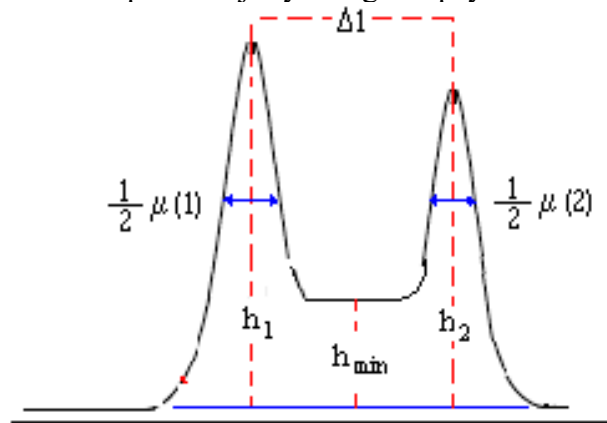
P_o – gazning kolonkadan chiqayotgan bosimi

P_v – suvning bosimi

T_k – kolonka harorati

T_r – sarflanayotgan suvning harorati

Ushlanish vaqti va masofaning turli omillarga bog‘liqligi amaliyotda xato xulosalarga olib kelishi mumkin. Shuning uchun ajralish jarayonini belgilovchi kattalik - ushlanish hajmi V_R dan foydalaniladi. Uni ushlanish vaqti bilan gaz fazasi oqimini hajmiy tezligi ko‘paytmasi ko‘rsatadi.



Aralashma komponentlari to‘liq ajralmaganda o‘lchash mumkin emas va bu xolda ikkinchi ajralish kriteriysi K_2 kiritiladi, $h_{\min}$ shu orqali to‘liq ajralishi belgilanadi.

$$K_2 = \frac{h_2 - h_{\min}}{h_2}$$

h_2 - kichikroq cho‘qqi balandligi.

$h_{\min}$ - cho‘qqilar o‘rtasidagi minimum balandlik.

K_2 - kattalik 0 dan 1 ga qadar K_1 ning o‘zgarishiga va ajralayotgan komponentlar miqdori nisbatining o‘zgarishiga qarab o‘zgarishi mumkin.

Ushlanish kattaliklari xromatogrammaning to‘liq harakteristikasini bermaydi. Chunki bir xil aralashmaning komponentlari ikki turli kolonkalarda bir xil ushlanish kattaliklariga ega bo‘lsalar ham cho‘qqilar ko‘rinishi turli bo‘lishi mumkin. Bir xil kolonkalardan keng ko‘rinishda xromatografik cho‘qqi chiqishi mumkin. SHu sababli to‘liq harakteristika olish uchun qo‘shimcha cho‘qqilar xarakterini belgilovchi parametr kirgizilgan. Bu parametr **nazariy tarelkalar soni** deb ataladi (NTS).

Bir NTS ga mos keladigan kolonka uzunligi nazariy tarelka balandligi (NTB) deb belgilanadi. Nazariy tarelkalar nazariyasini 1941 yilda J.P. Martin va R.Synqe taklif qilishgan. Bu nazariyaga asosan xromatografik kolonka aloxida qatlamlardan (tarelkalardan) tashkil topgan deb qaraladi. Har bir qatlamni nazariy tarelka deb qarash qabul qilingan. Xromatografik kolonkalarining effektivligi kolonkaning birlik uzunligiga mos keladigan N.T.S bilan aniqlanadi. Kolonkaning birlik uzunligiga qancha ko‘p NTS mos

kelsa, xromatogramma cho'qqisi shuncha uchliroq va ingichkaroq xosil bo'ladi. NTS ni xromatogramma orqali quyidagi tenglamadan foydalanib topish mumkin.

$$N=16\left[\frac{X}{Y}\right]^2$$

Bu erda X - namuna kirgiziladigan nuqtadan to cho'qqi maksimumigacha bo'lgan masofa yoki ushlanish vaqti U – cho'qqi asosining kengligi (mm). Bu formula yordamida,cho'qqi asosi kengligini aniqlash uchun cho'qqi tomonlariga urinm o'tkazish kerak. Shuning uchun amaliyotda ko'proq quyidagi formula ishlatiladi.

$$N = 5,54 \frac{X}{\frac{1}{2}\mu}^2$$

Nazariy tarelka balandligi(N) kolonka uzunligiga(L) nazariy tarelkalar soniga(N) nisbati ko'rinishida aniqlaniladi.

$$H = \frac{L}{N}$$

Hazariy tarelkalar balandligi(N) - ni xisoblash optimal va effektiv xromatografik kolonkalarni tanlab olish imkoniyatini beradi.

Oddiy to'ldirilgan kolonkalarda nazariy tarelkalar soni 100-1000 kapillyar kolonkalar uchun 100 mingni tashkil qiladi, bir NTS ning eng kichik balandligi 0,1-0,2 mm ni tashkil qiladi.

GAZ XROMATOGRAFIK USULDA DORI VOSITALARI CHINLIGINI VA MIQDORIY TAHLIL QILISH ASOSLARI.

Ma'ruza rejasi:

1. Gaz xromatografiyasida sifat va miqdor tahlil usullari:

- a) sifat tahlili,
- b) xromatografik pik yuzasini aniqlash,
- v) miqdor tahlili,
- g) ichki standartlash usuli,
- d) absolyut kalibrlash usuli,
- e) ichki normalizatsiya usuli.

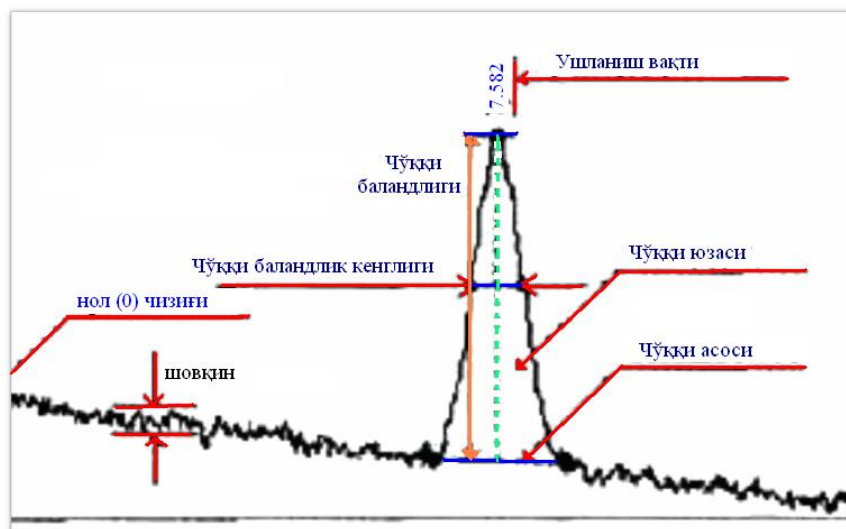
Tayanch so'z va iboralar: *Xromatogramma, xromatografik pik yuzasi, ushlanish parametrlari, mutloq kalibrlash, ichki standartlash.*

Gaz suyuqlik xromatografiyasida moddalarni sifat va miqdoriy taxlil usullari.

Sifat tahlili. Xozirgi vaqtda GSX usulda moddalarni ham sifat xam miqdoriy aniqlash usuli keng qo'llanib kelinmoqda. Moddalarni GSX usuli bilan aniqlashning turli yo'llari mavjud.

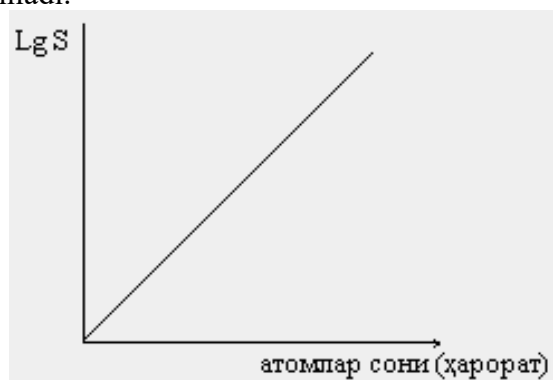
- a) ushlanish parametrlari asosida aniqlash.
- b) standart moddalar yoki ularning aralashmalari bilan taqqoslash.
- v) kimyoviy reaksiyalarni xromatografik kolonkagacha va undan chiqqandan keyin qo'llash.
- g) GSX ni boshqa fizik-kimyoviy usullar (UB, IK-spektroskopiya, mass-spektroskopiya) bilan birga qo'llash.

Ajratilayotgan aralashma komponentlarini aniqlash uchun ushlanish vaqti va masofasi, va boshqa kattaliklari qo'llaniladi. Buning uchun bo'linishning mutloq bir xil sharoitlarida etalonning va no'malum komponentning kattaliklari taqqoslanadi. O'rganilayotgan no'malum komponent va etalonning ushlanish parametri cho'qqilari o'lchamlarining tengligi bir xil gomogenik qatordagi moddalar uchun chinligini aniqlash asos bo'lishi mumkin. Agar ushlanish parametrlari bo'yicha modda chinligini aniqlash shubxa tug'dirayotgan bo'lsa, o'rganilayotgan komponent xromatografik cho'qqisini ko'rinishi va balandligi xolatlari kuzatiladi. No'malum komponentni qo'shilgan etalon bilan chinligi o'rganilayotgan moddaning cho'qqisi kattalashishi yarim balandligidagi kengligi esa o'zgarmay qolishi lozim. Modda chinligini aniqlash uchun qo'shimchalar qo'shish usuli turli-qutbli va qutbsiz moddalar bilan to'ldirilgan bir nechta kolonkalarda tekshirilib ko'riladi.



9-rasm. GSX xromatogrammasi

Moddani aniqlash uchun ko'pincha ushlanish parametrlari logarifmli ko'rsatkichi, hamda o'rganilayotgan komponentlarning boshqa fizik-kimyoviy xususiyatlari (uglerod atomining soni, qaynash harorati va b.) orasidagi bog'lanishlar qo'llaniladi.



Xromatografik bo'linish va kimyoviy reaksiyalarni birgalikda ishlatilganda GSX ning samaradorligi ortadi.

Kimyoviy reaksiyalar quyidagi maqsadlarda ishlatiladi.

- 1) GSX usulini qo'llash mumkin bo'lmagan moddalar tahlili uchun (masalan: polimerlar analizi, uchmaydigan moddalar tahlili).
- 2) Qiyin bosqichni osonroq va qulay aniqlash usullariga keltirish (masalan: spirtlarni nitrit kislota efirlariga o'tkazish).
- 3) Noma'lum komponentlar cho'qqilar chinligini gurux yoki selektiv sorbentlarni qo'llash yo'li bilan (masalan: slefinlar uchun sulfat kislota).

GSX da kimyoviy reaksiyalarni qo'llanilishi reaksiyon GSX nomini oladi. Unda piroliz keng qo'llaniladi. Pirolizni ma'lum sharoitlarda o'tkazilganda modda aniq usul bilan metabolitik bo'linadi. Bo'linish moddalari analizi natijasida boshlang'ich moddalarning tarkibi va strukturasi haqida xulosa chiqarish mumkin. Piroliz maxsulotlarini xromatogrammasi pirogramma deb ataladi.

Reaksiyon GSX da gidratlash va degidratlash, degidrotatsiyalash va dekarboksillash, sovunlash va oksidlash reaksiyalari xam qo'llaniladi. Reaksiyon GSX ning eng oddiy turi bo'lib, xromatografik kolonkalardan chiqayotgan cho'qqini funksional guruxlarga xos taxlil qilish xisoblanadi. Yuqorida ko'rsatilgan barcha kimyoviy reaksiyalar xromatografik kolonka tashqarisida o'tkaziladi va kimyoviy o'zgarishlardan keyingi reaksiyalar natijalari boshlang'ich xromatogramma bilan taqqoslanadi. Bunda detektordan keyingi gaz oqimi taqsimlovchi tarmoq yordamida probirkalar (tutuvchilar) majmuasi bilan bog'lanadi. Probirkalar majmuasiga xulosadan oldin yangi tayyorlangan spetsifik gurux reaktiv eritmalari joylashtirilgan bo'ladi. O'rganilayotgan modda chinligini o'ziga xos cho'kma hosil bo'lishi yoki rang hosil bo'lishiga qarab aniqlanadi.

Funksional guruxlar tahliliga xos reaksiyalarning harakteristikasi.

<i>Birikmalar guruxi</i>	<i>Reaktivlar</i>	<i>Reaksiya natijasi (cho'kma yoki rang)</i>
Spirtlar	$K_2CrO_7 + H_2SO_4$	Ko'k rang
Aldegidlar	2,4 – dinitro fenilgidrazin	Sariq cho'kma
Galogenlar xosilasi	$AgNO_3$ spirtidagi eritmasi	Oq cho'kma
Efirlar	Temir gidroksomati	Qizil rang

Guruxiy tahlil reagentlarini qo'llab xromatografik kolonkadan chiqayotgan ma'lum bir sinf birikmalariga kiruvchi moddalarni aniqlash mumkin. Oxirgi yillarda GSX usulida modda taxlili IK, UB-spektrometriya, mass-spektrometriya usullari bilan birgalikda qo'llanilmoqda. Uch asbobni-xromatograf, IK-spektrometr va mass-spektrometr kombinatsiyasi barcha qo'shilmalarni aniqlash imkoniyatini beradi.

Miqdoriy tahlili. Xromatogrammani miqdoriy interpretatsiyasi xromatografik tahlilning muxim qismi hisoblanadi.

Miqdoriy gaz-xromatografik tahlil usuli yordamida quyidagi aniqlash operatsiyalarini bajarish mumkin:

1) aralashmaning bir, bir necha yoki barcha tarkibiy qismlarini aniqlash, bu masalalar ko'p tarkibli dori shakllarini (tabletkalar, aralashmalar), ingredientlarini miqdoriy aniqlashda, uning sintezida asosiy moddani xosil bo'lishini aniqlashda xal qiluvchi ahamiyatga ega.

2) ayrim moddalar va turli muxitlardagi kichik qo'shilmalar tarkibini aniqlashda (masalan: xavodagi mayda aralashmalar

miqdorini aniqlashda, organizm suyuqliklarida, dori moddalari metabolitlarini aniqlashda) farmakokinetika, farmakodinamika qonuniyatlarini hal qilishda.

3) Aralashmaning ja'mi tarkibini aniqlashda (masalan: o'simliklardagi alkaloidlarning umumiy miqdorini aniqlash).

GSX dagi miqdoriy taxlil xromatogrammadagi aralashmaning har bir tarkibiy qismi cho'qqilarining balandligi va yuzasi, uni tashkil etuvchining o'rganilayotgan aralashmadagi konsentratsiyasiga to'g'ri proporsionalligiga asoslangan.

1. Xromatografik cho'qqi yuzasini aniqlash

Xromatografik cho'qqilar ko'rinishiga va bo'linish o'lchamlariga bog'liq xolda cho'qqilar yuzasi quyidagi usullarning biri bilan o'lchanadi.

1. Cho'qqilarni planimetrlash (o'lchash).

2. Kontur bo'yicha diagramma qog'ozini qirqib olingan xromatogramma cho'qqilarini torozida o'lchash yoki tortish.

3. Cho'qqi balandligini yarim balandlik darajasidagi kengligiga ko'paytirish.

$$S = h \cdot \frac{1}{2} \mu$$

4. Balandlikni bir necha darajalarda o'lchangan kenglikning o'rtacha qiymatiga ko'paytirish. Bu usulning variantlaridan biri bo'lib, Kendal Bosh usuli hisoblanadi.

Bu usulga ko'ra cho'qqi yuzasi o'lchangan kenglik kattaligini balandlikka ko'paytmasini yarmiga teng.

$$S = h \frac{\mu_{0,15} + \mu_{0,85}}{2}$$

5. Cho'qqini oddiy shakllarga bo'lish yo'li bilan aniqlash.

6. Egri chiziq burilish nuqtalariga o'tkazilgan urinma natijasida xosil bo'lgan uchburchak yuzasini o'lchash.

7. O'zi yozuvchi asbob bilan sinxron ishlovchi elektron integrator yordamida aniqlash.

Gazoxromatik tahlil amaliyotida miqdor aniqlash uchun 3 xil usulda keng foydalaniladi.

1. Ichki standartlash usuli.

Ichki standartlash usulining mohiyati shundaki, boshlang'ich moddaga miqdori aniq bo'lgan standart modda qo'shiladi. Hosil bo'lgan ichki standart qo'shilgan modda xromatografiyalashda va xromatogrammada aniqlangan cho'qqilar va standart moddaning parametrlari o'lchanadi. Aniqlangan komponentni tarkibi R_1 quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$P_I = \frac{K_I S_i}{K_{st} \cdot S_{st}} \cdot 100. R$$

K_{st}, K_I - detektorning sezgirligiga bog'liq bo'lgan aniqlanayotgan komponent va ichki standart cho'qqilari yuzasiga tutashuvchi koeffitsient S_i, S_{st} - mos cho'qqilar yuzasi.

R - taxlil qilinayotgan modda massasining (standartsiz) ichki standart massasiga nisbati koeffitsientlari

$$K_i = \frac{S_{st} S_I}{S_i \cdot S_{st}}$$

formulasi bilan topiladi.

S_I, S_{ct} - aniqlanadigan modda va ichki standartning konsentratsiyasi.

K_{st} - qiymatini 1 ga teng qilib qabul qilingan.

K - ni hisoblash uchun taxlil qilinayotgan va standart moddaning aniq ma'lum bo'lgan miqdori oldindan xromatografiyalanadi.

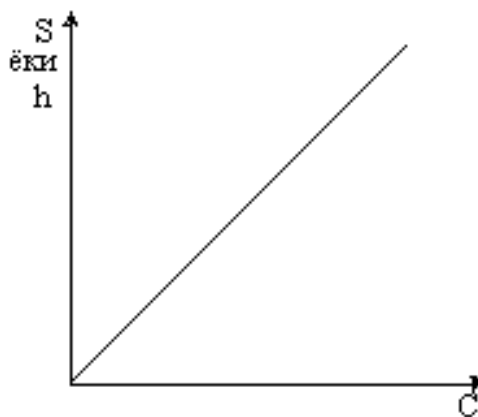
2. Mutloq kalibrlash usuli.

Ushbu usul qo'llanilganda oldidan xromatografik cho'qqi yuzasi yoki balandligini modda miqdoriga bog'liqlik chizmasi chizib olinadi.

Agar h bog'liqlik chiziqli bo'lsa, K koeffitsient (kalibrlovchi ko'paytma) ni hisoblab, tekshirilayotgan modda konsentratsiyasini formuladan foydalanib aniqlash mumkin.

$$S = h \cdot \frac{1}{2} \mu \quad \text{yoki} \quad S = h \cdot \frac{\mu_{0,15} + \mu_{0,85}}{2}$$

Mutloq kolibrlash usulini qo'llaganda, o'rganilayotgan modda miqdorini aniq belgilash va xromatografiyalash shartlarini aniq bajarish lozimdir.



3. Ichki tenglashtirish usuli.

Bu usulda xromatogrammadagi barcha chiziqlar (yoki balandliklar) yuzasi 100% ga teng deb qabul qilinadi. Har bir xususiy tashkil etuvchini konsentratsiyasini quyidagi formula bilan hisoblanadi:

$$S_I(\%) = \frac{K_i S_i (h_i) \cdot 100}{\epsilon K_i S_i (h_i)}$$

GSX usuli rivojlanishi hisoblash hozirgi davrda kimyoviy birikmalarni taxlil qilishning eng keng qo'llaniladigan va qulay usuli bo'lib qoldi. Bu usul taxlili boshqa kimyoviy va fizik-kimyoviy usullar bilan birga bajarilishi murakkab bo'lgan ko'p komponentli moddalar aralashmasini, dori moddalari metabolitlarini ajratishda va aniqlashda samarali natijalar beradi.

Gaz suyuqlik xromatografik usuli boshqa xromatografik usullardan quyidagi afzallikka ega:

1. Universal xolatga ega. Har xil gazlar, suyuq va qattiq moddalarni va aralashmalarni ajratish va tahlilini olib borish mumkin. Unda ular uchuvchi va haroratga chidamliligi inobatga olinadi. Hozirgi paytda 98% tahlil neft kimyosi va gaz sanoatlarida gaz-suyuqlik xromatografik usulida tasdiqlanmoqda.

2. Xromatograflarda qo'llanilayotgan kolonkalarini yuqori ajratuvchanlik va komponentlarni to'liq tasdiqlab berish xususiyatiga ega. Masalan: gaz suyuqlik xromatografiya usuli yordamida bir soat ichida neft tarkibidagi bir necha yuz moddalarni tahlilini olib borish mumkin. Qo'llanilayotgan gazlarni kam qovushqoqligi kolonkalarini uzaytirishga va shunga asosan moddalarni to'liq ajralishiga erishiladi.

3. Tajribalarni olib borishda tarkibidagi moddalar soniga qarab tez olib borilishi, ayrim xolatlarda daqiqalar oralig'ida to'liq natijaga ega bo'lishga erishiladi.

4. Usul sezgirliigi bo'yicha juda yuqoridir. Xozirgi paytda shunday detektorlar borki, ular modda konsentratsiyasini 10^{-13} g xam aniqlashga egadir. SHunga asosan usulning eng afzalligi metabolitlarni aniqlashda va biologik suyuqliklar tarkibidan, atmosferadagi, sanoatda ishlab chiqarish havosini tozaligini tahlil qilishda va polimerlar ishlab chiqarishda keng foydalaniladi.
5. Boshqa fizik-kimyoviy tahlil usullariga nisbatan gaz-suyuqlik xromatografik usuli o'zining tuzilishi hamda ishlash bosqichlari ishonarli bo'lganligi uchun afzaldir.
6. Foydalaniladigan moddalarni kam miqdorda sarflanishi tahlil uchun 10^{-4} g miqdorda og'irlik sarf bo'ladi.
7. Yuqori sezgirlikni va aniqlikka ega. O'rtacha xatolik 15% ni tashkil etadi. Xozirgi xromatograflar $\pm 1,0-1,5\%$ xatolik darajasida tahlil qiladi.

Gaz xromatografiyasining uchuvchan moddalar tahlilida qo'llanilishi.

Alkaloidlarni, vitaminlarni, garmonlarni, glikozidlarni, saponinlarni, antibiotiklarni, pirimidin xosilalarini, fenotiazin xosilalari, 1,4-benziazepin xosilalari, kumarin larni, anestetiklarni, sulfanilamin xosilalarini GSX usulida tahlil qilish mumkin.

Sanoatda, laboratoriyalarda, tibbiy amaliyotda va xonodanlarda qo'llaniladigan uglerod, uchuvchan spirtlar (etanol, vino spirti, etil alkogoli) turli-tuman spirtli ichimliklar tarkibiga kiradi.

Sud-tibbiyot amaliyotida tekshiriladigan va o'limga olib kelgan zaharlanishlarni 60% ni etil spirti bilan zaharlanish xollari tashkil qiladi.

Toksik dozalarda etil spirti qabul qilinganda o'lim xolatiga olib keluvchi zaharlanish sodir bo'lishi mumkin. Zaharli moddalarni sud kimyo skriningini har tomonlama va chuqur o'rganish toksikologik kimyoning etakchi yo'nalishlaridandir. Xozirgi paytda turli spirtlardan zaharli va kuchli ta'sir etuvchi moddalar, shu jumladan uchuvchi zaharlarni toksikologik kimyo taxlilida sistemalash, integratlashda oshish, katta aniqlik talab qilmoqda.

Shularga asoslanib gaz xromatografiyasi usulini etarli darajada biologik ob'ektlardan: qon, peshob va distillyatlarda spirtlarni taxlil qilish usuli deb xisoblash mumkin.

1,2 – dixloretanni sifat va miqdorini aniqlash uchun nasadkali xromatografik kolonkada tayyorlash

Qattiq sorbent zarracha o'lchami 0,2-0,3 mmk ga sferoxrom quritish shkafida 200°S haroratda 3 soat davomida quritiladi. Chinni tovoqcha 40-50 ml xloroform va 1g vazelin yog'idan quyib vazelin yog'i to'liq eriguncha aralashtiriladi, 10g quritilgan sferoxrom qo'shiladi, aralashtiriladi va suv xammomiga qo'yiladi. Tovoqchadagi aralashma doimiy aralashtirib turiladi. Qizdirish xloroform xidi to'liq yo'qolguncha davom ettiriladi.

Chinni tovoqcha 80 ml xloroform va 1,4g parafin solinib, parafin to'liq eriguncha aralashtiriladi, so'ng 28g sferoxrom-1 qo'shiladi. Aralashmali tovoqcha suv xammomiga qo'yiladi va xloroform to'liq uchiriladi.

60sm uzunlikdagi kolonkani tayyor vazelin yog'i shimdirilgan sorbent bilan to'ldirish uchun 9,6g, 1,8g kolonkani parafin shimdirilgan sorbent bilan to'ldirish uchun 28-29g zarur bo'ladi.

Fenotiazin xosillarini GSX dagi tahlili

K.D.Rakech o'z xodimlari bilan birga 16-ta fenotiazin hosilarini gaz xromatografik ajralish sharoitlarini o'rgandilar. O'rganilayotgan fenotiazin hosilalari brosilikat oynadan 0,05% silikon SE-30 saqllovchi shisha zarrachalari bilan to'ldirilgan kolonkada turli haroratlarda xromatografiya qilinadi. Qo'zg'aluvchi gaz-argon, oqim tezligi – 40ml/min, stronsiy-90 saqlagan alanga-ionizatsion detektor. Tekshiruvchi namuna xromatografga tuz va asos xoldagi moddalarni atsetonli yoki spirtli eritmalari xolida yuborilgan va ushlanish parametrlari (vaqti) aniqlangan.

C. L. Bramlett fenazin, prometazin, xlorpromazin, promazin va levopromazinnlarni tabletka va kapsula dori formalarida GSX miqdoriy tahlil usulini yaratdi. Tabletka yoki kapsuladagi dori formasi suvda

eritilib va fenotiazin xosilalari ishqoriy muxitda efir bilan ekstraksiyalanib, efir qatlami 30⁰S haroratda quriguncha porlatiladi, Qoldiq etilatsetatda eritilib alanga ionizatsion detektorli xromatografda tahlil qilanadi. Kolonka shisha (120x0,4sm) 5% apiezon L shimdirilgan anarkom AVS (100-110mesh) bilan to'ldirilgan, harorat 225-250⁰S, qo'zg'aluvchi gaz-azot.

Dori tarkibidagi mikrogramm miqdordagi fenotiazinni tez va spetsifik usulda sifat va miqdorini aniqlash usuli berilgan. Buning uchun tekshiriluvchi namuna maydalanib, 200 mkg fenotiazin saqllovchi aniq miqdor tortib olinadi. Xloroformda eritiladi va xromatografga yuboriladi, ichki standart sifatida promatazin gidroxloridi eritmasi qo'llaniladi. Aniqlash alanga-ionizatsion detektorli xromatografdan foydalaniladi.

Kolonka 5% apiezon L saqlagan gazoxrom G (100-120mesh) bilan to'ldiriladi. Kolonka harorati 215⁰S, detektor harorati – 230⁰S.

Uzoq vaqt trifalon iste'mol qilgan bemorlar qonidan perfenazin enantat miqdorini gaz suyuqlik xromatografik usulida aniqlash mumkin. Aniqlash bosqichida tekshiriluvchi qonga ichki standart sifatida aniq miqdorda flufenazin qo'shiladi, so'ng ishqoriy muhitda toluol bilan ekstraksiyalanadi, geptaftor moy anidridi bilan reaksiyaga kiritiladi, quriguncha porlatiladi, qoldiq toluolda eritilib xromatografga yuboriladi. Usul sezgir va o'ta spetsifik bo'lib, nanogramm miqdordagi perfenazinni aniqlash mumkin.

H.F. Proelss va H.J. Lohmann qon zardobidan ayrim fenotiazin xosilalarini sifat va miqdorini aniqlash uchun GSX usulini qo'llaganlar. Tekshiriluvchi fenotiazin xosilalari rN-8 muxitida efir bilan ekstraksiyalanadi. Erituvchi porlatiladi (yoki xaydab olinadi), qoldiq absolyut etil spirtida eritilib eritma xromatografga yuboriladi.

Qo'zg'almas faza: SE-30 1-3 va 5% miqdorida, OV-1-3 va 5%, GF-1-4,5 va 6%, kaliy ishqorlari, versamid-900 5%/2%; XE-60-3, 3,5 va 4% va OV-17 anakram ABS (100-110 yoki 90-100 mesh) yoki gazoxrom G (100-120 mesh) ga shimdirilgan xolda qo'llaniladi. jadvalda ayrim fenotiazin xosilalarini uch turdagi fazada ushlanish vaqti keltirilgan.

Ayrim fenotiazin xosilalarini xromatografiyalash sharoiti va ushlanish vaqtlari, daqiqa.

Birikmalar	5% OG'-1 210-240 ⁰ S azot, 100 ml/daqiqa		3,5% XE-60		3% OV -17	
	rR	rR fenatiazin	rR	rR- fenatiazin	rR	rR- fenatiazin
Fenotiazin	6,3	1,00	4,25	1,00	4,9	1,00
Triflyupromazin	8,0	1,23	2,50	0,59	5,4	1.10
promazin	10,0	1,54	3,75	0,88	8,25	1.69
xlorpromazin	16,0	2,46	6,00	1,41	15,6	3.21
triflyuferazin	22,0	3.38	9,00	2.12	22,5	4,62
tioridazin	-	-	35,0	8,24	23,0	4,71
trixlorparazin	-	-	21,5	5,06	30,1	6,17

Gaz suyuqlik xromatografiyasi xlorpromazin va uning metabolitlarini qondan ajratish va aniqlash uchun qo'llangan. Sutkasiga 100-250 mg xlorpromazin iste'mol qilgan bemorlardan olingan qon namunalari dixlormetan bilan avval ishqoriy muxitda, so'ng kislotali muxitda ajratiladi. Xatto eritrotsitlar xam o'rganilgan. Xlorpromazin 1,5% izoamil spirti saqlagan geptan bilan ekstraksiyalanadi. Taxlil sharoitlari: elektron zaxvat detektorli xromatograf, kolonkalar, kislota va 5% dimetildixlorsilan, gazoxrom R va O, yoki xromasorb L. Gazxrom R va O 3% versamid 900 bilan xromosorb L 0,75-1,5%, versamid 900 bilan ishlangan.

Dibenzazepinlar va benzodiazepinlar.

Gazoxromatografik usulda dibenzazepinlar va ularning metabolitlarini biosuyuqliklarda miqdorini aniqlash usullarini juda ko'p ishlarda ko'rish mumkin.

S.P.Akchurina va B.N.Izotovlar xlordiazepoksid va diazepamni qon plazmasidan, ularning metaboliti benzofenon asosida aniqlash metodikasini ishlab chiqishgan.

3- jadval

**Ayrim fenotiazin xosilalarini GSX ushlanish
parametrlari (vaqt,daqiqa)**

Birikmalar nomi	Kolonka harorati °S		
	165°S	180°S	210°S
Xlorpromazin	5,7	27	0,9
Xlorpromazin gidroxlorid	6,2	30	-
Etapromazin	3,7	-	-
Etapromazin gidroxlorid	4,1	20	-
Flyufenazin	13	-	6,6
Flyufenazin gidroxlorid	13	13	7,3
Mepazin	7,3	33	-
Mepazin gidroxlorid	7,7	35	-
Metoksipramazin	8,5	38	-
Metoksipramazin malsat	9,5	43	-
Perfenazin	13	-	13
Proxlorperazin	32	125	2,9
Proxlorperazin dimalsat	37	138	3,0
Proxlorperazin etandisulfant	13	-	2,8
Proxlorperazin digidroxlorid	13	-	3,1
Promazin	3,3	-	-
Promazin gidroxlorid	3,7	-	-
Prometazin	2,9	-	-
Prometazin gidroxlorid	3,0	-	-
Piratazin	7,3	33	-
Piratazin gidroxlorid	7,6	35	-
Tioproazat	13	13	13
Tioproazat digidroxlorid	13	-	-
Tioridazin	61	227	4,7
Tioridazin gidroxlorid	70	233	4,7
Triflyuperazina	12,1	53	1,4
Triflyuperazina digidroxlorid	12,4	57	1,7
triflyupramazin	2,2	-	-
triflyupramazin gidroxlorid	2,6	-	-
Trimeprazin	3,1	-	-
Trimeprazin tartrat	3,2	-	-

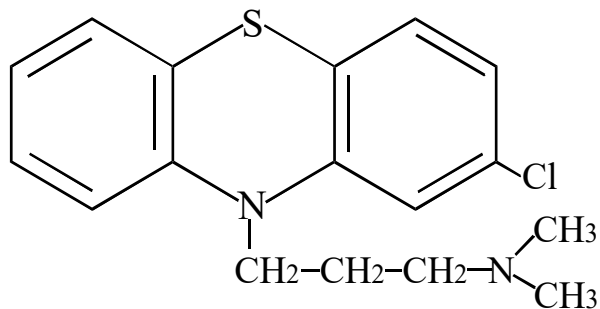
Buning uchun qon yoki qon plazmasi namunasi xloroform bilan ekstraksiyalanadi, erituvchi quruguncha xaydaladi, quruq qoldiqqa 6n HCl qo‘shib, 120°S haroratda 20 daqiqa qizdirib gidrolizlanadi.

Gidrolizat muxiti rN=10-11 ga keltirilgach benzol bilan ekstraksiyalanadi. Benzol qatlami quruguncha porlatilgach, qoldiq atsetonda eritiladi va xromatografik tekshiriladi.

Xromatograf Svet-106, doimiy tezlikni kombinatsiyalovchi detektor, kolonka uzunligi 100sm x 0,35 mm, faza-3% polietilenglikol 20000 saqlagan xromaton N-AW-HMDS, zarrachalar o‘lchami 60-75 mesh bilan to‘ldirilgan 2-amino-5-5xlorbenzofenon (benzofenonxlordiazepoksid). Kolonkaning ishchi harorati 190°S 2-metilomino-5-xlorbenzafenon (benzafenon diazepam) uchun esa 150°S. Detektor harorati 260°S,

qo'zg'aluvchi gaz azot, 80 ml/daqqa, ushlanish vaqti benzofenonxlordiazepoksid uchun-12 daqqa, benzofenon diazepam uchun-10 daqqa.

Imipramin – va uning bazi asosiy metabolitlarini biologik namunadan aniqlash uchun sezgir bosqich ularni ekstraksiyalashga, so'ng GSX usulda aniqlashga asoslangan. Sezgirlik darajasi 0,01-0,05 mg gacha boradi. 2-oksi-dimetilimipramin uchun 0,2-0,3mg



GSX. 3% OV-255 saqlagan gazoxrom G (60-80mesh) bilan to'ldirilgan shisha kolonkada 235⁰S haroratda bajariladi, qo'zg'aluvchi gaz-azot, 100 ml/daqqa tezlikda ushlanish vaqti oksazepam uchun 0,8 daqqa, diazepam – 1,4 daqqa, prazepam-2,4 daqqa (ichki standart), N-dimetildiazepam-3,5 daqqa, 3-oksidiazepam-7,9 daqqa.

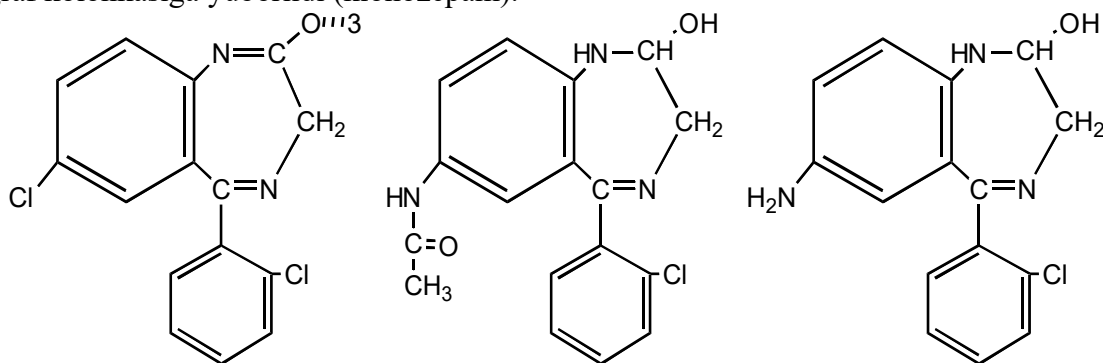
J. A. F. De Silva xodimlari bilan xakorlikda diazepam va N-metilli metabolitini qondan aniqlash texnikasini yaratdilar. Usul diazepamni benzafenon xosilasigacha girolizlab so'ng GSX usulda aniqlashga asoslangan diazepam to'g'ridan-to'g'ri xromatografik aniqlashga ham bo'ladi, lekin benzafenongacha gidrolizlansa sezgirlik 10 marta ortadi. Buning uchun qon namunasi efir yordamida ekstraksiyalanadi va ekstrakt 6n HCl eritmasi bilan ishlanadi. 1 soat davomida 100⁰S haroratda gidrolizlangach, hosil bo'lgan benzafenonni efir bilan ekstraksiyalanadi, aniqlash silan va 190⁰S haroratda 2% karbovaks M shimdirilgan gazxrom R bilan to'ldirilgan kolonkada bajarildi. Elektron yig'uvchi detektor yordamini yo ml qondagi 0,02-0,03 mkg moddani aniqlash mumkin. Metillangan 2-xlor-5-benzofenon uchun ushlanish vaqti 5,5 daqqa, amino-2-xlor-5-benzofenon uchun 11,2 daqiqaga teng. Avtorlar oksibenzofenonni o'rganishmadi, chunki qonda gidrolilli metabolitlar aniqlanmagan.

Keyinchalik A.G. Howard xamkorlikda diazepamni va uning N-dimetil-diazepam, 3-oksidiazepam va oksazepam ko'rinishidagi metabolitlarini qon zardobi va peshobdan tez ajratish usulini taklif etdilar. Buning uchun qon zardobi yoki peshob rN muxitini atsetatli bufer bilan 5,3 ga keltirib benzodiazepin glyukozidlarini gidrolizlash uchun β-glyukronidaza qo'shib 2 soat 37⁰S haroratda inkubatsiya qilindi. Ichki standart qo'shib etilbenzoat bilan ekstraksiyalanadi. Organik qatlam elektron ushlovchi detektorli xromatografda aniqlash uchun yuborildi.

Klonazepam va uning 2 ta asosiy metabolitlari odam qoni zardobidan ajratish va aniqlash usuli yaratilgan.

Qon zardobi ichki standart sifatida 7-aminoklonazepam qo'shib etilatsetat efiri bilan ajratib olindi.

1. Erituvchi azot oqimida porlatildi, qoldiq 0,01n xlorid kislotasi eritmasida eritildi va n-geksan bilan yuvildi. Kislotali suvli eritmadan klonozeepam va ichki standart toluol bilan ekstraksiyalanib xromatograf kolonkasiga yuborildi (klonozeepam).



Aniqlanuvchi fazadagi zardobga ikkinchi ichki standart 7-atsetiminoklonozeepam va aralashma rN muxiti 1m fosfat buferi qo'shib 7,4ga keltirildi. Klonozeepam metabolitlari va ichki standartlar toluol va

etilatsitet efirining 1:1 nisbatdagi aralashmasi bilan ekstraksiyalandi, erituvchi porlatilib, qoldiq toluolda eritildi va metabolitlarni aniqlash uchun xromatograf kolonkasiga yuborildi.

Kolonka materiali 90 x 0,4 sm o'dchamli shishadan yasalgan, 1% OV-17 saqlagan 100-120 mesh o'lchamli seolit SΨ bilan to'ldirilgan. Kolonka harorati 270⁰S. Qo'zg'aluvchi gaz argon-metan 90:100, tezlik 80 ml/daqqa. Detektor elektron aniqlovchi.

Aniqlanish sezgirligi 3-5 mg/ml bo'lib klonozepam is'temol qiluvchi bemorlar qon zardobidan aniqlash uchun etarli hisoblanadi.

Oksazepam, diazepam, N-dimetil – diazepam, N-metil-oksazepam va nitrozepamlarni sifatini va miqdorini aniqlash uchun takomillashtirilgan gazoxromatografik usul tavsiya etilgan. Bu ishda alang-ionizatsion detektorli xromatograf qo'llanilib, shisha nayli kolonka 3% OV-1 saqlagan 60-80 mesh zarrachali gazxrom – Ψ bilan to'ldirilgan.

Qo'zg'aluvchi tashuvchi gaz-azot, tezlik 22 ml/daqqa.

Kolonka harorati 245⁰S. O'rganilayotgan moddalar ajralishi ushlanish vaqtlari aniqlangan.

Ichki standart sifatida avtorlar 2-benzilamino-5-xlor benzofenon qo'shilgan.

13 - MA`RUZA. Yuqori samarali suyuqlik xromatografiya usulini dori vositalar tahlilida qo'llash. Dori vositalarining chinligi, miqdori va yot moddalarini YuSSX usulida tahlil qilish.

Ma'ruza rejasi:

1. Yuqori samarali suyuqlik xromatografik usulni asosiy prinsiplar
2. Yuqori samarali suyuqlik xromatografik usulni nazariy asoslari
3. Yuqori samarali suyuqlik xromatografik usulda qo'llaniladigan qo'zg'almas va qo'zg'aluvchan fazalar.

Tayanch so'z va iboralar: *Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi, xromatogramma, moddalarni ushlanish vaqti, pik asosining kengligi, gauss aylanmani dispersiyasi*

Yuqori samarali suyuqlik-suyuqlik xromatografik usuli

Xromatografik usullarning rivojlanishi jarayonida ularning nazariy va amaliy qo'llanish sharoitlarini takomillashtirish natijasida yangi yuqori samarali suyuqlik xromatografiya (YUSSX) usulini kirib kelishiga sabab bo'ldi.

Agarda 1950 va 1960 yillarda xromatografik usullardan yupqa qatlam xromatografiya va qog'ox xromatografiyasi, rivojlangan bo'lsa, 1970 yillarda kolonkali xromatografiyaning taraqqiy etishi *yuqori samarali suyuqlik xromatografiya* usulini rivojlanishiga zamin bo'ldi. YUSSX usullarda (nasos, injektor, detektor), hamda o'ziga xos talablarga javob beradigan yuqori tozalikka javob beradigan, yuqari tozalikka ega erituvchilar va kimyoviy reaktivlarni qo'llash talab etiladi.

YUSSX tahlil usulini yaratilganiga qisqa vaqt bo'ldi, lekin bunday xromatografik tahlilni rivojlanishi juda kattadir. Uning nazariy asoslari va eksperimental usullari undan avvalroq GSX usuli yaratilgandann keyinroq asos solingan edi.

YUSSX usulni olib borishda ananaviy kolonkali xromatografiyaga qo'yilgan talablar asos bo'lib xisoblanadi, ular sorbentning dispersligi, kolonkalarini o'lchami va suyuqlik oqimining tezligidir. SHularga qaramay bu xromatografik usulning o'ziga xos tomoni, yuqori bosimda xromatografik jarayonni olib borishga qaratilgandir.

Suyuq qo'zg'aluvchan faza yordamida xromatografik tahlilni olib borish M.S. Svet tomonidan ko'rsatib o'tilgan usul, yangi aralashma tarkibidagi moddalarni sifat va miqdoriy tahlilini aniqlanishga asoslanib, foydalanilgan kolonkalarining diametri 1 sm dan oshiq bo'lgan. Bunda qo'zg'aluvchan faza kolonka orqali o'zining og'irlik kuchi yordamida kolonkadan o'tish natijasida hamda gidrostatik bosimi asosida 60 ml/soat 1 sm² tezlikka erishilgan. Lekin dori moddalarini va aralashmalarini aniqlashda bunday kolonkalardan ko'p foydalanish natijasida ajratib olish sifati o'zgaradi.

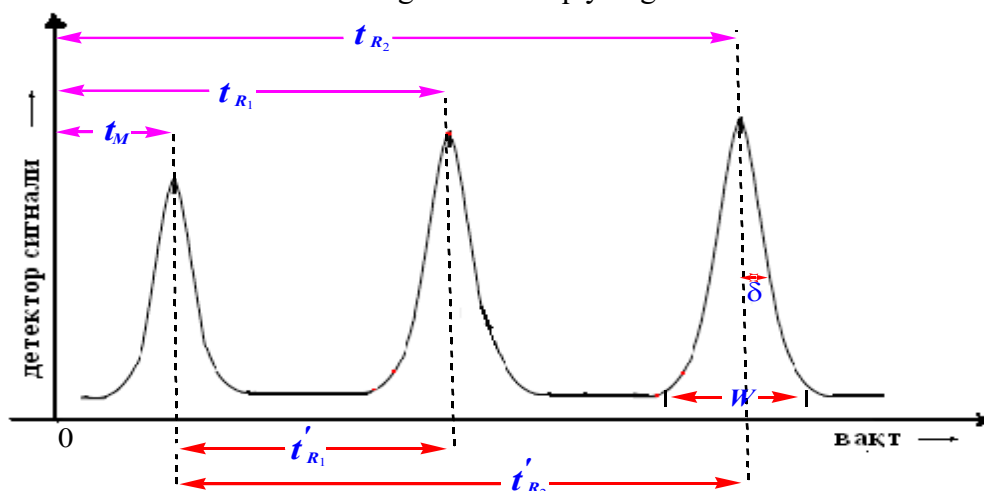
Keyingi yillarda kolonkali xromatografiyani keng qo'llanishi va sezgir detektorlarni paydo bo'lishi asos bo'ldi, uning yordamida elyuat tarkibidagi moddalarni aniqlashga erishildi. YUSSX usulini takomillashtirishga gaz xromatografiyasida qo'llanilgan va tajribadan o'tgan usullardan foydalaniladi.

YUSSX usulida moddalarni ajratish uchun diametri 2-6 mm bo'lgan kolonkalardan va ularning ichiga ko'zg'almas sorbentning zarrachalarini o'rtacha diametri 50 mkm dan kichik zarrachalardan iborat bo'lgan, hamda ko'zg'aluvchan fazani 0,1-0,5 sm/sek tezlikda yuqori bosim yordamida (10-400 atm) foydalanish maqsadga muvofiqdir.

YUSSX usulida ikki moddani bir-biridan ajratish, ulardan biri ko'zg'almas fazada ushlanib qolishini xromatografik kolonkadan qarshiliklarni engib chiqqan modda avval, so'ngra asta-sekin ikkinchi modda chiqib boshlaydi. Bu xromatografiyada ham moddalarni ajralishini qo'zg'almas fazada ushlanish vaqti (t_{R1}) qiymati bilan ifodalanadi. Umumiy ushlanish vaqti (t_R), qo'zg'almas fazada ushlanish vaqti (t_{R1}) va qo'zg'aluvchan fazadagi ushlanish vaqtining (t_m) qiymatlarini yig'indisidan tashkil topgan.

$$t_R = t_{R1} + t_m$$

Bunday sharoitda kolonkalarda moddalarining bo'linishi quyidagicha chizma holida ifodalash mumkin.



t_m – qo'zg'aluvchan fazani ushlanish vaqti

t'_{R1}, t'_{R2} – toza ushlanish vaqti

t_{R1}, t_{R2} – moddalarni ushlanish vaqti

W – pik asosining kengligi

δ -gauss aylanmani dispersiyasi

Hosil bo'lgan xromatogramma moddalarni sifat ko'rsatkichini aniqlash uchun foydalaniladigan bo'lsa, u holda ushlanish vaqti moddalarning konsentratsiyasiga boqliq bo'lmaydi. Ushlanish vaqti asosan elyuent tezligiga bog'liq bo'lganligi uchun bu usulda ko'proq ushlanish hajmiy qiymati bilan foydalaniladi. SHunga asosan ushlanish hajmi (V_R), moddani ushlanish vaqtiga (t_R) va elyuentning hajmiy tezligiga [F] sm³/daq] to'g'ri proporsional holda bog'liqdir.

$$V_R = t_R \cdot F$$

SHunga asosan sorbsiyalanmagan moddaning ushlanish vaqtini bilgan holda, kolonkadagi harakatlanuvchi fazaning hajmini (V_M) aniqlash mumkin

$$V_M = t_0 \cdot F$$

Bundan tuzatilgan hajmiy ushlanish (V_N) qiymatini topib olinadi. Uning qiymati (V_R) umumiy ushlanish hajmidan Harakatlanuvchi fazaning hajmini ayirmasiga tengdir.

$$V_N = V_R - V_M$$

Tuzatilgan ushlanish hajmi proporsional holda qo'zg'almas fazani hajmiga (V_S) tengdir.

$$V_N = K \cdot V_S$$

Proporsionallik koeffitsienti (K) bo'linishdagi termodinamik koeffitsientga teng bo'lib, bo'linish xromatografiyasida u Nernst bo'linish koeffitsientiga to'g'ri keladi.

Usulning optimal sharoitini va tahlil vaqtini tanlash.

Dori moddalarini yuqori samarali suyuqlik xromatografiya usulida tahlilini olib borishda quyidagilar maqsadga muvofiq:

1. Qisqa vaqt oralig'ida eng asosiy moddani ajralishiga erishilishi
2. Usulda foydalanilgan texnik kamchiliklar eng kam bo'lishi

Har bir tajribada dori moddasini tahlilini olib borishda qo'zg'almas va qo'zg'aluvchan fazalar va o'ziga xos haroratda eng yaxshi va eng yuqori nisbiy ushlanishga (α) ega bo'lishi kerak. Har doim ma'lum haroratda va eng yaxshi sistemalardan foydalanish natijasida kam sonli nazariy likobchalardan hamda qisqa kolonkalardan foydalanishga harakat qilishi kerak. Ana shularni inobatga olgan holatlarda quyidagi tenglama asosida qulay piklarni olishga erishildi.

$$t_R = N \cdot N \frac{L \cdot \eta}{K \cdot \Delta R} (1 + k_2)$$

t_R – umumiy ushlanish vaqti

N - nazariy likopchalar soni,

N - nazariy likopchalarning balandligi

L - kolonka uzunligi, sm

η - elyuat qovushqoqligi

ΔR - bosimni tushishi (dm/sm^2)= 10^{-6} atm.

K - termodinamik bo'linish koeffitsienti (πr^2)

k_2 – taqsimlanish qiymati

Formula asosida har xil elyuantlar ichidan qulay piklarni hosil bo'lishi asosida eng kam qovushqoqlikka ega bo'lgan qo'zg'aluvchan fazani tanlab olishga erishiladi. Kolonkalarni foydalanish darajasi va moddalarni ajralishi ularni sorbent bilan qanday to'ldirilganiga bog'liqdir. Yuqorida aytib qtilishicha moddalarni yaxshi ajralishi uchun qisqa uzunlikdagi kolonkalardan foydalanishni tavsiya etiladi. Bunda qisqa uzunlikdagi kolonkalarda, ma'lum meyorda nazariy likobchalarni saqlashdan iboratdir.

Chunki nazariy likobchalar, zarrachalarning kvadrat qiymatiga teskari proporsionaldir, shuning uchun har doim qo'zg'almas qattiq faza kichik o'lchamdagi zarrachalaridan foydalanish lozim. Ammo ayrim holatlarda qo'zg'almas faza zarrachalarini kichiklashtirilgan sari elyuantni kolonka orqali o'tishi qiyinlashadi, shuning uchun bunday holatlarda ichki bosimni oshirishni talab etiladi. Oddiy bosim beruvchi moslamalar 300-400 atm., bosimni berishga qodirdir. Bularga asoslanib har bir holatni inobatga olib ish tutishni tavsiya etiladi.

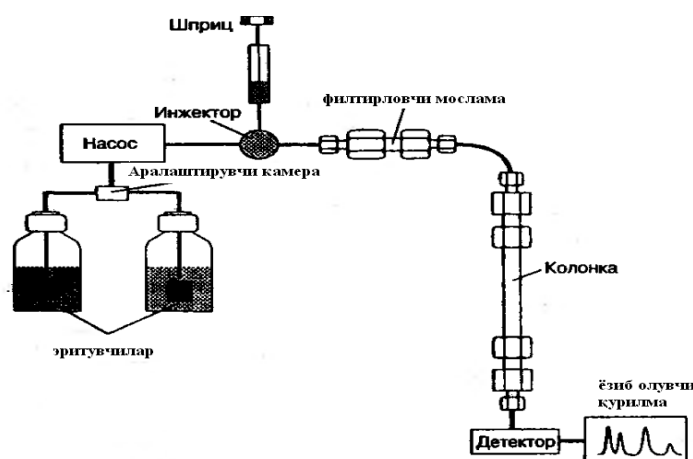
YUSSX usulini olib borishda foydalaniladigan kolonkalarga qo'yidagi talablar quyiladi:

1. moddalarni ajratish darajasi
2. tahlilni olib borish tezligi
3. kolonkani ishlatish darajasi.

Tahlilni olib borishda yaxshi natijalarga erishish uchun asosan serg'ovak sirtli sorbentlardan foydalanishni tavsiya etiladi. Shu bilan bir qatorda tekshirilayotgan moddaning konsentratsiyada va tahlilni uzoqroq olib borishni tavsiya etiladi. Bunda sistemadagi bosimni oshirish ham maqsadga muvofiqdir. Qo'zg'aluvchan sistema uchun bir-qancha erituvchilar berilgan bo'lsa, u holda ulardan kam qovushqoqlikka ega bo'lgan erituvchilarni tanlashni taklif etiladi. Bunga nazariy likopchalarning sonini va elyuatni bir meyordagi tezlikda erituvchini qovushqoqligini kamaytirilishi yordamida erishiladi.

Usulni olib borishda foydalaniladigan qurilma tuzilishi.

YUSSX usulni olib borishda quyidagi rasmda keltirilgan qurilmalardan foydalaniladi.



2-rasm. Yuqori samarali suyuqlik xromatografining tuzilish chizmasi.

Apparatni bir meyorda ishlashi uchun erituvchi solinadigan moslama 1000 ml hajmida bo'lishini talab etiladi. Ko'p holatlarda bu moslama suyuqlik tarkibidagi gazlarni yo'qotish asboblari bilan uzviy bog'liqlikda ulangan bo'ladi.

Suyuqlikni kolonkaga o'tkazishda nasosning ahamiyati kattadir. Bunda suyuqlik tezligi 10 ml-min, hamda 300-400 atm. Bosim oralig'ida harakatlanadi. Aniqlanuvchi moddani kolonkaga dozator orqali eritma holida yuboriladi. Kolonkalar asosan zanglanmaydigan po'lat, hamda shisha va titan naychalardan tayyorlanadi. SHisha kolonkalardan foydalanishda tashqaridan kuzatishga imkoniyat baladi, lekin ichki bosimni 70 atm. dan yuqoriga ko'tarish maqsadga muvofiq emas. Kolonkalar termostatga joylashtirilgan bo'lib, asosan ichki diametri 2-4 mm, uzunligi 10-50 sm ni tashkil etadi.

Kolonkadan o'tayotgan suyuq erituvchini harakatini doimiy ravishda detektor orqali tekshirib beriladi.

Detektorlar ikki guruhga: o'ziga xos guruh moddalarni xususiyatini aniqlashga hamda universal xususiyatni namoyon etadigan o'ziga xos guruh moddalarini aniqlashda fluoressensiyalanish va boshqa elektrokimyoviy usullar yordamida aniqlashga asoslangan. Unga asosan dori vositalarining kam miqdorini biologik suyuqliklar tarkibidagi chiqindi moddalarni va qo'shilmalarni aniqlashda foydalaniladi. Universal detektorlar yordamida moddaning bor yoki yo'qligidan qat'iy nazar suyuqlikdan ajralib chiqayotgan har qanday moddani xususiyatini aniqlashga qodirdir. Bu usul hozirgi kunda neft kimyosi, oziq-ovqat sanoati va farmatsiya ishlab chiqarish sanoatlarida keng foydalanib kelmoqda.

Detektorlarga qo'yilgan talablar:

- a) yuqori sezgirlikka ega bo'lishi;
- b) tekshirilayotgan modda detektor orqali o'tayotganda parchalanmasligi;
- v) haroratni o'zgarishi, suyuqlikning oqim tezligi, hamda qo'llanilayotgan erituvchining tarkibi detektorning ishlash jarayoniga ta'sir ko'rsatmasligi;
- g) detektor tekshiriluvchi moddani sifatini va miqdorini aniqlashda asosiy ko'rsatgichni bera olishi lozim.

UB detektori va differensial refraktometrlar hozirgi zamon yuqori samarali suyuqlik xromatograflarida ko'proq qo'llaniladi. UB detektorlar UB to'lqin uzunligidagi nur yutilishi ko'pgina dori moddalarini aniqlashda sezgirdir. Shuning uchun foydalaniladigan erituvchi o'ta toza va spektral tiniq bo'lishi talab etiladi.

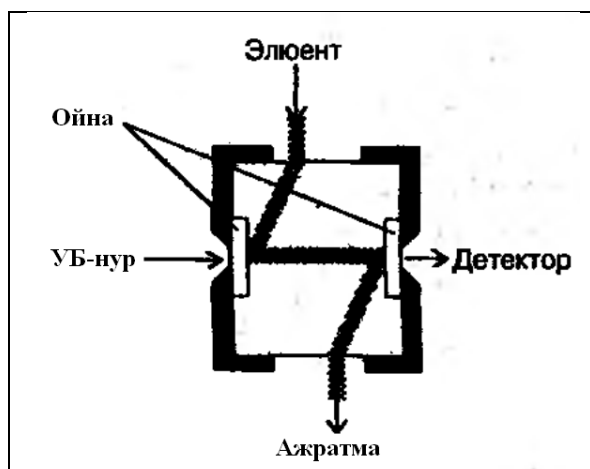
Differensial refraktometrlar harorat va bosimga juda sezgirdir. Ikkala tur detektorlar eritmadagi moddani konsentratsiyasini aniqlashda foydalaniladi.

UB detektorning kamchiligi faqatgina ayrim molekullarni nur yutilish xususiyatini aniqlashga mo'ljallangan bo'lib detektorni nur yutilishni sezish oralig'iga to'g'ri kelsa yoki shunga yaqin oraliqda bo'lishi bilan bog'liqdir. Detektorning o'ta kuchli sezgirligiga asosan modda tahlilini yuqori nur yutish to'lqin uzunligida olib borilmasa ham bo'ladi. Detektorni UB nurni simobli lampa ishtirokida $\lambda = 254 \text{ nm}$ to'lqin

uzunligida aromatik birikmalar, ko'pchilik ketonlar, aldegidlarni aniqlashga erishish mumkin. Ayrim holatlarda UB nurni fosforli ekran ishtirokida $\lambda = 280 \text{ nm}$ to'lqin uzunligida tahlil olib borishi mumkin.

YUSSX uskunalarida refraktometrli detektorlardan ham foydalaniladi. Unda ham elyuant orqali ajratilib chiqayotgan moddaning xususiyatini aniqlashga erishiladi. Bu turdagi detektorla o'zining universalligi bilan ikkinchi (UB detektordan so'ng) ahamiyatlidir. Shu bilan bir qatorda bu detektor yordamida har qanday erituvchi uchun o'ta tozalikni talab etmaydi hamda 150°C gacha jarayonda amalga oshirish mumkin. Bu usulni ayniqsa sintetik polimerlarni tahlilida qo'llash ahamiyatlidir.

YUSSX usulini olib borishda qo'zg'aluvchi fazaga katta talab qo'yilgan. Chunki ulardan foydalanish davrida tarkibidagi chiqindilar kolonkani ifloslashi, hamda



3-rasm. Yuqori samarali suyuqlik xromatografining UB-detektori ishlash jarayoni chizmasi.

noto'g'ri natijalarni hosil bo'lishga sabab bo'lishi mumkin.

Quyidagi jadvalda YUSSX usulini olib borishda nur o'tkazuvchanlik xususiyatiga asoslanib keng foydalaniladigan erituvchilar keltirilgan.

1-jadval

Эритувчилар	полярилик индекси P'	Элюирланиш кучи (SiO_2)	УВ- ўтказув- чанлик, n_M
Фторалкан	< -2	-0,2	200
Циклогексан	0,04	0,03	200
n-Гексан	0,1	0,01	195
Тетрахлорметан	1,6	0,11	265
Диизопропиловый эфир	2,4	0,22	220
Толуол	2,4	0,22	285
Диэтиловый эфир	2,8	0,38	215
Дихлорметан	3,1	0,34	230
Тетрагидрофуран	4,0	0,35	210
Хлороформ	4,1	0,26	235
Этанол	4,3	0,68	205
Уксусная кислота	4,4	0,38	255
Диоксан	4,8	0,49	215
Метанол	5,1	0,73	205
Ацетонитрил	5,8	0,50	190
Нитрометан	6,0	0,49	380
Сув	10,2	Юкори	170

Jadvaldagi keltirilgan erituvchilar ichida eng yaxshi nur o'tkazuvchanlik xususiyatiga tozalangan suv egadir. Shuning uchun erituvchini faqat

“spektroskopiya” uchun foydalanish ko'rsatkichi berilgan bo'lishi kerak, aks holda avval tozalab so'ngra foydalanishni talab etiladi.

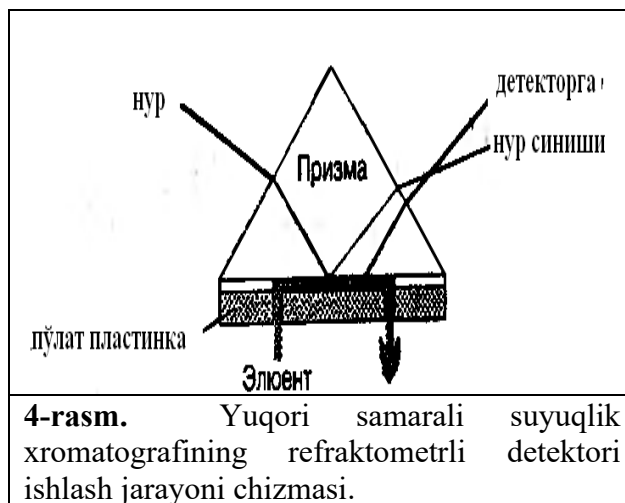
Shuning uchun YUSSX uskunalarda refraktometrli detektorlardan ham foydalaniladi. Unda ham elyuant orqali chikayotgan moddaning xususiyatlarini Aniqlash ga erishiladi. Bu turdagi detektorlar o'zining universalligi bilan 2 chi (UB detektordan) so'ng ahamiyatlidir. SHu bilan bir katordav bu detektor yordamida har kandy erituvchi yordamida o'ta tozalikni talab etmaydigan hamda 150⁰S gacha jarayonda amalga oshirish mumkin. Bu esa ayniksa sintetik polimerlarni tahlilida ko'llashga ahamiyatlidir.

YUSSX usulni amalga oshirishda qo'llaniladigan erituvchilar sistemasiga quyidagi talablar qo'yiladi:

- 1) xromatografik ajratish haroratida moddani to'liq erita olishi;
- 2) qo'llaniladigan kalonkani aktivlik xususiyatiga ta'sir etmaslik;
- 3) qo'zg'almas fazaning adsorbsiya jarayoniga ta'sir etmaslik;
- 4) qo'llanilayotgan detektorning sezgirligini oshirib berishda yuqori xususiyatga ega bo'lishi
- 5) Kam qovushqoqlikka ega va zaharsiz bo'lishi kerak

Olib borilgan tahlil natijalarining aniqligiga ayniqsa erituvchining barqarorligi va uni xromatografik kolonkaga etkazib berish tezligiga katta bog'liqdir. Hozirgi qo'llanilayotgan xromatografik usullardagi nasoslar yordamida har doim bir xil natija olishga sharoit yaratib bera olmasligi mumkin. Oddiy jarayonda 1ml/min farqni erituvchini nasos yordamida ta'minotida 0,01ml/daqiqani tashkil etsa, bu o'z holatida aniqlanuvchi moddaning molekulyar og'irligiga nisbatan 10% xatolikka olib kelishi mumkin. Bu holatni bartaraf etish uchun har doim xromatografik jarayonni amalga oshirish davrida nasos orqali berilayotgan erituvchining tezligini tekshirib turish lozim.

Kolonkalarining yuqori samaradorligini saqlash maqsadida 10 mkm o'lchamga ega bo'lgan sorbentlar uchun erituvchining oqimi o'rtacha 1 ml/min ga to'g'ri kelishi kerak. Agarda erituvchining oqim tezligi



4-rasm. Yuqori samarali suyuqlik xromatografining refraktometrli detektori ishlash jarayoni chizmasi.

ko'paytirilsa kolonkaning TTB qiymati kattalashadi natijada, ayniqsa, yuqori molekulyar og'irlikdagi moddalarni ajratishda aniqlik darajasi pasayadi. Masalan sintetik polimerdan polisterolni $M=39 \cdot 10^4$ g moddani qattiq sorbentli kolonkadan erituvchini oqim tezligini 1 ml/min dan 2 ml/daqiqagacha oshirilsa kolonkani samaradorligi 1,5 marotaba kamayishiga olib keladi.

YUSSX usulni olib borishda harorat ma'lum darajada bo'lishini talab etiladi. Asosan jarayon 20-25°C haroratda olib boriladi, lekin modda xususiyatiga qarab ayniqsa polimerlarni tahlilida 135-150°C haroratli termostat yordamida amalga oshiriladi. Haroratni ko'tarish ayrim erituvchilarning qovushqoqlik xususiyatini kamaytirishi kolonkaning samaradorligini oshiradi. Shuning uchun xona haroratiga nisbatan haroratni 40-50°C Yuqorida olib borish maqsadga muvofiqdir.

Kolonkaga yuboriladigan tahlil qilinadigan moddaning miqdori ham ahamiyatga egadir. Asosan 1 g sorbent saqlagan kolonkaga polimer moddalaridan 0,1-0,5 mg miqdorda yuborish talab etiladi.

Hozirgi kunda keng qo'llaniladigan diametri 7-8 mm, uzunligi 50-60 sm kolonkalarga 3-5 mg aniqlanuvchi moddani yuborish maqsadga muvofiqdir, aks holda katta miqdor moddani qo'llash natijasida kolonkada moddalarni ushlanish hajmi ortiti va kolonkani samaradorlik xususiyatini kamayishiga sabab bo'ladi.

Yuborilayotgan erituvchining hajmi, ko'p miqdorda bo'lishi maqsadga muvofiq emas. Asosan kolonkaga yuboriladigan moddaning hajmi 25-300 mkl oralig'ida bo'lishi kerak. Aks holda hajmini ko'payishi hosil bo'ladigan piklarni noaniqliklariga olib keladi.

Shuning uchun izlanish olib borilayotgan moddaning xususiyatini inobatga olgan holda og'irligiga, eritmaning konsentratsiyasiga, kolonkaga yuborilayotgan erituvchining hajmiga va boshqa ko'rsatkichlariga itoat qilgan holda aniq natijalarga erishiladi.

Differensial refraktometr yordamida umumiy, ya'ni tekshiriluvchi modda va elyuatni nur yutish xususiyatini aniqlashga erishiladi. Shuning uchun moddaning signalini, erituvchining signalidan farqlash maqsadida differensial detektorlardan foydalaniladi. Differensial detektorlarni kamchiligi detektor sezgirliги haroratni o'zgarishga bog'liqdir. Agarda 1°C harorat o'zgarsa detektorning ko'rsatishi 10^{-4} qiymatiga o'zgaradi. Shuning uchun detektordagi haroratni $\pm 0,001^\circ\text{C}$ aniqlik bilan tahlilni olib borishini talab etiladi.

Qo'zg'almas faza va sorbentlar.

YUSSX kolonkalari uchun foydalaniladigan qo'zg'almas sorbentlar ichki bosimga chidamli bo'lishi kerak. Sorbentlarni o'tkazuvchanlik xususiyati umuman bosimning o'zgarishiga bog'liq bo'lmasligi shart. Ko'pchilik neorganik birikmalar, qo'zg'almas faza uchun foydalaniladigan sorbentlar 600 atm. ichki bosimga chidamli bo'lishini talab etiladi.

Bu tur xromatografiyada qo'zg'almas faza sifatida ularning ikki turi ishlatiladi:

1) Yuqori sig'imli va yutilish xususiyatli serg'ovak sorbentlar, bu talabga silikagel va alyuminiy oksidi javob beradi.

2) Tashqi yuzasini yutilish xususiyatlari aktiv sorbent bilan qoplash

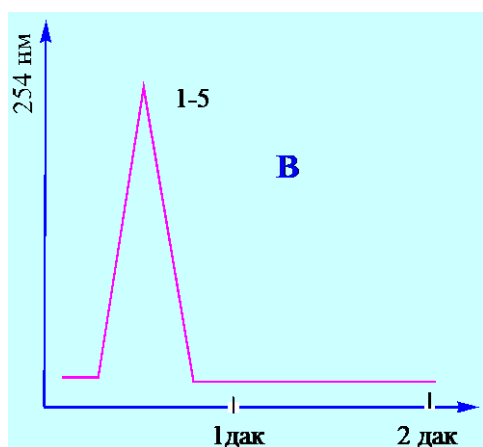
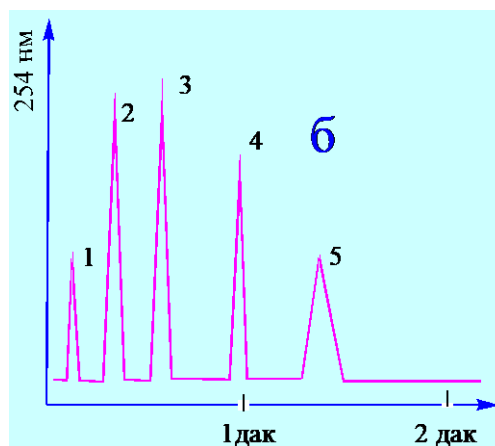
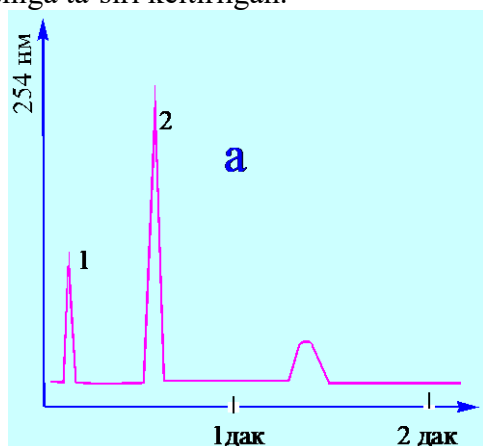
Bunda modda zarrachalari kira olmaydigan (shisha) ustini aktiv sorbent bilan qoplab ishlatishga asoslangan.

Xromatografik sorbentni tanlash avvalo, qanday xromatografik jarayonni bajarishga bog'liq. Bu suvli eritmalarda yoki organik erituvchilar yordamida amalga oshiriladi. Kichik yoki o'rtacha o'lchamli sorbentlarda organik erituvchilar yordamida tahlilni olib borish mumkin.

Suvli eritmalarini qo'llashda qattiq sorbentlar, ayrim holatda ma'xsus yarim qattiq sorbentlardan foydalanish maqsadga muvofiq. So'ngra modda molekulyar og'irligiga asosan, sorbent zarrachalarining xususiyatiga to'g'ri keladiganiki tanlab olinadi. SHu usulda tanlab olingan va kolonkaga joylashtirilgan sorbent yordamida avval tajribalar olib borishda va moddalarni ajralishi yoki tasdiqlash holatlarni bir-necha marotaba amalga oshiriladi. Lekin ayrim sintetik polimerlarni, ayniqsa molekulyar og'irligi katta bo'lgan moddalarni kolonkada ajratib olishda ma'lum qiyinchiliklar keltrish mumkin. Bunday holatlarda uchta har xil kolonkalarda tajribalar olib boriladi, so'ngra ulardan optimal ajratishga erishilgan kolonkani foydalanish maqsadga muvofiq deb topildi.

YUSSX usulni olib borishda va moddalarni ajralish cho'qqilarni paydo bo'lishi adsorbent tartibiga suvning miqdoriga bog'liqdir. Polyarsiz organik erituvchilar tarkibidagi suvni yo'qotish uchun tarkibida

oksidlar saqlagan sorbentlardan foydalaniladi. Ularga alyuminiy oksidi va silikagel kiradi. Quyidagi rasimda oligofenilenlarni xromatogrammada ajralishida adsorbent tarkibidagi suvni piklarni hosil bo'lishiga ta'siri keltirilgan.

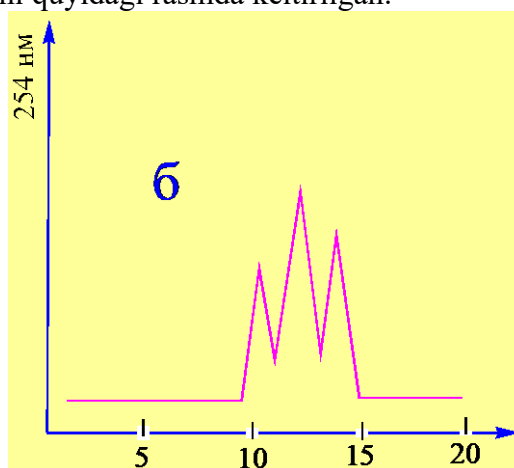
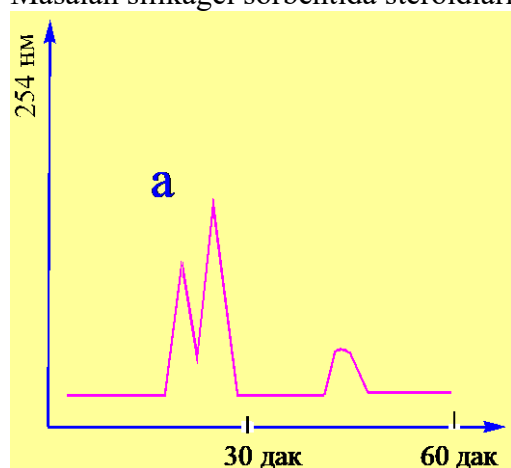


3- rasm. YUSSX usulni olib borishda va moddalarni ajralish cho'qqilarni paydo bo'lishi adsorbent tartibiga suvning miqdoriga bog'liqligi.

Elyuant: *a- n-geptan, quritilgan*
b- 100 ml geptan suv bilan to'yintirilgan,
200 ml geptan, quritilgan
v-geptan suv bilan to'yintirilgan

Bu sharoitdapiklarni ajralishida 1 qism geptanni suv bilan to'yintirilgan va 2 qism quritilgan geptan aralashmasi (b) maqsadga muvofiqdir. Agarda suvning miqdori ko'paytirilsa (v) piklarni ajralishini kuzatish qiyin bo'ladi.

Ayrim holatlarda teskari (elyuent tarkibida suv saqlasa) piklarni hosil bo'lishi va ajralishi yaxshi bo'ladi. Masalan silikagel sorbentida steroidlarni ajratishi quyidagi rasmda keltirilgan.



4- rasm. Steroidlarni ajralishi. Elyuant: xloroform 0,5% spirt bilan aralashmasi, a) xloroformni molekulyar quritgich yordamida quritilgan b) xloroform suv bilan to'yintirilgan. (kolonkani o'lchami 200 sm X 2 mm. 1-dekzametazon, 2-fluogidrokortizon, 3-gidrokartizon

"a" ko'rinishdagi xromatogrammada tekshiriluvchi moddalarni bir biridan ajralishi noaniq, hamda cho'zilib chiqqan.

“b” ko‘rinishda esa xromatografik piklar aniq cho‘qqilar asosida hosil bo‘lgan. Bu natijalariga asoslanib ma’lum miqdordagi suvni bo‘lishi moddalarni ajralishida yaxshi natijalar beradi, lekin suvning miqdori ko‘p bo‘lishi noaniq piklarni hosil bo‘lishiga olib kelishiga ham sabab bo‘ladi.

YUQORI SAMARALI SUYUQLIK XROMATOGRAFIK USULINI DORI VOSITALAR TAHLILIDA QO‘LLASH. DORI VOSITALARINING CHINLIGINI, MIQDORI VA YOT MODDALARNI YuSSX USULIDA TAHLIL QILISH.

Ma'ruza rejasi:

1. Sifat tahlil usullari
2. Miqdoriy tahlil usullari

Tayanch so‘z va iboralar: *Miqdoriy tahlil, Sifat tahlil, cho‘qqi, cho‘qqi balandligi, cho‘qqi yuzasi*

Yuqori samarali suyuqlik xromatografiya tahlil usuli murakkab tarkibli aralashmalar tarkibidagi yuqori harorat ta’sirida parchalanadigan moddalarni xona va unga yaqin bo‘lgan haroratlarda sifat va miqdoriy tahlilini amalga oshirish imkonini beradi. Hosil bo‘ladigan piklarni hajmi, yuborilgan moddaning hajmiga to‘g‘ri proporsionalikka bog‘liqdir.

YUSS xromatografiyasiga asosan, bu usulda ham piklarni hajmini aniqlashda pikning balandligini uning o‘rta kengligining yarim qiymatini ko‘paytmasi bilan yoki elektron integrator yordamida aniqlash mumkin.

Miqdoriy tahlil usulini olib borish ayrim kamchiliklardan holi emas. Bular kolonkaga shprints yordamida yuborilganda namunani to‘liq kolonkaga tushmasligi yoki kolonkadagi bosimni kuchligiga asoslanib shprints porshenlariga teskari ta’sir natijada ma’lum miqdorda moddalarni yo‘qotilishini kuzatish mumkin. Shuning uchun miqdoriy tahlil natijalarini aniq olib borish maqsadida ichki standart eritma bilan taqqoslab olib borishni keng yo‘lga qo‘yilgan. Bunda taqqoslovchi sifatida mos standart moddani tanlash kerakki, u hosil qiladigan pik aniq masofada bo‘lishiga erishishga harakat qilish kerak. Ana shu standart moddaning pikiga nisbatan olib borilgan tahlil natijasida Yuqorida keltirilgan xatoliklarni oldini olishga erishiladi.

YUSSX tahlilda detektorni ko‘rsatkichi moddaning konsentrsiyasiga to‘g‘ri proporsionaldir. O‘zi yozib beradign moslama tekshiriluvchi moddani konsentrsiyasini o‘zgarishini va uni hosil bo‘lish vaqtini hisobga oladi.

Detektorni ko‘rsatmasi har bir aniqlanuvchi moddaga alokida spektral xususiyatni olishni tavsiya etiladi.

Hosil bo‘lgan spektral chizmalardagi cho‘qqilarni sifatini tahlil qilishda:

1. Cho‘qqilarni yuzasini yoki balandligini planimetrik usulda o‘lchash.
2. Xromatogrammadagi cho‘qqi chizmasi konturu bo‘yicha qirqib olib, uni tortish usulida olib borish.
3. Cho‘qqi chizmasi balandligini uning balandligi yarmidagi kengligiga $\mu^{1/2}$ ko‘paytmasi bilan $S=h \cdot \mu^{1/2}$.
4. Balandlikni bir nechta darajalarida o‘lchalgan kenglikning o‘rtacha qiymatiga ko‘paytirish.

$$S=h \cdot \frac{\mu \cdot 0,15 + \mu \cdot 0,85}{2}$$

5. Cho‘qqi chizmasi tarafiga o‘tkazilgan urunma asosida hosil bo‘lgan uchburchak yuzasini aniqlash.

$$S = \frac{1}{2} \cdot h \cdot \mu$$

6. Elektron integratorlar yordamida.

Miqdoriy tahlilni olib borishda quyidagi uch usuldan keng foydalaniladi .

$$K_i \cdot S_i$$

1. Ichki standartlash usuli $P_i(\%) = \frac{K_{st} \cdot S_{st}}{K_i \cdot S_i} \cdot 100$

$$K_{st} \cdot S_{st}$$

K_{st}, K_i – komponent va ichki standart massasiga taqsimlanish koeffitsenti.

S_i, S_{st} - mos cho‘qqilar yuzasi.

R – komponentlar massasining ichki standart massasiga nisbati koeffitsenti

2. Mutloq kalibrlash usuli:

$$P_i (\%) = K_i \frac{h_i (S_i)}{g}$$

g – kontur uchun olingan miqdor(mkg)

3. Ichki tenglashtirish usuli:

$$P_i (\%) = \frac{K_i S_i (h_i) 100}{\varepsilon K_i S_i (h_i)}$$

K_i – kolibrovka koeffitsenti

$$K_i = \frac{P_i}{S_i}$$

DORI VOSITALARINING MIQDORINI VA YOT MODDALARNI YUSSX USULI YORDAMIDA ANIQLASH.

Ma'ruza rejasi:

1. Sifat tahlil usullari
2. Miqdoriy tahlil usullari

Tayanch so'z va iboralar: *Miqdoriy tahlil, Sifat tahlil, cho'qqi, cho'qqi balandligi, cho'qqi yuzasi*

Yuqori samarali suyuqlik xromatografiya tahlil usuli murakkab tarkibli aralashmalar tarkibidagi yuqori harorat ta'sirida parchalanadigan moddalarni xona va unga yaqin bo'lgan haroratlarda sifat va miqdoriy tahlilini amalga oshirish imkonini beradi. Hosil bo'ladigan piklarni hajmi, yuborilgan moddaning hajmiga to'g'ri proporsionalikka bog'liqdir.

YUSS xromatografiyasiga asosan, bu usulda ham piklarni hajmini aniqlashda pikning balandligini uning o'rta kengligining yarim qiymatini ko'paytmasi bilan yoki elektron integrator yordamida aniqlash mumkin.

Miqdoriy tahlil usulini olib borish ayrim kamchiliklardan holi emas. Bular kolonkaga shprints yordamida yuborilganda namunani to'liq kolonkaga tushmasligi yoki kolonkadagi bosimni kuchligiga asoslanib shprints porshenlariga teskari ta'sir natijada ma'lum miqdorda moddalarni yo'qotilishini kuzatish mumkin. Shuning uchun miqdoriy tahlil natijalarini aniq olib borish maqsadida ichki standart eritma bilan taqqoslab olib borishni keng yo'lga qo'yilgan. Bunda taqqoslovchi sifatida mos standart moddani tanlash kerakki, u hosil qiladigan pik aniq masofada bo'lishiga erishishga harakat qilish kerak. Ana shu standart moddaning pikiga nisbatan olib borilgan tahlil natijasida Yuqorida keltirilgan xatoliklarni oldini olishga erishiladi.

YUSSX tahlilda detektorni ko'rsatkichi moddaning konsentrsiyasiga to'g'ri proporsionaldir. O'zi yozib beradigan moslama tekshiriluvchi moddani konsentrsiyasini o'zgarishini va uni hosil bo'lish vaqtni hisobga oladi.

Detektorni ko'rsatmasi har bir aniqlanuvchi moddaga aloqida spektral xususiyatni olishni tavsiya etiladi.

Hosil bo'lgan spektral chizmalardagi cho'qqilarni sifatini tahlil qilishda:

5. Cho'qqilarni yuzasini yoki balandligini planimetrik usulda o'lchash.
6. Xromatogrammadagi cho'qqi chizmasi konturu bo'yicha qirqib olib, uni tortish usulida olib borish.
7. Cho'qqi chizmasi balandligini uning balandligi yarmidagi kengligiga $\mu^{1/2}$ ko'paytmasi bilan $S=h \cdot \mu^{1/2}$.
8. Balandlikni bir nechta darajalarida o'lchalgan kenglikning o'rtacha qiymatiga ko'paytirish.

$$S=h \cdot \frac{\mu \cdot 0,15 + \mu \cdot 0,85}{2}$$

5. Cho'qqi chizmasi tarafiga o'tkazilgan urunma asosida hosil bo'lgan uchburchak yuzasini aniqlash.

$$S = \frac{1}{2} \cdot h \cdot \mu$$

6. Elektron integratorlar yordamida.

Miqdoriy tahlilni olib borishda quyidagi uch usuldan keng foydalaniladi.

$$K_i \cdot S_i$$

1. Ichki standartlash usuli $P_i(\%) = \frac{K_{st} \cdot S_{st}}{K_i \cdot S_i} \cdot 100$

K_{st}, K_i – komponent va ichki standart massasiga taqsimlanish koeffitsienti.

S_i, S_{st} - mos cho'qqilar yuzasi.

R – komponentlar massasining ichki standart massasiga nisbati koeffitsienti

2. Mutloq kalibrlash usuli:

$$P_i(\%) = K_i \frac{h_i(S_i)}{g}$$

g – kontur uchun olingan miqdor(mkg)

3. Ichki tenglashtirish usuli:

$$P_i(\%) = \frac{K_i S_i (h_i) 100}{\varepsilon K_i S_i (h_i)}$$

K_i – kolibrovka koeffitsienti

$$K_i = \frac{P_i}{S_i}$$

S_i

13 - MA`RUZA. Eksklyuzion xromatografiyaning nazariy asoslari va qo'llanish sohasi.

Ma'ruza rejasi:

1. Gel xromatografiyasi va uni boshqa xromatografiya usullaridan farqi va nazariy asoslari;
2. Gel xamda erituvchilarni tanlash;
3. Gel xromatografiyasini qo'llanilishi.

Tayanch iboralar; Gel xromatografiyasi, kolonka, sirtqi hajm, gel zarrachalari ichki hajmi, qattiq gellar, yarim qattiq gellar, yumshoq gellar.

Gel-xromatografik tahlil.

Taqsimlovchi xromatografiyaning turlaridan farqli o'laroq gel-xromatografiyasida qo'zg'aluvchi va qo'zg'almas faza sifatida bir xil erituvchi qo'llaniladi. Bunda qattiq-faza ya'ni gel zarrachalari ustidan oqim bo'yicha xarakatlanuvchi erituvchi qismi qo'zg'aluvchi faza vazifasini bajaradi va aniqlanuvchi aralashma komponentlarini kolonka bo'ylab xarakatlantiradi. Qo'llanilayotgan erituvchining ikkinchi qismi esa gel zarrachalari ichki g'avaklariga shimiladi va shu xolda qo'zg'almas faza vazifasini bajaradi. Molekulalar o'lchami turlicha bo'lgan aralashmalarda moddalarni bir-biridan ajralish sodir bo'ladi, gel zarrachalarida g'ovaklarning o'lchami bir xil bo'lib, u o'zidan kichik hajmli molekulalarni, g'ovaklar ichiga o'tkazadi. Tekshiriluvchi aralashma gel orqali filtrlanganda kichik hajmli molekulalar gel g'ovaklariga shimilib g'ovakdagi erituvchida ushlanib qoladi, katta yirik molekulalar esa gel zarrachalari orasidan gel g'ovaklariga shimilmasdan qo'zg'aluvchi erituvchi bilan birga xarakatlanadi. Demak avval yirik hajmli molekulalar yuviladi, kichik hajmli molekulalar esa yirik molekulalardan so'ng yuviladi. SHunday qilib gel xromatografiyasi modda aralashmasini modda molekulasiga hajmiga va massasiga bog'liq xolda bir-biridan ajratadi. Bu usul sodda, tez va eng kerakligi moddalar aralashmasi boshqa xromatografik turlariga nisbatan ancha engil sharoitda ajratiladi.

Modda aralashmasini ajratishda asosiy faktorlardan tashqari, qo'shimcha, ya'ni adsorbsiya va kimyoviy faktorlar xam ta'sir etadi. Xromatografiyalash sharoitini tanlangada bular xisobga olinishi lozim.

Gellarni birinchi bo'lib 1959 yilda Porat va Flodinlar suyuq aralashmalar uchun qo'llaganlar.

Gel qatlamini toza erituvchi bilan yuvilganda katta hajmli molekulalar erituvchi suyuqlik xarakat tezligiga yaqin tezlikda xarakatlanadi, bir vaqtda kichik hajmli molekulalar esa gel g'ovaklariga shimilgan bo'lganligi tufayli sekin kechroq xarakat lanadi. SHunday qilib moddalar aralashmasi gel qatlamidan molekula hajmiga bog'liq xolda birin-ketin ajrala boshlaydi.

Gel xromatografiya usulini qo'llash aniqlanuvchi moddalar aralashmasi komponentlari bir xil molekulyar massaga ega bo'lgan xollar uchun qulay xisoblanadi. Bunda aniqlanuvchi modda bilan gel fazani orasidagi o'zaro ta'sir farqi asosida moddalar ajraladi. Odatda ikki xildagi o'zaro ta'sir namayon bo'ladi:

- 1) zaryadlangan ajraluvchi molekulasi zaryadlangan zarralar o'rtasidagi ta'sir kuchi;
- 2) gel qobig'idan dispers kuchi xolida bo'ktirilgan gel fazasida erigan moddalar bilan bog'liq ionogen guruxlar ta'siri.

Gel xromatografiyasi ikki turda, ya'ni kolonkali va yupqa qavatli usullarda qo'llaniladi.

Gel xromatografiyasining nazariy asoslari.

Naychaga to'ldirilgan gel va erituvchi orasida to'g'ri munosabatini aniq bo'lishi uchun gel qatlamining nisbiy hajmini bilish maqsadga muvofiq. Gel ustunining umumiy hajmi (V_t) uning uch xil hajmiy o'lchamlar yig'indisidan iborat:

sirtqi hajm (V_s), ya'ni gel zarrachalari oraliq hajmi; gel g'ovaklari ichki hajmi (V_q); quruq gel zarrachalarining o'z hajmi (matritsa hajmi) V_m .

$$V_t = V_s + V_q + V_m$$

Odatda umumiy hajm idish hajmiga teng bo'ladi.

Sirtqi hajm. (V_s). Gel bilan to'ldirilgan xromatografik naychaga qo'yilgan suyuqlikni gel qatlamlari orasiga shimilgan hajmi bilan belgilanadi. Gel g'ovaklarining ichki hajmi V_q gel zarrachalarining g'ovaksimonligi bilan bog'liq. Kserogellar ya'ni kam shimuvchi yarim qattiq gellarda g'ovak hajmini aniqlash (V_q) oson. Buning uchun gelning eruvchanlik hajmi S_r aniqlanadi. U 1 g quruq gel shimgan suyuqlik hajmi bilan belgilanadi.

Gel eruvchanlik hajmini aniqlash uchun tortib olingan, aniq miqdordagi gel ustuniga qo'llanilishi zarur bo'lgan erituvchidan quyib gelga shimdiriladi. Ortiqcha erituvchi sentrifugalab ajratib olinadi va erituvchi bilan to'yingan gel qayta tortiladi. Massalar farqi gelning shimgan hajmini belgilab beradi. Bu gel ichki hajmidir:

$$V_q = g \cdot S_r / R$$

(V_q) – gel g'ovaklar ichki hajmi

g - quruq gel massasi

r - erituvchi zichligi

S_r - gelning g'ovakdagi hajmi

Quruq geldagi zarrachalarning hajmini (V_m) aniqlash uchun avval gel uchun foydalanilgan polimerning nisbiy hajmini bilish kerak. Bu qiymatni xar doim aniqlash mumkin emas. Shuning uchun V_m qiymatni gelni bo'kkan zichlik qiymatidan foydalanib quyidagi tenglama asosida xisoblanadi.

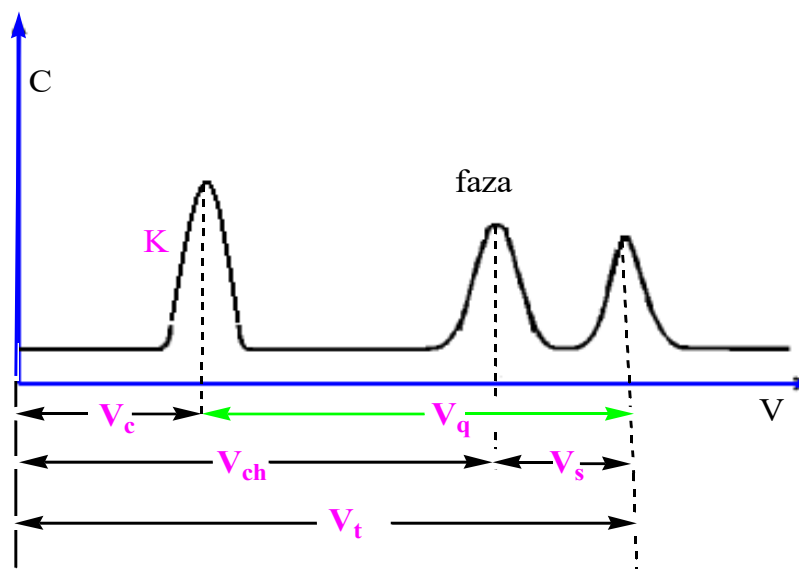
$$V_m = \frac{S_r \cdot P_r (V_t - V_{ch})}{P \cdot (S_r / P_r + 1)}$$

Bunda: V_r - tashqi hajm

V_t - umumiy hajm

V_q - kalonkadan chiqish hajmi

Rasmda gel xromatografiyasida ikkita moddaning xromatogrammasi tasvirlangan.



V_e – tashqi hajm (sirtqi); V_q - ichki hajm; V_t - umumiy hajm; V_{ch} - chiqish hajmi

V_s – bo‘linish hajmi; Kraxmal (K) va glyukozani (G) sefadeksdagi gel xromatogrammasi.

Gel xromatografiyada V_r -ajratish hajmi o‘lchami xam mavjud bo‘lib, bu hajm, gel ustuniga tekshiriluvchi aralashma yuborilganda toki ajralib chiqayotgan ajralmada modda maksimal konsentratsiyaga etguncha o‘tgan erituvchi hajmi bilan belgilanadi.

Ajratish hajmi ajratilayotgan aralashma molekulasi o‘lchamiga bog‘liq. Tajribalarda tasdiqlanishicha ajratish hajmiga yuvilayotgan modda konsentratsiyasi xam yuvilish tezligi xam kalonka xarorati xam ta’sir qilmaydi. Ajralish hajmi ajralayotgan moddaning molekulyar massasi, logarifmiga to‘g‘ri proporsional.

Gel xromatografiyasida jarayonni effektivligi moddalarni zonalarda yuvilishi va bu bilan bog‘liq xolda teoritik tarelkalar effektivligi ortadi. Gel xromatografiyasining sezilarli birinchi faktori, bu usulda xromatografik jarayonda kam hajmdagi gel ishtirok etadi va moddalarning gel qatlami bo‘ylab xarakatlanishiga modda va gel orasidagi o‘zaro ta’sir deyarli sezilmaydi. Natijada gel xromatografiyasining kalonka effektivligi ortadi.

Ikkinchi faktor, yuvilish jarayonida diffuzion tenglik juda sekin o‘rnatiladi. Bu ta’sirlarni kamaytirish uchun mayda zarrachali gellar va yuvilish tezligini kamaytirish talab qilinadi. Molekulyar massa kamayishi bilan diffuziya tezlashadi, kichik molekulali moddalar va sekin yuvilishda diffuzion ta’sir sezilmaydi. YUvilishga ta’sir etuvchi eng asosiy omil diffuzion tenglikka asta-sekin erishishdan iborat.

Gel xromatografiyasi boshqa xromatografik usullardan moddalarni ajralish mexanizm bilan farqlanadi. Qo‘zg‘almas fazadagi modda konsentratsiyasining qo‘zg‘oluvchi fazadagi konsentratsiyadan kam bo‘lishi metod uchun xarakterlidir. Qo‘zg‘almas va qo‘zg‘aluvchi faza farq qilmagan xolda qo‘zg‘almas faza gel strukturasi bog‘liq xolda gel g‘ovaklariga shimiladi.

Agarda turli o‘lchamdagi molekulyar massali turli dori moddalarni gel xromatografiyasida bir-biridan ajratilganda yaxshi natijalarga erishiladi. Bunda ayrim moddalar uchun ichki hajm to‘g‘ri kelib, qolgan tarkibdagi moddalarni ajralishiga o‘liq erishilmaydi. SHuni inobatga olib Lorent T.S., Killander J., tomonidan molekulalarni ajralishidagi jarayonni aniqlash uchun quyidagi formula tavsiya etiladi:

$$K = \frac{V_{ch} - V_s}{V_t - V_s}$$

K - moddani ajratib olishdagi eng qulay kattalik.

Bunda kolonkani to‘ldirilgan gel zichligi o‘rniga qo‘zg‘aluvchi faza sifatida foydalangan erituvchining xususiyati ahamiyatga olingan. Bu koeffitsent orqali qo‘zg‘almas va qo‘zg‘aluvchi fazalarning xususiyatlarini aniqlash mumkin.

K qiymatiga asoslanib moddalarni ajralib chiqish V_s qiymatini aniqlash mumkin. $V_s = V_{ch} - V_{ch} = (K - K) \cdot (V_t - V_c)$.

SHtrixlar ikkita moddani xromatografik ajralishi tushiniladi.

Gellar va erituvchilarni tanlash.

Gellar yumshoq, yarim qattiq va qattiq gellarga bo'linadi. Ularning xar biri gidrofil va gidrofob, bo'lishlari mumkin. Yumshoq gellar. Bu tur gellar yuqori molekulyar organik birikmalar bo'lib, kam sonli yonbosh bog'lardan iborat. Bunday gellar ko'p miqdorda erituvchini shimib shishadi va o'zining asosiy hajmini oshiradi. Ularning g'ovakligi shimilgan erituvchi hajmiga to'g'ri proporsional xolda (bir necha barobar hajmda) ortadi. Natijada yumshoq gel hajmi ortishi xisobiga, gelning o'zi deformatsiyalanadi. Yumshoq gellar kichik molekulyar moddalarni kam oqim tezligida ajratish uchun qo'llaniladi. Yumshoq gellar ko'proq yupqa qatlam xromatografiyasida keng qo'llaniladi. Gidrofil gellarga sefadeks yoki dekstrinli gellar kirib, ularda $-O-SN_2SN(ON)SN_2-O$ tipdagi birikish bog'lari vodorodli bog'lar xususiyatiga ega. (poliakrilamid geli va kraxmal).

Organik erituvchilar bilan ishlanganda gidrofil sefrokseksiga oksipropil guruxi kiritilib olingan lipofil sefadeksi ishlatiladi. Yumshoq gellar yuqori effektivlikka ega. Yumshoq gellarda xromatografiyalashni odatda gel-filtrlash deb nomlanadi.

Yarim qattiq gellar.

Bunday gellar polimerlanib olinadi. Ular yuqori o'tkazuvchanlikni taminlaydi va g'ovak o'lchamlariga bog'liq bo'lmagan o'rtacha hajmga ega. Yarim qattiq gellar bo'ktirilganda o'z hajmini sezilarsiz (1,1 - 1,8 barobar) oshiradi, yarim qattiq gellar bosimga chidamli va deformatsiyalanmaydi. Ular gidrofob gellar xisoblanadi. Yarim qattiq gellarni gidrofilligini oshirish ularning kimyoviy yoki fizik xususiyatlarini o'zgartirish evaziga bajariladi, masalan: sulfirlash kabi.

Asosan stirol va divinilbenzolni sopolimerlanishi maxsulotlari yarim qattiq gellar bo'lib, stirogellar deb yuritiladi. Polivinilatsetatli gellar xam yarim qattiq gellarga kiradi.

Qattiq gellar.

Bularga silikagel va g'ovakli shisha kiradi. G'ovakli shisha gel bo'lmasa xam gel o'rnida ishlatiladi. Qattiq gel g'ovaklari doimiy bo'ladi va xar qanday sharoitda xam o'z hajmini o'zgartirmaydi va yuqori o'tkazuvchanligini namoyon qiladi. Ular gidrofil va liofillikni namoyon qiladi. Silikatlar o'zlarida gidroksil guruxlarini saqlashi qattiq gellarning kamchiligi xisoblanadi. Ikkinchi kamchiligi ularning yumshoq va yarim qattiq gellarga nisbatan katta yuviluvchanlikka egaligidir. Qattiq gel sifatida odatda g'ovakli silikagel (porasil), nazorat qilinuvchi g'ovakli shisha va bir xil o'lchamli g'ovakli sintetik kremnezem (aerosilikagellar) qo'llaniladi.

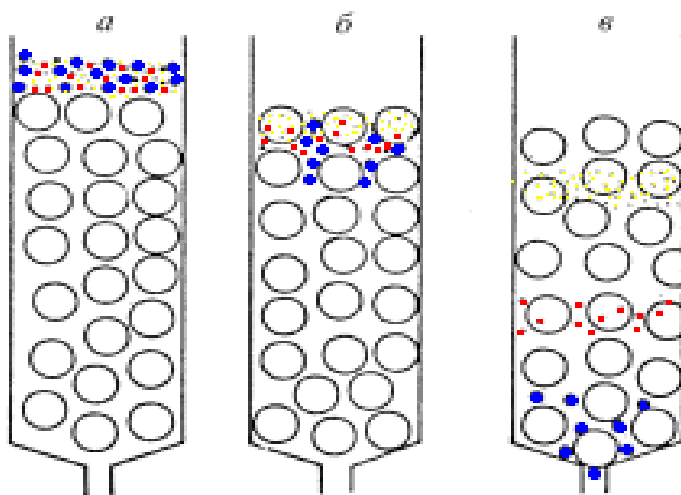
Erituvchilarni tanlash.

Gel xromatografiyada qo'llaniladigan erituvchilarga qo'yiladigan talablar, ularni tekshiriluvchi birikmalar aralashmasini erita olishi, gel sirtini xo'llashi va gel sirtiga shimilmasligi bilan tushuntiriladi. Yumshoq gellar uchun qo'llaniladigan erituvchi gelni shishirishi zarur. Gel to'ldirilgan idishga qo'yilgan erituvchi gel zarrachalari bilan xamda xromatografiyalanuvchi modda bilan bir xil ta'sirda bo'lishi kerak. Bunda erigan modda gel zarrachalari ichida faqat diffuziyalanadi. ya'na erituvchining yopishuvchanligi xam axamiyatga olinadi va erituvchi imkon boricha yopishqoq bo'lmasligi kerak.

Gel xromatografiyaning qo'llanilishi.

Gel xromatografiyasida shisha nayni gel bilan to'ldirish katta axamiyatga ega. Gel bilan to'ldirish gel turi va ishlatilishi bilan bog'liq. Agarda yumshoq gel qo'llanilsa gel avval ajratish uchun olingan erituvchida bo'ktirilishi va shishirilishi kerak. Yarim qattiq gellardan foydalanilganda avval gel (suspensiyasi) bo'tqasi tayyorlanadi, erituvchi bilan aralashma zichligi quruq gel zichligiga teng bo'lmog'i kerak.

Gel xromatografiyasi uchun ichki diametri 8-10mm ga teng naychalardan foydalaniladi. Naycha diametrini 50 mm gacha kattalashtirish effektivlikni oshiradi, lekin naycha diametrini kamaytirish tavsiya etilmaydi.



2-rasm. Gel xromatografiya usulida moddalarni ajralish chizmasi:

a – ajralishning boshlaninshi,
b – ajralish jarayoni,
v ajralishning tugashi;

15-MA'RUZA. MURAKKAB TARKIBLI DORI VOSITALARINI INSTRUMENTAL USULLARIDA TAXLIL QILISH. KOMPONENTLARNI AJRALISH SHAROITLARI VA ULARNI CHINLIGI VA MIQDORINI ANIQLASH. DORI VOSITALARNI TAHLILIDA KOMPLEKS USULLARNI QO'LLANILISHI (XROMATOSPEKTROSKOPIYA VA XROMATOFOTOELEKTROKOLORIMETRIYA).

Ma'ruza rejasi:

1. Murakkab tarkibli dori vositalarini instrumental usullarida taxlil qilish.
2. Komponentlarni ajralish sharoitlari va ularni chinligi va miqdorini aniqlash.
3. Dori vositalarni tahlilida kompleks usullarni qo'llanilishi (xromatospektroskopiya va xromatofotoelektrokolorimetriya)

LABORATORIYA MASHG'ULOTI UCHUN MATERIALLAR

1- LABORATORIYA MASHG'ULOTI.

INSTRUMENTAL TAHLIL USULLARIN BAJARISHDA XAVFSIZLIK QOIDALARIGA RIOYA QILISH CHORA TADBIRLARI. NAMUNA OLISH VA TAHLIL UCHUN NAMUNA TAYYORLASH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

1. Instrumental tahlil usullari faniga kirish, laboratoriya jihozlari, tahlil usullarini bajarishda xavfsizlik qoidalariga rioya qilish chora tadbirlari haqida tushuncha.
2. Dori vositasining qaynash haroratini aniqlash.

Mashg'ulot maqsadi: Talabalarga Instrumental tahlil usullari fani haqida tahlil uchun laboratoriya jihozlarini tayyorlash, tahlil usullarini bajarishda xavfsizlik qoidalariga rioya qilish chora tadbirlarini, dori vositasining qaynash haroratini aniqlashni o'rgatish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

- Instrumental tahlil usullari fani to'g'risida tushuncha;
- tahlil usullarini bajarishda xavfsizlik qoidalarini bilish;
- Dori vositasining qaynash haroratini aniqlashni o'rgatiladi;

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quv qo'llanmalar, dori vositasining qaynash haroratini aniqlash apparati, voronka, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmali materiallarlar, skotch, qog'oz

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

Analitik kimyo laboratoriyasida ishlaganda asosiy xavfsizlik qoidalar:

1. Ushbu instruksiya bilan tanishmasdan turib talabalar, aspirantlar va ilmiy xodimlarga laboratoriyada ishlashga ruxsat berish qat'iy taqiqlanadi. Xodimlarning instruktajdan o'tganligi xavfsizlik texnikasi laboratoriya jurnaliga imzo qo'yish bilan qayd qilinadi. Laboratoriya rahbari bu javobgarlikni o'z zimmasiga oladi.
2. Laboratoriyada ish bajarish vaqtida tozalik, tartib va xavfsizlik texnikasi qoidalariga rioya qiling. Chunki tartibsizlik, shoshqaloqlik yoki ishdagi pala-partishlik ko'pincha oqibati og'ir bo'lgan baxtsiz hodisalarga olib keladi.
3. Laboratoriyada suv ichish, ovqatlanish va chekish qat'iy ma'n qilinadi.
4. O'qituvchi bilan ish rejasini kelishib olmasdan talabalarni ishga kirishishi ma'n qilinadi.
5. Hamma kimyoviy reaktivlarni faqat mahsus moslashgan etiketkalangan idishlarda saqlash kerak. Qattiq yoki suyuq bo'lishidan qat'iy nazar bir soat ham etiketkasiz yoki yozuvsiz saqlanishi mumkin emas.
6. Suv va elektr asboblarni ishlatish tugashi bilan tezlikda foydalanilgan jo'mraklarini yoping, elektr asboblarini o'chiring. Laboratoriyadan chiqaturib kimyoviy jarayonlarni tugaganligini stollarda, mo'rili shkafda, keyin tashqaridagi elektr tokini, suv o'chirilganligini tekshirib ko'ring.
7. Har bir tahlil asbobini ishlatishdan oldin unda ishlash tartib qoidalarini yaxshilab o'rganish va ularga qat'iy rioya qilmoq lozim, chunki ulardan olingan natija bo'yicha dori vositasining sifatiga baho beriladi. U asboblarda noto'g'ri ishlash esa natijalarning noto'g'ri chiqishiga va dori sifatiga xato baho berishga sabab bo'ladi.
8. Xavfsizlik qoidalarini buzgan shaxslar ma'muriyat tomonidan javobgarlikka tortiladi.

Kislota va qaynoq moddalar bilan ishlash qoidalar:

1. Sulfat kislotani suyultirish suvga kislotani quyish yo'li bilan o'tkaziladi. Bu ish faqat issiqqa chidamli va chinli idishlarda olib boriladi. Chunki bunda ancha miqdorda issiqlik ajralib chiqadi.
2. Kuchli nitrat, sulfat va xlorid kislotalarini bir idishdan ikkinchisiga quyish faqat ishlayotgan mo'rili shkafda bajarilishi kerak. Shkaf eshiklari imkoni boricha yopilgan bo'lishi kerak.

4. Etil spirti, efir, benzol, atsetonsirka, etil efiri, ayniqsa uglerod sulfidi, nitrol efir va boshqa yoqilg'i va oson yonuvchi suyuqliklar bilan ishlashda ochiq olov, ochiq alanga, kuchli qizdirilgan yuza yaqinida (misol uchun elektr plitkada) qizdirish o'kazish qat'iy tan ta'qiqlanadi.

1. Termik kuyishda tezlik bilan kuygan joy bir necha marta taninning spirtli eritmasi bilan ho‘llanishi kerak (kaliy permanganat yoki etil spirti bilan ham namlash mumkin) va kuyishga qarshi bo‘lgan maz (moy), sulfidin emulsiyasi (qorishmasi) surtiladi.
2. Kislotalardan kuyganda oldin kuygan joy yaxshilab suv bilan, keyin natriy bikarbonat eritmasi bilan yuviladi.
3. O‘yuvchi ishqorlar bilan kuyganda, kuygan joyni yaxshilab suv bilan, keyin suyultirilgan sirka kislotasi bilan yuviladi. Ishqorlar va ammiak eritmasini ko‘zga tushishi ayniqsa havfli, qattiq ishqorlarni maydalashda albatta ko‘zoynak taqish kerak.
4. Xlor yoki brom bug‘lari yutilgan xollarda spirt bug‘lari bilan nafas olish kerak. Keyin esa toza, ochiq xavoga chiqish kerak.
5. Laboratoriyada ishlaganda asosiy e‘tiborni ko‘zni himoya qilishga qaratish kerak. Ko‘zga har hil kimyoviy reaktivlar tushgan hollarda tezlikda og‘riqqa e‘tibor bermagan xolda, ko‘zni 3-5 minut davomida ko‘p miqdordagi suv bilan yuvish kerak. Keyin agar ko‘zga tushgan modda kislotalar reagent bo‘lsa bor kislotasi eritmasi bilan yuvish kerak. Birinchi yordamni bunday tadbirlaridan keyin vrachga murojaat qilish kerak.

1. Bo'ynining o'rtasidan naycha chiqarilgan, haroratga chidamli shishadan tayyorlangan, 100 ml hajmli haydash kolbasi.
2. Haroratga chidamli shishadan tayyorlangan sovitgich. Sovitkichdan chiqqan naycha yig'uvchi kolbaga tushirish uchun qayrilgan bo'lishi yoki sovitgich 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. $0,5^{\circ}\text{C}$ dan graduirlangan termometr.
5. O'rtasi dadimetri 2 – 3 sm tirqishli bo'lgan 12×12 sm o'lchamli, qalinligi 3 mm asbest karton.
6. Kerakli harorat, havfsizlik va haydalish nazoratini ta'minlovchi qizdirish manbai (gaz gorelkasi, suv hammomi, elektr qizdirgich va h.k.).
7. Haydash kolbasi va sovitgichni mahkamlash uchun ikkita shtativ.

131

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 kolbasi qisqich yordamida shtativga mahkamlanadi. Kolbadan chiqqan naycha shlif yoki 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 kapillar 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 va qizdirish minutiga 3 – 4 ml suyuqlik haydaladigan qilib moslanadi. Olingan suyuqlikning 95%i haydalgach, qaynashning tugash harorati aniqlanadi.

Kuzatilgan qaynash harorati formula yordamida normal atmosfera bosimiga 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 farq 1 °C dan ortiq bo'lmasligi kerak.

Dori moddalarning suyuqlanish haroratini aniqlash

Davlat farmakopeyasining XI nashrida suyuqlanish haroratini aniqlashning 4 xil usuli keltirilgan.

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

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

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

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

Aniqlash tartibi

1- va 1a – usul:

Dori modda maydalanib, 100-105°C da 2 soat quritiladi yoki sulfat kislota solingan eksikatora 24 soat saqlanib quritilgach, bir uchi berkitilgan, diametri 0,9 – 1,0 mm, shishaning qalinligi 0,1 mm dan 0,15 mm gacha bo'lgan kapillarga solinadi.

Bu kapilyarlarning uzunligi PTP uskunasi aniqlash uchun 20 sm, ikkinchi uskunada aniqlash uchun esa 6 – 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 qatlamining balandligi 3 mm bo'lib, modda solingan kapillar aniqlashdan avval eksikatora saqlanadi.

Ikkinchi 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'rnatiladi. Kapilyarlar tubi termometrdagi simob sharchaning o'rtasida turadigan qilib joylashtiriladi.

1-usul bilan suyuqlanish harorati aniqlanganda, 100°C dan past haroratda suyuqlanadigan moddalar uchun minutiga 0,5 – 1°C; 100°C dan 150°C gacha suyuqlanadigan moddalar uchun minutiga 1 – 1,5°C

va 150°C dan yuqori suyuqlanish haroratiga ega bo'lgan moddalar uchun esa minutiga 1,5 – 2°C tezlik bilan qizdirish tavsiya etiladi.

1a-usulda qizdirish tezligi minutiga 2,5 – 3°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 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

Suyuqlanish harorati aniqlanuvchi modda idishchaga shibbalanib, gilzaning pastki qismiga o'rnatilgach, termometrning simob sharchasi moddaga o'rnanishi 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 minutiga 10C ga keltiriladi. Idishcha tirqishi - e dan suyuqlangan moddaning birinchi tomchisi oqib tushgandagi harorat moddaning suyuqlanish harorati deb olinadi.

Guruh bilan ishlash

Guruhning har bir a'zosi:

- o'z sheriklarining fikrlarini hurmat qilishlari lozim;
- berilgan topshiriqlar bo'yicha faol, hamkorlikda va mas'uliyat bilan ishlashlari lozim;
- o'zlariga yordam kerak bo'lganda so'rashlari mumkin;
- yordam so'raganlarga ko'mak berishlari lozim;
- guruhni baholash jarayonida ishtirok etishlari lozim;
- “Biz bir kemadamiz, birga cho'kamiz yoki birga qutilamiz” qoidasini yaxshi bilishlari lozim.

Guruhlar uchun topshiriqlar.

I-guruh vazifasi

1. Moddaning qaynash harorati haqida ma'lumot bering.
2. Qaynash haroratini aniqlash asbobini tushuntiring.

II-guruh vazifasi

1. Moddaning qotish harorati haqida ma'lumot bering.
2. Moddaning qotish haroratini aniqlash tartibini tushuntiring.

III-guruh vazifasi

1. Moddaning suyuqlanish harorati haqida ma'lumot bering.
2. Moddaning zichligi va uni aniqlash haqida ma'lumot bering.

CHARXPALAK USULI

№	Kuzatilgan qaynash harorati, °C	bosimning har bir mm simob ustuniga bo'lgan inkrement qiymatini toping				
		0,04	0,045	0,05	0,055	0,06

1	0°C dan past					
2	100°C dan 140°C gacha					
3	141°C dan 190°C gacha					
4	191°C dan 240°C gacha					
5	240°C dan ko'p					

Modda qaynash haroratini aniqlaganda kuzatilgan haroratga qarab to'g'ri keladigan inkrementni

Olingan bilimlarni tekshirish uchun savollar

1. Suyuqlanish haroratini aniqlashning turli variantlarini tushuntiring. Aniqlash ketma-ketligi va tartibini ko'rsating.
2. Suyuqlanish haroratining depressiyasi nima? U qachon va qanday maqsadlarda aniqlanadi?
3. Dori moddalarining suyuqlanish haroratini aniqlash davomida qanday jarayonlar ketadi?
4. Suyuqlanganida rangi o'zgaradigan, ko'piradigan va kapillyar bo'ylab ko'tariladigan substansiyalarga misollar keltiring.
5. Suyuqlanish haroratini aniqlash uskunasiga solinadigan suyuqliklarni ko'rsating. Ularni nima maqsadda solinishini va nima sababdan turlicha bo'lishini tushuntiring.
6. Qotish haroratini aniqlash tartibini ko'rsating.
7. Mo'miyo, vosk, vazelin va vazelin moyining qotish haroratlari qanday aniqlanishini tushuntiring.
8. Qotish haroratining farmatsevtik tahlilda va texnologiyadagi ahamiyatini tushuntiring.
9. Qanday dori vositalarining qaynash haroratlari aniqlanadi?
10. Dori vositalarining qaynash harorati nima maqsadda aniqlanadi?
11. Qaynash haroratini aniqlash uskunasini chizing va har bir qismining mohiyati, funksiyasini tushuntiring.
12. Suyuqlanish haroratining tuzatilgan ko'rinishi formulasini yozing.
13. Suyuqlanish haroratini tuzatilgan qiymati nima maqsadda hisoblanadi?
14. Suyuqlanish haroratiga kiritiladigan inkrement nima va u qanday qiymatga ega?

2- LABORATORIYA MASHG'ULOTI.

Bugungi kunda dori vositalarining sifati, xavfsizligi va samaradorligi inson salomatligi uchun muhim ahamiyat kasb etadi. Dori vositalari ishlab chiqarish, saqlash va sotish jarayonlarining har bir bosqichi qat'iy sifat nazorati talablariga javob berishi lozim. Bu nazorat, asosan, zamonaviy instrumental tahlil usullari (UV-Vis spektrofotometriya, yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi (HPLC), gaz xromatografiyasi (GC) va boshqalar) yordamida amalga oshiriladi.

Lekin tahlil natijalari ishonchli bo'lishi uchun usullarning o'zi ham yuqori sifatli va aniq bo'lishi kerak. Aynan shu nuqtada metrologik me'zonlar asosida instrumental tahlil usullarining sifatini baholash muhim o'rin tutadi. Metrologiya o'lchashlarning birligi va aniqligini ta'minlash bilan shug'ullanadi. Farmatsevtika sohasida instrumental tahlil usullarining metrologik jihatdan baholanishi — ularning validatsiyasi (tasdiqlanishi) — dori vositalarining sifatiga ishonch hosil qilishning asosiy shartidir.

Instrumental tahlil usullariga umumiy tavsif

Instrumental tahlil usullari moddalarning fizik-kimyoviy xususiyatlarini o'lchashga asoslangan. An'anaviy (kimyoviy) tahlil usullaridan farqli o'laroq, ular tezkorroq, sezgirroq va kamroq namunani talab qiladi. Farmatsiyada bu usullar dori moddasining miqdori va tozaligini aniqlash, aralashmalarni topish, shuningdek, dori shakllarining barqarorligini nazorat qilishda keng qo'llaniladi.

- **UV-Vis spektrofotometriya:** Moddaning yorug'likni yutish xususiyatiga asoslangan. Masalan, parasetamolning konsentratsiyasini aniqlashda 257 nm to'lqin uzunligida uning absorbansini o'lchash orqali foydalaniladi.
- **Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi (HPLC):** Moddalar aralashmasini tarkibiy qismlarga ajratishga asoslangan. Dorilarning faol moddasini uning parchalanish mahsulotlaridan yoki boshqa aralashmalardan ajratib olishda eng keng qo'llaniladigan usuldur.

Metrologiya haqida tushuncha Metrologiya – bu o'lchashlar, ularni amalga oshirish usullari va aniqligini ta'minlash haqidagi fandir. Farmatsevtik metrologiya esa dorivor moddalar va preparatlar sifatini nazorat qilishda qo'llaniladigan o'lchashlar tizimini o'z ichiga oladi. Uning maqsadi tahlil natijalarining xalqaro standartlarga mosligini ta'minlashdir.

Instrumental tahlil usullarining metrologik xarakteristikalar

Instrumental tahlil usulining sifatini baholash uchun bir qator metrologik xarakteristikalardan foydalaniladi. Bular:

10. **To'g'rilik (Accuracy):** Tahlil natijasining haqiqiy qiymatga qanchalik yaqinligini ko'rsatadi. Farmakopeyalarda ko'pincha bu ko'rsatkichni **98.0% - 102.0%** oralig'ida bo'lishi talab qilinadi U ikkita komponentdan iborat:
 - **Sistemali xato (Bias):** Doimiy yo'nalishga ega bo'lgan xato. Masalan, asbobning noto'g'ri kalibrlanganligi sababli yuzaga keladigan xato.
 - **Tasodifiy xato (Random error):** Natijalarni har xil yo'nalishda o'zgartiradigan xato. Ko'pincha tajriba sharoitlarining o'zgaruvchanligi sababli kelib chiqadi.

Misol: Siz tarkibida 100 mg parasetamol bo'lgan tabletkani tahlil qilyapsiz. Tahlil natijangiz 99.5 mg chiqdi. Bu **to'g'ri** natija hisoblanadi, chunki 99.5% haqiqiy qiymatga juda yaqin. Agar natijangiz 105 mg yoki 90 mg chiqsa, bu tahlil usulida **sistemali xato** (masalan, asbobning noto'g'ri kalibrlanishi) yoki **tasodifiy xato** (namunani noto'g'ri tortish) borligini ko'rsatadi.

11. **Takrorlanuvchanlik (Precision/Repeatability):** Bir xil sharoitda, bir xil usul bilan, bir xil laborant tomonidan olingan takroriy o'lchash natijalarining bir-biriga qanchalik yaqinligini bildiradi. **Standart og'ish (Standard deviation)** yoki **nisbiy standart og'ish (Relative standard deviation)** bilan ifodalanadi. Farmatsevtika sohasida RSD qiymati odatda **1% dan kam** bo'lishi maqsadga muvofiq. **Misol:** Siz bir xil 5 ta tabletkadan **Vitamin C** miqdorini o'lchash uchun HPLC usulini qo'lladingiz. Natijalar quyidagicha chiqdi:

99.8 mg
100.2 mg
99.9 mg
100.1 mg
100.0 mg

Bu natijalar bir-biriga juda yaqin. Ularning o'rtacha qiymati 100.0 mg bo'ladi va nisbiy standart og'ishi juda past. Bu sizning tahlil usulingiz **yuqori takrorlanuvchanlikka** ega ekanligini bildiradi.

12. **Takror ishlab chiqariluvchanlik (Reproducibility):** Turli laboratoriyalarda, turli laborantlar tomonidan, turli asbob-uskunalarda olingan natijalarning bir-biriga qanchalik yaqinligini ko'rsatadi. Bu ko'rsatkich usulning universal ekanligini belgilaydi.

13. **Tahlil usulining sezgirliigi (Sensitivity):** Tahlil qilinayotgan modda konsentratsiyasining kichik o'zgarishlariga javob berish qobiliyatini ifodalaydi. Grafikdagi egri chiziqning qiyaligi bilan aniqlanadi.

14. **Aniqlash chegarasi (Limit of Detection, LOD):** Tahlil qilinayotgan moddani sifat jihatdan (mavjudligini) ishonchli aniqlash mumkin bo'lgan minimal konsentratsiya.

15. **Miqdoriy aniqlash chegarasi (Limit of Quantitation, LOQ):** Tahlil qilinayotgan moddaning miqdorini aniq va ishonchli o'lchash mumkin bo'lgan minimal konsentratsiya.

Misol: Dori ishlab chiqarish jarayonida hosil bo'lgan zaharli aralashmalarning qoldig'ini aniqlash talab qilinadi. Qoidaga ko'ra, bu aralashmaning miqdori **0.1%** dan oshmasligi kerak. Siz ishlab chiqqan tahlil usuli 0.05% darajadagi aralashmani aniqlay olsa, demak usulning **LOD** qiymati **0.05%** yoki undan past. Ammo miqdorini aniq o'lchay olish uchun **LOQ** qiymati ham muhim. Agar usul **0.08%** dan yuqori konsentratsiyalarni aniq o'lchay olsa, bu usul maqsadga xizmat qiladi.

16. **Tanlab olish qobiliyati (Selectivity/Specificity):** Tahlil qilinayotgan moddani aralashmalar ichidan farqlash va aniqlash qobiliyati. Dorining faol moddasini uning parchalanish mahsulotlari yoki yordamchi moddalardan ajratib olish qanchalik mumkinligini ko'rsatadi.

Misol: Sizning dori vositangizda **faol modda** va **yordamchi moddalar** (to'ldiruvchilar, bog'lovchilar) mavjud. Bundan tashqari, saqlash sharoitiga qarab, faol modda biroz parchalanib, yangi birikmalar hosil qilishi mumkin. Agar sizning tahlil usulingiz (masalan, yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi - HPLC) faqatgina **faol moddaning pikini** aniq va alohida ajratib bera olsa, demak bu usul **yuqori selektivlikka** ega. Agar yordamchi moddalarning piki asosiy moddaning piki bilan ustma-ust tushsa, usul selektiv emas va natijalar noto'g'ri bo'lishi mumkin.

17. **Linearlik (Linearity):** Tahlil natijalari va moddaning konsentratsiyasi orasidagi to'g'ri proporsional bog'liqlik oralig'i. Bu oraliq tahlil usulining ishchi diapazonini belgilaydi.

Misol: Siz dori vositasining konsentratsiyasini **80% dan 120% gacha** bo'lgan oralig'ida aniqlashingiz kerak. Siz bir necha standart eritmalarini (masalan, 80%, 90%, 100%, 110%, 120% konsentratsiyalarda) tayyorlab, ularning tahlil natijalarini (masalan, absorbans yoki pik maydoni) grafikda chizasiz. Agar hosil bo'lgan nuqtalar to'g'ri chiziq hosil qilsa, bu tahlil usulining ushbu konsentratsiya oralig'ida **linear** ekanligini ko'rsatadi.

Metrologik me'zonlarni qo'llash

Instrumental tahlil usulining sifatini baholash uchun usulni **validatsiya (tasdiqlash)** jarayonidan o'tkazish zarur. Validatsiya – bu usulning belgilangan maqsadlar uchun yaroqli ekanligini eksperimental ravishda tasdiqlash jarayoni. Dori vositalarini tahlil qilishda Xalqaro farmakopeyalar (USP, EP, JP) va boshqa tartibga soluvchi organlar (masalan, FDA) tomonidan belgilangan qoidalarga amal qilinadi.

Validatsiya jarayoni quyidagi bosqichlarni o'z ichiga oladi:

7. **Dastlabki tekshirish:** Usulning asosiy me'zonlar (masalan, LOD, LOQ) bo'yicha samaradorligini sinab ko'rish.

8. **Takrorlanuvchanlikni tekshirish:** Bir xil sharoitda bir necha marta takroriy tahlillar o'tkazib, natijalarning yaqinligini baholash.

9. **To'g'rilikni tekshirish:** Ma'lum konsentratsiyadagi standart namunalar yordamida usulning to'g'riligini aniqlash.

10. **Tanlab olish qobiliyatini tekshirish:** Boshqa moddalar (aralashmalar) ta'sirida natijaning o'zgarishini baholash.

11. **Linearlikni tekshirish:** Konsentratsiya diapazonining ma'lum oraliqda to'g'ri chiziqli ekanligini aniqlash.

12. **Robustlik (Robustness):** Kichik o'zgaruvchanliklar (harorat, pH, oqim tezligi) ta'sirida tahlil natijalarining qanchalik barqarorligini baholash.

3-LABORATORIYA MASHG'ULOTI. POTENSIOMETRIK VA KONDUKTOMETRIK USULLARDA DORI VOSITASINI TAHLILINI AMALGA OSHIRISH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

1. Potensiometrik titrlash usuli haqida ma'lumot.
2. Potensiometrik titrlash orqali Ampitsillinning 250 - 500mg jelatinli kapsulasi miqdoriy tahlili
3. Potensiometrik titrlash orqali parchalanish mahsulotlarini aniqlash.

Mashg'ulot maqsadi: Talabalarni potensiometrik tahlil usulining nazariy asoslarini amaliyotda ko'rsatish, bunda ishlatiladigan moslama bilan tanishtirish, shu moslamani ishga tayyorlash bosqichlari bilan tanishtirish va unda tahlilni amalga oshirish ko'nikmasini shakllantirish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

- Potensiometrikni ishga tayyorlash;
- Ampitsillinning 250-500mgli jelatinli kapsulasini potensiometrik usulda miqdoriy aniqlash;
- Ampitsillin kapsulasining parchalanish mahsulotlarini potensiometrik usulda aniqlash;

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quv qo'llanmalar, Potensiometr, voronka, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmali materiallarlar, skotch, qog'oz

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

Potensiometrik titrlash usuli

Potensiometrik titrlash - neytrallashtirish, 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'lchash orqali titrantni ekvivalent hajmi aniqlanadi.

Tahlil davomida titrlangan eritmani byuretkadan bir xil miqdorda aralashtirib turilgan holda qo'shiladi. Ekvivalent nuqtaga yaqinlashganda titrantni 0,1 ml yoki 0,05 ml dan qo'shib, har gal EYUK o'lchanadi.

Potensiometrik titrlash orqali fenazepam miqdorini aniqlash

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

Potensiometrik titrlash orqali Ampitsillinning 250 - 500mg jelatinli kapsulasi miqdoriy tahlili

Reaktivlar: suyultirilgan natriy gidroksid eritmasi (42 g/l)

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 (rN 4,8)

formamid - tahlil uchun toza namunasi

0,05 mol/l simob perxlorat eritmasi

Aniqlash tartibi:

0,1000 g (aniq tortma) suvsiz ampitsillinga mos keladigan maydalangan kukun titrlash kolbasiga o'tkazilib, suyultirilgan natriy gidroksid eritmasidan qo'shiladi va 10 minut davomida elektromagnit aralashtirgich yordamida aralashtiriladi. So'ngra perxlorat kislotaning 4,6 ml eritmasi, 20ml bufer eritmasi, 5ml formamid eritmasi qo'shiladi va simob perxlorat eritmasi bilan 0,6 ml/min. tezlikda (platinali va kalomel elektrodleri ishtirokida) potensiometrik grafikda bukilishgacha (a - chiqim) titrlanadi.

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

Ampitsillinning foiz miqdori (A) qo'yidagi formula bo'yicha hisoblanadi:

$$A = \frac{a \cdot 0,01747 \cdot 100}{n}$$

bunda:

a - 0,05 mol/l simob perxlorat eritmasining titrlash uchun ketgan ml miqdori.

n - namuna ojirligi, g

Suvsiz ampitsillinning bitta jelatina kapsuladagi miqdori quyidagi formula bo'yicha hisoblanadi:

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

d - suvsiz ampitsillinning ko'rsatilgan gramm miqdori, g

A - ampitsillinning foiz miqdori

V - parchalanish mahsulotlarining foiz miqdori

m - bir jelatina kapsulaning o'rtacha ogirligi, g

Potensiometrik titrlash orqali parchalanish mahsulotlarini aniqlash

Reaktivlar: formamid-tahlil uchun toza namunasi atsetat bufer eritmasi (rN 4.8)

0,05 mol/l simob perxlorat eritmasi

Aniqlash tartibi:

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

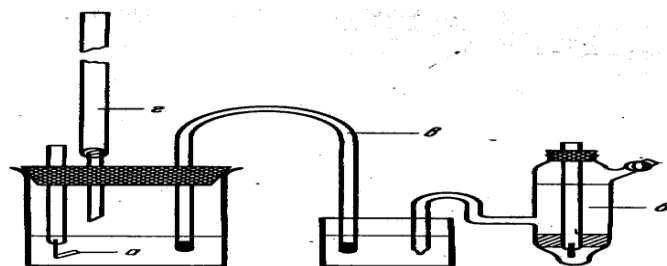
Parchalanish mahsulotlarining foiz miqdori qo'yidagi formula buyicha aniqlanadi:

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

bunda

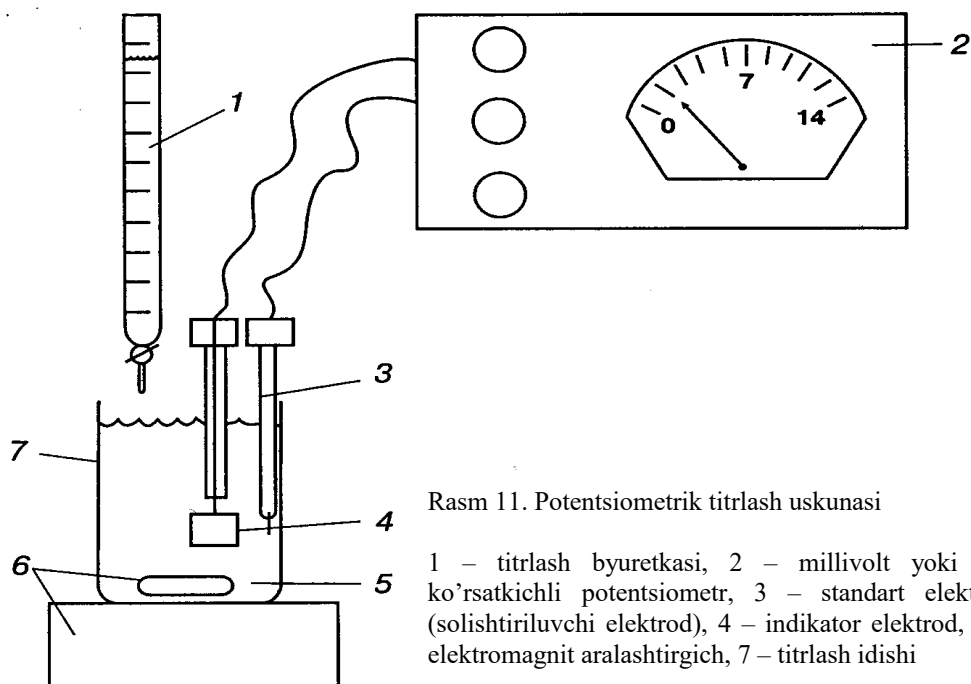
b - titrlash uchun sarflangan 0,05 mol/l simob perxlorat eritmasi miqdori

n - ampitsillin kukunining aniq tortmasi, g.



Rasm 10. Potensiometrik titrlashda elektrodning joylashish chizmasi

a - indikator elektrod, b - solishtiriluvchi elektrod, v - elektrolitik ko'priq, g - titrlash byuretkasi



Rasm 11. Potentsiometrik titrlash uskunasi

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

KONDUKTOMETRIYA USULIDA DORI VOSITASINI TAHLIL QILISH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

1. Tahlilni olib borishda konduktometrlarni tanlash, hamda ularni ish jarayoniga tayyorlash.
2. Tozalangan suvni konduktometrik tahlilini amalga oshirish.

Mashg'ulot maqsadi: Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni konduktometrik tahlil usullari va unda qo'llaniladigan konduktometrlarning tuzilishi va ishlash xususiyatlari bilan tanishtirish. Bufer eritmalarni tayyorlashni o'rganish. Suvni tahlilni olib borishda konduktometrlarni tanlash, hamda ularni ish jaraeniga tayyorlash.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

- Suv bug'i yordamida haydash apparatini yig'ish;
- Biologik ob'ektni suv bug'i yordamida haydash uchun tayyorlashadi;
- “Uchuvchi”zaharli moddlarni suv bug'i yordamida haydab olishni, kimyoviy, farmakologik va fizik-kimyoviy usullarda tahlil qilishni o'rganadilar;

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quv qo'llanmalar, Konduktometr, byuretk, voronka, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmali materiallarlar, skotch, qog'oz, kompyuter vositalari, standart dasturlar, internet materiallari hamda zamonaviy pedagogik texnologiyalar, ya'ni interaktiv usullari qo'llaniladi.

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

Kuchli elektrolit eritma elektr o'tkazuvchanligini eritma konsentratsiyasiga bog'liqligini, birinchi bo'lib 1885 yilda topgan olmoniyalik olim F.V.Kolraush (1840-1910 y) konduktometrik tahlil ixtirochisi hisoblanadi. XX asrni 40 yillarida yuqori chastotali konduktometrik titrlash usuli ishlab chiqildi. XX asrni 60 yillaridan boshlab konduktometrik detektorlar suyuqlik xromatografiyasida qo'llanila boshlandi.

Usulning tamoiili. Asosiy tushunchalari

Konduktometrik tahlil elektrolit eritmasining elektr o'tkazuvchanligini eritma konsentratsiyasiga bog'liqligini o'lchashga asoslangan.

Elektrolit eritmasining elektr o'tkazuvchanligi, shisha idish (stakan)ga kavsharlab qo'yilgan ikkita elektroddan iborat elektrokimyoviy yacheykada o'lchanadi. Yacheykadagi elektrolit eritmasidan o'zgaruvchan elektr toki o'tkaziladi. Ko'pchilik elektrodlar platina metallidan tayyorlanadi. Elektrod hajmini oshirish maqsadida uning sirti platinalik tuz eritmasidagi platina ionlarini elektrokimyoviy cho'ktirish vositasida g'ovakli platina bilan qoplanadi (Platinalangan platina elektrodi) 1-rasm.

Elektroliz va elektrodلarni qutblanishini oldini olish maqsadida konduktometrik o'lashlar o'zgaruvchan elektr tokida bajariladi.

O'tkazgichlarning birinchi turi- metallardagi kabi, elektrodلar orasidagi eritma qatlamining qarshiligi (R) mazkur qatlam qalinligi (l)ga to'g'ri va elektrodلar yuzasi (S)ga teskari mutanosib

$$R = \rho \frac{l}{S} = \frac{l}{\kappa S} \quad (1)$$

bu tenglamada koeffitsient ρ -solishtirma elektr o'tkazuvchanlik va uning teskari qiymati $\kappa=1/\rho$ solishtirma elektr o'tkazuvchanlik deb ataladi. Elektr qarshiligi R-om birligida eritmaning qavat qalinligi l-santimetrdagi, elektrodلarning yuzasi sm^2 -da o'lchangani sababli solishtirma elektr o'tkazuvchanlik $\text{Om}^{-1} \cdot \text{sm}^{-1}$ (ba'zan $\text{Sm} \cdot \text{sm}^{-1}$) birlikda ifodala-nadi.

Solishtirma elektr o'tkazuvchanlikni κ fizik ma'nosi 1 sm^3 eritmaning elektr o'tka-zuvchanligi bo'lib, yuzasi 1 sm^2 , elektrodلar orasidagi masofa 1 sm bo'lgan eritma ustunining 1 volt kuchlanish berilgandagi elektr o'tkazuvchanlik – 1 V/sm ma'nosini anglatadi.

Solishtirma elektr o'tkazuvchanlikning qiymati elektrolit va erituvchining tabiati, eritma konsentratsiyasi va xaroratga bog'liq.

Eritmaning konsentratsiyasi ortgan sayin elektr o'tkazuvchanlik avval ortadi, so'ngra maksimumdan o'tgach kamayadi. Elektr o'tkazuvchanlikni bunday o'zgarishining sababi quydagicha tushuntiriladi. Kuchli yoki kuchsiz elektrolit eritmasi konsentrotsiyasi ortganda tok o'tkazuvchi zarralar, ionlar, soni ortadi. Shuning uchun eritmaning elektr o'tkazuvchanligi (eritmada o'tayotgan tok kuchi) ortadi. So'ngra eritma kotsentratsiyasi ortgan sari uning qovushqoqligi, ionlarni elektrostatik tortishuvi ortadi (ionlar harakatchanligi kamayadi), Natijada konsentratsiya ortgani bilan elektr o'tkazuvchanlik ortmaydi. Kuchsiz elektrolit eritmasida konsentratsiya ortgan sari elektrolitni dissotsiatsiya darajasi kamayadi bu esa tok o'tkazuvchi zarra-ionlar sonini kamayishi binobarin solishtirma elektr o'tkazuvchanlikni kamayishiga sabab bo'ladi. Kuchli elektrolit eritma-sini konsentratsiyasi ortganda ion assotsiatlar (ikki, uch va undan ortiq ionlarni biri-kuvi) xosil bo'ladi va bu ham elektr o'tkazuvchanlikni kamayishiga sabab bo'ladi.

Ko'rsatilgan omillar majmuasi elektrolit eritmasi solishtirma elektr o'tkazuvchanligini yuqoridagi tartibda o'zgarishiga sabab bo'ladi.

Harorat ortganda eritma qovushqoqligi kamayishi, ionlar harakatchanligini ortishi, kuchsiz elektrolitlarda esa dissotsiatsiya (elektrolit molekulasini ionlarga ajralish) darajasi ortgani sababli solishtirma elektr o'tkazuvchanlik ortadi. Shuning uchun miqdoriy konduktometrik o'lchov, konduktometrik yacheyka termostatlangan, xolda o'zgarmas xaroratda bajariladi.

Konduktometriyada solishtirma elektr o'tkazuvchanlikdan tashqari *ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik λ va molyar elektr o'tkazuvchanlik μ ishlatiladi.*

Ekvivalent elektr o'tkazuvchanlikni fizik mohiyati – 1 sm masofada joylashgan bir xil elektrodلar orasida $1 \text{ g} \cdot \text{ekv}$ erigan moddasi bo'lgan bir 1 sm^3 eritmani elektr o'tkazuvchanligidir.

Ekvivalent molyar massaga zaryad soni birga teng bo'lgan zarralarga teng ulush olinadi. Masalan N^+ , Vr^- , $\frac{1}{2}\text{Cu}^{2+}$, $\frac{1}{3}\text{Fe}^{3+}$ va x.z.o.

Shunday qilib, solishtirma elektr o'tkazuvchanlik κ turli konsentratsiyali eritmalar 1 sm^3 hajmining elektr o'tkazuvchanligini tavsiflasa, ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik λ 1 gramm ekvivalent elektrolitning elektr o'tkazuvchanligini tavsiflaydi eritmaning hajmi turlicha bo'lishi mumkin.

Elektrolit eritmasini konsentratsiyasi kamaygan sari ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik ortib boradi. Cheksiz suyultirilgan elektrolitning ekvivalent elektr o'tkazuvchanligi maksimal qiymatga ega bo'ladi. Ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik solishtirma o'tkazuvchanlik kabi xarorat oshgan sari ortadi.

Ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik λ solishtirma elektr o'tkazuvchanlik κ bilan quyidagicha (2) bog'langan.

$$\lambda = \frac{1000 \cdot \kappa}{c} \text{ cm}^{-1} \cdot 29 \text{ KB}^{-1} \cdot \text{cm}^2 \quad (2)$$

bu erda s-ekvivalent molyar konsentratsiya.

Kol'raushni *ionlarni mustaqil xarakati* qonuniga muvofiq elektrolitning *cheksiz suyultrilgan eritmasidagi* ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik λ_{∞} yoki (λ°) kation va anionlarni chegaraviy harakatchanliklari (λ°_{+} va λ°_{-}) yig'indisiga teng, ya'ni Cheksiz suyultirilgan eritmadagi ionlar xarakatchanligiga teng.

$$\lambda_{\infty} = \lambda^{\circ}_{+} + \lambda^{\circ}_{-} \quad (3)$$

Muayyan erituvchidagi ionni chegaraviy xarakatchanligi berilgan xaroratda o'zgaras kattalik bo'lib, mazkur ionning elektrik xarakatchanligini ifodalochi doimiy (ya'ni ayni ionga xos) kattalikdir.

1-jadvalda misol tariqasida ba'zi ionlarni suvli eritmadagi chegaraviy xarakatchanligi keltirilgan.

1-jadval

25°da, suvli eritmadagi ba'zi ionlarni chegaraviy harakatchanlik λ° qiymatlari

Kation	$\lambda^{\circ}, \text{Om} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{sm}^2$	Anion	$\lambda^{\circ}, \text{Om} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{sm}^{-1}$
N ⁺	349,8	ON	198,3
Rb ⁺	77,5	1/4[Fe(CN) ₆] ⁴⁻	111
Cs ⁺	77,2	1/3[Fe(CN) ₆] ³⁻	99,1
NH ₄ ⁺	73,7	1/2CrO ₄ ²⁻	85
K ⁺	73,5	1/2SO ₄ ²⁻	80,8
1/2Pb ²⁺	70	Br ⁻	78,1
1/3Fe ³⁺	68	J ⁻	76,8
1/2Ba ²⁺	61,6	Cl ⁻	76,4
Ag ⁺	62,2	NO ₃	71,5
1/2Ca ²⁺	59,5	1/2CO ₃ ²⁻	69,3
1/2Zn ²⁺	54	1/3PO ₄ ³⁻	69
1/2Fe ²⁺	53,5	ClO ₄	67,3
1/2Mg ²⁺	53	F ⁻	55,4
Na ⁺	50,11	HCO ₃ ⁻	44,5
Li ⁺	38,68	CH ₃ COO ⁻	40,9

2-jadvalda suvli eritmalardagi ionlarni chegaraviy harakatchanligiga xaroratni, 3-jadvalda erituvchi tabiatini ta'siri ko'rsatilgan.

2-jadval

Suvli eritmalarda ba'zi ionlar chegaraviy harakatchanligi λ° ga xaroratni ta'siri

Ion	$\lambda^{\circ}, \text{Om} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{sm}^2$				
	0	18	25	55	100
H ⁺	225	315	349,8	483,1	630
Li ⁺	19,4	32,8	38,5	68,7	115
Na ⁺	26,5	42,8	50,1	86,8	143
K ⁺	40,7	63,9	73,5	119,2	195
Rb ⁺	43,9	66,5	77,8	124,2	-
Cs ⁺	44	67	77,2	127,6	200
Ag ⁺	33,3	53,5	62,2	-	176
1/2Ca ²⁺	31,2	50,7	59,5	-	180
1/2Ba ²⁺	34	54,6	63,6	-	195
OH ⁻	105	171	198,3	-	450
Cl ⁻	41	66	76,4	126,4	212
Br ⁻	42,6	68	78,1	127,8	-
J ⁻	41,4	66,5	76,8	125,4	-
1/2SO ₄ ²⁻	41	68,4	80	-	260

CH ₃ COO ⁻	20,3	34	40,9	-	130
----------------------------------	------	----	------	---	-----

3-jadval

Turli erituvchilarda ba'zi ionlarning 25°S dagi chegaraviy harakatchanligi

Ion	$\lambda^\circ, \text{Om} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{sm}^2$				
	Suv	Metanol	Etanol	Atsiton	Nitrobenzol
N ⁺	349,8	143	59,3	88	23
Na ⁺	50,11	45,2	18,7	80,0	17,2
K ⁺	73,5	52,4	22,0	82,0	19,2
Ag ⁺	62,2	50,3	17,5	88	18,6
Cl ⁻	76,4	52,9	24,3	111,0	17,3
Br ⁻	78,1	55,5	25,8	113,0	19,6

Chegaraviy konsentratsiyadagi ionlar xarakatchanligi λ doimiy qiymat bo'lmay eritma konsentratsiyasiga (5-jadval) bog'liq, konsentratsiya ortgan sari ionlar xarakatchanligi kamaya boradi.

4-jadval

Eritmalarni turli konsentratsiyalari (s)da ionlar harakatchanligining λ qiymatlari

s, mol/dm ²	$\lambda^\circ, \text{Om} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{sm}^2$						
	H ⁺	Li ⁺	Na ⁺	K ⁺	OH ⁻	Cl ⁻	F ⁻
0,001	314,2	32,5	42,3	63,1	171	65,0	45,5
0,01	307,0	30,1	40,0	60,4	167	61,5	43,2
0,1	294,4	27,5	35,4	55,4	157	55,5	38,0

Elektrolit eritmasini molyar elektr o'tkazuvchanligi μ uni ekvivalent elektr o'tkazuvchanligi kabi hisoblanadi.

$$\mu = \frac{100\kappa}{c} \quad (4)$$

bu erda s – eritmadagi elektrolitning molyar konsentratsiyasi. Molyar elektr o'tkazuvchanlikni birligi ekvivalent elektr o'tkazuvchanligining birligi kabi $\text{Om} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{sm}^2$.

Miqdoriy konduktometrik tahlil elektr o'tkazuvchanlikni konsentratsiyaga bog'lanishini ifodalovchi (2) va (4) tenglamalarga asoslangan.

Konduktometrik tahlilda vositasiz konduktometriya va konduktometrik titrlash usullari qo'llanadi.

Vositasiz konduktometriya

Vositasiz konduktometriyada tahlil etiluvchi eritma konsentratsiyasi eritmani solishtirma elektr o'tkazuvchanligini o'lchab aniqlanadi. O'lchangan natijalar hisoblash yoki darajalash chizmasi usullarida ishlab chiqiladi.

Hisoblash usuli (2) tenglama asosida eritmadagi elektrolit ekvivalent molyar konsentratsiyasi solishtirma elektr o'tkazuvchanlik κ va ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik orqali hisoblanadi.

$$c = \frac{1000 \cdot \kappa}{\lambda} \quad (5)$$

Solishtirma elektr o'tkazuvchanlik termastatlangan konduktometrik yacheyka elektr qarshiligini o'lchab aniqlanadi.

Eritmani ekvivalent elektro'tkazuvchanligi λ kation λ_+ va anion λ_- lar harakatchanliklari yig'indisiga teng.

$$\lambda = \lambda_+ + \lambda_-$$



Kation va anionlar harakatchanliklari ma'lum bo'lsa konsentratsiyani (6) formuladan hisoblash mumkin.

$$c = \frac{1000 \cdot \kappa}{\lambda_+ + \lambda_-} \quad (6)$$

Suvda oz eruvchan elektrolitlar (kalsiy, bariy sulfatlari, kumush galogenidlari va boshqalar) to'yingan eritmasining konsentratsiyasi vositasiz konduktometriya usulida shunday hisoblanadi.

Misol tariqasida kumush xloridni AgCl suvdagi eruvchanligi ya'ni to'yingan eritmasi konsentratsiyasini 25°S vositasiz konduktometrik aniqlashni ko'rib chiqamiz. (6) tenglamaga asosan.

$$c = \frac{1000 \cdot \kappa}{\lambda(\text{Ag}^+) + \lambda(\text{Cl}^-)}$$

Kumush xlorid suvdagi eritmasining solishtirma elektr o'tkazuvchanligi κ kumush xlorid tahlil etilgan eritmasining κ_i qiymatdan toza suvning $\kappa(\text{N}_2\text{O})$ solishtirma elektr o'tkazuvchanlik qiymatining ayirmasiga teng.

$$\kappa = \kappa_i - \kappa(\text{N}_2\text{O})$$

Kumush xloridni suvdagi eruvchanligi juda oz bo'lgani sababli undagi kumush kationi va xlorid anioni harakatchanliklarini chegaraviy suyultirgan eritmadagi harakatchanlik ya'ni $\lambda^+(\text{Ag}^+) = \lambda^\circ(\text{Ag}^+) = 62,2$, $\lambda(\text{Cl}^-) = \lambda^\circ(\text{Cl}^-) = 76,4$. (1- jadvalga qarang) teng deb qabul qilish mumkin.

$$c = \frac{1000[\kappa_i - \kappa(\text{H}_2\text{O})]}{62,2 + 76,4} \quad (6')$$

Darajalash chizma usuli. Xar birida aniqlanuvchi modda konsentratsiyasi aniq bo'lgan qator etalon eritmalar tayyorlanadi va termostatlangan konduktometrik yacheykada ularni solishtirma elektr o'tkazuvchanligi o'lchanadi. Olingan natijalar asosida absissa o'qiga etalon eritmalar konsentratsiyalari ordinataga – solishtirma elektro'tkazuvchanlik qiymatlarini qo'yib darajalash chizmasi chiziladi. (6) tenglamaga muvofiq solishtirma elektr o'tkazuvchanlikni o'zgarishi konsentratsiyalarni tor oralig'ida odatda to'g'ri chiziqli ko'rinishda bo'ladi. (6) tenglamadagi kation va anionlar, harakatchanligi sezilarli darajada o'zgarib ketadigan konsentratsiyalar oralig'ida to'g'ri chiziqli bog'lanishdan chetlanish kuzatiladi.

So'ngra aynan o'sha sharoitda noma'lum konsentratsiyalik s_x tahlil etiluvchi eritmadagi elektrolitni solishtirma elektro'tkazuvchanligi $\kappa(x)$ o'lchanadi va darajalash chizmasidan $\kappa(x)$ ga tegishli $s(x)$ qiymati topiladi. Masalan, bariyli suvdagi (bariy gidroksidni to'yingan eritmasi) bariyni miqdori aynan shu usulda aniqlangan.

Vositasiz konduktometriyani qo'llanishi. Vositasiz konduktometriya usuli sodda, juda sezgir ($\sim 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$), xatolik nisbatan kam $\pm 2\%$ gacha. Ammo bu usul selektivligi kam. Vositasiz konduktometriya tahlilda kam qo'llanadi. Bu usul oz eruvchan elektrolitlar eruvchanligini, distillangan suv va ozuqa mahsulotlar (sut, ichimliklar va boshqalar) sifat nazoratida, mineral, dengiz suvidagi tuzlarni umumiy miqdorini aniqlashda ishlatiladi.

Konduktometrik titrlash

Konduktometrik titrlash konduktometrik yacheykadagi ikkita inert (odatda platina) elektrodlar orasidagi tahlil etiluvchi eritmani elektr o'tkazuvchanligini, titrlash jarayonida, o'zgarishini o'lchab bajariladi. Olingan natijalar asosida titrlanuvchi eritma elektr o'tkazuvchanligini qo'shilgan titrant hajmidan (bog'lovchi) bog'liqlik konduktometrik egrisi chiziladi. Titrlashni so'ngi nuqtasi, aksariyat xollarda, titrlash egrisini ikki (2-rasmida qo'rsatilgan) qismi ekstrapolyasiya chiziqlarini



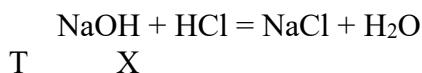
titrlash

kesishgan nuqtasidan topiladi. Shu sababdan EN yaqinida o'z rangini o'zgartiruvchi indikator qo'llash extiyoji yo'q.

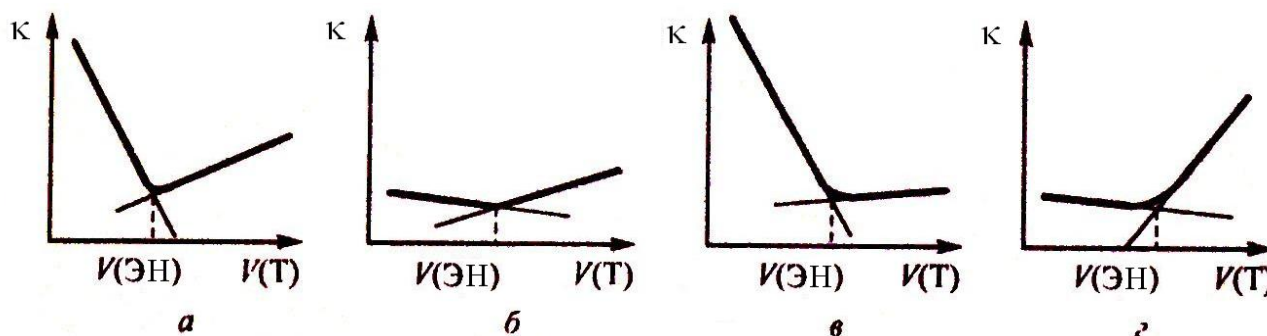
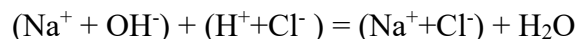
Konduktometrik titrlashni turli: kislota-asos, kompleks xosil bo'lish reaksiyalariga qo'llash mumkin.

Reaksiyaga kirishayotgan yoki reaksiya natijasida xosil bo'layotgan ionlarning xiliga ko'ra konduktometrik titrlash egrilari turli ko'rinishda bo'ladi.

2-rasmda konduktometrik titrlash egrilarini ba'zi turlari sxematik tasvirlangan. 2 rasmdagi (a) xolatda kuchli kislota kuchli asos (ishqor) bilan masalan xlorid kislota natriy gidroksid bilan titrlash tasvirlangan.



Ion ko'rinishida



2-rasm. Konduktometrik titrlashni ba'zi turlarini sxematik tasviri κ -solishtirma elektr o'tkazuvchanlik, $V(T)$ qo'shilgan titrant hajmi.

a) kuchli kislota eritmasini ishqor eritmasi bilan titrlash

b) titrlanuvchi modda va titrant ionlarini elektr o'tkazuvchanligi kichik,

v) kuchli kislota natriy gidrokarbonat eritmasi bilan titrlash:

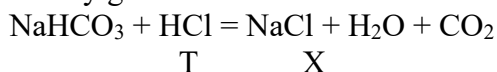
g) titrlanuvchi modda ionlari elektrik harakatchanligi kichik, titrant ionlari katta harakatchanlikga ega.

Kislota titrlangan sari titrlanuvchi eritma elektro'tkazuvchanligi keskin kamayadi chunki eritmadagi harakatchanligi yuqori bo'lgan vodorod ionlari H^+ sarflanib (suvga aylanib) kamaya boradi. ENdan keyin, titrlanuvchi eritmada harakatchanligi vodorod ionlaridan kamroq bo'lsa-da, yetarli xarakatchan gidroksil ionlari ortaborgan sari eritmada elektr o'tkazuvchanlik ortaboradi.

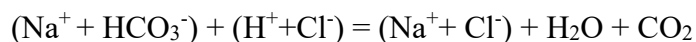
Titrlash egrisidagi bukilish nuqtasi noaniq bo'lganda ENga tegishli titrant hajmi-ni 2-rasmda ko'rsatilgandek ikkita urinma to'g'ri chiziqlarining kesishgan niqtasini absissa o'qiga to'g'ri kelgan qiymatidan topiladi. Tasvirda vertikal punktir chiziq bilan ko'rsatilgan.

2-rasmdagi (b) egrilik titrant va titrlanuvchi modda ionlarini teng va kichik harakatchanlikga ega bo'lgan xolatiga mansub.

2-rasmdagi (v) egrilik kuchli kislota eritmasi ionlarini harakatchanligi kichik bo'lgan titrant bilan titrlashga, masalan xlorid kislota natriy gidrokarbonat eritmasi bilan titrlashga mansub.

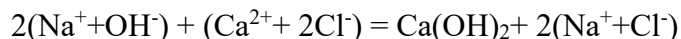
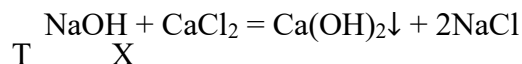


Ion holida



Titrlash jarayonida xarakatchanligi katta bo'lgan vodorod H^+ ionlari neytrallanadi, Shuning uchun ENda eritmani elektr o'tkazuvchanligi keskin kamayadi ENdan keyin eritmani elektr o'tkazuvchanligi ortiqcha qo'shilgan titrant (NaHCO_3) hisobiga bir oz ortaboradi.

10.2 rasmdagi (g) egrilik ionlar harakatchanligi kichik modda eritmasini ionlar harakatchanligi katta moddaning eritmasi bilan titrlashga mansub. Masalan kalsiy xlorid eritmasini ishqor eritmasi bilan titrlash.



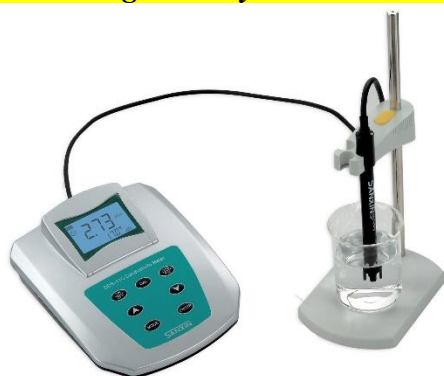
EN-gacha sarflanayotgan kalsiy ionlarini o'rniga natriy kationi paydo bo'layotgani sababli titrlanuvchi eritmaning elektr o'tkazuvchanligi kam o'zgarib qolmoqda. ENdan keyin, eritmada harakatchanligi katta gidroksil ionlarini ortib borishi hisobiga eritmani elektr o'tkazuvchanligi orta bormoqda.

Konduktometrik titrlashni qo'llanishi. Konduktometrik titrlash usuli quyidagi qator afzalliklarga ega. Titrlashni, rangli, loyqa, tiniq bo'lmagan muhitlarda ham bajarish mumkin. Mazkur usulning sezgirligi $\sim 10^{-4}$ mol/dm³ yetarli darajada yuqori xatoligi 0,1dan 2%gacha. Tahlilni avtomatlashtirishi mumkin. Ammo selektivligi kichik-bu esa usulni kamchiligi hisoblanadi.

Yuqori chastotali (radiochastotali) konduktometrik titrlash haqida tushuncha. Titrlash jarayoni, o'zgaruvchan tok chastotasi sekundiga million tebranishni tashkil etadigan, takomillashgan o'zgaruvchi tokli konduktometrik uskuna vositasida bajariladi. Odatda elektrodlar elektrolit quyilgan idish - konduktometrik yacheykani tashqi tomoniga o'rnatiladi va elektrodlar titrlanuvchi eritmaga tutashmaydi.

O'lchangan natijalar asosida konduktometrik titrlash eg'risi chiziladi. Titrlashni so'nggi nuqtasi yuqoridagi kabi titrlash egrisini bukilgan, joyidagi chiziklarni (ekstrapolyasiya) davom ettirib ular kesishgan nuqtasining absissa o'kidagi qiymatidan topiladi.

Asbobning umumiy tuzilishi bilan tanishish va ish jarayoniga tayyorlash



O'tkazuvchanlikni aniqlash uchun keng diapazon qo'llaniladigan Stol usti turli laboratoriya konduktometri.

SanXin DDS-11C laboratoriya konduktometri tasvirlanishi
laboratoriya konduktometri tasvirlanishi:

- O'rnatilgan zamonaviy mikroprotessor, avtomatik kalibrlash, avtomatik temperatura qoplash almashinuvi funksiyasi (haroratni avtomatik qoplash), sinov qurilmasining xotirasida ma'lumotlarni saqlash funksiyasi, sozlash va h.k.

• Elektr o'tkazuvchanligini o'lchash uchun samarali va asl texnologiyadan foydalanish, doimiy $K = 1$ bo'lgan elektrod, bir nuqtali kalibrlashdan foydalanishda $0,5\mu\text{S} / \text{sm} \sim 200 \text{ ms} / \text{sm}$ oralig'idagi aniqlik talablariga javob beradi.

• 8 turdagi standart kalibrlash eritmalarini avtomatik ravishda aniqlash. Foydalanuvchi ikkita seriyadan birini tanlashi mumkin: Evropa / AQSh seriyasi va Xitoy.

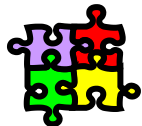
• Avtomatik ravishda aniqlash funksiyasida elektrod bilan jixozlangan, tez va aniq o'lchovlar.

SanXin DDS-11C laboratoriya o'tkazgichining texnik xususiyatlari:

- Elektro'otkazuvchanlik o'lchash diapazoni: 0 - 200 000 mkSm/sm (0 - 199.9 mkSm; 200 - 1999 mkSm; 2.00 - 19.99 mSm; 20.0 - 199.9 mSm)
- Bo'linmaning narxi: 0.1/1 mkSm/sm; 0.01/0.1 mSm/sm
- Xatolik: $\pm 1.5\%$ to'liq shkala
- Avtokompensatsiya: $0^\circ\text{C} - 50^\circ\text{C}$ (avtomatik yoki qo'lda)
- Elektrod konstantasi: $0.1 / 1 / 10 \text{ cm}^{-1}$
- Avtokalibrlash: 4 nuqtadan tanlab olib
- Tester xotirasi: 50 guruh (elektro'otkazuvchanlik va xarorat)
- Quvvat adaptori: 9V DC (Komplektda adaptor tarmog'i)
- O'lchovlari (mm): 160 x 190 x 70
- Elektrod diametri: 9,5 mm

- Og'irlik (gramm) : 750
- Sertifikat ISO9001:2008, SE va SMT (CE i CMC)
- Qo'llash temperaturasi: temperatura 5 ~ 35 °C(0.01), nisbiy namlik ≤85%

Komplektda etkazib berish: 2301-F turli platina elektrodi (konstanta K=1, funksiya ATC, plastikovyy korpus), 1413mkSm/sm (hajmi 50ml), kalibrlash eritmasi, 9V DC quvvat adaptori, elektroda ushlagich (model 600).



**« BILAMAN * BILISHNI XOHLAYMAN *. BILIB OLDIM»
TRENINGI**

“BILAMAN * BILISHNI XOHLAYMAN * BILIB OLDIM” treyningi bo'yicha yakka tartibda mavzuni o'zlashtirish jarayonida quyidagi jadvalni to'ldiring*:

MAVZUNING AHAMIYATI		
BILAMAN	BILISHNI XOHLAYMAN	BILIB OLDIM

* “BILAMAN * BILISHNI XOHLAYMAN * BILIB OLDIM” treyningi muayyan mavzular bo'yicha olgan bilim darajasini baholashga yordam beradi. Usuldan foydalanish quyidagi bosqichlarda amlaga oshiriladi: olgan bilimi bo'yicha tushunchaga egalik darajasi aniqlanadi; mavzu bo'yicha bilimlarni boyitishga bo'lgan ehtiyoji o'rganiladi; talaba olgan bilimi bo'yicha o'z fikr-mulohazalarini bildiradi va o'zi xulosa chiqaradi.

4-LABORATORIYA MASHG'ULOTI. REFRAKTOMETRIK USULDA DORI VOSITASINI TAHLIL QILISH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

1. Refraktometrik usul bilan bajariladigan tahlil bosqichlari
2. Ikki komponentli dori turi tarkibidagi aminokapron kislota miqdorini refraktometrik usul yordamida aniqlash
3. Uch komponentli dori turi tarkibidagi glyukoza miqdorini aniqlash

Mashg'ulot maqsadi: Talabalarni dori vositalarini refraktometrik tahlil usulining nazariy asoslarini amaliyotda ko'rsatish, bunda ishlatiladigan moslama bilan tanishtirish, shu moslamani ishga tayyorlash bosqichlari bilan tanishtirish va aniqlashga o'rgatish .

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

- Suv bug'i yordamida haydash apparatini yig'ish;
- Biologik ob'ektni suv bug'i yordamida haydash uchun tayyorlashadi;

-“Uchuvchi”zaharli moddlarni suv bug‘i yordamida haydab olishni, kimyoviy, farmakologik va fizik-kimyoviy usullarda tahlil qilishni o‘rganadilar;

Laboratoriya mashg‘ulotlarini o‘tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma’ruza matni, o‘quv qo‘llanmalar, Suv bugi yordamida xaydash apparati, voronka, probirkalar, reaktivlar, .ko‘rgazmali materiallarlar, skotch, qog‘oz

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

Refraktometrik usul

Refraktometrik usul eritmalarining nur sindirish ko‘rsatkichini aniqlashga asoslangan. Nur sindirish ko‘rsatkichi turlicha tizimdagi refraktometrlar yordamida 20⁰S haroratda, natriy spektriga mos to‘lqin uzunligida (=589,3 nm) aniqlanadi.

Zamonaviy refraktometrlar oddiy yorug‘lik (ko‘zga ko‘rinadigan nur, =400-800 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 - bilan belgilanadi.

Refraktometrik usul bilan bajariladigan tahlil quyidagi bosqichlardan iborat:

1. Refraktometrni 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 ifodalangan uchun, eritmaning konsentratsiyasi

$$C = \frac{n - n_0}{F}$$

formula bilan hisoblanadi.

C - eritmaning foiz konsentratsiyasi;

n - eritmaning nur sindirish ko‘rsatkichi;

n_0 - erituvchining nur sindirish ko‘rsatkichi;

F - refraktometrik omil bo‘lib, eritma konsentratsiyasi 1% ga o‘zgarganda nur sindirish ko‘rsatkichi qanchaga o‘zgarishini ko‘rsatadigan kattalik.

Aniqlanuvchi eritma bir nechta moddalardan iborat bo‘lsa, nur sindirish ko‘rsatkichi erituvchining va eritmadagi moddalar nur sindirish ko‘rsatkichlari yig‘indisidan iborat bo‘ladi

$$n = n_0 + n_1 + n_2 + \dots + n_i \text{ yoki } n = n_0 + C_1 F_1 + C_2 F_2 + \dots + C_i F_i$$

Bir necha moddalardan iborat bo‘lgan eritmadagi moddalardan birining konsentratsiyasi quyidagi hisoblash formulasi yordamida aniqlanadi:

$$C_1 = \frac{n - (n_0 + C_2 F_2 + \dots + C_i F_i)}{F_1},$$

n - murakkab tarkibli eritmaning nur sindirish ko‘rsatkichi;

n_0 - erituvchining nur sindirish ko‘rsatkichi;

S_1, S_2, S_i - eritmadagi moddalarning foiz konsentratsiyasi;

F_1, F_2, F_i - refraktometrik omillar

Nur sindirish ko'rsatkichining qiymati asosida, aniqlanuvchi modda konsentratsiyasini refraktometrik jadvaldan foydalanib aniqlash ham mumkin. Bunda ko'pincha jadval qiymatlarini interpolatsiyalashga to'g'ri keladi.

Refraktometrik jadvalni interpolatsiyalash, nur sindirish ko'rsatkichining butundan keyingi to'rtinchi qiymatiga mos kelgan konsentratsiyadagi farqni refraktometrik jadval ma'lumotlari asosida topib, so'ng eritma konsentratsiyasini hisoblashdan iborat.

Masalan: 10% li glukoza eritmasining nur sindirish ko'rsatkichi $n_D^{20} = 1,3474$ ga teng.

Refraktometrik jadvalda quyidagi qiymatlar berilgan:

N	C%
1,3470	9,80
1,3480	10,10
n=0,001	C=0,3

ur sindirish ko'rsatkichining butundan keyingi to'rtinchi xonasiga mos konsentratsiya quyidagi formuladan topiladi:

$$b = \frac{a \cdot \Delta C}{0,001} = \frac{0,0004 \cdot 0,3}{0,001} = 0,12\%$$

$$b = \frac{a \cdot \Delta C}{0,001} = \frac{0,0004 \cdot 0,3}{0,001} = 0,12\%$$

formulada:

b - nur sindirish ko'rsatkichining butundan keyingi to'rtinchi xonasiga mos kelgan konsentratsiya

a - nur sindirish ko'rsatkichining butundan keyingi to'rtinchi xonasi qiymati

ΔC - refraktometrik jadvaldan olingan konsentratsiyadagi farq

Eritmaning konsentratsiyasi esa quyidagicha hisoblanadi:

$$X\% = S + b = 9,80 + 0,12 = 9,92\%$$

Interpolatsiyalashni 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

1,3474-nur sindirish ko'rsatkichining aniqlangan qiymati farq $X\% = S - b = 10,10 - 0,18 = 9,92\%$

S - nur sindirish ko'rsatkichining yuqori qiymatiga mos konsentratsiya.

Ed moddaning ma'lum konsentratsiyaga mos keladigan refraktometrik omilini, uning dastlabki refraktometrik omili asosida $F = F_0 k C$ formula yordamida hisoblash mumkin.

F_0 - moddaning 1% li eritmasiga mos kelgan refraktometrik omili

k - tuzatish koeffitsientia S - eritma konsentratsiyasida ushbu usul bilan ham bajarish mumkin.

$$1,3480 - 1,3474 = 0,0006$$

bunda

1,3480-refraktometrik jadvaldan olingan nur sindirish ko'rsatkichining yuqori qiymati

1,3474-nur sindirish ko'rsatkichining aniqlangan qiymati

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

$$X\% = S - b = 10,10 - 0,18 = 9,92\%$$

S - nur sindirish ko'rsatkichining yuqori qiymatiga mos konsentratsiya.

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

F_0 - moddaning 1% li eritmasiga mos kelgan refraktometrik omili

k - tuzatish koeffitsienti

S - eritma konsentratsiyasi

Glukozaning 5,10,25,40% li in'eksion eritmalaridagi
miqdorini aniqlash

Aniqlash tartibi:

Eritma 30 minut davomida stakandagi harorati 20⁰S bo'lgan suvga solib qo'yiladi va refraktometr orqali 30 minut davomida harorati 20⁰S bo'lgan suv o'tkaziladi. Refraktometr prizmasiga harorati 20⁰S 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 (rasm 15).

Ikki komponentli dori turi tarkibidagi aminokapron kislota miqdorini refraktometrik usul yordamida aniqlash

Tarkib: Aminokapron kislota eritmasi 5% - 1000 ml

Natriy xlorid - 9,0

Aniqlash tartibi: Natriy xlorid. Bromfenol ko'ki ishtirokida kumush nitratning titrlangan eritmasi bilan titrlash orqali (Fayans usuli) yoki merkurimetrik usul bilan aniqlanadi.

Aminokapron kislota. In'eksion suv va eritmaning nur sindirish ko'rsatkichlari aniqlangach, aminokapron kislota miqdori quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$x = \frac{n - (n_0 + C_1 F_1)}{F_2};$$

n - eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi;

n_0 - suvning nur sindirish ko'rsatkichi;

S_1 - eritmada natriy xloridning foiz miqdori;

F_1 - natriy xloridning refraktometrik omili;

F_2 - aminokapron kislota miqdorining refraktometrik omili.

**Uch komponentli dori turi tarkibidagi
glukoza miqdorini aniqlash**

Tarkib: Askorbin kislota - 0,05

Nikotin kislota - 0,01

glukoza - 0,25

Aniqlash tartibi. Askorbin kislota va nikotin kislota

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

Titrlangan eritma tarkibidagi askorbin kislota miqdori 0,1 mol/l yod bilan sariq ranggacha titrlash orqali aniqlanadi.

glukoza. Tekshiriluvchi eritma va suvning nur sindirish ko'rsatkichi aniqlanib, glukozaning miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{n - (n_0 + C_1 F_1 + C_2 F_2) \cdot V \cdot P \cdot 100}{a \cdot F \cdot 100 \cdot (100 - \beta)};$$

formulada:

n - eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi

n_0 - suvning nur sindirish ko'rsatkichi;

F_1 - askorbin kislota miqdorining refraktometrik omili;

F_2 - nikotin kislota miqdorining 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

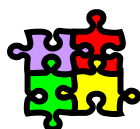
$t^0, ^\circ\text{C}$	n_D^t	$t^0, ^\circ\text{C}$	n_D^t
15	1,33339	28	1,33217
16	1,33331	29	1,33206
17	1,33324	30	1,33194
18	1,33316	31	1,33182
19	1,33307	32	1,33170
20	1,33299	33	1,33157
21	1,33290	34	1,33144
22	1,33280	35	1,33131
23	1,33271	36	1,33117
24	1,33261	37	1,33104
25	1,33250	38	1,33090
26	1,33240	39	1,33075
27	1,33229	40	1,33061

2-KEYS. *Ikki komponentli dori turi tarkibidagi aminokapron kislota miqdorini refraktometrik usul yordamida aniqlang.*

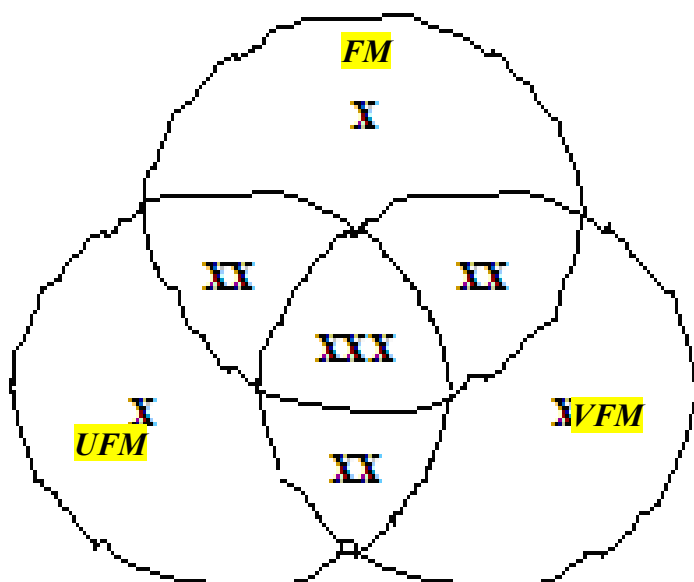
Muammo turi	Kelib chiqish sabablari	Hal etish yo'llari

Olingan bilimlarni tekshirish uchun savollar

1. Nur sindirish ko'rsatkichi nima maqsadda aniqlanadi?
2. Nur sindirish ko'rsatkichining fizikaviy ma'nosi nima?
3. Nur sindirish ko'rsatkichi qanday omillarga bog'liq?
4. Nur sindirish ko'rsatkichining haroratga bog'liqlik formulasini yozing.
5. Refraktometrlarning turlari va ularning tuzilishini tushuntiring.
6. Refraktometrlar qanday kalibrlanadi? Misollar keltiring.



VENNA DIAGRAMMASI



- * **VENNA DIAGRAMMASI**– 2-3 jihatlarni hamda umumiy tomonlarini solishtirish yoki taqqoslash yoki qarama-qarshi qo'yish uchun qo'llaniladi.
- Tizimli fikrlash, solishtirish, taqqoslash, tahlil qilish ko'nikmalarini rivojlantiradi.
- Diagramma Venna tuzish qoidasi bilan tanishadilar. Alohida kichik guruhlarida diagramma Vennani tuzadilar va kesishmaydigan joylarni (x) to'ldiradilar.
- Juftliklarga birlashadilar, o'zlarining diagrammalarini taqqoslaydilar va to'ldiradilar
- Doiralarni kesishuvchi joyida, ikki (XX) yoki uch (XXX) doiralar uchun umumiy bo'lgan, ma'lumotlar ro'yxatini tuzadi

5- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. Polyarimetrik usulda dori vositasining miqdorini aniqlash..

Laboratoriya mashg'ulotni olib borish 4 soatga rejalashtirilgan.

Mashg'ulotning maqsadi: Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni polyarimetrik tahlil usullari va unda qo'llaniladigan polyarimetrlarning tuzilishi va ishlash xususiyatlari bilan tanishtirish. Tekshiriluvchi qutblangan nurni burish burchagini aniqlash. (mentolning spirtli eritmasi, glyukoza va saxaroza eritmalari misolida).

Maqsadga yo'naltiruvchi vazifalar: talabalarni polyarimetriya usuli va polyarimetrda ishlash qoidalari bilan tanishtirish.

A) Polyarimetr P 161 asbobining tuzilishi bilan tanishtirish.

B) Tekshiriluvchi eritmani kyuvetaga quyish.

V) Tekshiriluvchi eritmaning qutblangan nurni burish burchagini aniqlash.

G) Olingan natijalar asosida dori modda konsentrasiyasini aniqlash.

Dars o'tish vositalari va ulardan foydalanish usullari: Fanni o'rganishda kompyuter vositalari, standart dasturlar, ko'rgazmali qo'llanmalar va internet materiallari hamda zamonaviy pedagogik texnologiyalar, ya'ni interaktiv usullari qo'llaniladi.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quv qo'llanmalar, Suv bugi yordamida xaydash apparati, voronka, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmali materiallarlar, skotch, qog'oz

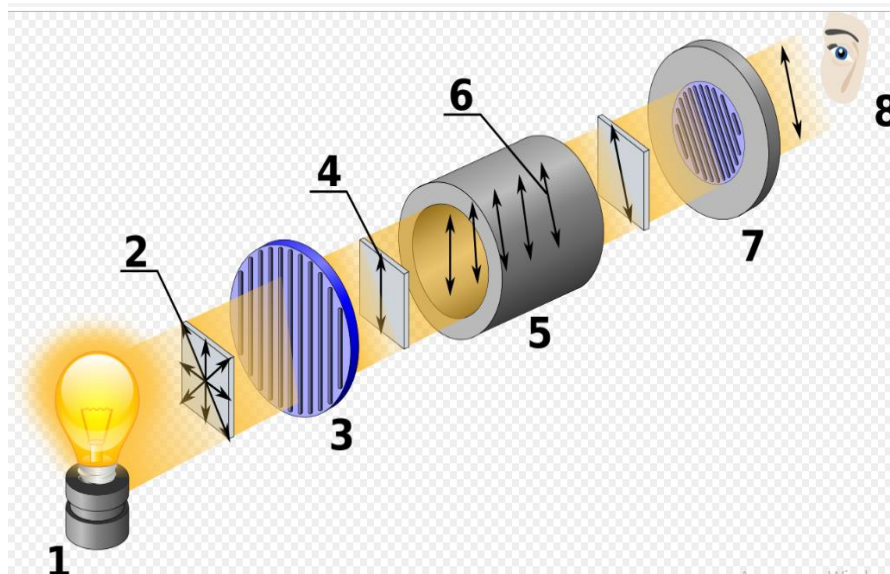
Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona.

Yassi qutblangan nur samoda oddiy nurga qaraganda tartiblangan bo'ladi. Yassi qutblangan nurning doimiy qutblangan sirti bo'ladi. Ayrim moddalar ulardan o'tayotgan nurning qutblanish tekisligini o'zaro ta'sir natijasida burish xossasiga ega. Bunday moddalar optik faol moddalar deyiladi. Tabiiy yorug'likdan qutblangan nurni ajralish jarayoni polarizatsiya deyiladi. Bu jarayonni imkonini beruvchi asbob polarizator deyiladi.

Polarizator bundan tashqari qutblangan nurni analiz qilish imkonini ham beradi. Bunday holda u analizator deb yuritiladi.

Agar tabiiy yorug'lik polarizatorga tushsa undan o'tgan yassi polyarlangan nur intensivligi unga tushgan nur intensivligining yarmiga teng bo'ladi.

Polyarimetrik usul — moddalarning undan o'tayotgan qutblangan nur sathini ma'lum bir burchakka burishiga asoslangan.



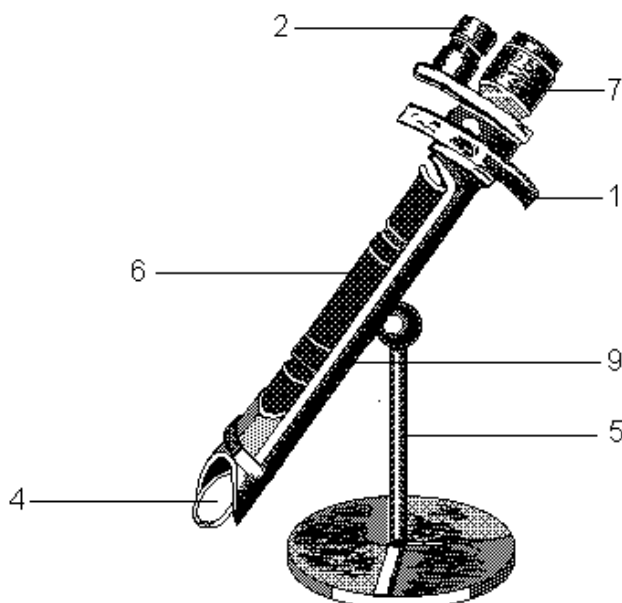
1 — nur manbai, 2 — qutblanmagan nur, 3 — polarizator, 4 — qutblangan nur, 5 — modda eritmasi solingan kyuveta, 6 — 30° ga optik burilish, 7 — analizator, 8 — kuzatuvchi

Portativ P-161 pribori optik faol tiniq eritmalar va suyuqliklarning qutblangan nur tekisligini burish burchagini aniqlashga mo'ljallangan.

Priborning xatoligi $0,1^\circ$

Burish burchagini o'lchash chegarasi $\pm 20^\circ$.

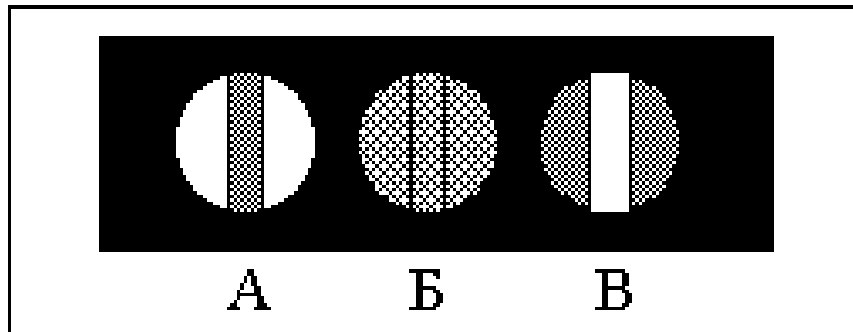
Portativ P-161 polyarimetrida uch qismga bo'lingan ko'rish maydoni ravshanligini tenglashtirish prinsipi qo'llaniladi. Ko'rish maydonini uch qismga bo'lish optik tizimga kvars plastinka kiritish orqali amalga oshirilgan bo'lib, u ko'rish maydonining o'rta qismini egallagan. Nur to'liqini yo'nalishi kvars plastinkaning optik o'qiga mos keladi. Ko'rish maydonlarini tenglashtirish ular to'liq qorong'ulashganda sodir bo'lib, bu polarizator va analizatorning to'liq kesishishiga mos keladi ($83-85^\circ$).



Portativ P-161 polyarimetri.

1. Analizator boshi (1) hisoblash lupasi (2) va kolonka (9).
2. Ko'zguli polarizatsiya qurilmasi (4).
3. SHtativ (5).
4. Eritmalar uchun Kyuveta (6). Kyuveta uzunligi 95,04 mm.

Yorug'lik nuri ko'zgu yordamida polarizatorga yo'naltiriladi. Zarg'aldoq rangli svetofiltr va polarizatoridan o'tgan yorug'lik nurining o'rta qismi kvars plastinka orqali analizatorga tushadi. Ikki chetki qismi esa to'g'ridan to'g'ri analizatorga tushadi.



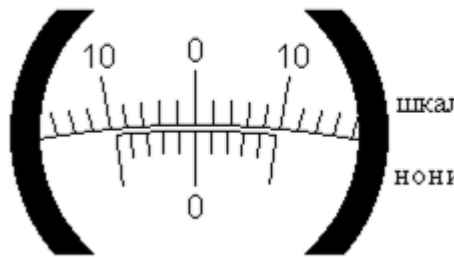
Uchchala ko'rish maydonini birlashtirish ya'ni **B** holatga keltirish analizatorni burash orqali amalga oshiriladi. Bu paytda asbob 0 nuqtaga keltirilgan hisoblanadi. Bu jarayon uch marta takrorlanadi. Agar polarizator va analizator o'rtasiga tekshiriluvchi optik faol eritma solingan kyuveta joylashtirilsa, ko'rish maydonlarining bir xilligi o'zgaradi ya'ni fotometrik tenglik buziladi. Uni analizatorni eritmaning qutblangan nurni burish burchagiga teng bo'lgan burchakka aylantirish orqali tiklash mumkin. Bunig uchun asbob yana analizator boshchasini burash orqali **B** holatga keltiriladi.

Analizator boshchasi Qimirlamaydigan gradusli shkaladan va birgalikda qimirlaydigan qismlar: nonius, analizator, ko'rish trubkasi va hisoblash lupasidan iborat.

Ko'rish trubkasi uchta ko'rish maydonini kuzatish uchun xizmat qiladi va ob'ektiv hamda okulyardan iborat. Mufta 7ni aylantirish bilan okulyar orqali kuzatilayotgan ko'rish maydonlarining ravshanligi o'zgartiriladi.

Polyarizatsion qurilma polarizator (Ikki himoya oynasi orasiga elimlangan polarizatsion plyonka), zarg'aldoq svetofiltr va polarizatorning markaziga simmetrik o'rnatilgan kvars plastinkadan iborat.

Analizator ikki himoya oynasi orasiga elimlangan polarizatsion plyonkadan iborat bo'lib, opravaga qotirilgan bo'ladi.



Polyarimetrni ishga tayyorlash

YOrug'likni ko'zgu orqali priborga yo'naltiriladi. Okulyar orqali fotometrik maydon kuzatiladi. Analizatorni aylantirish orqali fotometrik tenglikka erishish lozim. Buning uchun uchchala ko'rish maydoni chegarasi ajralmasligi ya'ni bir xil qorong'ulikda bo'lishi lozim.

Priborni 0 holatga keltiriladi. Bu ish kyuvetasiz amalga oshiriladi. Buning uchun avval okulyarni aylantirish orqali ko'rish maydonini uch qismga bo'linishiga erishish lozim. So'ng analizatorni aylantirish orqali uchchala ko'rish maydonining bir xil qorong'ulashishiga erishish lozim. Bu holatni 5marta takrorlash lozim. Har safar nonius orqali hisoblash amalga oshiriladi. Beshta o'lchash orqali o'rtacha qiymat olinadi. Bu qiymat priborning 0 nuqtasi hisoblanadi. Agar 0 nuqtaga keltirilganda nonius limbasi shkala bo'ylab soat strelkasi yo'nalishi bo'yicha burilsa (+) bilan, agar soat strelkasiga qarama qarshi yo'nalishda burilsa (-) belgi bilan ifodalanadi.



Kyuvetaga tekshiriluvchi eritma shunday to'ldirilishi kerakki unda havo pufaklari bo'lmasligi lozim. Portativ P-161 pribori aniq o'lchov asbobi bo'lganligi uchun u bilan ishlash jarayonida ehtiyot bo'lib ishlash lozim. Ishni boshlashdan oldin tashqi optik detallarni yumshoq salfetka bilan artish lozim.

Polyarimetrda o'lchashni amalga oshirish

Burish burchagini aniqlash uchun tekshiriluvchi eritma solingan kyuvetani priborning biriktiruvchi naychasiga joylanadi va okulyar orqali ko'rish maydonlari aniq farqlanadigan holatga keltiriladi, so'ng analizatorni aylantirish orqali barcha ko'rish maydonlari bir xil qorong'ulashgan holatga keltiriladi va burish burchagini hisoblash quyidagicha amalga oshiriladi: Dastlab noniusning nol nuqtasi limbaning qaysi holatida turganligi kuzatiladi. So'ng noniusning nol nuqtasidan noniusning shtrixigacha nechta bo'linma borligi hisoblanadi va $0,1^\circ$ ga ko'paytiriladi. Limba bo'yicha olingan gradus qiymatiga nonius bo'yicha hisoblangan gradus qiymati qo'shiladi.

Masalan : Dastlabki holat $+0,3^0$ (o'ngga), oxirgi holat $+3,3^0$ (o'ngga). Bu holatda burish burchagi $+3,3^0 - 0,3^0 = 3^0$. Agar dastlabki holat $0,3^0$ (chapga), burish burchagi $3,3^0 + 0,3^0 = 3,6^0$ bo'ladi.

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 burchagining kattaligi optik faol modda yoki uning eritmalarining qatlam qalinligi bilan to'g'ri proporsional bo'ladi. Harorat ko'p hollarda sezilarli ta'sir etmaydi.

Turli moddalarning qutblangan nur sathini burish qobiliyatini tavsiflash uchun solishtirma burish burchagining $[\alpha]_D$ qiymati aniqlanadi.

Solishtirma burish burchagi $[\alpha]_D$ konsentratsiyasi lg/ml ga teng bo'lgan optik faol moddaning qutblangan monoxromatik nurni 1 dm qalinlikdagi muhitdan o'tishidagi nur sathini burish burchagiga teng.

Maxsus ko'rsatma bo'lmasa, solishtirma burish burchagini 20°C haroratda natriy (589,3 nm) D spektri to'lqin uzunligida aniqlanadi.

Optik faol modda eritmasining solishtirma burish burchagi $[\alpha]_D$ erituvchi tabiatiga va konsentratsiyasiga bog'liq. Erituvchining konsentratsiyasini almashtirilishi solishtirma burish burchagini kattaligi ishorasining ham o'zgartirishga olib kelishi mumkin. Shuning uchun me'yoriy hujjatda dori vositasining solishtirma burish burchagi, erituvchi turi va eritmaning konsentratsiyasi ko'rsatiladi.

Solishtirma burish burchagining kattaligi quyidagi formulalardan foydalanib aniqlanadi.

Eritma holdagi moddalar uchun

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

α — o'lchangan burilish burchagi, gradus;

L — qatlam qalinligi, dm;

S — eritmaning foiz miqdori.

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

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

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

Optik faol moddalarning foiz miqdori quyidagi formula orqali topiladi:

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

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

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

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

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

Solishtirma burish burchagi orqali dori vositalarining sifati aniqlanadi.

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

Mentol miqdorini aniqlash

Aniqlash tartibi:

2,0 g mentol (aniq tortma) 20 ml 25% li spirtida eritilib, qalinligi 10 sm bo'lgan kyuvetaga solinib, polyarimetrdagi eritmaning burish burchagi aniqlanadi. Dori moddasidagi mentolning foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi

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

formulada:

α - eritmaning burish burchagi;

$[\alpha]_D$ - mentol eritmasining solishtirma burish burchagi - adabiy manbalarda keltirilgan ma'lumotga kG'ra - 43⁰-51⁰ ga teng;

α - tahlil uchun olingan mentolning aniq miqdori, g

l - kyuvetaning qatlam qalinligi - 1 dm

V - tekshiriluvchi eritmaning hajmi.

Riboflavinning solishtirma burish burchagini aniqlash

Aniqlash tartibi:

0,1 g riboflavin (aniq tortma) 4 ml 0,1 m kaliy gidroksidning spirtli eritmasida eritilib, tozalangan suv bilan eritmaning hajmi 20 ml ga etkaziladi va eritma tayyorlanganidan so'ng 30 minut o'tguniga qadar polyarimetrdagi burish burchagi aniqlanadi.

Riboflavinning solishtirma burish burchagi - 110⁰ dan - 130⁰ gacha bo'lishi lozim.

Mustaqil ish topshiriqlari

1. Mentol 10% spirtli eritmasi miqdorini polyarimetrik usulda aniqlang qlang.
2. Riboflavin eritmasi miqdorini polyarimetrik usulda aniqlang.
3. Qaysi dori moddalari optik faollik namoyon etadi? Ularning kimyoviy tuzilishini yozing.

Nazorat uchun savollar

1. Polyarimetriya usuli haqida ma'lumot bering.
2. Polyarimetrdagi tarkibiy qismlari va ularning funksiyalari haqida ma'lumot bering.
3. Nur burish burchagi nima va u qaysi formula yordamida topiladi.
4. Solishtirma burish burchagi deganda nimani tushunasiz va uning ahamiyati haqida gapiring.
5. Polyarimetrik usulda dori moddalarining konsentratsiyasi qanday topiladi.
6. Polyarizator haqida ma'lumot bering.
7. Optik faol moddalar deganda nimani tushunasiz?
8. Polyarimetrik usul bilan eritma muhitini aniqlash tartibi qanday?
9. Burish burchagi α qanday aniqlanadi?
10. Solishtirma burish burchagi nima? U qaysi formula yordamida aniqlanadi?
11. Optik izomerlar bilan dori modda biologik faolligi orasidagi bog'liqlikni tushuntiring.

6-LABORATORIYA MASHG'ULOTI. FOTOELEKTROKOLORIMETRIK USULDA DORI VOSITASINI TAHLIL QILISH.

Laboratoriya mashg'ulotni olib borish 4 soatga rejalashtirilgan.

Mashg'ulotning maqsadi: Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni fotokolorimetrik tahlil usullari va unda qo'llaniladigan fotoelektrokolorimetrlarning tuzilishi va ishlash xususiyatlari bilan tanishtirish. Rangli eritmalarini optik ko'rsatkichini aniqlash (mis sulfat, riboflavin, furatsilin va boshqa dori vositalarining eritmaları misolida). Tahlilni olib borishda kyuveta va svetofiltrlarni tanlash, hamda ularning ahamiyati.

Maqsadga yo'naltiruvchi vazifalar: talabalarni oddiy taqqoslash kolorimetrik usul, fotoelektrokolorimetriya usullari bilan tanishtirish.

A) Noma'lum konsentratsiyadagi riboflavin eritmasining rangini, nur yutishini standart eritma bilan taqqoslash.

B) Fotoelektrokolorimetr – KFK-2 yordamida riboflavin eritmasining optik ko'rsatkichini aniqlash.

V) Riboflavin eritmasining har xil svetofiltr va 3 mm, 5 mm, 10 mm va 20 mm qalinlikdagi kyuvetalar yordamida nur yutish ko'rsatkichini aniqlash.

Dars o'tish vositalari va ulardan foydalanish usullari: Fanni o'rganishda kompyuter vositalari, standart dasturlar, ko'rgazmali qo'llanmalar va internet materiallari hamda zamonaviy pedagogik texnologiyalar, ya'ni interaktiv usullar qo'llaniladi.

MASHG'ULOTNING QISQACHA MAZMUNI

Fotometriya usullari. Fotometriyaning nazariy asoslari.

Fotometriya usuli moddalar sifati va miqdorini aniqlashda, moddalar eritmalarini nur yutish qobiliyatlariga asoslanadi. Har qanday modda eritmalarini o'ziga nur yutish va qaytarish xususiyatiga ega. Nurlar ma'lum to'lqin uzunligidagi tebranishlarga ega bo'ladi. To'lqin tebranishining har bir chastotasini masofasi **to'lqin uzunligi** deyiladi.

Uzunlik km, m, sm, mm, mmk o'lchamlari bilan quyidagicha belgilanadi (millimikron yoki nm $1\text{nm}=10^{-9}\text{m}$).

10^{-5} – $6\cdot 10^{-3}$ mmk – gamma nurlar

$6\cdot 10^{-3}$ – 2 mmk – rengen nurlari

2 mmk – 18 mmk – UB vakuum nurlari

185 – 275 – UB nurlanishning uzoq diapazoni

275 – 320 mmk - UB nurlanishning o'rtacha diapazoni

320 – 400 mmk - UB nurlanishning yaqin diapazoni

400 - 760 mmk – ko'rinadigan yorug'lik nurlari

760 mmk – 1 mm – infraqizil nurlar

1 mm – 10 m – ultra qisqa radioto'lqinlar

10 m – 100 m – qisqa radioto'lqinlar

100 m – 1000 m - o'rtacha radioto'lqinlar

1000 m- 10000 m - uzun radioto'lqinlar

10000 m - o'ta uzun radioto'lqinlar

Bu usul absorbsiometriya, fotometriya, spektrofotometriya, spektrokolorimetriya, ba'zi xollarda kolorimetriya deb ham ataladi. Usulning qo'llanilish doirasi va uning afzalliklari

Asosiy afzalliklari. 1. Ishlatilish doirasi juda keng. Agar tekshiriluvchi modda yorug'likni, kuchsiz yutsa, uni tegishli reaktiv qo'shib, yorug'likni kuchli yutadigan moddaga aylantirish mumkin.

2. Turli reagentlarni qo'llash bilan uning sezgirligini oshirish mumkin. Ayniqsa bu usul bilan turli moddalarning (qoldiq) yuqlarini aniqlash mumkin.

3. Bu usul bilan aniqlash juda tez olib boriladi, chunki bu usul titrlangan eritmadan qo'shmasdan bajariladi va eng oxirgi o'lchash operatsiyasi juda ham sodda. Bundan tashqari o'tkaziladigan ajratish sonini qisqartirish yoki oldini olish mumkin, chunki xalaqit qiluvchi ionlarni yo'qotish uchun analitik kimyoda ishlatiladigan barcha usullardan (reaktiv tanlash, oksidlanish-qaytarilish, pH-muhitini zarur sharoitga keltirish, komplekslar hosil qilish, organik erituvchilarni ishlatish) foydalanish mumkin

4. Tekshiriluvchi eritma barcha xalaqit qiluvchi moddalar saqlagan eritma bilan (nazorat tajribasi) solishtirish mumkin, bundan tashqari, ko'pincha kerakli moddani aniqlashni boshqa nur yutuvchi moddalar ishtirokida olib borish mumkin.

Moddalarning nur yutishi va nur o'tkazishining xarakteri va qiymati tekshiriluvchi moddaning tabiatiga va eritmada konsentratsiyasiga bog'liq bo'ladi.

Murakkab tarkibdagi molekulalar eritmalarini aniq bir to'lqin uzunligida nur yutish xususiyatini ko'rsatkichi ma'lum qiyinchiliklar keltiradi. Shuning uchun amaliy olib boriladigan natijalar yordamida biror bir xulosaga ega bo'lishi mumkin. Ma'lum to'lqin uzunligida murakkab modda eritmasini nur yutishi uning kimyoviy tuzilishiga bog'liqdir, unda tashqi elektron orbitallarini kimyoviy bog'larni hosil qilishiga asoslangan. Shundan ko'rinib turibdiki organik molekulalarning spektral xususiyati tarkibidagi quyidagi elektron bog'larni hosil bo'lishiga bir xil bog'larni hosil qilishi, δ - elektron bog'larni, qo'sh bog'larni hosil qilishi - π - elektron bog'larni va molekulalarda azot, kislorod elementini saqlaganlar

erkin elektron parlarini yoki n – elektronlari ishtirokida bo‘lishi kuzatiladi. Bunday har xil elektronlarning o‘zgarishi natijasida, har xil spektral xususiyatga ega bo‘lgan xolatlarni kuzatish mumkin. Ulardan tashqari spektrlarning hosil bo‘lishida qo‘llanilgan organik erituvchilarning xususiyatlariga ham bog‘liqdir.

Modda eritmalarining ma‘lum spektrda nur yutishi modda molekulasida aniq atomlarning mavjudligiga bog‘liqdir.

Rang hosil qiluvchi guruh moddalarini nur yutishi ko‘zga ko‘rinadigan spektr oralig‘ida bo‘lib, ularni *xromoforlar* deb yuritiladi. Quyidagi jadvalda xromafor hosil qiluvchi guruh, ularni nur yutish oralig‘i va shu guruhga to‘g‘ri keladigan yuqori nur etish oralig‘i to‘g‘risida ma‘lumotlar keltirilgan.

Xromofor guruhi	Formulasi	Modda	Erituvchi	$\lambda_{\max, \text{nm}}$	ϵ
karbonil	$>S=O$	atseton	spirt	270,0	15,8
karbonil	$>S=O$	atsetaldegit	spirt	293,4	11,8
karboksil	$-SOON$	sirka kis-si	toza suv	204,0	60,0
etilen	$-S=S-$	etilen	toza suv	193,0	$10 \cdot 10^3$
azometin	$>S=N-$	atsetoksim	toza suv	190,0	$5 \cdot 10^3$
nitroza	$-N=O$	nitrozo-butan	efir	665,0	20
nitrit	$-O-N=O$	oktilnitrit	geksan	230,0	$2,2 \cdot 10^3$
benzol	S_6N_6	oktilnitrit	geksan	255,0	230
nitrat	$-O-NO_2$	etilnitrat	dioksan	270,0	12

Yuqorida keltirilgan jadvaldagi ma‘lumotlar modda molekulasidagi guruhlar yordamida ma‘lum aniqlikdagi spektral nur yutish xususiyati tasdiqlab olishga yordam beradi. Ayrim xolatlarda bunday xromofor guruhi bilan bir qatorda uning tarkibida bo‘lgan aktiv atomlar ishtirokida o‘zi xech qanday nur yutish xususiyatiga ega bo‘lmagan, lekin xromofor guruhi ishtirokidagi rang hosil bo‘lishi va nurning intensivligini oshirishda xizmat qiladi.

Nur yutishni xarakterlovchi asosiy qiymatlari. Agar modda eritmasi J_0 intensivlikda yorug‘lik (nur to‘plami) o‘tkazilsa, nur eritma qatlamidan o‘tgandan keyin uning intensivligi J_t gacha kamayadi. Bularning nisbati yorug‘lik

$$\frac{J_t}{J_0} = T$$

o‘tkazishni (yutishni) xarakterlaydi. Yorug‘lik o‘tkazish qiymati (T) 0 dan 1 gacha o‘zgarishi mumkin. Ba‘zi xollarda bu qiymat protsentlarda ifodalanadi. Agar T qiymat kattaligini 1 sm qatlam qalinligiga tavsiya etilsa, bu qiymatni nur yutish koeffitsiyenti deyiladi. Moddalarning nur yutish qiymatini optik zichlik D bilan ifodalash mumkin.

$$D = -\lg T \quad D = \lg \frac{J_0}{J_t}$$

D qiymatlari turli musbat qiymat bo‘lib, 0 dan ∞ gacha bo‘lishi mumkin. Lekin zamonaviy asboblarda optik zichlik qiymatini 2 gacha aniqlash imkonini beradi.

Fotometriyaning asosiy qonuni

Nur yutishning asosiy qonuni asosan, ya‘ni Buger-Lambert-Ber qonuniga asosan – modda eritmasining nur yutish va shu eritma, nur yutgan, hamda moddaning konsentratsiyasi orasida bog‘liqlik bor.

$$J_t = J_0 \cdot 10^{-E \cdot l \cdot S}$$

S – nur yutgan eritma konsentratsiyasi mol/l

l – qatlam qalinligi, sm hisobida

E – molyar nur yutish ko‘rsatkichi

Molyar nur yutish ko‘rsatkichi (E) qiymati nur yutuvchi moddaning tabiatiga, tanlangan to‘lqin uzunligiga va bosimiga bog‘liq.

$T = \frac{J_t}{J_0}$ dan foydalanib $J_t = J_0 \cdot 10^{-EIS}$ tenglamani

quyidagicha yozish mumkin. $T = 10^{-EIS}$

$D = \lg T$ ekanligi hisobga olgan holda ya'ni, agar eritmaning nur yutishi Buger-Lambert-Ber qonuniga bo'ysunsa, u holda eritmaning zichligi D shu eritmaning konsentratsiyasiga to'g'ri proporsional bo'ladi. Bu holda optik zichlikning konsentratsiyasiga bog'liqlik grafigi (chizmasi) koordinat boshidan boshlanuvchi to'g'ri chiziqli bo'ladi. Agar moddaning nur yutish qonuni e'tiborga olinmasa to'g'ri chiziqli bog'liqlik buziladi.

Buger-Lambert-Ber qonuni faqat nur yutish ko'rsatkichi doimiy bo'lgan monoxromatik nurlanish sharoitida to'g'ri keladi.

Ber qonuni quyidagi sharoitlarda kuzatiladi:

1. Eritmadan o'tayotgan nur monoxromatik bo'lishi kerak. Agar bu sharoit kuzatilmasa, ikki bir-biriga yaqin to'lqin uzunliklari uchun λ va λ^1 quyidagi tenglik hosil bo'ladi.

Ber qonuni polixromatik nurlar uchun qo'llanilmaydi, chunki $\varepsilon\lambda$ va $\varepsilon\lambda^1$ qiymatlari bir-biriga teng emas. Bu esa shuni ko'rsatadiki, ideal sharoitga keltirish, yaqinlashtirish uchun shunday nur to'plamini tanlash kerakki, bunda to'lqin uzunliklari intervali nur yutish egri chiziqli maksimumini o'z ichiga olishi yoki u egri chiziqlida imkon boricha egri chiziqlining gorizontal qismida bo'lishi kerakki, bunda hamma intervalda

$$E_\lambda \approx \varepsilon\lambda^1 \dots \text{bo'ladi.}$$

2. Rangli eritma konsentratsiyasi juda ham yuqori bo'lishi maqsadga muvofiq emas.

3. Ba'zi bir kimyoviy reaksiyalarsiz, rangsiz eritmalarining yuqori konsentratsiyasi nur yutish qiymatlariga ta'sir ko'rsatishi mumkin.

4. Ber qonuni flyuoressensiya hosil qiluvchi moddalar va suspenziya hosil qiluvchi moddalar uchun rioya qilmaydi.

5. Agarda suyultirilgan eritmalar kimyoviy muvozanati kuchli siljitsa, u holda nur yutish qonuniga qisman bo'ysunmaslik kuzatiladi.

Optik zichlik additivlik qonuni

Ikkita bir xil qalinlikdagi kyuvetada turli modda eritmaları bor deb faraz qilamiz.

E_1 va S_1 hamda E_2 va S_2 bo'lsin. Xuddi shu qalinlikdagi kyuvetaga, shu ikki moddaning ma'lum konsentratsiyasidagi $S_1 + S_2$ eritmasi bo'lsin.

Agar 1 chi, 2 si va 3 chi kyuvetadagi eritmalaridan monoxromatik nur o'tkazilsa, u holda 3 chi kyuvetadagi eritmaning optik zichligi birinchi va ikkinchi kyuvetadagi eritmaning optik zichlik yig'indisiga teng bo'ladi.

$$D_3 = D_1 + D_2 = (E_1 C_1 + E_2 C_2)$$

Bir moddaning boshqa modda ishtirokida aniqlash imkonini beradi, bu xususiyat katta ahamiyatga ega.

Optik zichlikni additivlik qonuni tekshiriladigan eritmada bir nechta yutadigan modda bo'lsa, ularning optik ko'rsatkichining yig'indisi eritmaning umumiy optik ko'rsatkichiga teng bo'lishini tasvirlaydi. Agarda eritmada M , N , R va Q moddalar bo'lsa, ularning har birining optik ko'rsatkichi mos ravishda

$$A_M = \varepsilon_m \cdot S_m \cdot l_m; \quad A_N = \varepsilon_N \cdot S_N \cdot l_N; \quad A_R = \varepsilon_r \cdot S_r \cdot l_r;$$

$$A_Q = \varepsilon_Q \cdot S_Q \cdot l_Q \text{ bo'ladi.}$$

Ushbu optik ko'rsatkichlarining yig'indisi eritmaning umumiy optik ko'rsatkichini

$$A = A_M + A_N + A_R + A_Q = \varepsilon_m \cdot S_m \cdot l_m + \varepsilon_N \cdot S_N \cdot l_N + \varepsilon_r \cdot S_r \cdot l_r +$$

$$\varepsilon_Q \cdot S_Q \cdot l_Q \text{ ni tashkil etadi.}$$

Har qanday modda elektromagnit nurlarini o'ziga yutadi va o'zidan tarqatadi. To'lqin uzunligi 400 – 700 nm oralig'ida o'ziga nur yuta oladigan moddalar ranglidir. Moddalarni nur yutish xususiyati va ko'rsatkichi hamda nurning tarqalishi moddaning tabiatiga konsentratsiyasiga va nurni qanday qalinlikdan o'tayotganligiga bog'liqdir. Shu xususiyatlari va nur yutishi asosida moddani sifat va miqdorini aniqlash amalga oshiriladi. Bu usul dori vositasi tarkibidagi asosiy moddani aniqlashda keng qo'llanib kelinmoqda.

Amaliy mashg'ulotni aniq amalga oshirishda talaba oldiga qo'yilgan vazifalarni bajarishida eritmalarni nur yutishdagi asosiy usullarni bilish bilan bir qatorda shu mavzuga taalluqli bo'lgan fanlardagi bilimlarni ham o'zlashtirishi kerak.

Fizika: Optika. Optik usullar yordamida izlanishlar olib borish FEK va SF uskunalarini ishlash prinsiplari.

Organika: Organik birikmalarni nur yutish xususiyatlari.

Farmatsevtik kimyo: Dori shakllari tarkibidagi dori vositalarini nur yutish xususiyatiga asoslanib tahlilini olib borish.

Fotometrik tahlilda ishlatiladigan fotoelektrokolorimetr va ularning tuzilishi



1-rasm. Fotoelektrokolorimetr – KFK-2

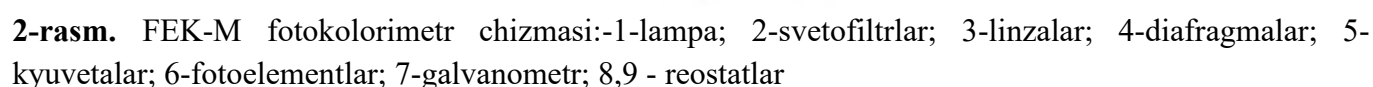
KFK-2 Fotoelektrokolorimetr qurilmasi

Konsentratsion fotoelektrik kolorimetr KFK-2 qurilmasi moddalarning miqdorini ularning rangli eritmalarida 315-980 nm to'liq uzunligi diapazonida optik zichligi yoki nur o'tkazish koeffitsienti bo'yicha aniqlashga mo'ljallangan.

KFK-2 qurilmasi nur manbai, svetofiltr, optika, kyuveta bo'linmasi, fotometrik qurilma va qayd qiluvchi moslama joylashgan optik blokdan (qurilmaning old qismi) va kuchlanish stabilizatori va quvvat transformatori joylashgan quvvatlantirish bloki (orqa qismi) dan iborat.

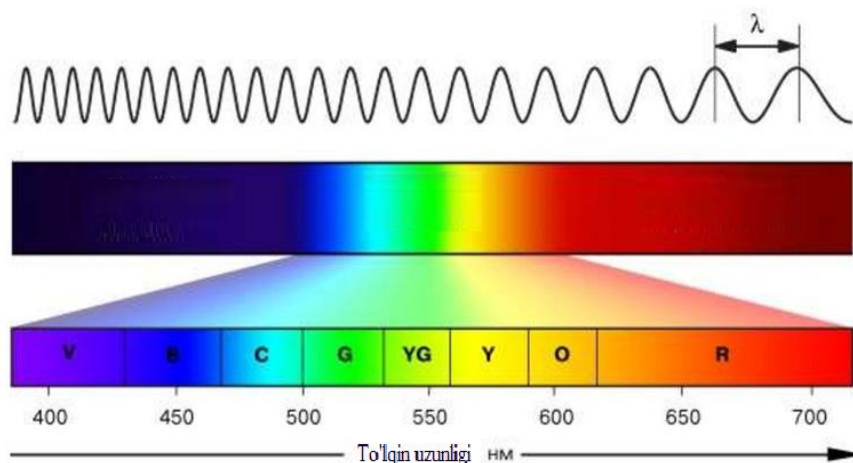
Kolorimetrdagi Nur manbai galogen lampadir. Nurlanishni qabul qilish (fotopriyomnik) vazifasini 315-540 nm to'liq diapazonida ishlash uchun fotoelement F-26 va maxsus 590-980 nm to'liq diapazonida ishlash uchun esa fotodiod FD-24K bajaradi.

Lampaning nur oqimi maxsus qurilmalar yordamida kondensirlanadi, kuchaytiriladi va svetofiltr xamda kyuvetadagi rangli eritma orqali o'tib nurlanishni qabul qiluvchi moslamaga tushadi. Bunda yorug'lik nurlanishi elektr signallariga aylantiriladi va o'lchash asbobiga yetkazib beriladi. Mikroampermetrning ko'rsatkichi tekshiriluvchi eritmadan o'tgan nur oqimiga proporsionaldir.



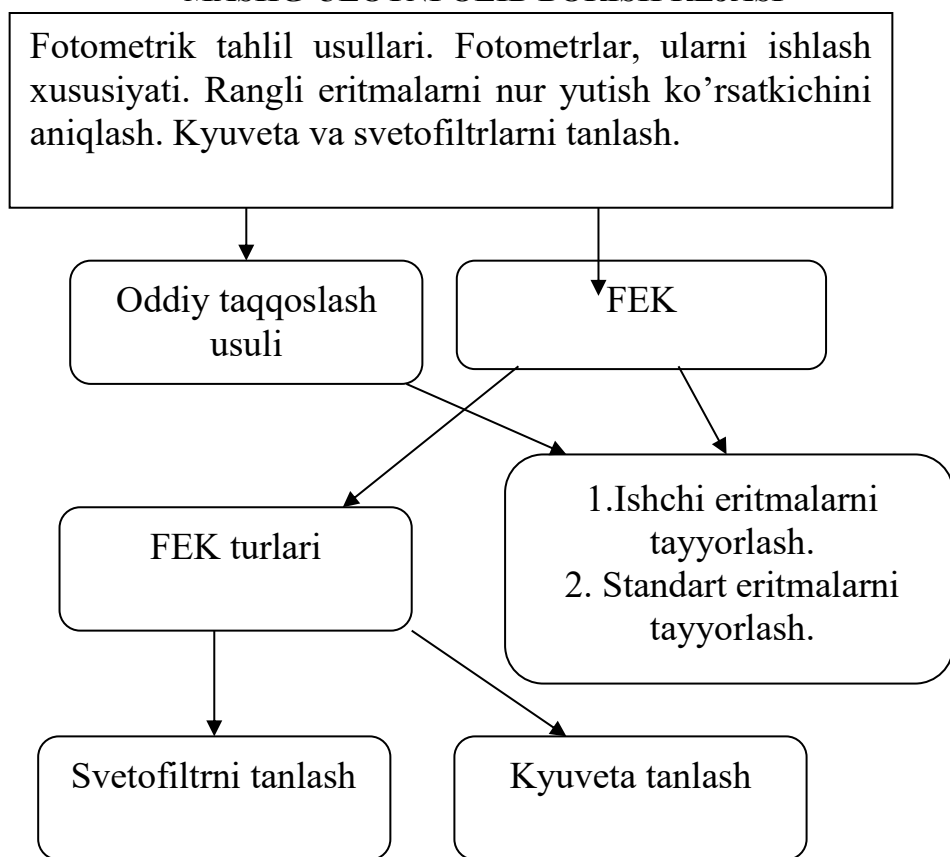
A black and white photograph of a laboratory instrument, likely a microbalance, with numbered callouts 1 through 7 pointing to various components. The instrument has a rectangular base with a control panel on the front. On the left side of the front panel, there is a large, dark, rectangular component (1). In the center of the front panel, there is a small, dark, rectangular component (2). On the right side of the front panel, there are two control knobs (3 and 4) and a small, dark, rectangular component (5). Above the front panel, there is a large, semi-circular scale (6) with a pointer. On the left side of the front panel, there is a small, dark, rectangular component (7).

1. Svetofiltrni oʻrnatuvchi tutqich(tutqich atrofida toʻlqin uzunliklari markirovkasi keltirilgan)
2. Kyuveta boʻlmasida kyuvetalarni siljitish tutqichi
3. Fotopriyomnik sezgirligini yoquvchi tutqich(qora rang bilan belgilangan 1, 2 va 3 raqamlari 315-540 nm toʻlqin uzunligi diapazonida ishlash uchun, qizil rangdagilari esa 590-980 nm toʻlqin uzunligi diapazonida ishlash uchun moʻljallangan)
4. Mikroampermetr (ikkita shkaladan iborat: yuqoridagi shkala boʻyicha nur oʻtkazish koeffitsienti oʻlchansa, pastkisi shkala boʻyicha eritmaning optik zichligi oʻlchanadi)
5. Mikroampermetrni past sezgirlikda sozlash tutqichi
6. Mikroampermetrni yuqori sezgirlikda sozlash tutqichi
7. Kyuveta boʻlmasi qopqogʻi



4-rasm. Fotokolorimetriya usulida spektral parchalanish

MASHG'ULOTNI OLIB BORISH REJASI



Fotometrik tahlilda tushayotgan nurning to'lqin uzunligini va qo'llaniladigan svetofiltrni tanlash

Fotometrik tahlilda modda eritmalarini nur yutish oralig'ini aniqlashda, uni eng yuqori nur yuta oladigan to'lqin uzunligini tanlab olishga xarakat qilinadi, chunki bu sharoitda modda aniq va sezgirlik yuqori bo'lib, uning miqdoriy tahlilini olib borishda yaxshi natijalarga erishiladi. Tanlab olingan eng yuqori nur yutishga ega bo'lgan to'lqin uzunligi quyidagi talablarga javob berishi kerak:

- A) shu to'lqin uzunligida yuqori sezgirlikka ega bo'lishi (ko'z, fotoelement).
- B) Nur yutish sharoitida to'lqin uzunligini ma'lum darajada o'zgarishiga qaramasdan olinadigan natijalarni aniqlik darajasini yuqori bo'lishi.
- V) Fotometriyaning asosiy qonuniga bo'ysunishi kerak.

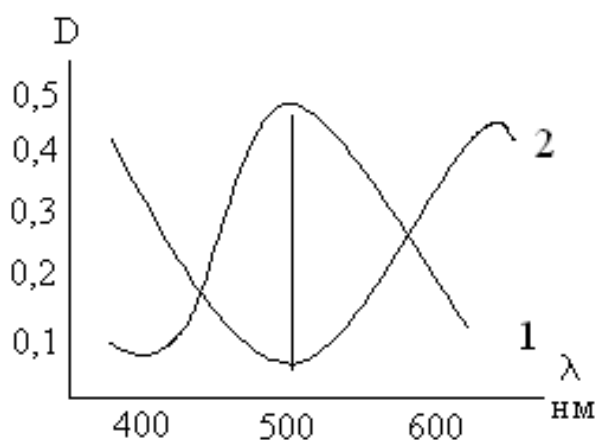
Eritmalarni optik ko'rsatkichini aniqlash jarayonida, ularni yuqori nur yutish oralig'ida ($\lambda_{\max}$), yoki optimal nur yutish oralig'ida (λ_{opt}), yoki izobestik nur yutish oraliqlarida (λ_{izb}) olib borishlik talab etiladi. Bu keltirilgan holatlarni ko'rib chiqamiz.

1. Agar faqat tekshiriluvchi rangli eritma nur yutsa, bunda boshlang'ich komponentlar – nur yutmaydi, u holda eritmaning optik ko'rsatkichi maksimal to'lqin uzunligida ($\lambda_{\max}$) o'lchanadi va bunda tekshiriluvchi modda eritmasining maksimal nur yutishi kuzatiladi.

$\lambda_{\max}$ to'lqin uzunligida modda eritmasining optik ko'rsatkich o'lchamining sezgirligini ko'tarish imkoniyatini beradi, bu esa molyar koeffitsent qiymati sezgirligini oshirishga yordam beradi.

Fotometriya usulida monoxromatik nurning eng yuqori nur yutish ko'rsatkichini ($\lambda_{\max}$) monoxromatorlar yordamida ya'ni svetofiltrlar bilan amalga oshiriladi.

Svetofiltr shunday tanlanadiki, tekshiriluvchi moddaning nur yutish spektriga asoslangan holda rangli eritmaning maksimal nur yutish spektri va svetofiltrning, ya'ni eritmaning nur yutish maksimumi svetofiltrning nur yutish minimumiga to'g'ri kelishi kerak. (5-rasm).



5-rasm. 1 – nur yutilish chizig'i, 2 - nur o'tkazish chizig'i

Agarda svetofiltrlarning yoki tekshiriluvchi eritmaning nur yutish spektri xarakteristikasi ma'lum bo'lsa, u holda svetofiltr eritmaning qo'shimcha rangiga moslab tanlanadi. (1-jadval).

1-jadval

Rangli eritmalar va ularga xos svetofiltrlar

Eritma rangi	$\lambda_{\max}$, nm	Svetofiltr rangi
Sariq – yashil	400-450	Qizil binafsha
Sariq	450-480	Zangori
Sariq – yashil	480-490	Yashil zangori
Qizil	490-500	Zangori yashil
Qizil - binafsha	500-560	Yashil
Binafsha	560-575	Sariq yashil
Zangori	575-590	Sariq
Yashil - zangori	590-625	Binafsha
Zangori – yashil	625-700	Qizil

Tajribalar sharoitida eritmaning nur yutish to'lqin uzunligi maksimumi $\lambda_{\max}$ ishlatilayotgan fotoelementning sezgirlik maksimumiga to'g'ri kelmasa, u holda svetofiltr tajriba yo'li bilan tanlanadi.

Buning uchun har gal svetofiltr bilan eritmaning optik ko'rsatkichi o'lchanadi. Berilgan rangli eritmaning qaysi svetofiltrdagi optik ko'rsatkich qiymati eng yuqori bo'lsa, shu svetofiltr fotometriya usulida aniqlash uchun to'g'ri keladi.

KFK-2 qurilmasida ishlash qoidalari

I. Qurilmani ishga tayyorlash

1. Kerakli svetofiltrni o'rnatish. 1-tutqich.
2. 3-tutqich (fotoelement sezgirligi) 1,2,3 raqamlariga o'rnatilganda eritma rangiga qarab 315-540 nm to'lqin uzunligida ishlash uchun qora rangga moslanadi, 590-980 nm to'lqin uzunligida o'lchanadigan eritmalar uchun qizil rangga moslanadi.
3. Mikroampermetr o'chganligini bilish uchun 5-6 chi tutqichlar to'xtaguncha chapga buralgan bo'lishi lozim.
4. Qurilma yoqiladi (tarmoqqa ulanadi, orqa devorning pastki chap burchagidagi tumbler yoqiladi). Bunda cho'g'lanma lampa yonadi.
5. Qurilma 15-20 daqiqa davomida qizdirilishi lozim.

II. Eritma optik zichligini o'lchash.

1. Solishtiruvchi eritma solingan kyuvetani tahlil bajaruvchidan uzoqdagi kyuveta joylashtiruvchi joyga joylanadi. Tekshiriluvchi eritma solingan kyuvetani esa tahlil bajaruvchi o'ziga yaqin joyga joylaydi.
2. Erituvchi solingan kyuvetani 2- tutqichni chapga burish orqali nur oqimiga to'g'rilanadi.
3. Kyuveta bo'lmasi qopqog'i yopiladi.
4. Mikroampermetr strelkasi 5-tutqich yordamida pastki shkala bo'yicha 0 ga keltiriladi. Zarurat tug'ilgan hollarda 6-tutqichdan foydalaniladi.
5. 2- tutqichni oxirigacha o'ngga burish orqali nur oqimidan solishtiruvchi eritma solingan kyuvetani tekshiriluvchi eritma solingan kyuvetaga almashtiriladi.
6. Mikroampermetrning pastki shkalasi bo'yicha o'lchangan Optik zichlik kattaligini yozib olinadi.
7. Mikroampermetr o'chiriladi. (5-6 chi tutqichlar chapga buraladi)

Eslatma. Agar mikroampermetr strelkasini 0 ga keltirishni iloji bo'lmasa fotoelement sezgirligini oshirish lozim. Buning uchun:

- a) Mikroampermetr o'chiriladi (5-6 chi tutqichlar oxirigacha chapga buraladi)
 - b) Fotoelement sezgirligini o'zgartirish tutqichi (3) ni mos rangdagi 2 raqamiga o'zgartiriladi.
 - v) mikroampermetr strelkasi pastki shkala bo'yicha 0 ga keltiriladi. (ya'ni 4- bo'limdagi ish takrorlanadi.)
- Agar shu holatda ham mikroampermetr strelkasi 0 ga kelmasa fotoelement sezgirligi yana bir bor ko'tariladi. Ya'ni **a,b,v** punktlardagi ishlar takrorlanadi, biroq bu safar 3- tutqich mos rangdagi 3 raqamiga to'g'rilanadi.

III. Qurilmada ishlashni tugatish

1. Eritmalar kyuvetadan to'kib yuboriladi.
2. Kyuvetalar tozalangan suv bilan chayib yuboriladi va Petri chashkasiga tubini yuqori qilib joylanadi (Kyuvetalarni tahlil butkul yakunlangach chayiladi. Alohida o'lchashlar orasida chayish kerak emas!).
3. Qurilma o'chiriladi (tumbler o'chiriladi, qurilma tok manbaidan uziladi.).
4. Kyuveta bo'lmasi qopqog'i yopiladi.

Eslatma. KFK-2 qurilmasida ishlash jarayonida quyidagi qoidalarga rioya qilish shart:

1. Qurilmani tarmoqqa ulashdan oldin erga ulanganligini tekshirish lozim
2. Qurilmani maqsadsiz yoniq qoldirmang.
3. Qurilmani toza tuting, reaktivlarni to'kmang

4. Kyuveta bo'lmasi qopqog'ini qattiq yopmang.
5. Ayniqsa kyuvetalar bilan ishlashda ehtiyot bo'ling, ularni tirnamang va faqat toza va yumshoq mato (doka) bilan arting
6. Svetofiltrni almashtirgach 5 daqiqadan oldin tahlilni boshlamang.
7. Svetofiltrlar o'zgartirilayotganda va kyuvetalar almashtirilayotganda mikroampermetr o'chirilgan bo'lishi kerak. (5-6 tutqichlar chapga buralgan holatda bo'lishi kerak)

Svetofiltrni tanlash.

Fotoelektrokolorimetrik tahlil o'tkazishda turli to'lqin uzunligiga ega bo'lgan monoxromatik nurlardan foydalanishni hisobga olish lozim. Polixromatik nurlarni monoxromatik nurlarga o'tkazishda svetofiltirlardan foydalaniladi. KFK-2 asbobida 11ta svetofiltrdan iborat to'plam mavjud. Aniq bir svetofiltrdan foydalanish tekshiriluvchi eritma orqali aniq to'lqin uzunligiga ega bo'lgan hamda tekshiriluvchi modda yutadigan nurni o'tkazish imkonini beradi. Odatda samarali to'lqin uzunligi va svetofiltr rangi qo'llaniladigan usulda keltirilgan bo'ladi. Agar bunday ko'rsatma bo'lmasa kerakli svetofiltrni quyidagi jadval orali tanlash mumkin.

Eslatma.

Ushbu jadval bo'yicha svetofiltr tanlash taxminiydir, chunki ayrim eritmalar bir xil rangga ega bo'lsa ham tanlab turli to'lqin uzunlikdagi nurni yutadi. Shu bois svetofiltr tanlashda tekshiriluvchi moddaning nur yutish spektrini bilgan ma'qul, va svetofiltrni shunday tanlanadiki u modda maksimal darajada yutadigan to'lqin uzunlikdagi nurni o'tkazishi darkor. Shunday qilib svetofiltr tanlanganda tekshiriluvchi moddaning optik zichligi yung yuqori bo'lgan nur optimal to'lqin uzunlikdagi nur hisoblanadi.

Kyuveta tanlash

Ma'lumki eritmaning yorug'lik nuri o'tadigan qatlami qancha qalin bo'lsa yutiladigan nur boylami, hamda tekshiriluvchi eritmaning optik zichligi ham shuncha yuqori bo'ladi. Kolorimetrga ishchi yuzalarining orasidagi masofa bilan farqlanuvchi kyuvetalar to'plami biriktirilgan bo'ladi. Bu masofa kyuvetaning bir ishchi yuzasida ko'rsatilgan bo'ladi. Kyuvetaning yon devorida suyuqlik quyish chegarasi belgilab qo'yilgan. Uchuvchan xususiyatga ega bo'lgan suyuqliklarni tahlil qilishda kyuveta maxsus qopqoqchalar bilan berkitiladi.

Har bir qurilmaga qatlam qalinligi 1 dan 50 mm gacha bo'lgan kyuvetalar biriktirilgan. Kyuveta tanlashda shunga e'tibor qaratish lozimki tekshiriluvchi eritmaning optik zichligi 0,15 dan kam bo'lmasligi va 0,7 dan oshib ketmasligi kerak. Ayni shu oraliqda Buger-Lambert-Ber qonuni amalga oshaadi. Shuning uchun rang intensivligi yuqori bo'lgan eritmalarini tekshirishda qatlam qalinligi kichik bo'lgan, rang intensivligi past bo'lgan eritmalar tahlilida esa qatlam qalinligi yuqori bo'lgan kyuveta tanlanadi.



6-rasm. Har xil qalinlikdagi kyuvetalar

Laboratoriya mashg'ulotini yakunida har bir talaba mustaqil ravishda bajarilgan ishiga baho berishi, hamda ishchi daftariga kerakli ma'lumotlarni yozishi kerak.

Maqsadli masalani bajarish uchun tayyorlanishga mo'jallangan savollar.

1. Rangli eritmalarini fotometrik usulda olib boriladigan qanday turlarini bilasiz?
2. Fotoelektrokolorimetrik va spektrofotometrik tahlil usullarining bir – biridan farqi nimada?
3. Fotometriya usuli qaysi qonunga asoslangan?
4. Eritmalarning nur yutish ko'rsatkichi bilan uning konsentratsiyasi qanday bog'liqlikka ega?
5. Eritmalarning nur yutish ko'rsatkichi kyuveta qalinligiga qanday bog'liq?
6. Eritmalarning optik ko'rsatkichi deganda nimani tushunasiz?
7. Rangli eritmalarining optik ko'rsatkichini aniqlashda svetofiltr va kyuvetalar qanday tanlab olinadi?
8. FEK larning qanday turlarini bilasiz?
9. FEK da ish qoidolari nimalardan iborat?

«Vertushka» treningi

Dori vositalarini fotoelektrokolorimetrik usuli bilan aniqlashda, rangli eritmalariga to'g'ri keladigan svetofiltrlarni ko'rsating.

<i>№</i>	<i>Dori vositalarining eritmali</i>	<i>Svetofiltr rangi</i>					
		<i>Binafsha</i>	<i>Ko'k</i>	<i>YAshil</i>	<i>Sariq</i>	<i>Zarg'aldoq</i>	<i>Qizil</i>
1	Riboflavinning suvli eritmasi						
2	KMnO ₄ ning 1% eritmasi						
3	SuSO ₄ ning 10% eritmasi						
4	Barbituratlarning rangli kompleksi						

FOTOELEKTROKOLORIMETRIK USULDA DORI VOSITASINI MIQDORIY TAHLIL QILISH

Fotometriyada qo'llaniladigan moslamalarga, fotometriyani olib borish sharoitlariga, moddalarni fizik-kimyoviy xususiyatlariga qarab moddalarni nur yutish spektriga asoslanib, ularni konsentratsiyalarini aniqlash turlicha usulda olib boriladi.

Standart va tekshiriluvchi eritmalarining optik ko'rsatkichini bir xil sharoitda o'lchab aniqlanadi.

Fotometriyada moddalarni miqdori quyidagi usullarda amalga oshiriladi:

Solishtirish usuli - bunda tekshiriluvchi hamda standart moddalar rangli eritmalarini bir xil qalinlikdagi kyuvetada optik zichliklari solishtirib aniqlanadi.

Kalibrlash usuli - bunda bir nechta standart, ya'ni ma'lum miqdorda tekshiriluvchi modda saqlagan eritmalarini optik zichliklari aniqlanadi. Olingan natijalar asosida kalibrlash chizmasi chiziladi. Absiss o'qlariga standart eritma konsentratsiyasi ko'rsatkichlari, ordinat o'qiga shu eritmalarini optik zichliklari qo'yiladi. So'ngra tekshiriluvchi modda eritmalarini optik zichliklari aniqlanilib, chizma asosida uni konsentratsiyasi, ya'ni miqdori topiladi. Bu usul ko'p sonli moddalarni eritmalarini aniqlashda qo'llaniladi.

Qo'shib aniqlash usuli. Tekshiriluvchi modda eritmasini optik zichligi o'lchanadi. So'ngra unga modda eritmasidan aniq miqdor qo'shiladi va yana aralashmani optik zichligi o'lchanadi. Tekshiriluvchi moddani noma'lum konsentratsiyasi shu eritmaning optik zichligini aralashma optik zichligi bilan solishtirib aniqlanadi.

Fotokolorimetriya usullarining sezgirligi.

Fotometrik tahlil usulining asosiy ko'rsatkichlaridan biri uning sezgirligidir. Usulning sezgirligi yordamida modda tarkibidagi kichik miqdordagi qoldig'ini (sledov) aniqlashda, sanoatda ishlab chiqarayotgan mahsulotlarni, ayniqsa yarim o'tkazgich materiallarning tarkibini nazorat qilishda keng qo'llaniladi. Usulga qo'yiladigan talablar taqqoslovchi kolorimetrik hamda fotokolorimetrik va spektrofotometrik usullar uchun har xildir.

Taqqoslovchi (vizual) kolorimetrik usulda tekshiriluvchi rangli eritmani, taqqoslovchi moddaning rangiga solishtirib miqdorini aniqlashga asoslanadi.

Fotoelektrokolorimetrik usulda, usulning sezgirligiga asosan izlanuvchi va taqqoslovchi eritmalarning optik ko'rsatkichini taqqoslash yuqori sezgirlikda amalga oshiriladi. Bunda asosan tahlil jarayonida o'zgarmas to'lqin uzunligida kyuvetaning bir xil hajmida olib borish bir xil natijalarni aniqlikda olishga asos bo'ladi. Yana boshqa xatoliklarga olib keladigan sabablardan dastlabki moddaning eritmasini tayyorlash, hamda halaqit beradigan moddalardan tozalash jarayonida bo'lishi mumkin.

Shuning uchun fotometrik usulning sezgirligini xususiyati fotometrik reaksiyalarni hosil bo'lishi va fotometrik usulning o'zini moddaga nisbatan va uning tarkibidagi moddalarni xolatiga bog'liqdir.

Fotometrik usulda uning sezgirligiga ijobiy ahamiyatga ega bo'lgan ko'rsatkichlarda quyidagilar inobatga olinadi:

1. Fotometrik reaksiya asosida izlanuvchi va taqqoslovchi modda eritmalarini nur yutish xususiyatini aniqlashda molyar nur yutish koeffitsenti (ϵ) yordamida amalga oshirish yaxshi natijalarga olib keladi.

Fotokolorimetrik usulni amalga oshirishda optimal konsentratsiyadagi eritmani tanlash

Ma'lumki moddalarning konsentratsiyasi bilan yutilgan nurning intensivligi orasida miqdoriy bog'lanish mavjud.

$$D = \frac{\epsilon \cdot l}{S};$$

Aniq to'lqin uzunlikda (λ) va kyuvetaning qalanligida (l) tajribaning nisbiy xatoligini qiymati o'zgarmasdir.

SHunga qaramay olib borilayotgan tahlilni sezgirligii oshirish mumkin, agarda differensial fotokolorimetriya usulida amalga oshirilsa. Bunda tekshiriluvchi eritmaning optik ko'rsatkichini aniqlashda erituvchi bilan emas, balki aniq miqdor saqlagan moddaning eritmasi yordamida taqqoslash maqsadga muvofiqdir.

Taqqoslovchi eritmaning konsentratsiyasini (S_k) bu xolatda aniqlanuvchi moddaning konsentratsiyasidan (S_x) kichikroq miqdorda olinishi tavsiya etiladi. ($S_k < S_x$)

Differensial fotokolorimetriyaning xatoligini kamaytirish uchun quyidagilarni inobatga olish kerak:

1. Erituvchining optik ko'rsatkichiga nisbatan tekshiriluvchi moddaning optik ko'rsatkichi yuqori bo'lishi ($D > 0,43$).
2. Taqqoslanayotgan eritmaning optik ko'ratkichi umuman ($D_x = 0$) qiymatga ega bo'lishi maqsadga muvofiq.
3. Nur tushirayotganda modda eritmalarining konsentratsiyasini nur o'tkazishi, standart eritmaning nur o'tkazishidan kam bo'lishi kerak
4. Qo'llanilayotgan kyuvetalarning uzunligida farqi bo'lmasligi.
5. Tekshirilayotgan eritmaning konsentratsiyasini yuqori bo'lishi.

Fotometrik apparatlarni qo'llanishi bilan eritmalarni nur yutish xususiyatini har xil usullar asosida olib boriladi. Unda standart va tekshiriluvchi eritmalarning optik ko'rsatkichini bir xil sharoitda olib boriladi.

Taqqoslash usulidagi kolorimetriya

1. Standart eritmalar yordamida. Buning uchun bir xil kolorimetrik probirkalarga aniq hajmdagi tekshiriluvchi va standart eritmalarning rangini taqqoslash asosida amalga oshiriladi. Unda izlanuvchi eritmaning rangini standart eritma rangiga to'g'ri kelishi uning miqdorini tasdiqlaydi.

2. Kolorimetrik titrlash usulida. Ikkita bir xil hajmdagi probirkaga biriga rangli izlanuvchi eritmadan, ikkinchisiga tozalangan suvdan solinadi. So'ngra tozalangan suv solingan probirkaga byuretkaga orqali rangli standart eritmadan asta-sekin qo'shib, birinchi probirkadagi eritmani rangiga tenglashtirilguncha qo'shiladi. Aniqlanuvchi eritmadagi modda miqdorini, tozalangan suvga qo'shilgan eritmaning miqdori bilan aniqlab olinadi.

3. Tenglashtirish usulida. Eritmadagi moddani miqdorini aniqlashda tekshiriluvchi va standart eritmalarning rangini tenglashtirish yordamida amalga oshiriladi.

A) Solishtirish usulida. Ikkita bir xil hajmdagi probirkaga standart va tekshiriluvchi rangli eritmalaridan solib, so'ngra rangi to'q bo'lgan probirkadagi eritmani tozalangan suv yordamida ikkinchi probirkani rangigacha tenglashtiriladi. Izlanuvchi eritmadagi moddani miqdorini quyidagi tenglama asosida hisoblab olinadi.

$$q_x = q_{st} \frac{V_x}{V_{st}} \text{ yoki } q_x = q_{st} \frac{h_x}{h_{st}}$$

q_{st} – standart eritmadagi moddani miqdori

V_x, V_{st} – izlanuvchi va standart eritmalarning hajmi yoki

h_x va h_{st} – probirkadagi izlanuvchi va standart eritmalarning hajmini balandligi.

Spektrofotometriya va fotokolorometriya usullarida moddalar miqdorini aniqlash uchun shu moddalarni eng kam miqdori bilan rangli eritma hosil qilishi uchun qo'llaniladigan kimyoviy reaksiyalarni ob'ektiv baholash lozim bo'ladi. Buning uchun molyar nur yutish ko'rsatkichlarini E_{max} aniqlanadi va shu qiymatlardan foydalaniladi.

$$S_{min} = \frac{D_{min}}{E_{max} \cdot \lambda_{max}}$$

Shu formula asosida E_{max} (molyar konsentratsiyadami spektrofotometriya usulida qo'llash uchun moddani eng kichik miqdorini aniqlash mumkin.

Agar $D = 0,001$, $l = 1 \text{ sm}$, $E_{max} = 100000$ deb qabul qilinsa u xolda

$$S = \frac{1 \cdot 10^{-3}}{1 \cdot 10^5} = 1 \cdot 10^{-8} \text{ mol/l bo'ladi.}$$

4. Agar l ni 10 sm gacha oshirsak sezgirlikni 10 marta oshirish mumkin, demak $S_{min} = 1 \cdot 10^{-9} \text{ mol/l bo'ladi.}$

5. Xrzirogi zamon fotokolorimetriyalarida aniqlash aniqlik darajasi $D_{min} - 0,01$ ga yaqin qiymatga ega. Rangli eritmalarida molyar yutish koeffitsenti (E) ning qiymati 50000 dan oshmaydi va shunga ko'ra S_{min} qiymati $1 \cdot 10^{-7} \text{ mol/l}$ gacha ($l = 1 \text{ sm bo'lganda}$) kamayadi.

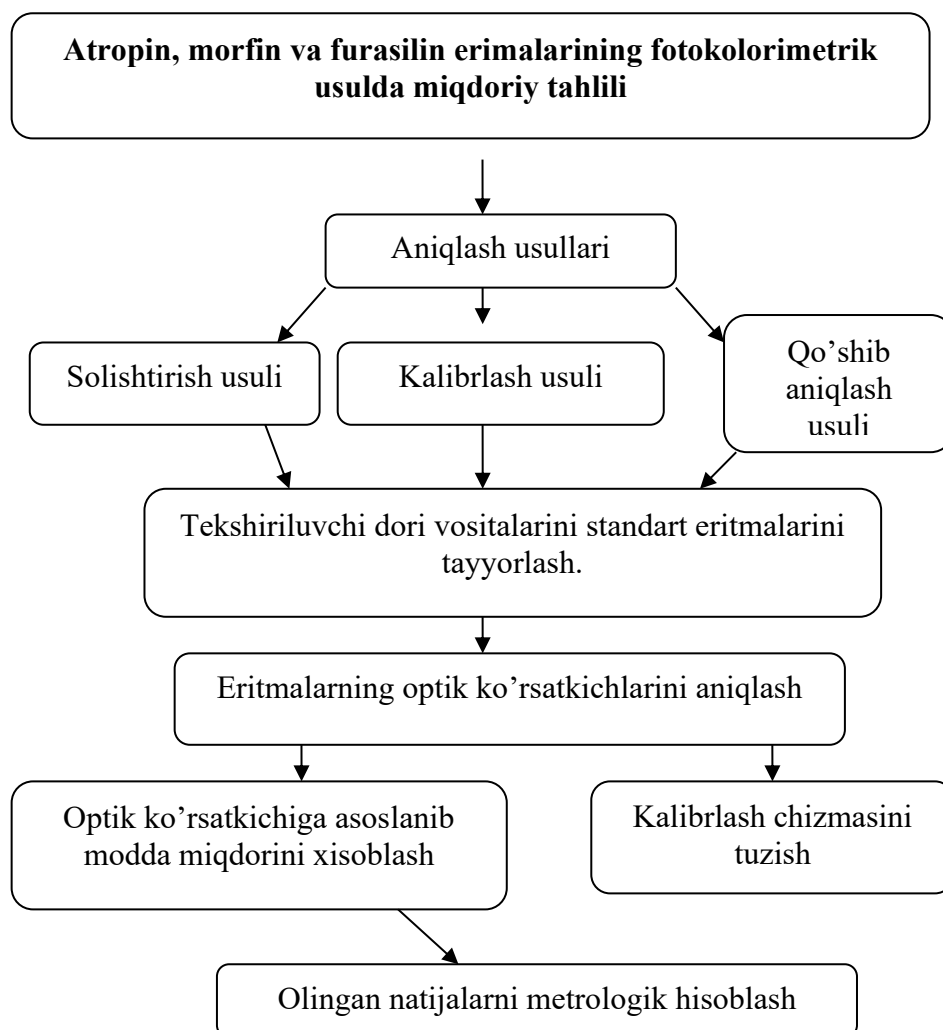
6. Reaksiya sezgirligi faqat minimal konsentratsiyam emas, balki aniqlash minimumini xarakterlaydi, yani ma'lum bir sharoitda moddani reaktivlar bilan hosil qiladigan reaksiya mahsulotlarni aniqlash uchun ketgan eng kam miqdoriga aytiladi. L.B.Ginzbur va YU.Lure, hamda Sendal shuni ko'rsatkidilardi, rangli reaksiya sezgirligi optik zichligi $D = 0,01$ ga teng bo'lgan 1 sm^2 ko'ndalang kesimli eritmaning rangli eritmaga aylantirilgan tekshiriluvchi eritma mikrogramm ($\text{mkg} = 1 \cdot 10^{-6} \text{ g}$) qiymati bilan ifodalangan (rangli reaksiyaning shartli sezgirligi).

7. Ko'pgina rangli reatsiyalarning minimum sezgirligi spektrofotometrik va fotometrik usullarni aniqlashda $0,01 - 0,001 \text{ mkg/sm}^2$ oralig'ida bajariladi.

8. Moddalar eritmasini nur yutish xususiyatini tahlil qilishda quyidagi xatoliklar uchrashi mumkin.

1. Ayrim xolatlarda rangli eritmalar dissotsiatsiyaga yoki polimerlanishga, erituvchilar bilan birikishi yoki tarkibidagi mavjud boshqa moddalar bilan (masalan: tuzlar, kislotalar va asoslar), natijada rangli eritmalarini nur yutish xususiyati o'zgarishi mumkin.
 2. Natijada izlanuvchi moddaning optik ko'rsatkichi o'zgarishi, hamda optik ko'rsatkichni modda eritmasining konsentratsiyasiga bog'liq xolati, ya'ni Buger-Lambert-Ber qonuniga bo'ysinmasligi kuzatiladi.
 3. Kolorimetrik tahlil uchun hosil qilingan rangli eritma ma'lum sharoitda, aniq rang hosil qiluvchi reaktiv miqdorida va hosil bo'lish oralig'i, hamda aniq xarorat jarayonida olib borishni talab etiladi. Masalan: ayrim modda eritmalar turg'un emas, havodagi kislota ta'sirida oksidlanishi, yorug'lik ta'sirida parchalanishi, yoki kogulyasiyaga uchrashi mumkin. Bunday xolatlarda yangi tayyorlangan reaktiv eritmalaridan, hamda eritmadagi moddani turg'unligini oshirish uchun stabilizatorlardan foydalanishni talab etadi yoki himoyachi kolloidlardan jelatina, kraxmallardan foydalaniladi.
 4. Ko'proq kolorimetrik tahlilni olib borishda begona moddalar rang hosil qilishda xalaqit qilishi mumkin. Bunday xolatlarda niqoblash usullaridan foydalaniladi. Ular oksidlanish-qaytarish, kompleks birikma hosil qilish yoki ekstraktsiya jarayonlari asosida amalga oshiriladi. Ayrim xolatlarda nur yutish oralig'ini o'zgartirish asosida, ya'ni xalaqit qiladigan moddani nur yutmaydigan oralig'ida aniqlashni olib borish tavsiya etiladi.
- Fotometriya usulining oddiyligi, universalligi va tez olib borilishida nur yutishiga asoslanib moddani hamda tarkibidagi chiqindi moddalarni qoldig'ini ($10^{-6}\%$) gacha aniqlashni olib borilishi mumkin. Ayniqsa sanoatda po'latni, ayrim rangli qotishmalarni va qora metallarni, yarim-o'tkazgichlarni, har xil modda eritmalarini, suv xavzalaridagi suvlarni sifatini aniqlashda keng qo'llanilmoqda.

MASHG'ULOT OLIB BORISH REJASI



Amaliy mashg'ulotni bajarish uchun uslubiy yo'llanmalar.

Ushbu amaliy mashg'ulot atropin, morfin va furatsilinni dori shakllaridan fotokolorimetrik usulda miqdorini aniqlashga bag'ishlanadi.

Eritmalar konsentratsiyasini optik zichlik bo'yicha aniqlash

Rangli eritma konsentratsiyasini optik zichlik bo'yicha aniqlashni ikki xil usulda olib borish mumkin. Standart eritmaning optik zichligi bilan solishtirish orqali, yoki, yanayam aniqroq natijaga erishish uchun kalibrovka grafigini tuzish orqali. Bu holatda tekshiriluvchi eritmada bir qator turli aniq konsentratsiyada tayyorlanadi (standart eritmalar) ularda kerakli kimyoviy reaksiyalar bajariladi va FEKda optik zichliklari o'lchanadi. Olingan natijalar absissa o'qiga tmodda konsentratsiyasini, ordinata o'qiga mos optik zichlikni qo'yish orqali grafik tarzida ifodalanadi. Tekshiriluvchi eritmaning optik zichligini aniqlangach kalibrovka grafigi orqali eritmada modda miqdori topiladi.

Bajarilgan tahlil natijalari jadval ko'rinishida ifodalanadi.

<i>To'lqin uzunligi</i>	<i>svetofiltr rangi</i>	<i>E Havorang eritma</i>	<i>E sariq eritma</i>

Xulosalar:

Atropin sulfatni 0,1% li in'eksion eritmasi miqdorini aniqlash.

Tarkibi. Atropin sulfat 1 gr

0,1 m xlorid kislotasi eritmasi 10 ml

in'eksion suv 1 l gacha

Tayyorlangan eritma maxsus filtrlarda filtrlangan normal muhitli shisha ampullalariga 1 ml dan quyiladi va 100° S da haroratda 30 daqiqa davomida sterillanadi.

Miqdoriy tahlili: 1 ml eritmani ajratgich varonkasiga solib, 3 ml rN=5,8 bufer eritmasidan va 1 ml 1% natriy pikrati eritmasidan qo'shib xloroform bilan ekstraksiyalanadi. Xloroformli ajralma suvsiz natriy sulfat saqlagan filtrdan filtrlab o'tkaziladi va filtr 3 ml xloroform bilan tomchilab yuviladi. Umumlashtirilgan xloroformli ajralmaga 10 ml suv qo'shiladi. Xloroform issiq havo oqimida porlatiladi. Suvli eritma 50 ml hajmli o'lchov kolbasiga solinadi va o'lchov chizig'igacha suv quyiladi. Bitta probirkaga 3,5 ml pikrin kislotasini standart eritmasidan, boshqasiga esa 5 ml tekshiriluvchi eritmada solinadi.

Probirkalardagi suyuqliklar hajmi 8 ml gacha suv qo'shib chayqatiladi va 2 ml 4% li sulfid natriy eritmasi qo'shib yana chayqatiladi, so'ngra qaynayotgan suv hammomida 10 daqiqa isitiladi. Sovitilgach eritmalarini optik ko'rsatkichi 20 mm qalinlikdagi kyuveta yordamida ko'k svetofiltrda o'lchab olinadi. Solishtiruvchi eritma tozalangan suv.

Atropin sulfat miqdori formula bo'yicha aniqlanadi

$$X = \frac{D_1 \cdot 0,0007 \cdot 1,517}{D_0}$$

Bu erda: D_1 - tekshiriluvchi eritma optik ko'rsatkichi

D_0 - standart eritma (pikrin kislota) optik ko'rsatkich

1,517 – hisoblash koeffitsenti (atropin sulfatga nisbatan pikrin kislotasi)

1 ml eritmada 0,0009 – 0,0011 g. gacha atropin sulfati bo'lishi kerak.

Furatsilinni miqdoriy tahlili

0,1 gr (aniq miqdor) furatsilinni 500 ml hajmli o'lchov kolbasida eritiladi. SHliflangan qopqoqli 30ml hajmli idishga 5ml yuqoridagi eritmada solib, hajmi 8,5 ml bo'lguncha suv qo'shib aralashtiriladi va 1,5

ml 0,1 m natriy ishqori eritmasidan qo'shiladi. Yaxshilab aralashtirilgach hosil bo'lgan rangning optik ko'rsatkichini 10 mm qalinlikdagi kyuveta yordamida yashil svetofiltrda fotokolorimetrda o'lchab olinadi. Solishtiruvchi eritma tayyorlash uchun 8,5 ml suv olib ustiga 1,5 ml ishqor eritmasini qo'shib yaxshilab aralashtirib, kalibrlash chizmasi yordamida hisoblanadi.

Kalibrlash chizmasini tuzish uchun 0,1000 g furatsilinni 500 ml hajmli o'lchov kolbasida suv bilan eritiladi (etalon 1 eritma) 5 ta shlifli qopqoqli o'lchov probirkasiga quyidagi tartibda 0,6 0,8 1,0 1,2 1,4 ml aniq o'lchangan etalon eritmasidan solib, har birining hajmi 8,5 ml bo'lguncha tozalangan suvdan quyib aralashtiriladi va har biriga 1,5 ml dan 0,1 m natriy ishqori eritmasidan qo'shib yaxshilab aralashtiriladi va rangli eritmalarini optik ko'rsatkichini yuqoridagi sharoitda o'lchab olinib, natijalar asosida kalibrlash chizmasi chiziladi.

Maqsadli masalani bajarish uchun tayyorlanishga mo'ljallangan savollar

1. Fotokolorimetriya usuli qanday qonunga asoslangan?
2. Nur yutish nima?
3. Standart eritmalar va ularni tayyorlash?
4. Modda konsentratsiyasi, nur yutish ko'rsatkichi va qatlam qalinligi orasida qanday bog'liqlik bor.
5. Solishtirish usulida modda miqdorini qaysi formulaga asoslanib aniqlanadi?
6. Qo'shib aniqlash usulida modda miqdori qanday aniqlanadi?
7. Ekstraksiya - fotometriya qanday usul?

«Bumerang» treningi

Talabalar bir nechta kichik guruhlarga bo'linadi va vazifa yozilgan materiallar tarqatiladi, har bitta guruh o'z fikrlarini bayon qiladi hamda guruhlar orasida savol javob ketadi.

I – guruh vazifasi

- 1) FEK usulida furatsilinni miqdoriy tahlili.
- 2) Preparat haqida qisqacha ma'lumot.

II – guruh vazifasi

- 1) FEK usulida morfin gidroksloridni miqdoriy tahlili.
- 2) Morfin gidroksloridi haqida ma'lumot.

III – guruh vazifasi

- 1) FEK usulida atropina sulfatni tahlili.
- 2) Atropina sulfat haqida ma'lumot.

7-LABORATORIYA MASHG'ULOTI. UB-spektrofotometrik usulda dori vositasining chinligini va miqdorini aniqlash.

Laboratoriya mashg'ulotining davomiyligi 4 soat.

O'qitish maqsadi: Talabalarni dori vositalarining chinligini spektrofotometrik usulda aniqlashga o'rgatish.

Maqsadga yo'naltiruvchi vazifalar. Talabalar dori vositalari eritmalarining optik ko'rsatkichini xar xil to'lqin uzunligida mustaqil ravishda aniqlashlari kerak. Shunga ko'ra, olingan ko'rsatkichlar asosida nur yutish spektri tuzib, so'ngra o'ziga xos to'lqin uzunligini borligini (λ) aniqlab va uni adabiyotlarda keltirilgan ma'lumotlar bilan solishtirishlari kerak.

Talabalarni ba'zi dori vositalarining nur yutish spektri bo'yicha aniqlash usuli bilan tanishtirish.

1. novokain
2. atsetazolamid

3. furosemid

Laboratoriya mashg'ulotining qisqacha mazmuni

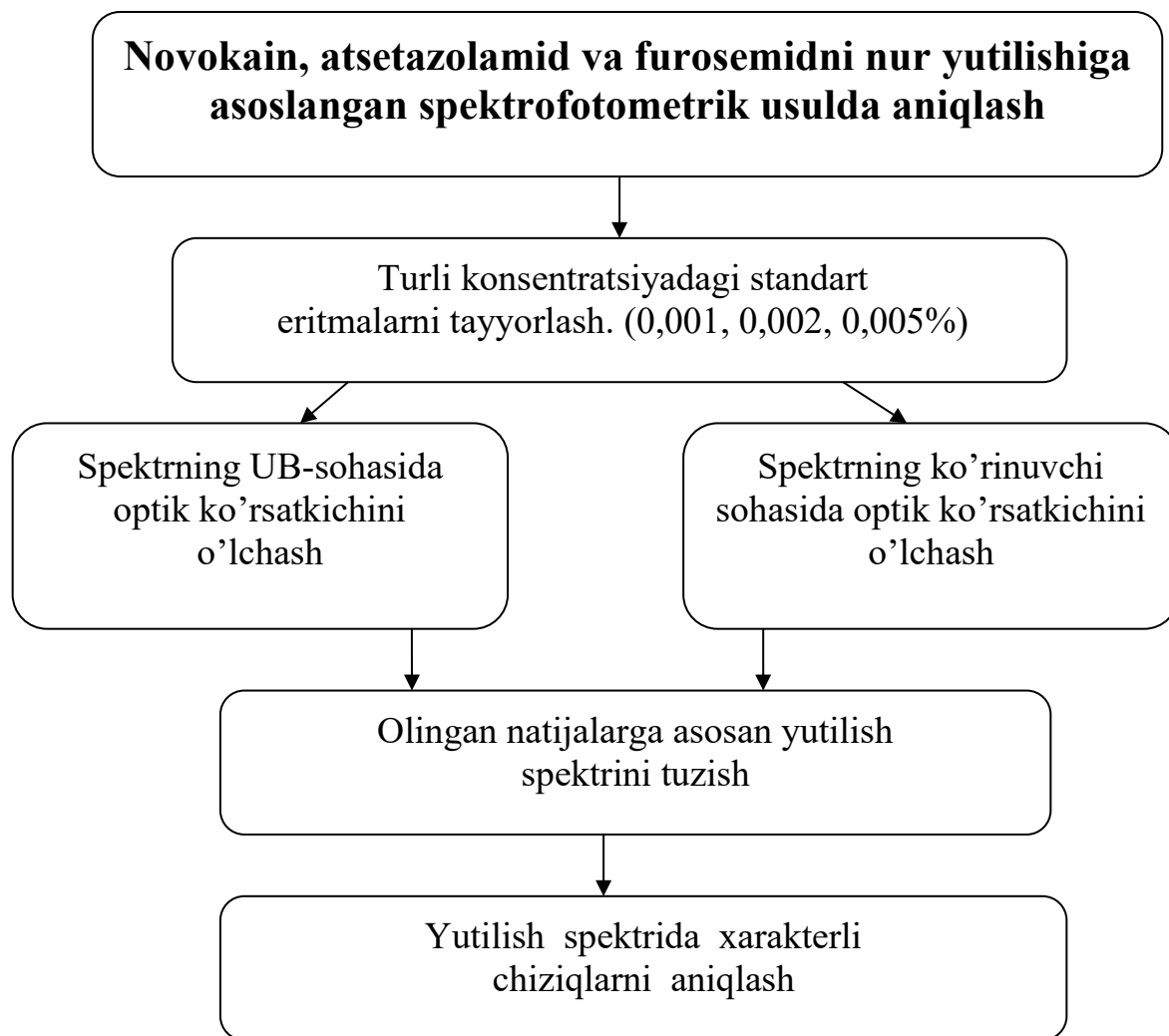
Spektrofotometrik tahlil fotometriya usullaridan biri hisoblanadi. Biroq spektrofotometriya tahlilida eritmalarining nur yutish ko'rsatkichlarini aniqlashda monoxromatik nur orqali xam ko'rinuvchi, hamda unga yondosh spektrning UB va IQ sohalarida o'lchanadi. Spektrofotometriyada nur yutilishining to'lqin uzunligiga bog'liqligi moddaning nur yutish spektri deyiladi.



1-rasm. Spektrofotometr – Agilent 8354 va uning kyuvetasi.

Nur yutish spektri grafik ko'rinishda bo'lib, ma'lum chiziqlar soni bilan xarakterlanadi. Yutilish spektri berilgan modda uchun o'ziga xos (individual) hisoblanadi. Nur yutuvchi moddalarning sifat tahlili yutilish spektrini o'rganishga asoslangan.

MASHG'ULOT O'TKAZISH REJASI



Amaliy mashg'ulotni o'tkazish uchun uslubiy ko'rsatma

Ushbu amaliy mashg'ulot novokain, atsetazolamid va furosemidlarning yutilish spektrlari bo'yicha aniqlashga bag'ishlanadi.

Moddaning nur yutishi bo'yicha tahlilida to'liq uzunligini tanlash. Eritmalarning optik ko'rsatkichini tekshiriluvchi eritmaning maksimum nur yutishiga mos bo'lgan to'liq uzunligida o'lchash lozim. Bunda o'lchash sezgirligi va aniqligi maksimal bo'ladi. Maksimum nur yutilishiga mos to'liq uzunligida (D) ko'rsatkich eng yuqori bo'ladi. Tegishli to'liq uzunligidagi monoxromatik nur bo'lagi spektrofotometrda monoxromator yordamida uzatib beriladi.

Tekshiriluvchi modda konsentratsiyasini tanlashda eritmalarning optik ko'rsatkichi 0,2 dan 1,0 gacha bo'lgan chegara oralig'ida bo'lishi lozim (optimal optik ko'rsatkich 0,434 ga teng).

Solishtiruvchi eritma. Eritmaning optik ko'rsatkichi additiv kattalik bo'lib, ya'ni tegishli to'liq uzunligida nur energiyasini yutuvchi eritmadagi komponentlar optik ko'rsatkichlari yig'indisiga teng.

Shuning uchun aralashmadagi faqat bir moddaning optik ko'rsatkichini o'lchashda bir kyuvetaga tekshiriluvchi eritma solinib, boshqa kyuvetaga esa tekshiriluvchi eritmada bo'lgan xamma komponentlardan iborat (faqat aniqlanuvchi moddadan tashqari) eritma (o'shancha miqdordagi) solinadi. Ikkinchi kyuvetaga solingan eritma solishtiruvchi eritma yoki nol eritma deyiladi. Shunday qilib, tekshiriluvchi moddalarning optik ko'rsatkichlarini o'lchashda solishtiruvchi eritmaga nisbatan o'lchanadi.

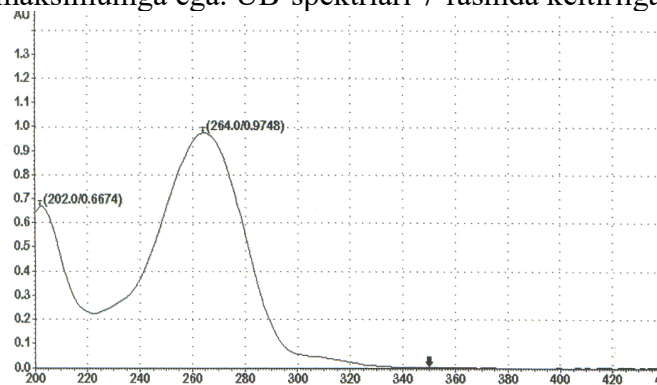
UB-sohasidagi spektrometriya usuli va uning asosiy qonunlari bilan tanishilgandan so'ng talabalar novokain, atsetazolamid va furosemidning standart eritmalarini tayyorlaydilar (1 ml da 1 mg modda saqlagan).

Novokainni spektrofotometrik usulda aniqlash.

Novokainning standart eritmasini tayyorlash uchun analitik tarozda uning 0,1 g miqdori tortib olingan qism ozgina tozalangan suvda eritiladi. So'ngra kolbada suyuqlik hajmi belgisigacha (100 ml) etkaziladi. Bu standart eritmada suyuqlashtirish orqali konsentratsiyasi 30-40 mkg/ml bo'lgan novokain eritmasi tayyorlanadi va 220 dan 400 nm gacha to'liq uzunligi oralig'ida shu eritma yutilish spektri o'lchanadi. Keyin olingan natijalar bo'yicha yutilish spektri chiziladi va novokain eritmasining maksimum nur yutilishi topiladi. Keltirilgan adabiyotlarga ko'ra bu ko'rsatkich 290 nm ga teng to'liq uzunligiga tegishli.

Atsetozolamidni spektrofotometrik usulda aniqlash

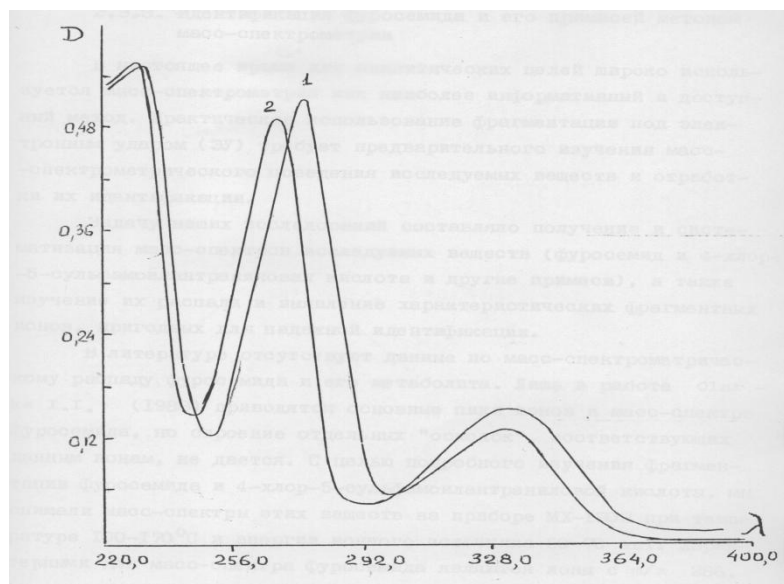
Atsetozolamidning (20 mkg/ml) standart eritmasini tayyorlash uchun etil spirti olish mumkin. Analitik tarozda 2 mg atsetozolamid tortib olib, 100 ml o'lchov kolbasiga solinadi. Avval oz miqdordagi erituvchida eritib, so'ngra qolgan erituvchi o'lchov belgisigacha quyiladi. Olingan eritmaning yutilish spektri 200dan 400 nm gacha bo'lgan diapazonda o'lchanadi. Atsetozolamidning etil spirtidagi eritmasi 264 nm to'liq uzunligida maksimumga ega. UB-spektrlari 7-rasmda keltirilgan.



7-rasm. Atsetozolamidning etil spirtidagi UB spektrlari.

Furosemidni spektrofotometrik usulda aniqlash

Furosemidning standart eritmasini tayyorlash uchun turli erituvchilar olish mumkin (0,02 n natriy ishqori eritmasi, etil spirti). Analitik tarozda 0,1 g furosemid tortib olib, 100 ml o'lchov kolbasiga solinadi. Avval oz miqdordagi erituvchida eritib, so'ngra qolgan erituvchi o'lchov belgisigacha quyiladi. Olingan eritmaning yutilish spektri 220dan 400 nm gacha bo'lgan oralig'ida o'lchanadi. Furosemidning etanolidagi eritmasi 3 ta maksimumga ega: 225, 274, va 330 nm. UB-spektrlari 8-rasmda keltirilgan.



**8-rasm. Furosemid (1) va 4-xlor-5- sulfamoilantranil
kislota(2)larining UB-spektrlari**

**MAQSADLI VAZIFALARNI BAJARISH UCHUN MUSTAQIL TAYYORLANISH BO'YICHA
SAVOLLAR.**

1. Molyar va solishtirma nur yutish ko'rsatkichlari deb nimaga aytiladi?
2. Spektrofotometriya usuli qaysi qonunga asoslanadi?
3. Nur yutish spektri nimani bildiradi?
4. Nur yutish spektrini qanday parametrlar belgilaydi?
5. Nur yutish spektrdagi nimani ko'rsatadi?
6. Molyar va solishtirma nur yutish koeffitsientlarini hisoblash usullari.
7. Molyar va solishtirma nur yutish koeffitsientlar kattaligiga ta'sir etuvchi omillar.
8. Solishtiruvchi eritma nima?
9. SF larning qanday turlarini bilasiz?
10. SF-16, SF-46 spektrofotometrlari yordamida optik ko'rsatkichini o'lchash qoidalari.

«VERTUSHKA» TRENINGI

Bu usulda talabalar ikki guruhlariga bo'linadilar, har bir guruhga bir xil jadval beriladi. Talabalar jadvalni mustaqil to'ldiradilar, so'ngra bu jadval 3-5 marta boshqa guruhga aylana bo'yicha o'tadi. Talabalar yana fikrlarini bildiradilar. Oxirida o'qituvchi yordamida berilgan jadvaldagi vazifa munozara jarayonida umumlashtirib, to'g'ri javob aniqlanadi.

№	<i>Guruh hosilalari</i> <i>Preparat Nomi</i>	Benzotio -diazin	Sulfomoil- antranil kislota	Tiodiazol	p-aminobenzoy kislota	Furan
1	Furosemid					
2	Novokain					
3	Gidroxlortiazid					
4	Atsetazolamid					
5	Furosemid					

UB-SPEKTROFOTOMETRIK USULDA DORI VOSITASINING MIQDORINI ANIQLASH

Darsning davomiyligi 4 soat.

O'qitish maqsadi: Talabalarni spektrofotometri usulda miqdorini aniqlash turlari bilan tanishtirish: taqqoslash usuli, kalibrlash usuli, qo'shish usuli, differensial usul.

Maqsadga yo'naltiruvchi vazifalar: Ba'zi bir dori vositalarining miqdoriy tahlilini spektrofotometrik usulda bajarish:

- A) Taqqoslash usuli
- B) Kalibrlash usuli
- V) Qo'shish usuli

Aniqlanuvchi moddaning standart va boshlang'ich eritmalarini tayyorlash. Kalibrli chizmani tuzish. Buger-Lambert-Ber qonunidan kelib chiqqan holda moddalar miqdorini hisoblash.

Mashg'ulotning qisqacha mazmuni

Monoxromatik nurlanish asosida moddalarning nur yutilishini o'lchash usuli hisoblangan spektrofotometriya fotokolorimetriya usulidan farqlanib, unga nisbatan katta imkoniyatlarga ega. Bunda yuqori nur yutilishiga tegishli to'lqin uzunligida katta aniqlik bilan o'lchanadi.

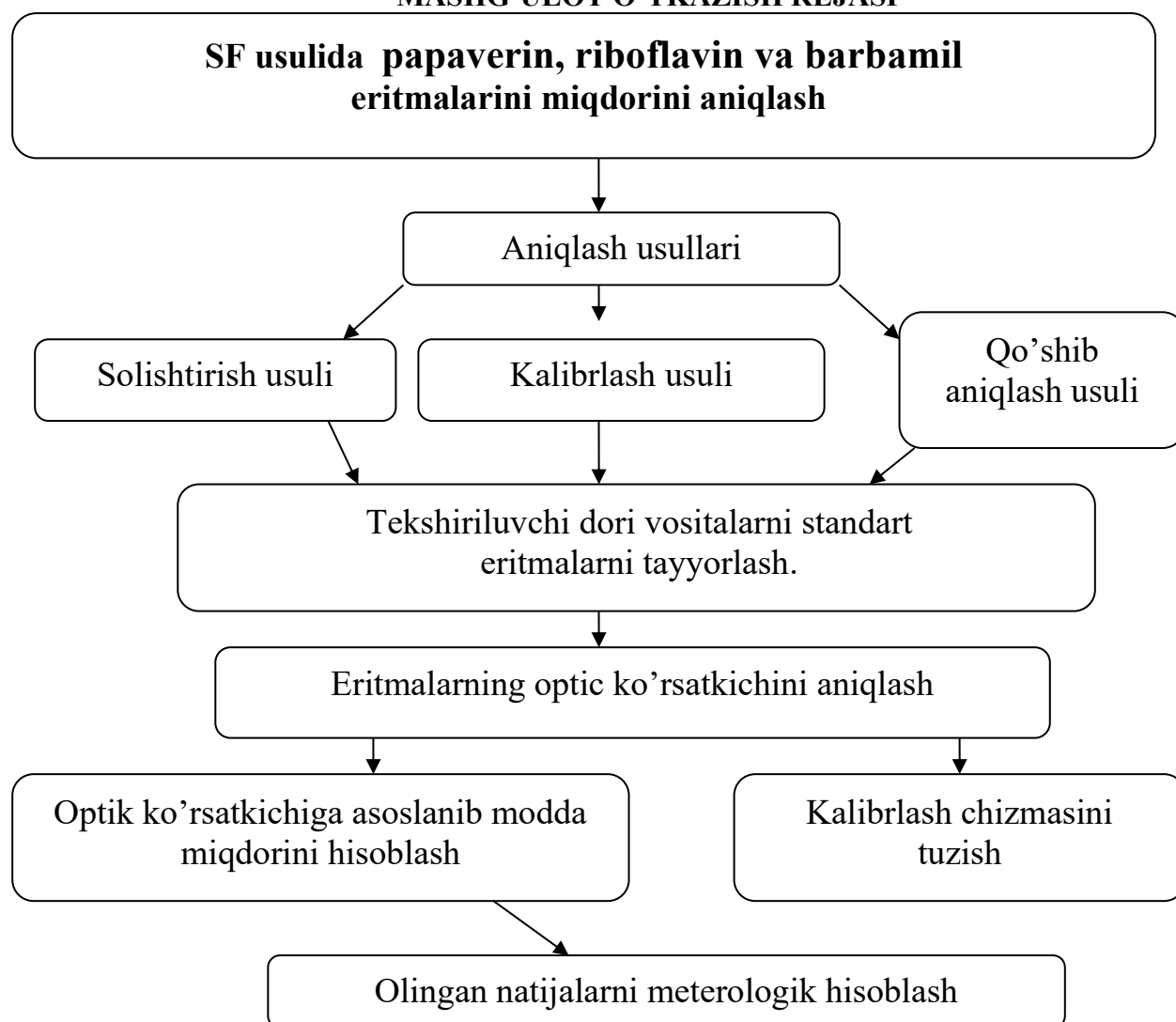
Spektrofotometrik tahlillarda asosan quyidagi usullardan foydalaniladi.

1. Solishtirish usuli,
2. Absolyut Kalibrlash (chizma grafigi) usuli,
3. Qo'shish usuli, qo'shib aniqlash usuli

Talabalar tekshiriluvchi namunalar olishadi: papaverin, riboflavin va barbamil eritmalarini.

Spektrofotometr yordamida tekshiriluvchi eritmalar optik ko'rsatkichlarini o'lchaydilar. Papaverin uchun 310 nm , riboflavin uchun 267 nm va barbamil uchun 240 nm to'lqin uzunliklarida tekshirish olib boriladi.

MASHG'ULOT O'TKAZISH REJASI



Amaliy mashg'ulotni o'tkazish uchun uslubiy qo'llanma

Ushbu amaliy mashg'ulot dori shakllari tarkibidan papaverin, riboflavin va barbamilni spektrofotometrik usulda aniqlashga asoslangan (tabletkalar, in'eksion eritmalar).

Qandaydir moddani spektrofotometrik usulda miqdorini aniqlash uchun shu moddaning eritmalarini izlanuvchi konsentratsiya chegaralarida Buger - Lambert - Ber qonuniga bo'ysungan holdagina qo'llash mumkin. Bu savolga javob berish uchun ma'lum konsentratsiyadagi modda saqlagan qator standart

eritmalar tayyorlanadi va xar biri uchun optik ko'rsatkichi (D) kattaligi aniqlanadi. O'lchash eritmaning nur yutishi maksimal bo'lgan spektr sohasida olib boriladi.

So'ngra olingan ma'lumotlarga asoslanib, hamda tekshiriluvchi moddaning optik ko'rsatkichi kattaligi bo'yicha modda miqdori hisoblanadi.

UB-spektrni chizish uchun o'lchash natijalari. Papaverin gidrokslorid 1 ml eritmada 0,00004 g saqlanadi.

To'lqin uzunligi λ	Optik ko'rsatkichi D
265	0,55
267	0,48
279	0,46
274	0,50
280	0,54
284	0,57
290	0,54
295	0,58
300	0,65
305	0,71
310	0,73
315	0,68
320	0,63
330	0,58
340	0,49
350	0,25
370	0,05

Papaverin gidroksloridning maksimum nur yutilishi 310 nm da solishtirma nur yutish ko'rsatkichini hisoblash kerak. Hisoblash quyidagi formula bo'yicha olib boriladi:

$$E_{lcm}^{1\%} = \frac{D}{C \cdot l}$$

Bu erda S- tekshiriluvchi modda konsentratsiyasi, (100 ml da g miqdorda);

l - qatlam qalinligi, sm;

D – tekshiriluvchi eritmaning optik ko'rsatkichi;

Nur yutilishining molyar koeffitsientini solishtirma nur yutish koeffitsienti bo'yicha quyidagi formuladan foydalanib hisoblash mumkin:

$$\epsilon = E_{lcm}^{1\%} \cdot \frac{M}{10}$$

Bu erda $E_{lcm}^{1\%}$ – solishtirma nur yutish koeffitsienti;
M – tekshiriluvchi modda molyar massasi.

Papaverin gidroksloridning solishtirma nur yutish ko'rsatkichini aniqlash jadvali

A eritma olingan, ml	Suyultirish hajmi, ml	Konsentratsiya g/100 ml	310 nm. dagi optik ko'rsatkichi	$E_{lcm}^{1\%}$
5	200	0,0005	0,105	210,0

5	100	0,0010	0,211	211,0
15	200	0,0015	0,317	211,3
10	100	0,0020	0,422	211,0
25	200	0,0025	0,528	211,2
15	100	0,0030	0,633	211,0
35	200	0,0035	0,743	211,2

Riboflavinni miqdoriy aniqlash

0,06 g preparatni (a.t.) 1000 ml hajmli o'lchov kolbasida 2 ml sirka kislota(muz.) va 500 ml suv aralashmasida suv xammomida qizdirib eritiladi. Eritma sovutilib va uning hajmi belgisigacha suv bilan etkaziladi.

Bu eritmaning 10 ml ni 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga o'tkaziladi, ustiga 0,1 mol natriy atsetat eritmasidan 3,5 ml qo'shiladi va eritmaning hajmini belgisigacha suv bilan keltiriladi. Olingan eritmaning optik ko'rsatkichi spektrofotometrda 1 sm qatlam qalinligiga ega bo'lgan kyuvetada 267 nm da o'lchanadi.

$$X = \frac{D \cdot 1000}{A \cdot 850}$$

Bu erda **D** – tekshiriluvchi eritma optik ko'rsatkich;

A – modda gramm miqdori;

850 – toza riboflavinning 267 nm to'lqin uzunlikdagi solishtirma nur yutish ko'rsatkichi ($E_{1\%}^{1cm}$).

Preparatdagi riboflavinning quruq moddaga nisbatan miqdori 98,0-102,0% bo'lishi kerak.

Barbamilni spektrofotometrik usulda aniqlash

Natriy tetraboratning to'yingan eritmasi va 0,3n ishqor eritmasidan tashkil topgan aralashmada (3:1) barbamil eritmasi tayyorlanadi. Spektrofotometr yordamida 240 nm da tekshiriluvchi barbamil eritmalarining optik ko'rsatkichlari o'lchanadi. Tekshiriluvchi eritmalar konsentratsiyasi solishtirma nur yutish koeffitsienti va kalibrlash chizmasi orqali hisoblanadi. Tekshirish uchun 3 ta parallel tajriba qilinadi.

Kalibrlash chizmasini chizish. Kalibrlash chizmasini chizish uchun natriy tetraboratning to'yingan eritmasi va 0,3n ishqor eritmasidan tashkil topgan aralashmada (3:1) barbamilning standart eritmasi (1 ml da – 1mg) tayyorlanadi. Standart eritmadan yuqorida ko'rsatilgan aralashma bilan suyultirish orqali past konsentratsiyadagi eritmalar olinadi (0,2; 0,4; 0,5; 0,6; 0,8; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 va 4,0 mg -100 ml da). So'ngra xar bir eritmaning optik ko'rsatkichini 240 nm to'lqin uzunligida o'lchanadi. Natijalarni talabalar o'z kundaliklariga jadval ko'rinishida yozib oladilar.

Barbamil eritmalarining optik ko'rsatkichini konsentratsiyaga bog'liqligi

Barbamilning miqdori (mg - 100 ml da)	Optik ko'rsatkich		
	D₁	D₂	D₃
0,2	0,071	0,074	0,073
0,4	0,168	0,160	0,153
0,5	0,195	0,197	0,195
0,6	0,235	0,235	0,236
0,6	0,316	0,316	0,315

1,0	0,390	0,290	0,392
1,5	0,590	0,592	0,590
2,0	0,780	0,780	0,782
2,5	0,980	0,980	0,978
3,0	1,175	1,178	1,175
4,0	1,600	0,615	0,610

Olingan natijalar bo'yicha kalibrlash grafigi chiziladi. Absiss o'qiga barbamil eritmalarining konsentratsiyasi va ordinata o'qiga optik ko'rsatkichi qo'yiladi.

NAZORAT SAVOLLARI:

1. Rangsiz eritmalarini spektrofotometrik aniqlashning o'ziga xosligi.
2. Monoxromatik nur nima?
3. Spektrofotometrik usul tahlilining FEK dan afzalligi.
4. To'lqin uzunligi nima? UB- va IQ- spektrlar sohalarida u qanday birliklarda belgilanadi?
5. Xromofor nima? Auksoxromlarchi?
6. Tekshiriluvchi moddalar konsentratsiyasini hisoblash formulasi.
7. Kalibrlashdagi egrilik va kalibrlash chizmasi nima?
8. Tekshiriluvchi moddalar eritmalaridagi nur yutilishining Buger-Lambert-Ber qonuniga bo'ysinuvchi konsentratsiya chegaralari qanday aniqlanadi?

«BUMERANG» TRENINGI

Talabalar bir nechta kichik guruhlariga bo'linadi va vazifa yozilgan materiallar tarqatiladi, har bitta guruh o'z fikrlarini bayon qiladi hamda guruhlar orasida savol javob ketadi.

I – guruh vazifasi

SF usulida papaverina gidroksloridni miqdoriy tahlili.
Preparat haqida qisqacha ma'lumot.

II – guruh vazifasi

SF usulida riboflavinni miqdoriy tahlili.
Riboflavin haqida ma'lumot.

III – guruh vazifasi

SF usulida barbamilni tahlili.
Barbamil haqida ma'lumot.

Talabalar dori vositalari eritmalarining optik ko'rsatkichini xar xil to'lqin uzunligida mustaqil ravishda aniqlashlari kerak. Shunga ko'ra, olingan ko'rsatkichlar asosida nur yutish spektri tuzib, so'ngra o'ziga xos to'lqin uzunligini borligini (λ) aniqlab va uni adabiyotlarda keltirilgan ma'lumotlar bilan solishtirishlari kerak.

Talabalarni ba'zi dori vositalarining nur yutish spektri bo'yicha aniqlash usuli bilan tanishtirish.

4. novokain
5. atsetazolamid
6. furosemid

8-LABORATORIYA MASHG'ULOTI. INFRAQIZIL SPEKTROSKOPIYA USULIDA DORI VOSITASINI TAHLILINI AMALGA OSHIRISH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

- 1) Infraqizil spektroskopiya usuli, nazariy asoslari va zaharli moddalar tahlilida qo'llash.
- 2) Infraqizil spektroskoplar va ularning tuzilishi

3) IQ-spektroskopiya usulida dori vositasini tahlilini amalga oshirish

Mashg'ulot maqsadi: Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni IQ - spektroskopiya usuli dori moddalar tahlilida qo'llashni o'rganish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

IQ - spektrometrning tuzilishi va spektrlar olish sharoitlari bilan usullari bilan tanishtirish. IQ - spektroskopiya usuli va unda qo'llaniladigan qurilmalarning tuzilishi va ishlash xususiyatlari, spektrlar olish sharoitlari bilan tanishtirish. Ayrim funksional guruxlar spektrlari xarakteristikasi. IQ - spektral tahlil usulini dori moddalar tahlilida qo'llashni o'rganish.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Infraqizil spektroskop, filtr qog'ozi, varonka, reaktivlar, probirkalar, ko'rgazmali materiallar, skotch, qog'oz

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

IQ- spektroskopiyaning qo'llanilishi

1. Moddalarni sifatini aniqlash uchun.

Masalan: sintezlangan moddani, aniq namuna bilan solishtirish orqali aniqlash.

2. Aniqlanuvchi modda funksional guruxlari bergan spektr chastota xarakteristikalariga asoslanib, modda molekulasini tuzilishini aniqlash.

3. Intensivlikning konsentratsiyasiga bog'liqlik chizmasiga asoslanib, farmatsevtik dori vositalari miqdorini aniqlash.

4. Moddalar tarkibidagi atom va molekularning o'zaro ta'sirlarini (vodorod bog'lanish, kordinatsion bog'lanish kabilarni) o'rganish.

IK-spektroskopiya moddalarni vaqt birligida molekuladagi inersiyasi aniqlanadi. Moddalar atomlari massasini bilgan holda va atomlar oraliq masofalarini va ularning o'zaro bog'lanish burchaklarini aniqlash imkonini beradi.

Moddalarni IK-spektrini aniqlashda IK-spektroskoplardan foydalaniladi. Olingan spektr natijalariga asoslanib modda molekulasidan funksional guruxlar tebranishlar turlari va bog'lanishlar aniqlaniladi, xamda modda strukturasi belgilanadi. Olingan spektr tahlili ma'lum qoida bilan bajarilmasdan, balki gaz suyuqlik xromatografiya, mass-spektroskopiya vaYAMR spektrlari kabi qo'shimcha informatsiyalarga asoslanib bajariladi.

Masalan: spirtlarni IK-spektr chizmasida asosiy xarakterli spektr 3700-sm ga teng bo'lib, bu spirtlardagi -ON guruxiga mos keladi.

Undan tashqari 3350-sm vodorod va kislorod orasidagi bog'lanish spektri, $1200\text{-}1000\text{-sm}$ oraliqda uglerod va kislorod oraliq bog'lanish (-S-O) spektrlari nomoyon bo'ladi.

Spektral xarakteristikalar 10% dan ortiq qiymat ko'rsatkichlari bo'yicha quyidagi oraliqlarda funksional guruxlar tekshiriladi.

$3600\text{-}3100\text{-sm}$

$3100\text{-}2800\text{-sm}$

$2800\text{-}1800\text{-sm}$

$1800\text{-}1400\text{-sm}$

So'ng 10% dan kam oraliq ko'rsatkichlari, bunda S-N, -S=S-, S_6N_5O - kabi bog'lanishlar belgilanadi.

Spektr ko'rsatkich qiymati 1400-sm kam qismidagi spektrlarni " barmoq izi" belgilari (otpechatki palsev) deb yuritiladi, xamda ma'lum jadval yordamida qanday gruppaga yoki bog'ga taalluqli ekani aniqlanadi.

Spektr ko'rsatkichi $3600\text{-}3100\text{-sm}$ oraliq'ida bo'lsa, NH_2OH guruxi borligidan dalolat beradi.

Tebranish to'liq uzunligi $3100\text{-}2800\text{-sm}$, qo'shimcha $1650\text{-}1400\text{-sm}$ oraliqlarda spektr chiziqlar hosil qilsa -S-S- bog'laridan va ularning joylanish holatlaridan dalolat beradi.

$2800\text{-}1800\text{-sm}$ oraliq'idagi spektrlar -S=S, hamda -S=N- bog'lanishlariga yana karbon kislotasi va uni hosilalariga (ammoniyli tuzlar) aminokislotalar hamda alkanlarga xos bo'-

ladi.

1800-1400sm oraliqdagi hosil bo'lgan spektrlar esa benzol xalqasi, karbonil va karboksil guruxlari, anhidridlar, nitro va nitroza guruxlar, -S=S- qo'sh bog'lar tebranishlari, -S-N- orasidagi deformatsion tebranishlar haqida ma'lumot beradi.

Moddalarni IK-spektrlari bo'yicha aniqlanganda qo'llanilgan erituvchilarning kimyoviy xususiyatlari, eritmaning fizik xususiyatiga, konsentratsiyaga va xaroratga bog'liq bo'lishini e'tiborda saqlash kerak. Bunday ko'rsatkich qiymatlarini o'zgarishi spektr chastotalarining o'zgarishiga sababchi bo'ladi.

Assotsiatsiya, dissotsiatsiya, salvotatsiya hamda ichki steriokimyoviy o'zgarishlar moddaning elektrik o'zgarishlariga sabab bo'ladi va spektrlarda 50^{sm-1} gacha o'zgarishlar namoyon bo'ladi.

SHuning uchun hamma vaqt olingan IK-spektrlar standart modda spektrlari bilan solishtiriladi va xulosa chiqariladi.

Ba'zi organik moddalar sinflarini spektral xarakteristikasi.

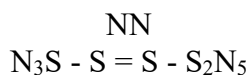
Spirtlar-bug' holida bo'lsa, 3700sm da eritmada bo'lsa, 3350sm da spektr hosil qiladi. Bunday o'zgarish eritmada vodorod bog'lari hosil bo'lishi bilan tushuntiriladi.

Spirtlar spektrida 1200-1000sm oraliqda qo'shimcha chiziqlar bo'lib bular -S-O- (uglerod-kislorod) ta'sirini belgilaydi.

1400-1250sm qismida esa S-ON defarmatsion tebranish spektri bo'ladi.

Alkanlar - to'yingan uglevodorodlar spektri odatda 3000-2850sm orasida namoyon bo'ladi, bular molekuladagi S-N valent bog'lanish tebranishlarini bildiradi. Valent bog'lanishda ikkita atom oraliq masofalari o'zgaradi. Alkanlardan metil-SN₃ gruppalari 1470-1400sm da spektr namoyon qiladi.

Alkenlar - to'yinmagan uglevodorodlar odatda -S=S- ugleroduglerod qo'sh bog'lar va ularga yondosh guruxlar hosil qilgan spektrlari bilan xarakterlanadi.



yondosh yondosh

-S=S- bog'i 1650sm da spektr hosil qiladi, bundan tashqari -S-N o'rtasida bog' 3100sm -1420sm, 91.5sm oraliqlar da spektrlar hosil qiladi.

Aldegidlar - formaldegid 1745sm asosiy spektr namoyon qiladi, boshqa aldegid guruxlari uchun esa bu spektr 1740 -

1720sm oralig'ida siljishi mumkin. Bularga qo'shimcha 1830sm oraliqda yondosh spektr hosil bo'ladi.

Ketonlarda -S=O karbonil guruxi uchun eritmalarda 1725sm -1705sm oralig'ida spektr namoyon bo'ladi.

Karbon kislotalardagi -S=O guruxi 1720-1700sm orasida keng spektr chizig'i beradi. Karbon kislotalarda -ON guruxi assotsiyanishi natijasida 3000sm qismida keng spektr hosil qiladi. Karbon kislotalar tuzlari spektri 1610sm va 1400 -1300sm qismlarda namoyon bo'ladi. Bular odatda simmetrik va antisimmetrik -S=O guruxlar orasidagi tebranishlariga xos bo'ladi.

IQ-spektrometrik usulda ishlatiladigan spektrometrlar va ularning tuzilishi

IQ-spektrometrik usulda ishlatiladigan spektrofotometrlar nurning ko'zga ko'rinadigan va ultrabinafsha sohalaridagi yutilishni qayd etadigan spektrofotometrlardan nur manbai, qo'llanilgan optik jihozlar va detektor turi bilangina farqlanib, ular 4000-678 sm-1 tebranish chastotasidagi spektrni bera oladi (rasm 1).

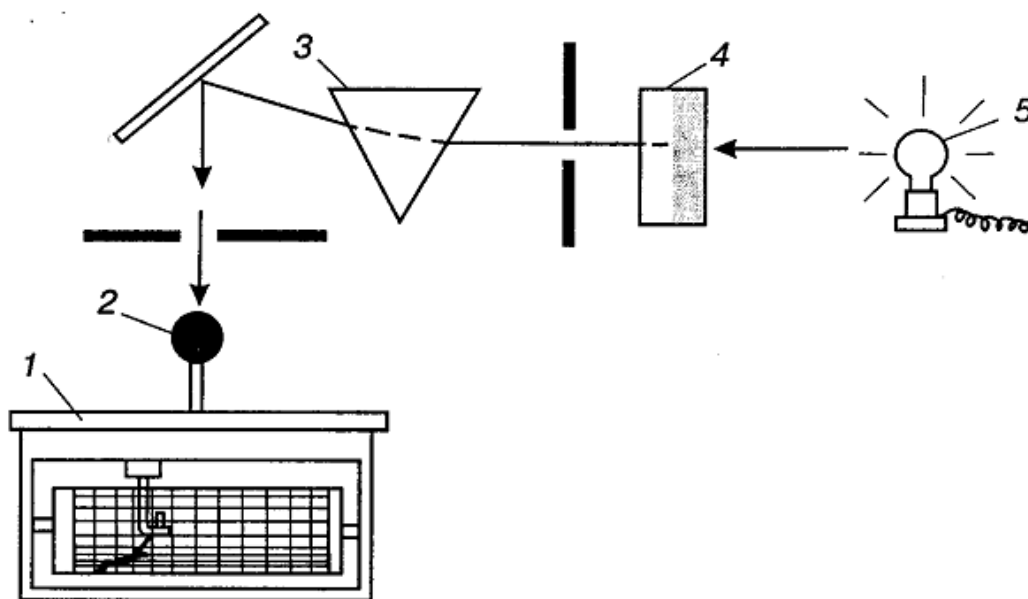
To'lqin uzunligi shkalasini kalibrlash polistirol plenkasi spektrini o'lchash orqali amalga oshiriladi..

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-rasm. IQ-spektrometr tuzilishi: 1-yozuvchi qurilma, 2-detektor, 3-natriy xloriddan iborat prizma, 4-tekshiriluvchi prizma, 4-tekshiriluvchi modda, 5-infra qizil nur manbai

Infraqizil spektroskopiya usulida dori vositasini tahlil bosqichlari

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 namlikning bo'lmashligi IQ-spektr olishning muhim omillaridan biri hisoblanadi.

Namuna agat havonchada maydalanib, hosil bo'lgan kukun IQ-nurni o'tkazuvchi muhitga joylashtiriladi.

Kaliy bromid $4000-400\text{cm}^{-1}$ 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 maxsus dasturiga ko'ra kompyuterlarda bajarilmoqda.

Uskuna to'g'ri ishlashi uchun tebranmaydigan mustahkam yuzaga 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 xaftada almashtirib turiladi.

3. Deyarli barcha zamonaviy farmakopeyalarga dori vositalari chinligini 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 plenksi standart spektri bilan solishtirilib topiladi.

Solishtirish uchun standart namuna yoki spektrlar atlas bo'lmagan holda MTXda dori moddasining IQ-spektri va modda spektrini olish shartlari keltiriladi.

Ba'zi bir funksional guruhlarning IQ-spektrdagi yutilish yo'llari chastotasi

Guruh	CHastota, sm^{-1} (intensivlik)
O-N	3650-3200 (almashinuvchi)
N-H	3500-2900 (o'rtacha)
C-H	3300-2700 (kuchli-o'rtacha)
N-H	2550 atrofi (o'rtacha kuchsiz)
C-C	2200 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-spektrdagi 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	3sm^{-1}

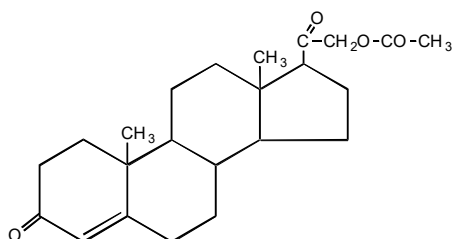
2870 sm^{-1} dagi minimum va 2851 sm^{-1} dagi maksimum orasidagi nurning o'tish farqi foizlarda 18 dan, 1589 sm^{-1} dagi minimum va 1583 sm^{-1} dagi maksimum orasidagi farq esa 12 dan katta bo'lishi kerak.

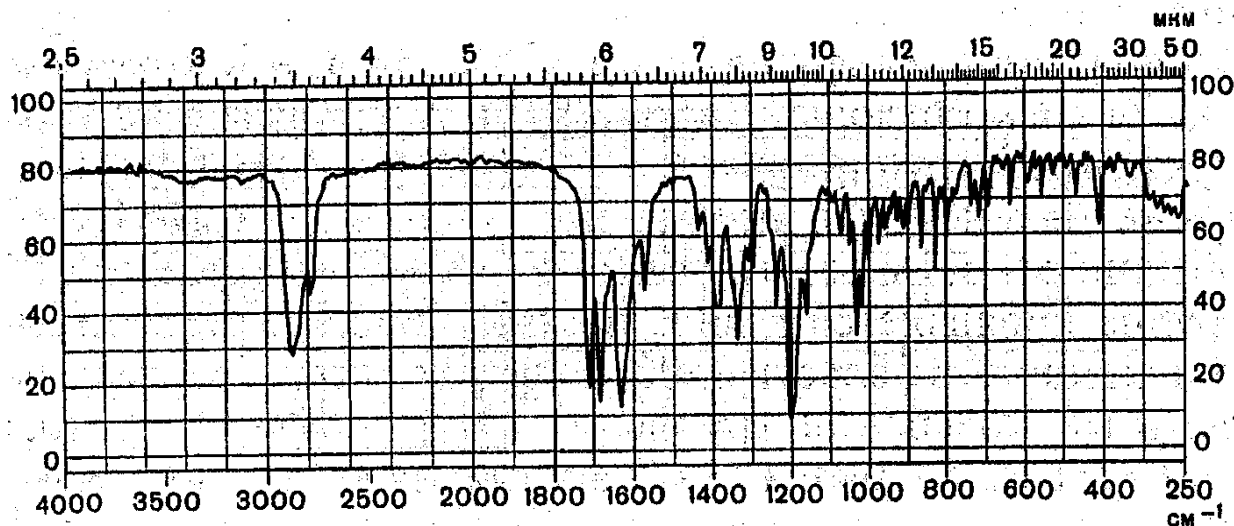
Polistirolning ma'lum to'lqin uzunligidagi yutilish yo'li uning nazariy qiymati holatidan siljigan bo'lsa, bu tekshiriluvchi modda IQ-spektrini o'rganishda e'tiborga olinadi.

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'yingan uglevodorodlardan tarkib topgan. Spektrda S-N valent tebranishining: 2950, 2920 va 2850 sm^{-1} , hamda S-N deformatsion tebranishining: 1460, 1375 sm^{-1} , 722 sm^{-1} da kuchsiz yutilish yo'li qayd etiladi.

Dezoksikortikosteron atsetat (DOKSA) IQ-spektrini o'rganish

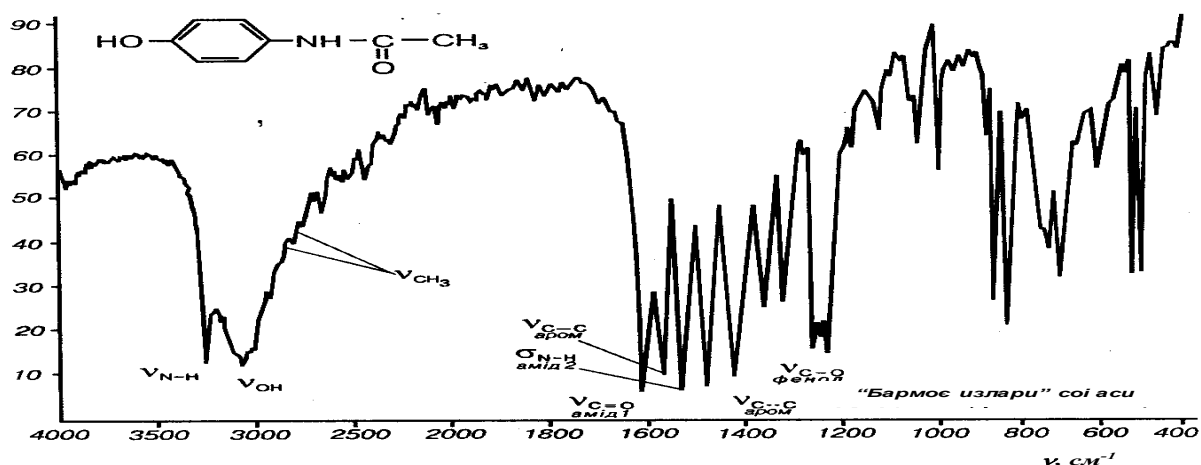
Dezoksikortikosteronning vazelin moyi bilan pasta holidagi IQ-spektri olinib, DOKSA ni rasmda berilgan spektri bilan solishtiriladi.



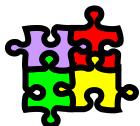


Rasm . Dezoksikortikosteron atsetatning IQ-spektri

1605 cm^{-1} da steroid xalqaning 4-holatidagi $\text{C}=\text{C}$ guruh valent tebranishlaridan hosil bo'lgan o'rtacha intensivlikdagi yutilish yo'li, 1656 cm^{-1} da uchinchi holatdagi karbonil guruhi, 1684 cm^{-1} da 20 holatdagi karbonil guruhi, 1733 cm^{-1} da atsetil guruhidagi karbonil, 1231 cm^{-1} oddiy efirlarga xos bo'lgan yutilish yo'li kuzatilib, dezoksikortikosteronning 21-uglerod atomidagi gidroksil guruhiga xos bo'lgan 3480 cm^{-1} dagi yutilish yo'li kuzatilmaydi.



Rasm . Paratsetamolning kaliy bromid tabletkasida olingan infraqizil spektri



« BILAMAN * BILISHNI XOHLAYMAN *. BILIB OLDIM »
TRENINGI

“BILAMAN * BILISHNI XOHLAYMAN * BILIB OLDIM” treyningi bo'yicha yakka tartibda mavzuni o'zlashtirish jarayonida quyidagi jadvalni to'ldiring*:

MAVZUNING AHAMIYATI		
BILAMAN	BILISHNI XOHLAYMAN	BILIB OLDIM

--	--	--

* “BILAMAN * BILISHNI XOHLAYMAN * BILIB OLDIM” treyningi muayyan mavzular bo'yicha olgan bilim darajasini baholashga yordam beradi. Usuldan foydalanish quyidagi bosqichlarda amlaga oshiriladi: olgan bilimi bo'yicha tushunchaga egalik darajasi aniqlanadi; mavzu bo'yicha bilimlarni boyitishga bo'lgan ehtiyoji o'rganiladi; talaba olgan bilimi bo'yicha o'z fikr-mulohazalarini bildiradi va o'zi xulosa chiqaradi.

NAZORAT SAVOLLARI:

1. IQ-spektroskopiya tahlil usuli haqida ma'lumot bering.
2. IQ-spektroskopining tarkibiy qismlari va ularning funksiyalari haqida ma'lumot bering.
3. IQ-spektroskopiya usulida dori moddalarining konsentratsiyasi qanday topiladi.
4. IQ-spektroskopiya usul bilan eritma muhitini aniqlash tartibi qanday?
5. IQ-spektroskopiya usulda dori moddalar chinligi qanday aniqlanadi?

9- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. Fluorimetrik usulni dori vositalari tahlilida qo'llanilishi

Tayanch so'z va iboralar: *Lyuminissensiya, katodolyuminissensiya, fotolyuminissensiya, rentgenolyuminissensiya, radiolyuminissensiya, ionolyuminissensiya, elektrolyuminissensiya*

Tahlilning lyuminessent usuli

Nazariy asoslari. Bir xil tur moddalar xona haroratida qizdirilmasa ham o'zlaridan yorug'lik tarqatadilar. Bu xodisa sovuq nur sochish yoki **lyuminessensiya** deb ataladi. **Lyuminessensiya** lotincha *lumen* — nur va -escent — kuchsiz ta'sir ma'nolarini anglatadi. Atomlar va molekulalarning yorug'lik energiyasini yutish xususiyatiga ko'ra, ular yorug'lik energiyasini o'zlarida yig'adilar. Bu atomning qo'zg'alishiga sabab bo'ladi. Qo'zg'algan atom yoki molekulalar o'zlarining ortiqcha energiyalarini yoki shu energiyaning bir qismini yorug'lik ko'rinishida nurlantirishlari mumkin. Ortiqcha energiyaning boshqa qismi moddadagi elektronlarni uzishga - moddani ionlashtirishga, fotokimyoviy reaksiyalarga, moddani qizdirishga sarflanishi mumkin. Lyuminessent nurlanish yorug'lik ta'siri to'xtagandan keyin nisbatan uzoq vaqt davom etishi mumkin. Nurlanish davomiyligi turli lyuminessent moddalar uchun turlichadir: soniyaning milliardlar ulushidan (alohida atom va molekulalar uchun) to soatlar va hattoki bir necha sutkagacha (kristallofosforlar uchun) davom etishi mumkin.

Lyuminessent tahlil usuli jarayon holatidan kelib chiqib, qo'yidagicha sinflanadi.

I. Nurlanuvchi modda tabiatiga qarab:

- a) atomlar lyuminessensiyasi
- b) molekulalar lyuminessensiyasi
- v) qattiq jism lyuminessensiyasi

II. Lyuminessensiya jarayoni tabiatiga qarab:

- a) fluoressensiya
- b) sekinlashgan fluoressensiya
- v) fosforenressensiya

III. Qo'zg'alish energiyasi manbaiga qarab:

1. **Fotolyuminessensiya (fluoressensiya)** - yorug'lik yoki nurlanish energiyasini yutilishi natijasida hosil bo'ladigan nurlanish.

2. **Katodolyuminessensiya** – yuqori tezlikda harakatlanayotgan elektronlar, bombardimoni natijasida hosil bo'ladigan nurlanish.

3. **Rentgenolyuminessensiya**

4. **Radiolyuminessensiya**

5. **Ionolyuminessensiya**

6. **Alfa-lyuminessensiya**

7. **Elektrolyuminessensiya**

3. **Xemilyuminessensiya** - kimyoviy jarayonlar natijasida hosil bo'ladigan nurlanish.

4. **Tribolyuminessensiya** - ishqalanish natijasida hosil bo'ladigan lyuminessensiya nurlanishi.

Lyuminessensiya turlari qo'zg'alish energiyasi xarakteri, nurlanish davomiyligi va lyuminessensiyalovchi moddaning kimyoviy xususiyatlari bilan aniqlanadi.

Barcha lyuminessensiyalanuvchi moddalar umumiy *lyuminiforlar* nomi bilan ataladi. **Lyuminofo**r lotincha **lumen** — nur va grekcha **phoros** — tashuvchi ma'nosini anglatadi. Qo'zg'alishiga qarab ular fotolyuminofoforlar, rentgenolyuminofoforlar, radiolyuminofoforlar, katodolyuminofoforlar, elektrolyuminofoforlarga farqlanadi. Ayrim **lyuminofoforlarni aralash turi ham uchraydi** (M, ZnS·Cu foto-, katodo- i elektrolyuminofoforom hisoblanadi). Odatda *neorganik nurlanuvchi moddalar lyuminiforlar deb, organik nurlanuvchi moddalar esa organolyuminofoforlar deb ataladi.*

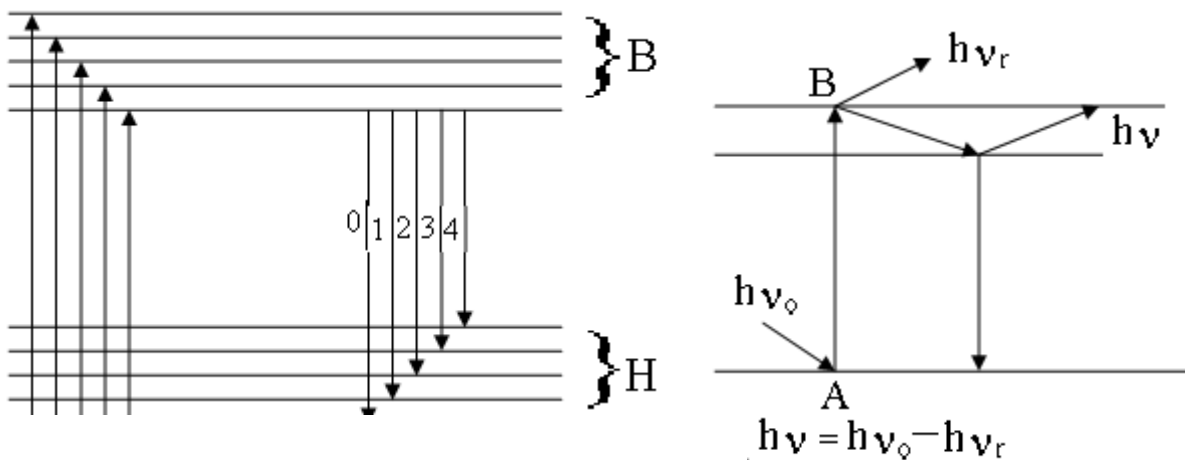
Agar fluoressensiya hosil bo'lishida kristallar ishtirok etsa, bu tur nurlanish **kristallofosfor nurlanish** deb ataladi.

Lyuminofoforlarni tahlil uchun ishlatilishi ko'p qirralidir. Lyuminessensiya rangiga qarab turli moddalarni aniqlash mumkin (sifat tahlil), buni tog' jinslarni tarkiblarga ajratishda, shisha, surtma moylar sifatini aniqlashda, ifloslanishni aniqlashda, tibbiyotda, qishloq xo'jaligida ishlatiladi. Masalan, sifati yaxshi va buzilayotgan don o'zidan turlicha nurlanish chiqaradi. Ko'pgina organik preparatlarni ham bir-biridan ajratish mumkin.

Lyuminessent mikroskopiyaning metal quymalarida defektlarni aniqlash uchun ishlatiladi. Detal yuzasiga lyuminessensiyalanuvchi mineral moy suriladi. Bu moy detal yorig'larida o'rnatilib mineral moyning detal yuzasidan olib tashlaganda ham darzlarda orasida saqlanib qoladi va lyuminessensiyalanadi.

Lyuminessensiyaning hosil bo'lishi.

Analitik tajribada tahlil qilinayotgan eritmalar va kristallofosforlarni ultrabinafsha yorug'likda nurlanishi - fluoressensiya moddalar tahlilida keng qo'llaniladi. Oddiy ko'rinishda lyuminessensiyani uyg'onishi va nur sochishni quyidagi sxema chizma **holida** ko'rsatish mumkin, bu erda N - 0, 1, 2, 3, 4 tebranuvchi kichik qavatlariga ega bo'lgan atom asosiy holati (normal darajasi) V- 0,1, 2, 3, 4 tebranuvchi kichik qavatlariga mos kelgan atomning uyg'onish (darajasi) holati.



Yuqoriga yo'nalgan o'qlar elektronlarni yorug'lik kvantini yutganida yoki nurlangandagi o'tish yo'nalishini ko'rsatadi, o'qlar uzunligi to'liqin chastotasiga to'g'ri proporsional yoki to'liqin uzunligiga teskari proporsional.

N qavatdan V_0, V_1, V_2, V_3 va V_4 qavatlariga o'tish yorug'lik absorbsiyasi (yutilishi) natijasida ro'y beradi. So'ngra $10^{-9} - 10^{-8}$ soniya vaqt davomida elektronlar tebranishi kichik qavatlarida qayta taqsimlanib,

elektronlarning ehtimolligi katta bo'lgan V_0 qavatdan N_0, N_1, N_2, N_3 va N_4 kichik qavatlariga o'tishi natijasida yorug'lik kvantlarining nurlanishi ro'y beradi.

Fluoressensiya spektrining to'liq uzunligi yutilish spektriga nisbatan kattaroqdir. Elektronlarning normal qavatdan uyg'ongan qavatga va teskari qaytib o'z qavatiga o'tishi boshqa kichik qavatlarida ham amalga oshishi mumkin. Natijada yutilish spektriga nisbatan uzunroq to'liqlar tomoniga surilgan keng strukturasiiz flyuoressensiya spektri hosil bo'ladi.

Stoks - Lommel qonuni – fluoressensiyalanish nuri spektrini maksimumi tushayotgan nur spektri maksimumiga nisbatan doimo uzun to'liqlar tomon siljigan bo'ladi.

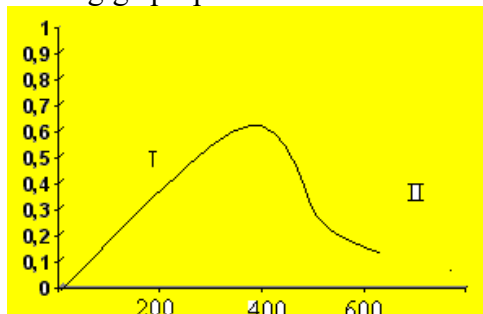
Ultra-binafsha nurlanishni yutib, fluoressensiyalanadigan moddalar turli rangda fluoressensiyalanishi, mumkin. Masalan: ko'k yorug'lik bilan uyg'onadigan moddalar och binafsha rang taratmasdan balki, yashil-sariq qizil, ya'ni spektrning uzun to'liq qismida joylashgan yorug'lik taratishi mumkin. YUtilish spektrining maksimumi va lyuminessensiya spektrining maksimumi orasidagi masofa farqi **Stoks siljishi** deb ataladi. Stoks siljishi qancha katta bo'lsa, lyuminessent usuli bilan moddalarni aniqlash ishonchliligi shuncha katta bo'ladi.

Nurlanish va yutilish spektrlari ko'p moddalar qatori uchun bir-biriga aks o'xshashdir (Levshin qoidasi). Lekin, yutilish va nurlanish spektrlarining aks simmetriyasi murakkab molekulalarda ayon bo'lib, oddiy molekulalarda ko'rinmaydi. Lyuminessensiya uyg'otuvchi yorug'lik intensivligi va lyuminessensiyon nurlanish intensivligi orasida aloqa bor. Lyuminessensiyadagi uyg'otuvchi energiyani lyuminessensiya nurlanishiga o'tish qiymati V_e energetik chiqish bilan xarakterlanadi. V_e - qiymati E_l lyuminessensiya nurlanish energiyasining E_v yutilgan nurni uyg'onish energiyasi nisbatiga tengdir.

$$V_e = \frac{E_l}{E_v} \quad (1)$$

V_e modda uchun qancha katta bo'lsa, analitik uslubning sezgirligi shuncha katta bo'ladi.

S.I.Vavilov lyuminessensiyaning energetik chiqishini uyg'otuvchi yorug'likning to'liq uzunligiga bog'liqligini aniqlagan. Bu bog'lanish grafik ko'rinishga ega va quyidagicha ta'riflanadi: lyuminessensiyani spektrining qisqa to'liqli qismida uyg'otilganda energetik chiqish kattaligi uyg'otuvchi yorug'likning to'liq uzunligiga proporsional oshadi.



Yorug'lik to'liq uzunligining ma'lum bir spektral oraliqda oshishida chiqish doimiy (bir xil I) bo'ladi, nurlanish va yutilish spektrlari ustma-ust tushgan oraliqda esa keskin (II) kamayadi. Energetik chiqishning to'liq uzunligiga proporsionalligini ko'rsatuvchi chiziq bo'lagini quyidagicha tenglama bilan ifodalash mumkin.

$$V_e = a\lambda_v \quad (2)$$

$$\text{SHu vaqtda } V_e = \frac{\lambda_v}{\lambda_l} \cdot V_k \quad (3)$$

V_k – lyuminessensiyaning kvant chiqishi

(3.2) va (3.3) tenglamalarni birlashtirib va lyuminessensiya lanuvchi moddani ma'lum to'liq uzunligi nurlanishini bilgan holda quyidagi tenglamani hosil qilamiz.

$$V_k = L \cdot \lambda_l = \text{const} \quad (4)$$

Demak, lyuminessensiyaning kvant chiqishi V_k lyuministensiyani uyg'otuvchi yorug'lik to'liq uzunligining ma'lum bir qiymatgacha oshguncha doimiy bo'ladi va lyuminessensiya spektri ushbu

modda spektrining qanday bo'lagi bilan uyg'otilayotganiga bog'liq bo'lmaydi. Agar molekular uyg'otilishi katta kvant energiyasiga ega bo'lgan ultrabinafsha nurlanish orqali hosil bo'lsa, yutilgan kvant energiyasining ortiqcha qismi (nurlangan Kvant energiyasiga nisbatan) molekulararo tebranishlarga, ya'ni issiqlik energiyasiga sarf bo'ladi.

Egri chiziq bo'lagi, lyuminessensiya energetik chiqishining keskin kamayishini ko'rsatadi. Lyuminessensiya chiqishini kamayishiga olib keluvchi jarayonlar *lyuminessensiyaning so'nishi* deyiladi. U quyidagi hollarda sodir bo'ladi:

Lyuminissensiyaning so'nishi

Turli omillar ta'sirida modda chiqaradigan shulaning intensivligi kamayadi. Bunday xodisaga lyuminissensiyaning so'nishi deyiladi. Eritmalar konsentratsiyalari oshganda lyuminissensiya oldin oshadi, muayyan qiymatdan so'ng to'g'ri chiziqli oshish kuzatiladi, katta konsentratsiyalarda esa u keskin kamayadi. Bunday hol lyuminissensiyaning konsentratsion so'nishi deyiladi. Lyuminissensiya so'nish ikki turga ajraladi: lyuminissensiya so'nishining birinchi turiga hatto molekular qo'zg'atilmagan holatda bo'lganda ham uning ichki qayta guruxlanishi kiradi. Bunday **holda** lyuminissensiyaning so'nishi shulalanishining davomiyligi bilan bog'liq bo'lmasdan, u kiyoviy reaksiyalar natijasida shulalanuvchi moddaning shulalanmaydigan moddaga aylanishi bilan bog'liq. Bunda yutilish va lyuminissensiya spektrlarining o'zgarishini ko'riladi. Lyuminissensiyaning ikkinchi tur so'nishida yutilish va lyuminissensiya spektrlari o'zgarmaydi. Ikkinchi tur so'nish tashqi ta'sirlar oqibatida yangi modda hosil bo'lishi bilan yuzaga keladi. Ko'pchilik hollarda lyuminessensiya so'nishining sabablari ma'lum emas. Lyuminessensiyaning so'nishi konsentratsiyadan tashqari, harorat, rN va boshqalar ta'sir qilishi mumkin.

Konsentratsion so'nish

Lyuminessensiyaning energetik chiqishi lyuminessensiyalovchi moddaning kichik konsentratsiyalarida uning eritmadagi tarkibiga proporsionaldir va bu miqdoriy lyuminessent tahlil uchun ishlatilishi mumkin. Lekin lyuminessent modda konsentratsiyasi oshishi bilan nurlanish yorqinligi kuchaymay aksincha susayadi. Moddaning ma'lum bir konsentratsiyasida lyuminessensiyaning to'liq o'chishi kuzatiladi. SHunday qilib, turli lyuminessent moddalar uchun konsentratsion to'siq mavjud bo'lib, bu to'siqdan Yuqorida nurlanish kuzatilmaydi. Ko'pchilik lyuminessent moddalar uchun konsentratsion to'siq $1 \cdot 10^{-4}$. $1 \cdot 10^{-3}$ mol konsentratsiyalar oraligida bo'ladi.

Konsentratsiya oshishi bilan zarrachalar orasidagi o'zaro ta'sir ham osha boradi. Buning natijasida nurlanish uyg'ongan molekular ortiqcha energiyalarini boshqa molekularga uzatadi. Molekularning energetik qavatlar o'zgaradi, bu qavatlar orasida nurlanishsiz o'tishlarga sabab bo'ladi. Konsentratsion so'nish teskari xususiyatga ham egadir: eritmalar suyultirilganda nurlanishni qaytadan kuzatish mumkin.

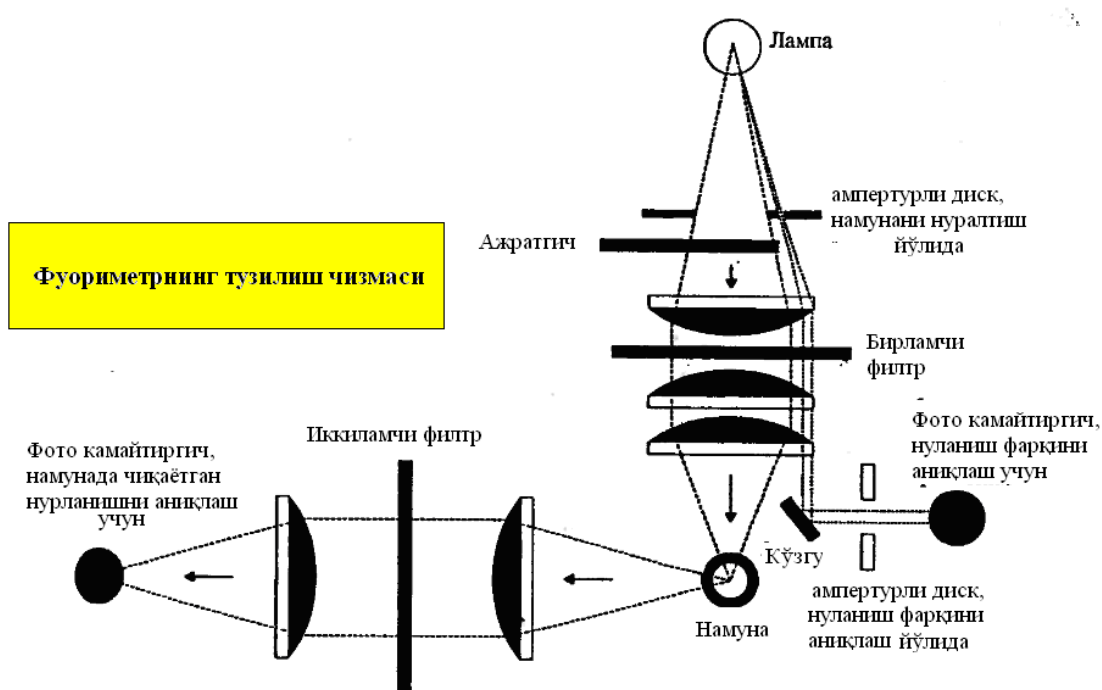
Harorat ta'sirida so'nish. Haroratning oshishi organik molekular va kristallofosforlarda kuzatiladigan lyuminessensiyaning intensivligini kamaytiradi, chunki harorat oshishi bilan erituvchining qovushqoqligi kamayadi, molekularning tebranish energiyasi ortadi, molekular orasidagi bog'lanishlar susayadi va molekula normal nurlanmagan holatga o'tishi mumkin.

Ba'zi bir organik moddalar past haroratdagi eritmalarda lyuminessensiyalanmay, muzlash harorati atrofida lyuminessensiyalanadi. Harorat o'zgarganida uyg'ongan kristallofosforning nurlanishi, elektronlarning kristall panjara orasidan o'tishlari sababli, bir necha maksimumga ega bo'ladi.

Lyuminessensiyaning qo'shimchalar ta'sirida so'nishi. Lyuminessensiyalanuvchi eritmalar ba'zi bir moddalarni qo'shilishi natijasida lyuminessensiyaning so'nishi kuzatiladi. Bunday moddalarni lyuminessensiyaning so'ndiruvchilar deyiladi. Bunday moddalarda lyuminessensiyaning so'ndirilish, ya'ni mahsulotlar hosil bo'lishi va so'ndiruvchining uyg'ongan molekulasining energiyasi uzatilishi hisobiga hosil bo'ladi. So'nish ko'p jihatdan erituvchiga bog'liq. Lyuminessensiyalanuvchi birikmalar uchun elementar yod, temir, mis, kumush ionlari aktiv so'ndiruvchi bo'ladi. Kislorodning so'ndiruvchilik xususiyati aromatik birikmalarga nisbatan kuchli namoyon bo'ladi. Azot oksidini ham so'ndirish kuchi jihatidan kislorod bilan tenglashtirish mumkin. Azot, argon va ba'zi bir boshqa inert gazlar lyuminessensiyaga ta'sir ko'rsatmaydi, balki energiyani issiqlikka o'tishini oldini oladi.

FLUORIMETRLAR VA ULARNING TUZILISHI

Analizator FLYUORAT-02-3M



Сифат люминесцент тahlili

Neorganik va organik moddalarni aniqlash uchun sifat tahlilida xususiy lyuminessensiyalanish ishlatiladi. Ultrabinafsha yorug'likda erigan holatda, neorganik birikmalardagi Fe, Sn, Sb, Rb, Vi, Zn va boshqa og'ir metallar tuzlari lyuminessensiyalanadi. Seriy guruxiga kiruvchi lantanoidlar 3 razryadli samariy, evropiy, gadoliniy, terbiy va diproziy ionlari yorqin lyuminessensiyalanadi.

Organik molekulalar ham xususiy lyuminessensiyaga ega. Masalan: vazelin moyi - och binafsha rang, parafin och moviy, kanifol och ko'k, qarag'ay mumi sariq tovlanuvchi to'q yashil, mineral moy och ko'k, tozalangan asfalt to'q yashil yoki jigar rang nur taratadi.

Ko'pgina vitaminlar, parafinlar, adrenalina va bir qator kanserogen moddalar xususiy lyuminessensiyalanish xususiyatiga egadir.

Sifat tahlilida reagentning aniqlanuvchi modda ta'sirida lyuminessensiya rangini o'zgartirishi yoki lyuminessensiyani so'ndirishda foydalanish mumkin. Ko'plab suvli eritmalarida lyuminessensiyalanmaydigan kationlar organik reagent molekulasini bilan birikma hosil qilganida lyuminessensiya nurlanishi yoki lyuminessensiyani rangi o'zgarishi kuzatiladi. Natriy ioni sinkuranilatsetat bilan yashil sariq lyuminessensiya beradi. Berilliy Morin bilan yorqin yashil rangli lyuminessensiya hosil qiladi. Ko'p kationlar 8-oksixinolin bilan o'ziga yarasha lyuminessensiyaga ega-birikma hosil qiladi.

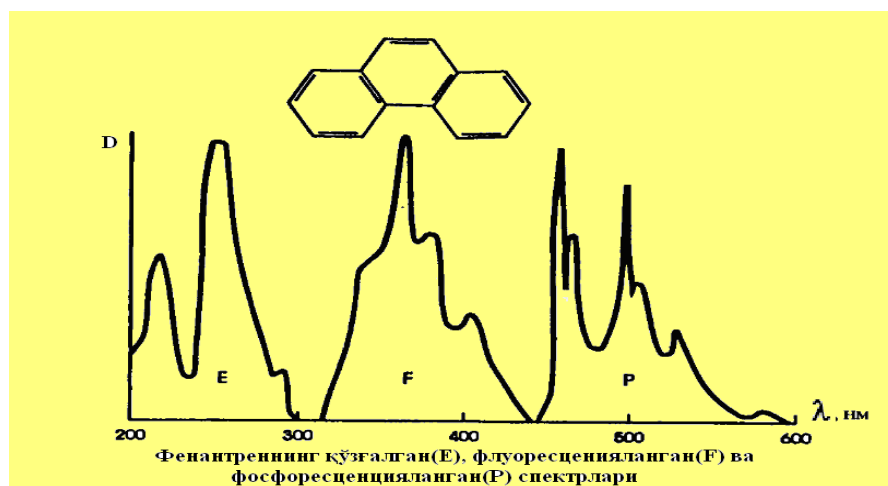
Ko'pgina moddalar kristal holatda lyuminessensiyalanishga ega emas. Ularga boshqa element atomlarini (aktivatorlar) qo'shib kirgizilganda o'ziga xos lyuminessensiya hosil bo'ladi.

Bunday moddalar kristallofosforlar deb ataladi. Kristallofosfor lyuminessensiyasi intensivligi orqali izlanuvchi kationni aniqlash usuli ishlab chiqilgan. Ko'pchilik elementlar kalsiy oksidi asosidagi xarakterli lyuminessensiyaga ega bo'lgan kristallofosforlar hosil qiladi.

Ko'pgina hollarda, moddalarni aniqlashda lyuminessensiyani oddiy kuzatish bilan cheklanish mumkin. Bir necha lyuminessensiyalovchi moddalar aralashmasi bo'lganda sifat tahlili murakkablashadi. Bu holda svetofiltrlar ishlatiladi yoki xromatografik ajratiladi.

CaO asosidagi kristallofosforlar lyuminessensiyalanish xarakteristikasi

Aktivator	Lyuminessensiya Rangi	Aniqlanuvchi minimum	Suyultirish chegarasi
Bi^{+3}	Ko'k binafsha	2	$1:1 \times 10^{-5}$
Pb^{+2}	Och havo rangdan to binafshagacha	1	$1:1 \times 10^{-5}$
Ti^{+}	Sariq yashil	2	$1:1 \times 10^{-5}$
Se^{+2}	Qizil	4	$1:1 \times 10^{-5}$
Te^{+2}	Qizil	4	$1:1 \times 10^{-5}$



Miqdoriy lyuminessent tahlil

Miqdoriy aniqlashlarda lyuminessensiya intensivligini aniqlanuvchi modda konsentratsiyasiga bog'liqligidan foydalaniladi. Miqdoriy tahlilning asosiy sharti yutilgan energiyani etarli darajada to'liq lyuminessent nurlanishga o'tishidir. Flurimetrik o'lchashlar vizual, hamda mahsus asbob – flurimetrlar yordamida amalga oshiriladi.

Mikro qo'shilmalarni fluorimetrik usul bilan aniqlash.

Usul moddani tahlilga tayyorlash va nurlanish intensivligini baholashdan iboratdir. Usul yuqori sezgirlikka ega bo'lganligi sababli kimyoviy yoki maxsus toza reagentlar qo'llanilishi lozim. Ko'p hollarda reagentlar qayta kristallanish, xaydash, ekstraktsiya, xromatografiya usullari bilan qo'shimcha tozalanadi. Toza moddalarni polietilen yoki kvars idishlarda saqlash tavsiya etiladi. Foydalaniladigan suvning sifatiga alohida e'tibor berilishi kerak. Ko'p hollarda ultrabinafsha yorug'likda uyg'otilgan lyuminession nurlanish intensivligi va rangini vizual taqqoslash lyuminessent tahlili uchun etarlidir.

Tahlil qilinayotgan eritma nurlanish intensivligi bilan standart eritmalar intensivligi taqqoslanadi. Buning uchun o'rganilayotgan modda eritmasi va bir necha standart, tarkibi aniq eritmalar tayyorlanadi.

Barcha eritmalarga mos keluvchi reagentlar qo'shiladi va lyuminessent birikma hosil bo'lishi lozim bo'lgan vaqt o'tgandan so'ng, tekshirilayotgan eritmaning lyuminessensiya intensivligini etalon

eritmaniki bilan solishtiriladi. SHunday qilib olingan qism tekshiriluvchi eritmada yot modda miqdori aniqlanadi. YOt modda miqdori X foizlarda quyidagi formula bilan hisoblanadi.

$$X = \frac{S \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot V_2} \quad (5)$$

Bunda S - yot modda konsentratsiyasi, m - tekshiriluvchi modda massasi, V_1 - eritma hajmi (tekshiriluvchi modda eritilgan), V_2 - olingan alikvot qism eritma hajmi.

Fluorimetr yordamida nurlanish intensivligini o'lchashda graduirlangan grafik yoki qo'shimcha qo'shish usulidan foydalaniladi. Agar tekshirilayotgan eritmada yot moddalar yoki yuqori konsentratsiyadagi tuzlar orqali lyuminessensiyani o'chishi sodir bo'lmasa, graduirlangan grafik ishlatiladi. Grafikni tuzish uchun yot moddaning aniq konsentratsiyali qator standart eritmalarining lyuminessensiya intensivligi o'lchanadi. Graduirlangan grafikni tuzishdagi moslama sezgirligi lyuminessensiyalanuvchi etalon eritmalar yoki oynalar orqali belgilanadi. Agar tekshiriluvchi eritmada lyuminessensiyani qisman o'chiruvchi yot moddalar bo'lsa, qo'shimcha qo'shish usulidan foydalaniladi. Tekshiriluvchi eritma teng ikki qismga bo'linadi. Ulardan biriga tekshiriluvchi komponentning ma'lum miqdoriga lyuminessensiyalanuvchi kompleks hosil bo'lishi uchun etarli reagent qo'shiladi. SHu bilan barobar, tekshiriluvchi komponentsiz nazorat tajribasi qolgan hamma reagentlari bilan o'tkaziladi. Tekshiriluvchi komponent miqdorini foizlarda quyidagi formula yordamida hisoblanadi.

$$X = \frac{\Delta S (J_x \cdot J_0) V_1 \cdot 100}{m \cdot (J_{\Delta s} - J_x) V_2} \quad (.6)$$

Bunda

J_x -tekshiriluvchi eritma lyuminessensiyasining nisbiy intensivligi

$J_{\Delta s}$ - qo'shimchali tekshiriluvchi eritma lyuminessensiyasi ning nisbiy intensivligi,

J_0 - nazorat uchun olingan tajriba lyuminessensiyasining nisbiy intensivligi,

ΔS - qo'shimcha massasi,

V_1 -tekshiriluvchi modda eritilgan eritma hajmi,

V_2 -tahlil uchun olingan alikvot qism eritma hajmi

m -tekshiriluvchi modda massasi.

Lyuminessensiyalanuvchi indikatorlarni qo'llab titrlash

Lyuminessensiyalanuvchi indikaitorlarning oddiy indikatorlardan farqi shundaki, ular xira va rangli eritmalar tahlilida ishlatilsa nur ta'siridan va rN-muhit o'zgarishi asosida rangi aniqlanadi. Bunda oddiy indikator o'tish rangi sezilmasa ham, lyuminessensiyalanuvchi indikatorning nurlanishi esa yaqqol ko'zga tashlanadi. Lyuminessensiyalanuvchi indikatorlar neytrallanish, kompleks hosil qilish, oksidlanish -qaytarilish reaksiyalarida ham ishlatilishi mumkin.

Lyuminessensiyalanuvchi indikatorlar

Indikator	rN-o'tishi	Rangi
Salitsil kislota	3,0-3.5	Rangsiz to'q ko'k
Fluorissent	3,8-6,1	Rangsiz yashil
Dixlofluorescent	4.0-6,0	Rangsiz yashil
Akridin	4,8-5.0	YAshil och pushti
Xromatrop kislota	6,0-7.0	Rangsiz ko'k
Magniy 8-oksixinolin	7.0-7,2	Rangsiz tilli sariq
Kumar kislota	7,2-9.0	Rangsiz yashil
Akridin zarg'aldoq	8,4-10,4	Rangsiz sarg'ish yashil

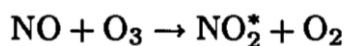
Xemilyuminessensiya. Kimyoviy reaksiya energiyasi natijasida molekula va atomlarning shulanish xodisiga **xemilyuminessensiya** deyiladi. Ko'pgina ekzotermik reaksiyalarda issiqlik energiyasi bilan bir qatorda yorug'lik energiyasi ham ajraladi. Bu xodisaga xemilyuminessent aniqlashning negiziga qo'yilgan. Ajraladigan energiya 170k J/mol dan bo'lganda xemilyuminessensiya kuzatiladi. Xemilyuminessent reaksiyani sxematik tarzda quyidagicha tasvirlash mumkin.



Ushbu reaksiya bilan bir vaqtda nurlanishsiz yo'qolishi ya'ni bo'lishi ham mumkin



Havo tarkibidagi NO ni aniqlashda O₃ dan foydalaniladi.



Xemilyuminessensiyaning intensivligi xemilyuminessent reaksiyaning tezligiga (V) bog'liq:

$$J = \eta \cdot V \text{ yoki } \frac{d\varepsilon(h\nu)}{dr} = 6,02 \cdot 10^{23} \eta \frac{dc}{dr}$$

Bu tenglamada mutanosiblik koeffitsenti η xemilyuminessensiyaning kvant unumini tashkil etadi:

$$\eta = N_l / N_o$$

N_o – shu'lanuvchining umumiy molekular soni,

η - mutanosiblik koeffitsenti ayrim biokimyoviy reaksiyalar uchun 1 ga yaqinlashadi, ko'pchilik boshqa hollarda u bir necha o'n foizdan oshmaydi.

Xemilyuminessent reaksiyalarning mexanizmi juda murakkab, ularda komplekslanish, katalik va radial reaksiyalarning ahamiyati katta. Xemilyuminessent reaksiyalardan oksidlanish-qaytarilish, komplekslanish reaksiyalari va qo'zg'otilgan molekularni o'rganishda foydalaniladi. Bu usul $10^{-10} - 10^{-4}$ g/ml miqdordagi moddalarni 5 ml eritmadan aniqlash imkonini beradi.

Kimyoviy lyuminessent tahlil- fluorimetriya usuli aniqlanuvchi modda uchun etarli darajada sezgir va tanlovchi fotometrik usullar bo'lmaganda qo'llaniladi. Metall ionlari ularning suvli eritmalaridagi fluoressensiyalovchi komplekslar orqali yoki organik erituvchilar bilan ekstraksiya qilingandan keyin hamda kristallofosforlar nurlanishi intensivligi yordamida aniqlanadi.

Lyuminessent usulining sezgirlik chegarasi fotometrik tahlilga nisbatan pastroqdir. Aniqlanish chegarasi $10^{-5} - 10^{-8}$ g/ml. **Masalan:** berilliyning Morin bilan fluoressensiyalovchi birikmasi hattoki 2×10^{-9} g/ml, berilliy va $1 \cdot 10^{-11}$ g uranni eritilgan tuzlarda aniqlash imkoniyatini beradi.

Yorug'lik rangi muxitga, ya'ni erituvchiga bog'liq bo'lgan ko'plab organik lyuminessensiyalovchi indikatorlar ma'lum.

Lyuminessent xromatografiya

Lyuminessent xromatografiya xromatografik va lyuminessent usullarining o'zaro birga qo'llanilishiga asoslangan. Bunda bitta xromatogrammada tekshiriluvchi aralashmadagi qator komponentlarni bir universal reagent qo'llab aniqlash mumkin bo'ladi. Ko'p moddalar toza holda lyuminessensiyalanmasa ham adsorbsiyalangan holatda xromatografik holatda lyuminessensiyalanishi mumkin. Masalan: sellyuloza qog'ozida aminokislotalar lyuminissensiyalanish xususiyatiga ega.

10- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. QOG'OZ XROMATOGRAFIYASI USULIDA RUTINNI TAHLIL QILISH

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

1. Qog'oz xromatografiya usuli haqida ma'lumot.

2. Dori vositalarini qog'oz xromatografiyasi yordamida sifatini aniqlash imkoniyatlari bilan tanishtirish.

Mashg'ulot maqsadi: Talabalarni qog'ozda bajariluvchi taqsimlash xromatografiyasi variantlari bilan tanishtirish. Qog'oz xromatografiyasidagi qo'zg'almas va qo'zg'aluvchi fazalar haqida to'liq ma'lumot berish. Laboratoriya ishlar bajarish uchun qo'llaniladigan xromatografik qog'ozlarga qo'yiladigan

talablar, ularning turlari, tozalash, gidrofillik, gidrofob xromatografik qog'ozlarni tayyorlashni o'rganish. Dori vositalarini qog'oz xromatografiyasi yordamida sifatini aniqlash imkoniyatlari bilan tanishtirish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

- Laboratoriya ishlar bajarish uchun qo'llaniladigan xromatografik qog'ozlarga qo'yiladigan talablar, ularning turlari, tozalash, gidrofillik, gidrofob xromatografik qog'ozlarni tayyorlashni o'rganish

- Dori vositalarini qog'oz xromatografiyasi yordamida sifatini aniqlash imkoniyatlari bilan tanishtirish.;

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quv qo'llanmalar, xromatografik qog'ozlar, kolonka, qozg'aluvchi fazalar, chizg'ich, purkagich, UB-lampa, turli ochuvchi reagentlar, voronka, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmali materiallar, skotch, qog'oz

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

Qog'oz xromatografiyasida qo'llaniladigan xromatografik qog'ozlarga qo'yiladigan talablar

Taqsimlanish xromatografiyasi usulida ishlatiladigan qog'ozlarga quyidagi talablar qo'yiladi.

Qog'oz kimyoviy toza bo'lishi, kimyoviy nuqtai-nazardan neytral bo'lishi, bir xil zichlikka ega bo'lishi, erituvchilarni bir xil tezlikda harakatlanishini ta'minlashi lozim bo'ladi. Bundan tashqari qog'oz xromatografiyasida qo'llaniladigan qog'oz strukturasi, qog'oz tolalarini joylashishi ham asosiy talablardan hisoblanadi.

Dori vositalarini xromatografik tahlil qilishda qo'llanadigan va sanoatda ishlab chiqarilgan qog'ozni turli reagentlar bilan ishlanadi. Masalan: ami-nosirka kislotasi, trilon B, 8-oksixinolin va boshqalar. Bu reaktivlar qog'oz tarkibidagi turli noorganik moddalar bilan kompleks birikmalar hosil qiladi. Hosil bo'lgan kompleks birikmalar turli erituvchilar bilan yuvib tashlanadi.

Xromatografik qog'oz sifatida maxsus tayyorlangan qog'ozlardan tashqari zichligi yuqori bo'lgan filtr qog'ozlar, vatman xromatografik qog'ozlarini ham ishlatish mumkin.

Odatda to'rt xil xromatografik qog'ozlar ishlab chiqiladi. N1,2,3,4. Ular tolalarini zichligi, erituvchilarni qo'zg'alishi tezligi bilan bir-biridan farqlanadi.

N1,2 raqamli xromatografik qog'ozlar zichligi kam bo'lgani uchun ular "tez", 3, 4 raqamlilar esa zichligi yuqori bo'lgani uchun "sekin" xromatogramma olinuvchi xromatografik qog'ozlar deb yuritiladi.

Xromatografik qog'ozni asosan uni 1 m² hajmini og'irligi (gr.), qatlam qalinligi (mm), vaqt birligida erituvchini, suvni hamda n-butanol - sirka kislotasi - suv (4:1:5) aralashmasini qo'zg'alish vaqti xisobi bilan belgilanadi.

Aniq xromatogramma olishda, ya'ni moddalar aralashmasini aniq ajralishini ta'minlashda qog'oz tolalarini erituvchini yurish yo'li bo'yicha joylashishi katta ahamiyatga ega.

Qog'oz xromatografiyasida qo'llaniladigan qog'oz o'z tarkibida ma'lum miqdorda qo'zg'almas faza ya'ni suv saqlashi lozim. Odatda xromatografik qog'oz gidrofil bo'ladi, chunki qog'oz tarkibida 20-22 % suv saqlaydi.

XROMATOGRAFIK QOG'OZLARNI GIDROFOBLASH

Suvda erimaydigan moddalarni ajratishda qog'ozni gidrofil holatidan gidrofob holatiga o'tkaziladi. Buning uchun quyidagi usullardan foydalaniladi: qog'ozni turli gidrofob moddalar bilan shimdirish va qog'ozni atsetillash.

Masalan: qog'ozni 1% parafinni petroleyn efiridagi eritmasi bilan shimdirish, 0,5% kauchukni benzoldagi eritmasi bilan shimdirish, 1-2% tozalangan o'simlik yog'ini etil efiridagi eritmasi bilan shimdirish.

Qog'ozni atsetirlash uchun uni atsetirlovchi aralashma bilan shimdiriladi. Atsetirlovchi aralashma 90 ml sirka angidridi, 10ml petroleyn efiri, 8-10 tomchi konsentrlangan sulfat kislotasi aralashmasidan tayyorlanib, qog'oz shu aralashmaga 45 daqiqaga bo'ktiriladi, so'ngra uni olib, oqar suvda 15 daqiqa davomida yuviladi, 10-15 daqiqa distillangan suvda qoldirilib, so'ng yuviladi va quritiladi.

Yuqoridagi usullarda ishlangan qog'ozni gidrofobligi tekshiriladi. Buning uchun qog'ozga bir tomchi suv tomiziladi. Bunda suv tomchisi qog'ozni namlamasdan uni yuzasidan oqib tushib ketishi lozim.

Gidrofoblangan qog'ozda bajariladigan xromatogramma asosan suvda erimaydigan yoki yomon eriydigan moddalarga nisbatan keng qo'llaniladi. Gidro-foblangan xromatografik qog'ozda qo'zg'almas faza sifatida qutbsiz erituvchi, qo'zg'aluvchi faza sifatida qutbli erituvchilar olinadi.

MODDALARNI XROMATOGRAFIK QOG'OZDA TAQSIMLANISH NAZARIYASI

Xromatografik qog'oz o'z g'ovaklarida havodan shimilgan namlik xisobiga 22% gacha suv saqlaydi. Ana shu namlik qog'ozda qo'zg'almas faza vazifasini o'taydi.

Xromatografik jarayonni bajarish uchun zarur bo'lgan qog'oz o'lchami qirqib olingach, uning bir tomoniga (start), qirg'og'idan 2-3 sm yuqorida nuqtalar belgilanib, tekshiriluvchi namuna eritmasi kapillyar naychalar yordamida shimdiriladi, bunda shimilishdan hosil bo'ladigan namlik diametri 0,5 sm dan oshmasligi kerak. Nuqta qurigach xromatografik lenta avvaldan qo'zg'aluvchi faza porlari bilan 20-30 daqiqa davomida to'yintirilgan kolonkaga joylashtiriladi.

Xromatografik jarayon davomida nuqtaga shimdirilgan modda qo'zg'aluvchi fazaga o'tadi va qog'oz kapillyarlari bo'ylab turli tezlikda harakatlanadi.

Bunda moddalar qog'ozdagi saqlagan namlik (qo'zg'almas faza) va erituvchi (qo'zg'aluvchi faza) orasida qayta taqsimlanadi.

Moddalarni qog'oz lentasi bo'yicha taqsimlanishi R_f koeffitsienti bo'yicha aniqlanadi (R_f qanday aniqlanadi). R_f qiymatiga qo'zg'almas va qo'zg'aluvchi fazalar hamda aniqlanuvchi moddalar xarakterlari, kameraning erituvchi sistema porlari bilan to'yinganligi, eksperiment olib borish sharoitlari (harorat, bosim, namlik darajasi) ta'sir ko'rsatadi.

Shuning uchun R_f qiymati nisbiy bo'lib, moddalar sifatini aniqlashda yo'naltiruvchi ahamiyatga ega.

Qog'oz xromatografiyasi variantlari bir tomonlama yuqoridan pastga, bir tomonlama pastdan yuqoriga, ikki tomonlama xromatografik usulda, aylana (radial) xromatografik usulda, qog'oz kolonkali xromatografiyasi hamda elektroforetik xromatografik taqsimlanish usullaridan iborat.

Rutinning chinligini va tozaligini qog'oz xromatografiya usulida aniqlash

Rutin, Rutinium, 3-ramnoglikozid-3,5,7,3,4 - pentaksiflavon

0,01 g rutin (aniq tortma) 10 ml 95% li etil spirtida suvli hammom ustida eritiladi, so'ngra sovutiladi, hosil bo'lgan eritmada kapillyar yordamida olib xromatografik qog'ozning start chizig'iga nuqtasimon ko'rinishida tomiziladi. Xromatografik qog'oz yaxshilab havoda quritiladi va n-butanol, sirka kislotasi va suvdan (4:1:5) tayyorlangan erituvchilar aralashmasi bilan to'yingan xromatografik kolonkadan olinadi va havoda erituvchilarning hidi ketguncha quritiladi.

Quritilgan xromatografik "UB-254" nuri oqimida ko'riladi. Bunda rutin moddsining to'q jigarrangdagi faqat bitta dori ko'rinadi.

Keyinchalik xromatogramma natriy gidroksidning 10% eritmasi bilan purkaladi, natijada dog' rangga bo'yaladi. Rutin dog'ning R_f qiymati hisoblanadi.

$$R_f = a/b$$

Bu yerda, a - xromatogrammadagi dog'ning bosib o'tgan masofasi, sm;

b - erituvchilar aralashmasining bosib o'tgan masofasi, sm;

Digitoksin tarkibida aralashma holdagi turli glyukozidlarni qog'oz xromatografiyasi yordamida aniqlash

2 x 50 sm o'lchamda qirqib olingan hamda 20% formamidni metil spirtidagi eritmasi bilan 5 daqiqa davomida shimdirilgan «tez» xromatografik qog'ozga 0,02 ml digitoksinni 0,01% spirt-xloroform (1:1) nisbatdagi aralashmasidagi eritmasidan start chizig'iga o'tkaziladi.

Xromatogramma ksilol: metil-etil keton (1:1) nisbatdagi aralashmasi va formamid bilan to'yintirilgach, yuqoridan pastga harakatlanuvchi fazada olib boriladi. Qo'zg'aluvchi faza 30 sm masofa bosib o'tgach uni kameradan olinib, 120⁰ C haroratda 1 soat davomida quritgich shkafida quritiladi. So'ngra xromatografik qog'oz 15 hajm 25% uchxlor sirka kislotasining spirtidagi eritmasi va 1 hajm yangi tayyorlangan 3% xloramin B eritmasi aralashmasi bilan purkaladi. Xromatogramma 80⁰C haroratda 5 daqiqa quritilib, ultrabinafsha nurida ko'riladi. Bunda digitoksinga xos sariq rangli bitta dog' ko'rinishi lozim. Boshqa aralashmalar bo'lishi taqiqlanadi.

Askorbin kislotasi tarkibidagi yot moddalarni qog'oz xromatografiyasi usulida aniqlash.

Askorbin kislotasi tabiiy meva va o'simliklar sharbatlarida saqlanadi.

Askorbin kislotasi saqlagan suyuqlikka (yoki o'simlik sharbatiga) xromatografik qog'ozga o'tkazishdan oldin metofosfat kislotasi, sirka kislotasi yoki shavel kislotasi stabilizator sifatida qo'shiladi.

Zarur (kamera o'lchamiga mos) xromatografik qog'oz tasmasi kesib olingach, uni nam kamerada osib namlik bilan to'yintiriladi.

So'ng qog'oz lentalarida start nuqtasi belgilanib, stabilizator qo'shilgan o'simlik meva sharbatini kapillyar naycha yordamida tomiziladi. Shu chiziqda 2 sm masofada toza askorbin kislotasi eritmasi tomiziladi. Namlik ketgach xromatografik tasma pastdan yuqoriga ko'tarilishiga moslab, n-butanol: sirka kislotasi: suv (4:1:5) - nisbatdagi aralashmasi bilan to'yintirilgan kameraga joy-lashtiriladi. Qog'ozlar kameradan olinib, havoda quritiladi hamda reaktivlar bilan purkaladi.

Qog'ozni AgNO_3 ning ammiakli eritmasi bilan purkalsa askorbin kislotasi

$R_f = 0,37$ ga teng sariq-qo'ng'ir dog' beradi. Digidro askorbin kislotasi $R_f=0,41$ ga teng qo'ng'ir dog' hosil qiladi.

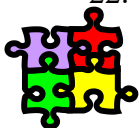
Erituvchi sistemasi sifatida boshqa sistemalar ham taklif etilgan.

Askorbin kislotasi tez oksidlanadi, shuning uchun tahlillarni tez bajarish talab qilinadi.

Mustaqil holda xar bir talaba yuqorida ko'rsatilgan dori vositalaridan birortasini (o'qituvchi ko'rsatmasi bo'yicha) qog'oz xromatografik tahlil usuli yordamida sofliqi aniqlanadi va xromatogramma natijasi o'qituvchi tomonidan ko'rib tasdiqlangach, ish daftariga tahlil natijasini yozib qo'yiladi.

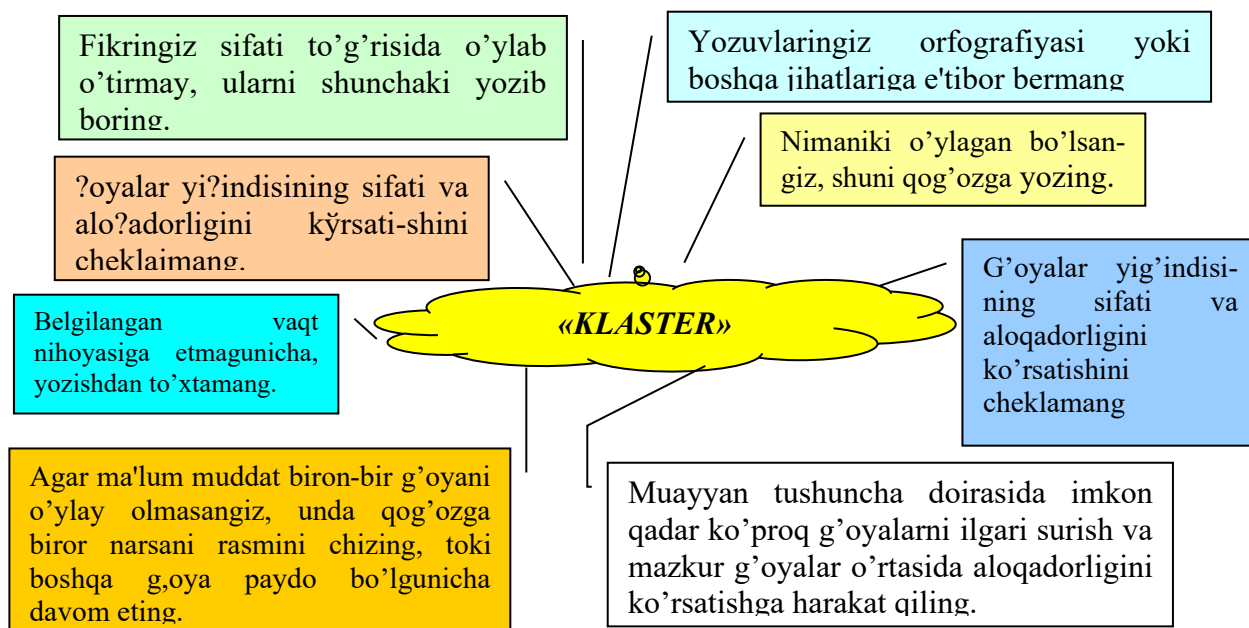
TALABALAR BILIMINI TEKSHIRISH UCHUN SAVOLLAR

1. Xromatografik jarayon uchun qo'llaniladigan qog'ozlar qanday talablarga javob berishi kerak?
2. Xromatografik qog'ozlar qanday reaktivlar bilan ishlanadi? Maqsad nimalardan iborat? Misollar keltirib tushuntiring.
3. Maxsus xromatografik qog'ozlar bo'lmasa, qanday qog'ozlarni qo'llash mumkin?
4. Sanoatda qanday xromatografik qog'ozlar chiqariladi? Ulardagi belgilar nimani ko'rsatadi?
5. Xromatografik qog'ozlar sifati qanday aniqlanadi?
6. Gidrofil xususiyatli xromatografik qog'oz qanday aniqlanadi va qanday moddalar tahlili uchun yaroqli xisoblanadi?
7. Gidrofob xususiyatli xromatografik qog'ozni qanday tayyorlash mumkin?
8. Xromatografik qog'ozlar qanday atsetirlanadi?
9. Xromatografik qog'ozning gidrofobligi qanday tekshiriladi?
10. Gidrofoblangan xromatografik qog'ozlar qanday moddalar tahlili uchun qo'llanadi?
11. Xromatografik qog'ozda moddalar taqsimlanish mexanizmini qanday izohlaysiz?
12. Qog'oz xromatografiyasida qaysi modda qo'zg'almas faza sifatini bajaradi?
13. Xromatografik tahlilda «start nuqtasi, yoki «start» chizig'i qanday belgilanadi?
14. Tekshiriluvchi numunalar xromatografik qog'ozdagi «start» belgisiga qanday o'tkaziladi?
15. Xromatografik tahlilida qo'llaniladigan qo'zg'aluvchi fazani izohlang. Ular qanday tanlanadi?
16. R_f - koeffitsienti nima? Uni qanday aniqlanadi?
17. R_f - ko'rsatkichi qanday ko'rsatkich?
18. Qog'oz xromatografiyasining qanday variantlarini bilasiz?
19. Bir tomonlama xromatografik jarayonlar qanday variantlarini bilasiz?
20. Ikki tomonlama xromatografik jarayonlar variantlarini izohlang?
21. Aylanma (radial) xromatografik jarayonni izohlang?
22. Qog'ozdagi kolonkali xromatografik jarayonni izohlang?



«KLAUSTER» TRENINGI

“Klaster” treningi bo’yicha “ho’l mineralizatsiya” so’ziga mantiqiy zanjir tuzing (10 daqiqa ichida). Klaster treningidan foydalanishda quyidagi shartlarga rioya qilish talab etiladi*:



* “Klaster(Tarmoqlar) treningi ”fikrlarni tarmoqlanishi – bu pedagogik strategiya bo’lib, u o’quvchilarni biron bir mavzuni chuqur o’rganishga yordam beradi, o’quvchilarni mavzuga taaluqli tushuncha yoki aniq fikrni erkin va ochiq ravishda ketma-ketlik bilan uzviy bog’lagan holda tarmoqlashlariga o’rgatadi. Bu usul biron bir mavzuni chuqur o’rganishdan avval o’quvchilarni fikrlash faoliyatini jadallashtirish hamda kengaytirish uchun xizmat qilishi mumkin. Shuningdek, o’tilgan mavzuni mustaxkamlash, yaxshi o’zlashtirish, umumlashtirish hamda o’quvchilarni shu mavzu bo’yicha tasavvurlarini chizma shaklida ifodalashga undaydi. Bu esa o’quvchilarga o’z bilimlari, tushunishlari va tasavvurlari darajasini aniqlashga yordam beradi.

11- LABORATORIYA MASHG’ULOTI. YuQX USULIDA DORI PREPARATLARINING TAHLILI.

Laboratoriyamashg’ulotining rejasi

- 1.Yupqa qatlam xromatografiya usulining mohiyat va usuli haqida ma’lumot.
- 2.Yupqa qatlam sorbentli plastinkalar tayyorlash. Aktivlik darajalarini oshirish va aktivligini aniqlash sharoitlarini taxlil qilish.

Mashg’ulotmaqsadi:Laboratoriya mashg’ulotida talabalarni Yupqa qatlam xromatografiya usulini dori moddalar tahlilida qo’llashni o’rganish.

Laboratoriya mashg’ulotini bajarish davridakutilayotgan natijalar:

Talabalarni yupqa qatlam xromatografiyasida qo’llaniladigan sorbentlar, ularga qo’yiladigan talablar, sorbentlarni yot qo’shimchalardan tozalash, ularni aktivlik darajalarini oshirish va aktivligini aniqlash sharoitlarini taxlil qilish.

Laboratoriya mashg’ulotlarini o’tkazish uchun zarur asbob-uskunalar:Darslik, ma’ruza matni, o’quvqo’llanmalar,xromatografik plastinkalar, kolonka, qozg’aluvchi fazalar, chizg’ich, purkagich, UB-

lampa, turli ochuvchi reagentlar, voronka, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmalimateriallarlar, skotch, qog'oz

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

Yupqa qatlam xromatografiyasida qo'llaniladigan sorbentlar, ularga qo'yiladigan talablar, sorbentlarni yot qo'shimchalardan tozalash, ularni aktivlik darajalarini oshirish va aktivligini aniqlash sharoitlarini taxlil qilish.

Plastinkalarni sorbent o'tkazish uchun tayyorlash.

Yopishtirilmagan yupqa qatlamli plastinkalarni tayyorlash, uni qulayliklari va kamchiliklari bilan tanishtirish.

Yopishtirilgan plastinkalar tayyorlash uchun sorbentga qo'shilishi mumkin bo'lgan biriktiruvchi moddalar, ularni tozalash va tayyorlashni o'zlashtirish.

Yopishtirilgan plastinkalar tayyorlash uchun sorbent, yopishtiruvchi aralashmasi va suv tarkibli massa tayyorlab uni, plastinka yuzasiga o'tkazish, tekislash, quritish, aktivlash va saqlashni o'zlashtirish.

Sorbentlar

Aralashma moddalarning yupqa qatlam xromatografiya (YUQX) usuli bilan ajratib olishni asosiy faktorlaridan biri sorbentlarning to'g'ri tanlashidir. Sorbent adsorbsiyani, ion almashinishini, qo'zg'aluvchi fazani xarakatlanishini ta'minlashi va molekulyar elak vazifasini bajarishi mumkin. Xromatografik jarayonni qo'yilgan talabga qarab, mos sorbent tanlanadi.

Amaliyotda sorbentlarni tanlashda ularni ajraladigan moddalar xarakteriga ahamiyat beriladi. Avvaliga xromatografik ajraladigan moddaning erituvchilarda eruvchanlik xususiyati aniqlanadi. YA'ni moddaning gidrofil yoki gidrofob xossalriga e'tibor beriladi, xamda funksional guruxlarning tabiatiga axamiyat beriladi.

SHundan keyin ularni kislotali, neytral va amfoterli xususiyatiga egaligi aniqlanadi. Nihoyat sorbent modda bilan kimyoviy bog' hosil qilaolishi va sorbent xamda bog'lovchi materiallar ta'sirida kimyoviy bog'larning o'zgarishi tekshiriladi.

YUQX usulida sorbent sifatida silikagel, alyuminiy oksidi, selluloza yoki turli xil yuqori adsorbsion xususiyatga va past sig'imga ega bo'lgan bosh adsorbent moddalar olinadi.

Adsorbsion YUQX si uchun barcha ma'lum bo'lgan silikagel markalaridan eng yaxshisi KSK hisoblanadi. Bu marka plastinkada mustahkam yopishqoq qavat hosil qiladi. Talab bo'yicha chegaralangan yuzasi 338-650 m²/g, hajmi 1,19 - 0,76 sm³/g bo'lishi kerak. YUQX uchun zarrachalarning o'lchami 0,1-0,07mm bo'lishi kerak. Plastinkaga o'tkazish uchun silikagel suvda, etil spirtida yoki boshqa maxsus tarkibli suyuqlikda 1:2 nisbatda aralashtiriladi. Plastinkadagi qatlam qalinligi 250mmk bo'lishi talab qilinadi

YUppqa qatlamli xromatografiya uchun qo'llaniladigan sorbentlar xarakteristikasi

Sorbent	pH	Bog'lovchi qo'shilmasi	Zarrachalar o'lchami, mkg
Silikagel Merk (FRG) 60G 60GF ₂₅₄	6.8-7.0 6.8-7.0	13%gips 13%gips+f.i.	10-40 10-40
Silikagel (CHSSR) L _{s/40} (L _{s/40}) LL ₂₅₄ (LL ₂₅₄) LS _{s/40} (LS _{s/40}) LSL ₂₅₄ (LSL ₂₅₄)	6-7 6-7 6-7 6-7	yo'q Fi ₂₅₄ 13%gips 13%gips	5-40
Alyuminiy oksidi Merk G (tip 60/E) GF ₂₅₄ (tip 60/E)	7,5 7,5	9-10 %gips 9-10%gips+f.i.	10-40 10-40
Alyuminiy oksidi Woelm (FGR)			

asosli (DS)	9	yo‘q	30
neytral (DS)	7,5	yo‘q	30
kislotali (DS)	4	yo‘q	30
GDC		10% gips	30
Magniy silikat Woelm (FGR)	10	Mg-SiO ₂ (2%)	30

Ko‘pchilik chet el firmalari YUQX uchun tayyor silikagelli plastinkalar ishlab chiqariladi. Bunday plastinkada mustahkam qavat hosil qilgan alyuminiy oksid markasi ishlatiladi. Xromatografiya uchun alyuminiy oksidining asosan neytral va kislotali formasi qo‘llaniladi.

Neytral formasi suvsiz moddalar eritmasidan, alkan, aldegid, spirt, fenollar xosilalarini ajratishga yaxshi yordam beradi. Kislotali formasi esa karbon kislotalar va turli xil kislotali xarakterga ega bo‘lgan moddalar aralashmasini ajratish uchun qo‘llaniladi. Sorbentlarning aktivligi ularning o‘z tarkibida saqlagan suv miqdori bilan bog‘liq. Alyuminiy oksidining aktivligini aniqlashda uglerod IV xlor sistemasida bo‘yoq standart moddalar to‘plamidan foydalanib, yupqa qatlam xromatografik jarayon o‘tkaziladi. Standart bo‘yoq moddalarning plastinkalardagi Rf ko‘rsatkichlari aniqlanib, jadval bilan solishtiriladi va aktivligi aniqlanadi.

**Tarkibida alyuminiy oksid saqlagan yupqa
qatlamli plastinkada bo‘yoq standartlarning Rf ko‘rsatkichlari.**

Bo‘yoqlar	Bo‘yoqlar bo‘yicha aktivlik darajasi			
	IIIIIVV			
Azobenzol	0,59	0,74	0,85	0,95
p-metoksiazobenzol	0,16	0,49	0,69	0,89
Sudan I	0,01	0,25	0,57	0,78
Sudan IV	0,00	0,10	0,33	0,56
p-aminoazobenzol	0,00	0,03	0,08	0,19

YUQX da sorbent sifatida silikagel va alyuminiy oksid bilan bir qatorda yana mayda dispers sellyuloza kukuni xam qo‘llaniladi. Sellyuloza plastinkada bog‘lovchi materiallarsiz mustahkam qavat hosil qiladi. Ular aminogurux bilan tugallanadigan, nitril bog‘ va aldegidlarni adsorbsiyalovchi organik polimerlar hisoblanadi. Poliamidlarning kation almashuv xususiyatini oxirgi karboksil gruppalar, amil almashinuvini esa amino gruppalar taminlaydi.

Poliamidlar polyarsiz moddalarni adsorbsiyalash xarakteriga ega.

Erituvchilarni elyuatrop qatori quyidagi tartibda bo‘ladi:

suv<etanol<metanol<atseton<natriy gidrooksid eritmasi <formamid<dimetilformamid.

CHidamsiz va turli xil nordonlashtirilgan poliamidlar konsentrlangan kislota va turli xil organik kislotalarda, erituvchilarda eritiladi. Ular ishqorda kuchsiz kislotalarda, organik erituvchilarda erimaydi. Poliamid kukuni aralashmasini plastinkaga o‘tkazish uchun suvda emas, balki metil va etil spirtida suspenziya tayyorlab olinadi. Bu poliamidlarni gidrofobligi bilan bog‘liq. Bunda erituvchilar kukuni massasidan 3-4 marta ko‘p olinadi. Poliamidlar uchun bog‘lovchi sifatida kraxmal ishlatiladi. Aralashma platinkada qizdirmasdan quritiladi. Poliamidlar yuqori sorbsion sig‘imga egaligi va yaxshi tanlanuvchanligi, jarayonlarga to‘liq qo‘shila olishi uchun YUQX da keng qo‘llaniladi. Amaliyotda sorbentlar tayyorlash uchun ularning moddalarni ajra olish xususiyati asos qilib olingan. Avval xromatografik ajratilishi zarur bo‘lgan moddalarni eruvchanligi ko‘riladi. Ularni gidrofil va gidrofob xususiyatga egaligi aniqlanadi.

Funksional guruxlar tabiati aniqlanadi, shundan keyin kislotali, neytral va amfoter xususiyatga egaligiga axamiyat beriladi. Nihoyat sorbentlar bilan kimyoviy bog‘ hosil qila olishi va sorbent va bog‘lovchi materiallar ta’sirida kimyoviy bog‘lar o‘zgarishi tekshiriladi.

YUQX uchun qo'llaniladigan tayyor plastinkalar

Silufol: tagli sifatida - alyuminiy folgasi, sorbent-yirik g'ovakli silikageldan foydalaniladi.

UB 254li silufol yuqoridagi tarkibga qo'shimcha fluoressentlanuvchi indikatorlar qo'shib tayyorlanadi.

Silpiril: tagli - alyuminiy folgasi, sorbent yirik g'ovakli silikagel, bog'lovi modda kraxmal.

Diafol: sorbent diostolit UB 254 saqlovchi fluoressentli indikatorlar bilan aktivlangan silufol plastinkasi.

Tayyor plastinkalar xromatografiya kamerasida distillangan suvda yuvilib, 4 daqiqa davomida 65⁰S quritgich shkafida quritiladi. So'ngra xromatografik aniqlash uchun ishlatiladi.

Yupqa qatlam sorbentli plastinkalar tayyorlash.

1. Silikagel sorbent kukunini tayyorlash. KSK silikagel sorbentini tayyorlash uchun ular avval aralashmalardan tozalanadi. SHu maqsadda uni 18-20 soatga 1:1 nisbatda suyultirilgan xlorid kislotaga solib qo'yiladi. So'ng kislota to'kib yuboriladi. Silikagelni suv bilan yuviladi va 2 -3 soat nitrat kislota: suv 1:1 nisbatdagi aralashmasi bilan chayqatiladi. Kislotalar bilan ishlov berilgan silikagelni oddiy suvda yuvib, so'ng neytrallanguncha distillangan suv bilan yuviladi. SHundan so'ng 130⁰S 4-6 soat davomida quritgich shkafida quritilib, silikagelni maydalab 1 sm² da 1600 gacha teshikli elakda elanadi. Tayyor sorbent og'zi zich berkiladigan idishlarda saqlanadi.

2. Gips kukuni tayyorlash. Gipsni ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{N}_2\text{O}$) 6 soat davomida 160⁰S da quritgich shkafida qizdiriladi. So'ng gipsni forfor xavonchada dastak bilan maydalanadi va elakdan o'tkaziladi.

3.Sorbsion massa tayyorlash va plastinkalarga o'tkazish.

a)Silikagelli (kraxmalli) plastinkalar tayyorlash SHSK yoki KSK-2 markali silikagel sorbsion massasi tayyorlash uchun 40 g silikagelga 1 g eruvchan kraxmal qo'shib yaxshilab xavonchada aralashtirilgach 1:2 nisbatda suv qo'shib bir xil massa hosil bo'lguncha aralashtiriladi. Massa 10ta 9x20 sm plastinka yuzasiga mo'ljallangan bo'lib, xar bir plastinkaga barobar bir xilda taqsimlanadi, yupqa silliq qatlam xosil qilinadi,quritiladi,aktivlanadi va saqlanadi.

b)Gipsli silikagelli plastinka tayyorlash uchun 9 - 12 sm li bo'lgan 10 plastinkaga 35 g silikagel KSK, 2 g gips va 90 ml distillangan suvdan foydalaniladi. Gips va silikagelni chinni tovoqchada yaxshilab aralashtirilgach suv qo'shiladi va bir xil massa hosil bo'lguncha aralashtiriladi, so'ngra plastinkalar yuzasiga o'tkaziladi.

4.Alyuminiy oksidli va gipsli plastinkalar tayyorlash.

10 ta plastinkaga sorbsion massa tayyorlash uchun elakdan o'tkazilgan 50 g alyuminiy oksidi, 5 g gips va 75 ml distillangan suv olinadi. Alyuminiy oksidi bilan gips yaxshilab chinni tovoqchasida dastak bilan aralashtiriladi. Distillangan suv qo'shib bir xil massaga kelguncha aralashtiriladi va plastinkalar yuzasiga o'tkaziladi.

Tayyorlangan plastinkalarda sorbent qatlamlari bir xil joylashishi katta ahamiyatga ega. SHunday tayyorlangan plastinkalar avval xona xaroratida, so'ng quritish shkafida 110⁰ S.da 1soat davomida quritilib, germetik berkiladigan, namlikni shimuvchi tuzlar solingan eksikatorlarda saqlanadi.

Yopishtirilmagan (mustahkamlanmagan) plastinkalar tayyorlash.

Buning uchun yuqorida eslatilgandek aniqlanuvchi modda xarakteriga ko'ra, yopishtirilgan plastinkalar tayyorlash uchun qo'shiladigan yopishtiruvchi moddalar ta'siri bo'lishini bilgan xolda, moddalarni aniqlash uchun tayyorlanadi.

Tayyor sorbent zarur o'lchamdagi oyna plastinka yuzasiga maxsus oddiy moslamalar yordamida bir xil silliq yuzada 2-3 mm qalinlikda yoziladi.

Kamchiligi imkoni boricha gorizontal xolatda xromatografik jarayon o'tkazilishi talab qilinadi. Uzoq saqlashga zarurat yo'q.

Mustaqil tayyorlanish uchun savollar

1. Sorbentlarga qo'yiladigan asosiy talablar nimalardan iborat?
2. Sorbsiya jarayonini izoxlang.
3. Sorbentning adsorbsion xususiyatini qanday izoxlaysiz?
4. Adsorbsiya nima? Uni qanday izoxlaysiz?
5. Desorbsiya nima? Uni qanday izoxlaysiz?

6. Xemosorbsiya jarayonini misollar bilan izoxlab bering.
7. Ionalmashuvchi sorbentlar qanday sorbent xisoblanadi?
8. YUQX qo'llaniladigan sorbentlar xarakteristikasini izoxlang.
9. Sorbentlarning aktivligini qanday izoxlaysiz?
10. Sorbentlarning aktivlik darajasi qanday aniqlanadi?
11. YUQX qo'llanilishi mumkin bo'lgan erituvchilar elyutotropik tartibi qanday?
12. Moddalarni YUQX taxlil qilishdan avval uning qanday xossalarini bilishimiz talab qilinadi?
13. Tayyor yupqa qatlamli plastinkalar va ularga xarakteristika bering.
14. Yopishtirilgan yupqa qatlamli plastinkalarni tayyorlashda qo'llaniladigan qo'shimchalar va ularga qanday talablar qo'yiladi?
15. Yopishtirilgan plastinkalarning afzalliklari va kamchiliklari.
16. Yopishtirilmagan plastinkalar, ularni qaysi xolatlarda qo'llaniladi? Afzalliklari va kamchiliklari.
17. Yopishtirilgan xromatografik plastinkalarga izox bering.
18. Yopishtirilmagan xromatografik plastinkalarga izox bering.

Navbatdagi amaliy mashg'ulot o'tkazish uchun topshiriqlar.

Talabalar kelgusi amaliy mashg'ulot uchun metodik qo'llanma asosida ish daftarlarini yozib kelishlari, kislotali, neytral va kuchsiz asos xossali moddalarni yupqa qatlam xromatografik tanlov («skrinig») usulida aniqlash tartibi bo'yicha berilgan savollarga javob tayyorlab kelishlari talab qilinadi.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar:Darslik, ma'ruzatni, o'quvqo'llanmalar,xromatografik plastinkalar, kolonka, qozg'aluvchi fazalar, chizg'ich, purkagich, UB-lampa, turli ochuvchi reagentlar, voronka, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmalimateriallarlar, skotch, qog'oz

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

Yupqaqatlamli xromatografiyalash usullari. Kislotali, neytral, kuchsiz asos va asos xossali dori moddalarini yupqa qatlam xromatografik «skrinig» usulida aniqlash.

Mashg'ulotda talabalar kislotali neytral va kuchsiz asos xossali dori moddalarni yupqa qatlam xromatografik tanlov («skrinig») yordamida bir-biridan ajratish va aniqlash usullari bilan tanishtiriladi.

SHuningdek ayrim berilgan topshiriq asosida kofein xamda uning hosilalarini yupqa qatlam xromatografik ajratish va aniqlash usullarini bajariladi.

Yupqa qatlamli sorbent qoplangan shisha plastinkalarda moddalarni bir-biridan oz vaqt sarflab, tez va oson ajratishga asoslangan bo'lib, dorishunoslikda dori vositalari chinligini, tozaligini va shu asosda miqdori sifatini aniqlashda keng qo'llaniladi.

Usul uchun sorbent va qo'zg'oluvchi fazani to'g'ri tanlash moddalar taxlilini to'g'ri bajarishda katta ahamiyatga ega.

Sorbent va unga shimilgan namlik (suv) va ayrim xollarda maxsus shimdirilgan erituvchilar va ularning aralashmalari qo'zg'olmas faza xisoblanadi.

Qo'zg'oluvchi faza plastinkadagi qoplangan sorbent qatlami bo'ylab xarakatlanishi jarayonida qo'zg'olmas faza saqllovchi sorbentga tomizilgan aralashma komponentlarini eritadi va ularni modda xarakteriga bog'liq xolda xar xil masofalarga taqsimlab joylashtiradi.

Xromatogrammani olish uchun kamera sifatida og'zi zich yopiladigan, tagi yassi turli xajmdagi shisha idishlar ishlatiladi. Idish ostiga 5-7 mm qalinlikda taxlil uchun tayyorlangan qo'zg'oluvchi faza vazifasini o'tovchi erituvchi sistemasi qo'yiladi. Kamera ichki xajmini erituvchi pori bilan to'yintirish maqsadida, uning yon devoriga erituvchi bilan xo'llangan filtr qog'oz yopishtiriladi va 20-30 daqiqa yopiq xolda saqlanadi.

Kamerani erituvchi sistema pori bilan to'yintirish tekshiriluvchi aralashmani ayrim komponentlarga to'g'ri va sifatli taqsimlanishiga yordam beradi.

Yupqa qatlam xromatografiyasi. Asosiy terminlar va variantlari.

YUpqa qatlamli xromatografiya - xromatografiyaning bu varianti shisha plastinkalardagi yupqa qatlamda joylashtirilgan adsorbent qavatida bajariladi.

Ikki yoʻnalishli xromatografiya - dastlab bir yoʻnalishlarda keyin unga perpendikulyar yoʻnalishda amalga oshiriladi. Ikki yoʻnalishli xromatografiyada jarayonlar turli xil qoʻzgʻoluvchi fazalarda amalga oshiriladi.

Qarama - qarshi fazali xromatografiyada qoʻzgʻolmas faza qutbsiz, masalan: sorbent qatlami uglevodorodlar yoki silikon shimdirilgan boʻlishi, qoʻzgʻoluvchi faza esa qutbli boʻlishi mumkin.

Ekstraksion xromatografiya - xromatografik jarayon bajarilgach, modda yigʻilgan zonasidan birikmalarni erituvchilar bilan sorbentdan ekstraksiyalash bilan qayta eritib olib amalga oshiriladi.

Xromatografik dogʻ - xromatografik analiz qilinuvchi birikma tahminan yumaloq formada yigʻilib, toʻplangan joyi.

Start nuqtasi (yoki chizigʻi) - sorbent qavatiga xromatografiyalanuvchi moddalarni oʻtkaziladigan qism plastinka qirgʻogʻidan 2-2,5 sm masofada belgilab olinadi. Plastinka ustida joylashtirilgan yupqa qatlamda nuqta yoki chiziqli shaklida tekshiriluvchi eritmani kapillyar naycha yordamida joylashtirish bilan amalga oshiriladi.

Xromatografik kameralar - qoʻzgʻoluvchi faza pori bilan xromatografik kamerani toʻyinishi shart.

Erituvchi fronti - erituvchi sistemasi koʻtarilib borgan chegara. R_f - kattaligi start va dogʻ zonasining markazi va qoʻzgʻoluvchi faza fronti orasidagi masofalar nisbati, kattalik «O» dan kichik qiymatga ega.

Yopishtirilgan plastinkalar tayyorlashda sorbsion massani tarkibiga kiradigan biriktiruvchi modda sorbent va suv aralashmasidan tayyorlangan massa plastinkaga bir xil yuzada yoyiladi.

Yopishtirilmagan plastinkalarda esa bogʻlovchisiz sorbsion xususiyatli modda plastinka yuzasiga bir xil qatlamda yoyiladi.

Koʻtariluvchi xromatografiya - erituvchini kapillyar kuchi yordamida plastinka boʻylab pastdan yuqoriga koʻtarilishi.

Tushuvchi xromatografiya - erituvchini plastinkadan yuqoridan pastga tushishi.

Gorizontal xromatografiya - plastinkani kamerada gorizontal joylashishi.

YUpqa qavatli xromatografiya uchun adsorbentlar - YUQX uchun alohida adsorbentlar yuqori tozalikdagi bogʻlovchi qoʻshilmasi bilan xamda qoʻshimchasiz, shuningdek UB nur taʼsirida nurlanuvchi 284 nm 366 nm gacha fluoressensiya beruvchi qoʻshimcha moddalar bilan birga tayyor xolda chiqariladi.

Xromatografik plastinkaga tekshiriluvchi aralashma namunasini oʻtkazish va ularni plastinkada taqsimlanish mexanizmi.

Tayyor yupqa qatlamli xromatografik plastinkaga tekshiriluvchi bir yoki koʻp komponentli eritma namunasini oʻtkazish uchun avval plastinkaning pastki qismidan 2,0-2,5 sm yuqorisida qalam yoki boshqa ninasimon predmet yordamida start nuqtalari (yoki chiziqli) belgilanadi. Soʻngra aniqlanuvchi eritma maxsus tomizgich yoki kapillyar yordamida start nuqtasiga (yoki chiziqli) tomiziladi. Nuqtalar diametri 0,5 sm dan ortib ketmasligiga axamiyat berish kerak.

Eritma tomizib boʻlingach plastinkadan erituvchini xona xaroratida bugʻlatilib, soʻngra uni tayyorlab qoʻyilgan qoʻzgʻoluvchi faza pori bilan toʻyintirilgan kameraga vertikal joylashtiriladi. Plastinkadagi sorbent qatlami yaxshi xoʻllanishi uchun qatlam 0,5 sm gacha erituvchi ichiga tushishini taʼminlash lozim.

Erituvchi sorbent qatlami boʻylab xarakatlanishi davomida start nuqtasidagi moddalarni eritadi va oʻzi bilan siljitib start chizigʻidan turli masofalarga taqsimlaydi.

Erituvchining koʻtarilish chegarasi (front) start chizigʻidan 10 -15 sm ga etganda moddalarni taqsimlash jarayoni tugallanadi. Soʻng plastinka kameradan chiqarib olinib, xona xaroratida quritiladi va moddalarning taqsimlanishi oddiy koʻrish bilan, UB nurida, soʻngra rangli birikmalar hosil qiluvchi moddalarga xos reaktivlarni purkash bilan amalga oshiriladi.

Xromatogrammada tekshiriluvchi kislotali,neytral va kuchsiz asos xossalari moddalarni aniqlash

Kislotali, neytral va kuchsiz asosli xossaga ega bo'lgan moddalarni aniqlash uchun quyidagi reagentlar tanlangan:

I.Simob sulfat eritmasi bilan so'ng difenil karbozidni xloroformdagi eritmasi bilan purkash (barbitur kislotasi hosilalari bo'lganda ko'kimtir rangli dog' xosil qiladi; sezgirlik 1 mkg).

II. $G'eCl_3$ 10% eritmasi (aromatik karbol kislotalar va pirazon hosilalari bilan qizil ko'kimtir rangli dog' xosil qiladi, sezgirlik aromatik karbol kislotalar uchun 1,5 mkg, pirazon hosilalari uchun 1,0 mkg) Dragendorf reaktivi (uchlamchi aromatik yoki geterotsiklik azot atomi saqlagan dorivor moddalar bilan qo'ng'ir rangli dog' xosil qiladi, reaksiya sezgirligi noksiron va butadion uchun 2 mkg, antipirin va kofein uchun 1,5 va 4,0 mkg, diazepam, nitrozepam va xlordiazepoksid uchun 1,0 mkg).

Taxlilning olib borish xususiyatlariga ko'ra umumiy qo'llaniladigan reaktivlarni birin-ketin qo'llash maqsadga muvofiqdir. O'tkazilgan tajribalar natijasida o'rganilgan reagentlarni kislotali, neytral va asos xossali dorivor moddalarni aniqlashda qo'llash mumkinligi ko'rsatilgan. Bunda olingan xromatogrammalarni UB-nurlar bilan nurlantirib va tavsiya etilgan reagentlar bilan birin-ketin ishlash lozim:

Ushbu usul faqat meprobomatni aniqlash imkonini bermaydi. Meprobomatni vanilinning 1% metanoldagi eritmasi bilan aniqlash mumkin.

Kofein, teobromin va teofilinni yupqaqatlam xromatografik aniqlash.

Silikagel bilan qoplangan xromatografik plastinkaning (12x18 sm) start chizig'iga tekshiriluvchi eritmadan tomizilib, undan 2 sm o'ngda start chizig'iga standart eritma (0,01% kofeinning xloroformdagi eritmasi) tomiziladi. Plastinka iliq xavo oqimida quritiladi va efir-atseton-25% ammiak (40:20:1) erituvchilar aralashmasi bilan to'yintirilgan xromatografik kameraga tushiriladi. Kamera qopqoq bilan zich yopiladi. Erituvchi 10 sm yuqoriga ko'tarilgandan keyin plastinkani kameradan olinib, iliq xavo oqimida quritiladi. So'ngra Dragendorf reaktivi bilan purkaladi.

Amidopirinni yupqa qatlam xromatografiya usuli bilan aniqlash.

Silikagel bilan qoplangan xromatografik plastinkaning (12x18sm) start chizig'iga tekshiriluvchi eritmadan tomizilib, undan 2 sm o'ngda start chizig'iga standart eritma tomiziladi.

Plastinka iliq xavo oqimida quritiladi va xloroform-atseton (9:1) erituvchilar aralashmasi bilan to'yintirilgan xromatografik kameraga tushiriladi. Kamera qopqoq bilan zich yopilib, erituvchi 10 sm yuqoriga ko'tarilgandan keyin olinib, iliq xavo oqimida quritiladi. So'ngra 10% $G'eSl_3$ reaktivi bilan purkaladi. Xromatogrammada amidopiringa xos qo'ng'ir rangli dog'lar hosil bo'ladi ($R_f = 0,15-0,17$).

Xininni yupqa qatlam xromatografiya usuli bilan aniqlash.

Silikagel bilan qoplangan xromatografik plastinkaning (12x18 sm) start chizig'iga tekshiriluvchi eritmadan tomiziladi. Undan 2 sm o'ngda start chizig'iga standart eritma tomizilib, plastinka iliq xavo oqimida quritiladi va efir-atseton-25% ammiak (40:20:2) erituvchilar aralashmasi bilan to'yintirilgan xromatografik kameraga tushiriladi. Kamera qopqoq bilan zich yopib, erituvchi 10 sm yuqoriga ko'tarilgandan keyin olinib, iliq xavo oqimida quritiladi. So'ngra UB-nurida nurlantiriladi so'ng Dragendorf reaktivi bilan purkaladi. Xromatogrammada xinin bo'lsa, UB - nurda tovlanish va Dragendorf reaktivi purkalganda qo'ng'ir dog' ($R_f = 0,25$) xosil bo'ladi.

Mustaqil tayyorlanish uchun savollar.

- 1.YUpqa qatlamli xromatografiya deganda nimani tushunasiz?
- 2.Ikki yo'nalishli xromatografik jarayonni tushuntiring.
- 3.Qarama-qarshi fazali xromatografiya jarayoniga izox bering.
- 4.Ekstraksion xromatografik jarayonni izoxlang.
- 5.Xromatografik dog' deganda nimani tushunasiz?
- 6.Xromatografik jarayondagi start nima? Uni qanday belgilash mumkin?
- 7.Xromatografik kameralar qanday tanlanadi?
- 8.Xromatografik kameralarni qo'zg'aluvchi faza pori bilan to'yintirishni izoxlang.
- 9.Xromatografiyadagi front nima?
10. R_f -kattaligiga izox bering.U qanday aniqlanadi?

11. Tekshiriluvchi namuna eritmasini xromatografik plastinkaga o'tkazish tartibini izoxlang.
12. YUppqa qatlamli plastinkalar yordamida xromatogrammalar tartibini izoxlang.
13. Moddalarni yupqa qatlamli xromatografik jarayonda taqsimlanish mexanizmi qanday?
14. Kofein, teobramin va teofillinni yupqa qatlam xromatografik aniqlash qanday bajariladi?
15. Amidopirin xususiy YUQX taxlili jarayonini izoxlang.
16. Xininni xususiy YUQX taxlili jarayonini izoxlang.

12- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. Gaz xromatografiya tahlil usuli uchun dori vositasini tayyorlash va tahlil qilish

- 1) GSX asbob qismlari bilan tanishtirish.
- 2) Detektor qurilmasi turlari hamda ular bajaradigan vazifalarini o'zlashtirish.
- 3) GSX uchun namuna tayyorlash tartibi bilan tanishish.
- 4) Xromatogramma orqali ushlanish parametrlarini aniqlash.
- 5) Dori moddalar tozaligi va chinligini aniqlash.

Mashg'ulot maqsadi: Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni gaz suyuqlik xromatografiya usulini dori moddalar tahlilida qo'llashni o'rganish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

Talabalarga GSX tahlil asoslarini o'rgatish, gaz suyuqlik xromatografiyasi uchun mos sorbentlarni o'rganish, sorbentlarga qo'zg'almas suyuq fazalarni o'tkazish.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quvqo'llanmalar, xromatografik kolonkalar, kolonka, chizg'ich, purkagich, turli ochuvchi reagentlar, voronka, mikroshpits, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmalimateriallar, skotch, qog'oz.

Gaz suyuqlik xromatografiyasi (GSX) moddalar aralashmasini tarkibiy qismlarga ajratib, ularni sifat va miqdorini aniqlashda keng qo'llaniladi. Bunda aralashmadagi tarkibiy qismlarni bir-biridan ajralishi, ularning fizik-kimyoviy xususiyatlariga qarab amalga oshadi. Xromatografik kolonkada qo'zg'almas va qo'zg'aluvchi faza o'rtasida moddalar taqsimlanadi. Ular bir necha marotaba adsorbsiya, desorbsiya jarayonlariga uchraydi. Aralash dori vositalarini bir-biridan ajratish mahsus gaz suyuqlik xromatografik qurilmalarda amalga oshiriladi. Bu qurilma quyidagi qismlardan tashkil topgan:

1. Qo'zg'aluvchi faza manbai (gaz baloni);
2. Gazni bosimni o'lchab zarur bosimda uzatib beruvchi qurilma-reduktor;
3. Tekshiriluvchi aralashmani tahlil uchun yuboriladigan qism-dozator;
4. Xromatografik kolonka;
5. Kolonkadan chiqayotgan moddalarni ayrim fizik-kimyoviy xususiyatlariga asoslanib aniqlovchi qism-detektor;
6. Detektor o'zgarishini qayd qiluvchi qism-yozib oluvchi moslama-potensiometr.

Qurilmada dozator, kolonka va detektorlar alohida termostatga joylashtirilgan bo'lib, istalgan haroratda qizdirish mumkin.

Xromatografik kolonkadan chiqayotgan gaz tarkibining o'zgarishi detektorda seziladi va bu yozib oluvchi moslamada qayd etiladi. Ikki turdagi, integral va differensial detektorlar mavjud bo'lib, integral detektor signali asosan gaz oqimidagi tekshiriluvchi moddaning umumiy massasiga to'g'ri proporsionalligi asosida aniqlanadi. Detektor orqali toza gaz o'tganda, xromatografik qog'oz tasmasida gorizontallik to'g'ri chiziqli chiziladi. Detektorga biror aralashma kelib tushganda gaz va ajralgan modda aralashmasi xromatogrammada pog'onali chiziqlar paydo bo'ladi, bu pog'onalarining balandligi ajralgan moddaning gaz oqimidagi miqdoriga mutanosib bo'ladi.

Ko'pchilik xromatograflarda asosan differensial detektorlar ishlatilib, bu detektorlar xromatografik kolonkada ajralayotgan moddaning miqdorini gaz oqimida vaqt birligidagi o'zgarishini ko'rsatadi. Differensial detektorlar konsentratsion va oqimli detektorlarga bo'linadi.

Konsentratsion detektorlarga-katarometr misol bo'lib, u kolonkadan o'tayotgan qo'zg'aluvchi gazlarning issiqlik o'tkazish o'zgaruvchanligini aniqlaydi. Bu detektorning ishlashi qizdirilganda gazlarning issiqlik o'tkazishiga bog'liq holda elektr o'tkazgichlarning qarshiligining o'zgarishiga asoslangan. Bunda elektr

o'tkazgichlar yordamida toza gaz va gazning tekshiriluvchi modda bilan aralashmasi orasidagi issiqlik o'tkazish effektlari farqi aniqlanadi.

Elektr o'tkazgichning qarshiligi asosan gaz oqimidagi moddaning konsentratsiyasiga munosib holda o'zgaradi.

Oqimli detektorlarga ionizatsion – alangali detektorlar misol bo'lib, bunda organik moddalarni ikki elektrod o'rtasidagi vodorod alangasida yonib ionlashgan radikallar hosil qilish va shu modda konsentratsiyasiga nisbatan ionlarning munosib ravishda oshishi bilan xarakterlanadi.

Gaz suyuqlik xromatografiyasida detektorlardan kelayotgan impulslarni potensiometrlar yordamida xromatografik qog'ozlarga yozib olinadi. Detektorlardan olingan signallar gaz oqimi, hajmi yoki kolonkalaridan ajralayotgan moddaning kolonkada ushlanish vaqti, xromatografik cho'qqi balandligi, xromatografik cho'qqi asosi, xromatografik cho'qqi yuzasi kabi ko'rsatkichlar bilan xarakterlanadi.

Moddaning xromatografik kolonkada ushlanish vaqti, moddani xromatografik kolonkaga yuborilgan vaqtdan uni kolonkadan eng ko'p miqdorda ajralib chiqishigacha sarflangan vaqt bilan belgilanadi. Bu vaqt moddalarning gaz xromatografik tahlil qilishda bir xil sharoit saqlanganda moddalar sifatini aniqlovchi asosiy ko'rsatkich bo'lib hisoblanadi.

Gaz xromatografiyasida moddalarni ajratishda qo'zg'aluvchi faza sifatida asosan inert gazlar: azot, geliy, argon; sorbentlar sifatida esa inzim g'ishti, xemosorb, xromaton, deserb va shu kabi turli g'ovak moddalar ishlatiladi.

Xromatograflardan: Svet-6, Svet-100, LXM-4, LXM-8MD, gazoxrom va boshqalar mavjud.

Ish boshlashdan avval gaz xromatografini uchiruvchi (dozator) blokidagi tiqinchalarni zich yopilganiga ishonch hosil qilish, buning uchun kichkina shytka yordamida uchiruvchi blokidagi tahlil uchun modda yuboriladigan qismga (dozator) sovun eritmasi (ko'pigi) surtiladi. Bunda havo pufakchalari paydo bo'lmasligi, uchiruvchi bloki zich yopilgandan dalolat beradi. Agarda havo pufakchalari hosil bo'lsa, u holda rezina tiqinchani o'qituvchi ishtirokida almashtirish zarur. Tiqinchalarning zich yopilganligi butun laboratoriya mashg'uloti davomida tekshirilib turilishi lozim.

Gaz xromatografik tahlilida avval o'zi yozuvchi blokni diagramma tasmasini ishga tushiriladi. Xromatogrammani yozuvchi blok tutqichi asosiy va ko'rsatkich barmoq bilan 3-4 sm o'ng va chap tomonlarga asta-sekin suriladi, bunda pero asl holiga kelishi kerak. So'ng mikroshprints bilan 0,5 mkl tozalangan suv va 0,5 mkl havo olib xromatografning uchiruvchi blokiga yuboriladi, bunda tekshiriluvchi moddani dozatorga yuborilishi sekunder yordamida belgilanadi va diagramma tasmasida yuborilgan toza havoning egri chizig'i paydo bo'lishi kuzatiladi va shu egri chiziq ro'parasiga "havo" deb yozib qo'yiladi. Havo tahlili gaz xromatografning sezgirlik darajasi – x, I da olib boriladi. Xromatografning sezgirlik darajasi qog'oz tasmasida tekshiriluvchi tahlil nomi qatoriga yozib qo'yiladi. Masalan: x, I.

Suv bug'ining hamda havoning xromatografik tahlili laboratoriya mashg'uloti boshida, o'rtasida va oxirida tekshirib ko'riladi. Xromatograf havo yordamida tekshirilgandan so'ng unga o'qituvchi tomonidan berilgan aniq moddaning aralashmasi namunasi yoki toza holda eritma yuboriladi.

Xozirgi vaqtda bozor iqtisodiyotiga o'tish munosabati bilan tayyor dori vositalarini ishlab chiqishda va is'temolchiga etkazib berishda olib boriladigan nazorat susaymoqda. Natijada dori vositalarini sifatini talabga javob bermaydigan holatlar uchramoqda. SHuningdek qalbakilashtirilgan dorilar salmog'i ham oshib bormoqda. Bunday holatlarni oldini olish uchun zamonaviy, sezgir va dori vositalarini tarkibiy qismlari bo'yicha sifatini hamda miqdorini aniqlash imkonini beradigan gaz xromatografik usullardan foydalaniladi.

Masalan: ayrim dori vositalari tarkibiga etil spirti kiradi. U asosan erituvchi modda sifatida qo'llaniladi. Bunday dori vositalari qatoriga kamfor spirti, salitsil kislota spirtli eritmasi, bor kislotasining spirtli eritmasi, 5%, 10% yodning spirtli eritmalari hamda valerianka, arslon quyruq, do'lana, karvalol va boshqa nastoykalar kiradi.

Ushbu dori vositalarining tarkibiga kiruvchi etil spirtini turli miqdordagi va turli konsentratsiyadagi eritmalari tashkil etadi. Bunday dori vositalarini ishlab chiqaruvchi korxonalar, ayrim hatoliklarga yo'l qo'ygan holatda, dori vositasi tarkibidagi etil spirtini miqdori davlat farmakopeyasi talablariga javob bermay qolishi mumkin. Yoki ayrim shaxslar tomonidan kichik moslamalarda ushbu dorilarga o'xshash qalbaki dorilar tayyorlanishi mumkin va bu mahsulot is'temolchilarga etib borishi ham mumkin.

YUqorida qayd etilgan holatlar oldini olish uchun dori vositalarini qat'iy nazorat ostiga olish lozim. Ko'rsatilgan misolda etil spirtini dori vositalari tarkibida bor-yo'qligini va miqdorini aniqlash muhim. SHu

sababli uni zamonaviy sezgir usulda aniqlash maqsadga muvofiq. SHunday qilib, etil spirtini sifatini gaz xromatografik usulida aniqlashni ko'rib chiqamiz. Buning uchun quyidagi vazifalarni bajarish lozim:

1. Xromatografik kolonkalarining o'lchamlari 100 x 0,6 sm.

2. Qo'zg'almas fazani ushlab turuvchi qattiq faza, natriy ishqori va alkilsulfanatning natriyli tuzlari (0,3g dan) bilan ishlangan inzim g'ishti – 600 (0,25-0,5 mm).

3. Qo'zg'almas faza – SHostakov balzami (vinilin), qattiq faza ustiga 1:5 nisbatda shimdiriladi.

4. Xromatografik kolonka va detektor blokining harorati 75⁰S dozatorning harorati – xona haroratida bo'ladi va xona haroratidan 100⁰S da o'zgarishi spirtlarning ajralishiga ta'sir etmaydi.

5. Qo'zg'aluvchi faza (gaz) – azot.

6. Gazning tezligi – 50-60 ml/min.

7. Detektor toki – 60-100 MA.

8. Xromatogrammani yozish masshtabi 1:1.

9. Xromatografik qog'oz tasmasining harakat tezligi 720 mm/soat.

Spirtlarni tahlili tekshiriluvchi diagramma tasmasini yurgizish bilan boshlanadi. Bunda xromatografga havo namunasi yuborib ko'rilgandan so'ng, unga quyidagi usulda olingan alkilnitritlarning aralashmasi yuboriladi: 0,5 ml spirtlar aralashmasini 0,5 ml 50% uchxlorsirka kislotasi saqlagan pensillin idishchasiga solinadi. So'ngra shisha idishcha rezinka tiqin bilan yopilib maxsus tayyorlangan qurilmaga o'rnatilib, aralashtiriladi va unga shprints yordamida 0,25ml 30% natriy nitrat eritmasi yuboriladi. Olingan aralashmani 1 daqiqa davomida tik tutgan holda aralashtirib, shprints yordamida 2 ml, gaz - havo qismidan olinib, xromatografni tahlil namunalarini yuboruvchi qismga yuboriladi. Bunda aralashmaning yuborilgan vaqti, xromatogramma egri chizig'ining eng baland nuqtasini hosil bo'lish vaqtlari (yoki masofasi) belgilanadi. Buning hammasini talabalar o'zlarining ish daftariga yozib oladilar.

Xromatogrammani tahlil qilish.

Xromatogrammani tahlil qilish xromatogrammada chiqqan havo egri chizig'ining baland nuqtasi hosil bo'lguncha sarf bo'lgan vaqtni (min), yoki masofani (mm) o'lchashdan boshlanadi. Bu vaqt yoki masofa kalonkaga yuborilgan havoning sorbsiyalashmagan (yutilmagan) gazning xromatografik kalonkada ushlanishi "o'lik" vaqti (t_m), yoki o'lik masofa (l_m) deb yuritiladi. Vaqt sekundamer (sek), masofa esa chizg'ich (mm) yordamida o'lchanadi. Diagramma tasmasi bir xil tezlikda xarakatlanganida o'lchangan masofani mm-da, diagramma tasmasining aylanish tezligiga (mm/sek) nisbati moddaning xromatografik kalonkada ushlanish vaqtini ko'rsatadi.

Adsorbsiyalanmagan havo hosil qilgan egri chizig'i maksimumidan, tekshiriluvchi modda egri chizig'ining maksimumigacha bo'lgan masofa farqi esa, tuzatilgan masofa, vaqt birligida bo'lsa, tuzatilgan vaqt deb yuritiladi va quyidagicha hisoblanadi:

$$t_{isp} = t - t_m$$

$$l_{isp} = l - l_m$$

t , l - tahlil qilinayotgan moddaning xromatografik kalonkadan uni xromatografik egri chizig'ining maksimumigacha bo'lgan vaqt (yoki masofa).

Tahlil qilinayotgan modda sifatini aniqlashda asosan tuzatilgan ushlanish vaqti qo'llaniladi. Bu vaqt tekshiriluvchi modda molekularining qo'zg'almas fazada ushlanish vaqtini ko'rsatadi.

Tekshiriluvchi moddaning nisbiy ushlanish vaqti yoki masofasi bu tekshiriluvchi modda ushlanish vaqtini yoki masofasini standart modda ushlanish vaqtiga yoki masofasiga bo'lgan nisbatidir.

$$t_{nisbiy} = \frac{t_{\text{tekshiriluvchi modda}}}{t_{\text{ctandart modda}}} : I_{nisbiy} = \frac{l_{\text{tekshiriluvchi modda}}}{l_{\text{ctandart modda}}}$$

Xozirgi vaqtda gaz suyuqlik xromatografiyasi (GSX) usuli bilan murakkab dori vositalarini tashkil etuvchi komponentlarga ajratib, ularni sifatini hamda miqdorini tahlil qilishda, eng qulay usullardan biri hisoblanadi. GSX tahlil sharoitlarini (kolonka haroratini, qo'zg'atuvchi faza oqimi tezligini, qo'zg'almas suyuq fazaning fizik-kimyoviy xususiyatlari) o'zgartirib bir guruxga mansub, fizik-kimyoviy xususiyatlari bir-biriga yaqin dorivor moddalarni bir vaqtda bir-biridan ajratib tahlil qilish mumkin. Dori vositalarining sifatini

nazorat qilishda, farmakokinetikasini, metabolizmini o'rganishda bu usul juda qo'l keladi. Tahlil natijasida hosil bo'lgan xromatogramma asosida dori vositalarini sifatini va miqdor jihatdan sharhlash mumkin.

Tahlil sharoitlari o'zgarmagan holda har qanday modda uchun ushlanish vaqti va masofasi sifat ko'rsatkichi bo'lib xizmat qiladi.

Xromatogrammadagi cho'qqining balandligi yoki yuzasi uning miqdoriga to'g'ri proporsionaldir. Modda miqdori oshishi bilan xromatogramma cho'qqisining balandligi va yuzasi ham oshadi. Xromatografik cho'qqilarini yuzasini turli usullarda aniqlanadi:

1. Planimetrik usulda
2. Cho'qqini konturi bo'yicha qirqib olib tortish.
3. Cho'qqini balandligi va uning yarmidagi kengligiga ko'paytmasi bo'yicha.
4. Cho'qqining turli balandligidagi kengliklarini o'rtacha qiymatini uning balandligi ko'paytmasi bo'yicha.
5. Cho'qqini turli geometrik shakllarga bo'lib, uning yuzasini hisoblash bo'yicha.
6. Cho'qqining ikki yon tomonlariga to'g'ri chiziq o'tkazib, asosi bilan birlashtirib, hosil bo'lgan uchburchakning yuzasini hisoblash bo'yicha.
7. Elektron integratorlardan foydalanish.

Mustaqil tayyorlanish uchun savollar.

1. Gaz xromatografining tuzilishi qanday qismlardan iborat?
2. Detektor, ularning turlari va vazifalari?
3. Ushlanish vaqti ko'rsatkichi uni ahamiyati nimada?
4. Etil spirtini gaz-xromatografik usulda tahlilini olib borish jarayoni nimaga asoslangan?
5. Qanday tartibda moddalarni gaz-xromatografika yubrishni talab etiladi?
6. Moddalarni gaz-xromatografik tahlilida qo'llaniladigan ko'rsat- kichlar va ularni ahamiyati nimada?
7. Dori vositalarini sifatini aniqlashda gaz xromatografik usulning ahamiyati nimaga asoslangan?
8. Xromatografik tasmda hosil bo'ladigan cho'qqilarni aniqlash usullari qanday olib boriladi?

GAZ XROMATOGRAFIYA USULIDA DORI VOSITALARINI MIQDORINI INI ANIQLASH. TAHLIL UCHUN TEKSHIRILUVCHI VA STANDART ERITMALARNI TAYYORLASH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

- 1) GSX uchun namuna tayyorlash va uni miqdoriy tahlil uchun tekshirish.
- 2) Xromatogramma orqali ushlanish parametrlarini aniqlash.
- 3) Cho'qqi yuzasini aniqlash usullarini o'zlashtirish
- 4) Aniqlangan cho'qqi yuzasi orqali dori modda miqdorini aniqlash.

Mashg'ulot maqsadi: Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni Gaz suyuqlik xromatografiya usulini dori moddalar tahlilida qo'llashni o'rganish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

Talabalarga GSX tahlil asoslarini o'rgatish, gaz suyuqlik xromatografiyasi uchun mos sorbentlarni o'rganish, sorbentlarga qo'zg'almas suyuq fazalarni o'tkazish.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quv qo'llanmalar, xromatografik kolonkalar, kolonka, chizg'ich, purkagich, turli ochuvchi reagentlar, voronka, mikroshpits, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmalimateriallar, skotch, qog'oz.

YUqorida keltirilgan usullar hosil bo'lgan xromatografik cho'qqiga asoslanib modda miqdorini aniqlashda qo'llaniladi.

Tahlil davomida uchrashi mumkin bo'lgan hatoliklarni oldini olish uchun xromatografik tahlil bir xil o'zgarmagan sharoitda olib boriladi.

Dori moddalarini miqdorini tahlil qilishda avval shu dori vositasini standarti bilan kalibrlanadi.

Kalibrlash uch xil usulda olib boriladi.

1. Ichki standart bilan kalibrlash.
2. Absolyut kalibrlash.
3. Ichki normallashtirish usulida kalibrlash.

Har uchchala usulni amalda bajarish uchun aniq miqdorda olingan standart moddalar bilan tahlil olib borilib, cho'qqi yuzasi yoki balandligi istalgan usul bilan o'lchanadi va kalibrlash chizmasi chiziladi. Tayyorlangan kalibrlash chizmasi o'rganilayotgan moddani miqdorini aniqlashda ishlatiladi.

Dori vositalari tarkibidagi etil spirtini miqdorini aniqlash uchun quyidagi tartibda tahlil qilinadi.

Dori vositalari tarkibidagi etil spirtini (borli spirt, valokardin, karvalol) gaz xromatografik usulda tekshirishda o'lchov chizmasi tuziladi.

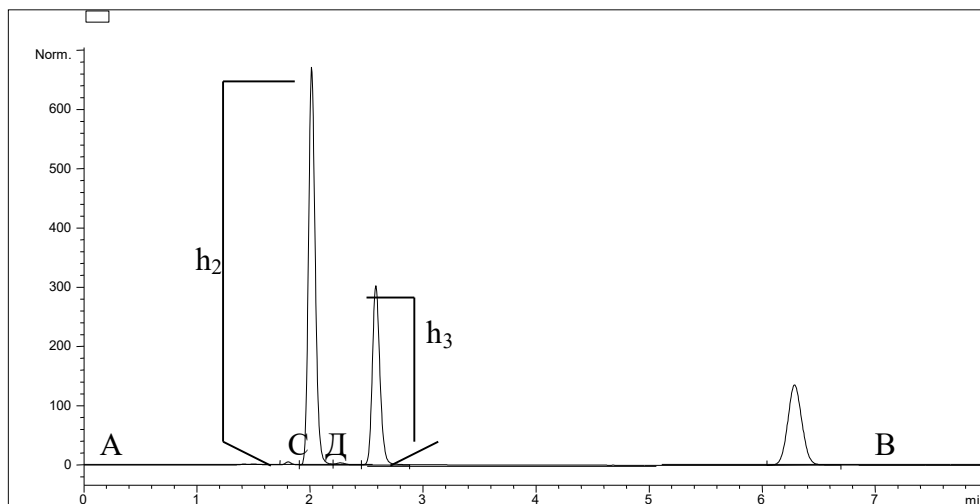
O'lchov chizmasi tuzishda etil spirtining standart eritmalaridan foydalaniladi. Bunda 1,00; 2,00; 3,00 va 4,00% spirt saqlagan eritmalar qo'llaniladi.

Penitsillin idishchasiga 2 ml, ichki standart sifatida, propil spirti eritmasi (4%) va 2 ml etil spirtining standart eritmasidan solinadi. Eritmalar yaxshilab chayqatilib, undan 1 ml boshqa toza penitsillin idishga o'tkaziladi. Qolgan amaliy ishlar yuqorida ko'rsatilgan tartibda olib boriladi.

So'ngra xromatogrammada olingan etil spirt hamda propil spirtlarning egri chiziqlari balandligi nisbatini hisoblab, 100 raqamiga ko'paytiriladi. Olingan natijalar millimetrli qog'ozga o'tkaziladi. Bunda ordinat o'qiga egri

chiziqlar balandligining nisbati h_2/h_3 absiss o'qiga etil spirtining standart eritmadagi miqdori (%) qo'yiladi.

Xromatogramma egri chiziqlari cho'qqi balandligini o'lchash chizmasi



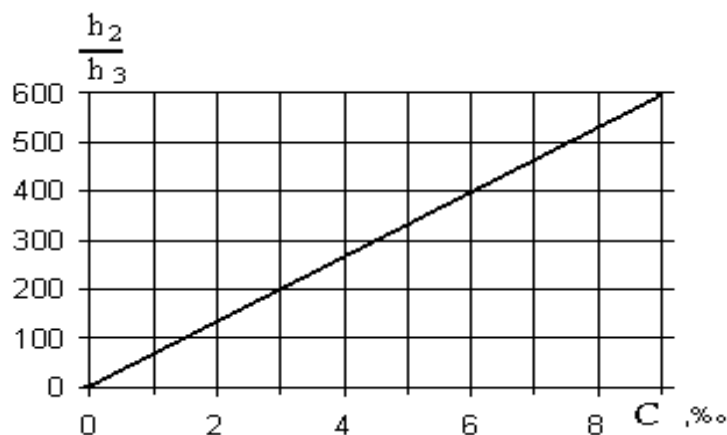
AV-xromatogrammaning asosiy yo'li

SD- egri chiziq asosi

h_2 - etilnitritning egri chiziq balandligi, mm da,

h_3 - propilnitritning egri chiziq balandligi, mm da.

Aniq o'lchov chizmasi



h_2 - etilnitritning egri chiziq balandligi, mm da,
 h_3 - propilnitritning egri chiziq balandligi, mm da.

Dori vositalari tarkibidagi etil spirti miqdorini gaz-xromatografiyasi usulida aniqlash.

Penitsillin idishchalariga 2 ml ichki standart modda sifatida propil spirti eritmasidan (4‰) va 2 ml tekshiriluvchi modda solinadi.

Idishchadagi moddalar yaxshilab aralashtirilib, soʻngra undan 1 ml olib tekshiriluvchi moddani ichki standart modda bilan aralashmasi boshqa toza idishchaga oʻtkaziladi va yuqorida berilgan tartibda reaktivlar qoʻshiladi.

Idishchadagi aralashma 1 daqiqa davomida chayqatilib, undan shprits yordamida 3 ml havo-gaz qismidan olinib, xromatografning uchirgich kamerasiga yuboriladi. Etil spirtini aniqlash ikki qayta takrorlanadi. Agarda shu ikki qayta tekshirishda hosil boʻlgan egri chiziqlarning balandligi bir-biridan 4-5% atrofida farq qilsa, tekshiriluvchi uchinchi marotaba qaytariladi.

Etil spirtini miqdorini, xromatogrammada hosil boʻlgan etilnitritning egri chizigʻi balandligi, shu xromatogrammadagi propil-nitrit egri chizigʻi balandligiga nisbati asosida, standart eritmalar yordamida olingan aniq oʻlchov grafigi boʻyicha hisoblanadi. Hisoblanishni osonlashtirish hamda kasrli sonlarni kam ishlatish maqsadida olingan natija 100 ga koʻpaytirib hisoblanadi.

Alanga ionlovchi detektorli gaz xromatografik usul yordamida spirtlarni aniqlash

Alanga yordamida ionlovchi detektorli xromatograf.

Sorbent xromaton 0,16-0,20 mm oʻlchamli kukuni.

Qoʻzgʻalmas faza polietilenglikol – 300 (PEG-300) sorbentga nisbatan 15 % olinadi.

Kolonka oʻlchami 0,4 x 150 sm

Kolonka harorati 67⁰S

Detektor va injektor harorati 110⁰S

Qoʻzgʻaluvchi gaz-azot, sarfi 40 ml/daqiqa

Vodorod gazi sarfi 28 ml/daqiqa

Kislorod gazi sarfi 300 ml/daqiqa

Diagramma tasmasining tezligi 720 mm/soat

Spirtlarni alanga yordamida ionlovchi detektorlar uchun aniq oʻlchov chizmasini olish

Penitsillin idishchasiga 1 ml hajmda 0,5 ‰, 1‰, 2‰, 3‰, 4‰, 5‰ va 6‰ spirt saqllovchi eritmalaridan 1 ml olinib, hajmi 5ml etguncha tozalangan suv qoʻshiladi, rezina tiqinlar yopilgach idishchalar zich yopiladigan moslamaga joylashtirilib, qaynab turgan suv hammomida 5 daqiqa ushlanadi. Soʻng shprits yordamida 1 ml por qismidan olinib, xromatografning alanga yordamida ionlovchi detektor injektoriga yuboriladi. Bunda diagramma tasmasida 2 daqiqa 15 soniyada xromatografik choʻqqilar hosil boʻladi. Usul sezgirliги etil spirti uchun 5 mkg ga teng.

Olingan natijalarga asoslanib aniq o'lchov chizmasi konsentratsiyasida xromatogrammada cho'qqilar balandligi asosida tuziladi va uni dori vositalari tarkibidagi spirt miqdorini aniqlash uchun qo'llaniladi.

Buning uchun dori vositalari tarkibida bo'lishi mumkin bo'lgan konsentratsiyasi asosida 1-6% orasidagi eritmasi tayyorlanib yuqoridagi talabga mos tahlil o'tkaziladi hamda spirt miqdori o'lchov chizmasidan foydalanib aniqlanadi.

Gaz xromatografik tahlilida alanga ionizatsion detektori (AID) eng ko'p tarqalgan va qulay usullardan hisoblanadi.

Alanga ionizatsion detektor yuqori sezgirlikka ega bo'lib, tuzilishi sodda, kam hajimga ega hamda mikronasadkali va kapillyar kalonkalarda qo'llaniladi. Bu tur detektorlar qo'zg'aluvchi gaz sarfi, bosimi va haroratini o'zgarishlarini sezuvchanligi kam bo'lganligi tufayli, kalonka haroratini o'zgarishlari asosida bajariluvchi tahlillar olib borish uchun qulay hisoblanadi.

Alanga ionizatsion detektor ko'pchilik organik moddalar tahlilida yuqori sezgirlikka ega. Bu detektor qo'zg'aluvchi fazadagi hamda aniqlanuvchi namunadagi aralashgan suvga nisbatan kam sezgir bo'lganligi tufayli atrof muhit hamda tarkibida suv saqlovchi moddalar tahlili uchun qulay.

Detektorda ionlantiruvchi manbai sifatida yonayotgan vodorod alangasidan foydalaniladi.

Tekshiriluvchi modda namunasi xromatografik kalonkadan qo'zg'aluvchi gaz bilan aralashgan holda alanga yuboriladi. Detektorda ikkita potensial va kollektorli elektrodlar mavjud bo'lib, potinsial elektrodda ionlar jamlanadi, kolektor esa detektor signalini yozib olinadi.

Alanga ionizatsion detektor - detektor korpus, yonish manbai elektrodlar, muhofazalovi qoplama, havo, vodorod va qo'zg'aluvchi gazlarni kirituvchi qurilma hamda alangani yoqish uchun spiralsimon qurilmadan tarkib topgan.

Talabalar bilimini tekshirish uchun savollar

1. Qanday kalibrlash usulida dori vositalari miqdorini aniqlash amalga oshiriladi?
2. Qanday ko'rsatkichlar asosida moddani miqdoriy tahlili olib boriladi?
3. Etil spirtini miqdoriy tahlilini amalga oshirishda qanday eritmalardan foydalaniladi?
4. Nima sababdan standart taqqoslovchi eritma sifatida propil spirti foydalaniladi?
5. Qon va peshob tarkibidagi etil spirtini miqdorini aniqlash qanday olib boriladi?
6. Alanga ionlovchi detektor yordamida etil spirtini aniqlash qanday xususiyatga ega?

13- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. YUSSX usulida dori preparatlarining sifatini baholash.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

1. YUSSX qurilmasining tarkibiy qismlari va ularning funksiyalari.
2. YUSSX tahlil uchun mobil faza tayyorlash.
3. YUSSX qurilmasi kanalini yuvish.
4. YUSSX taxlilda kolonkani yuvish

Mashg'ulot maqsadi: Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni YUSSX usulini dori moddalar tahlilida qo'llashni o'rganish.

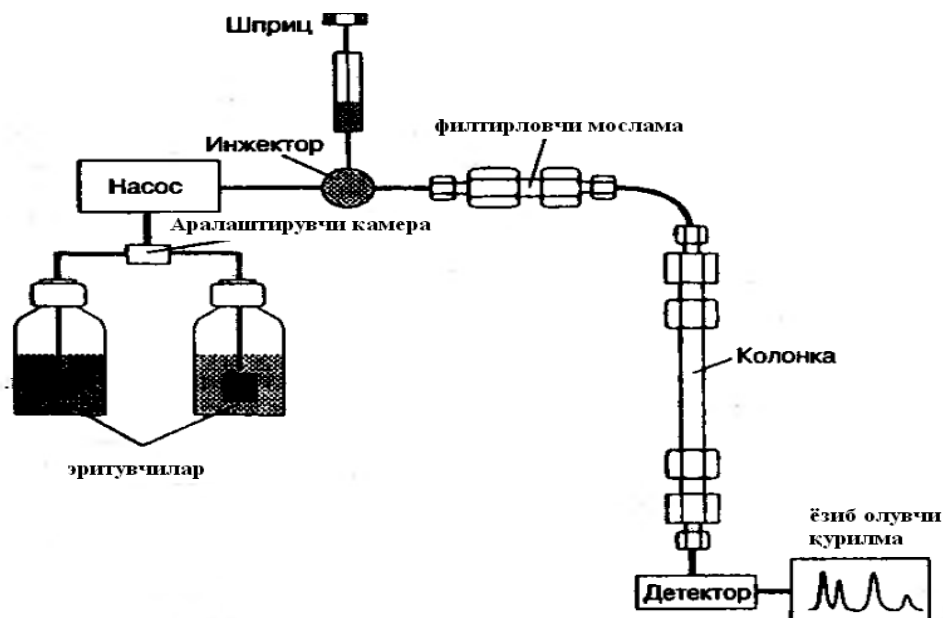
Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

Talabalarga YUSSX tahlil asoslarini o'rgatish, YUSSX usulida dori vositalarini tahlilini amalga oshirish uchun zarur shart sharoitlarni yaratish.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quv qo'llanmalar, xromatografik kolonkalar, YUSSX qurilmasi, analitik tarozi, Distillyator, voronka, mikrosheprits, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmalimateriallar, skotch, filtr qog'oz.

Usulni olib borishda foydalaniladigan qurilma tuzilishi.

YUSSX usulni olib borishda quyidagi rasmda keltirilgan qurilmalardan foydalaniladi.



2-rasm. YUqori samarali suyuqlik xromatografining tuzilish chizmasi.

Apparatni bir meyarda ishlashi uchun erituvchi solinadigan moslama 1000 ml hajmida bo'lishini talab etiladi. Ko'p holatlarda bu moslama suyuqlik tarkibidagi gazlarni yo'qotish asboblari bilan uzviy bog'liqlikda ulangan bo'ladi.

Suyuqlikni kolonkaga o'tkazishda nasosning ahamiyati kattadir. Bunda suyuqlik tezligi 10 ml-min, hamda 300-400 atm. Bosim oralig'ida harakatlanadi. Aniqlanuvchi moddani kolonkaga dozator orqali eritma holida yuboriladi. Kolonkalar asosan zanglanmaydigan po'lat, hamda shisha va titan naychalardan tayyorlanadi. SHisha kolonkalardan foydalanishda tashqaridan kuzatishga imkoniyat baladi, lekin ichki bosimni 70 atm. dan yuqoriga ko'tarish maqsadga muvofiq emas. Kolonkalar termostatga joylashtirilgan bo'lib, asosan ichki diametri 2-4 mm, uzunligi 10-50 sm ni tashkil etadi.

Kolonkadan o'tayotgan suyuq erituvchini harakatini doimiy ravishda detektor orqali tekshirib beriladi.

Detektorlar ikki guruhga: o'ziga xos guruh moddalarni xususiyatini aniqlashga hamda universal xususiyatni namoyon etadigan o'ziga xos guruh moddalarini aniqlashda fluoressensiyalanish va boshqa elektrokimyoviy usullar yordamida aniqlashga asoslangan. Unga asosan dori vositalarining kam miqdorini biologik suyuqliklar tarkibidagi chiqindi moddalarni va qo'shilmalarni aniqlashda foydalaniladi. Universal detektorlar yordamida moddaning bor yoki yo'qligidan qat'iy nazar suyuqlikdan ajralib chiqayotgan har qanday moddani xususiyatini aniqlashga qodirdir. Bu usul hozirgi kunda neft kimyosi, oziq-ovqat sanoati va farmatsiya ishlab chiqarish sanoatlarida keng foydalanib kelmoqda.

Detektorlarga qo'yilgan talablar:

- a) yuqori sezgirlikka ega bo'lishi;
- b) tekshirilayotgan modda detektor orqali o'tayotganda parchalanmasligi;
- v) haroratni o'zgarishi, suyuqlikning oqim tezligi, hamda qo'llanilayotgan erituvchining tarkibi detektorning ishlash jarayoniga ta'sir ko'rsatmasligi;
- g) detektor tekshiriluvchi moddani sifatini va miqdorini aniqlashda asosiy ko'rsatgichni bera olishi lozim.

Quyidagi jadvalda YUSSX usulini olib borishda nur o'tkazuvchanlik xususiyatiga asoslanib keng foydalaniladigan erituvchilar keltirilgan.

1-jadval

Эритувчилар	полярлик индекси P'	Элюирланиш кучи (SiO_2)	УБ- ўтказув- чанлик, мм
Фторалкан	< -2	-0,2	200
Циклогексан	0,04	0,03	200
n-Гексан	0,1	0,01	195
Тетрахлорметан	1,6	0,11	265
Диизопропиловый эфир	2,4	0,22	220
Толуол	2,4	0,22	285
Диэтиловый эфир	2,8	0,38	215
Дихлорметан	3,1	0,34	230
Тетрагидрофуран	4,0	0,35	210
Хлороформ	4,1	0,26	235
Этанол	4,3	0,68	205
Уксусная кислота	4,4	0,38	255
Диоксан	4,8	0,49	215
Метанол	5,1	0,73	205
Ацетонитрил	5,8	0,50	190
Нитрометан	6,0	0,49	380
Сув	10,2	Юқори	170

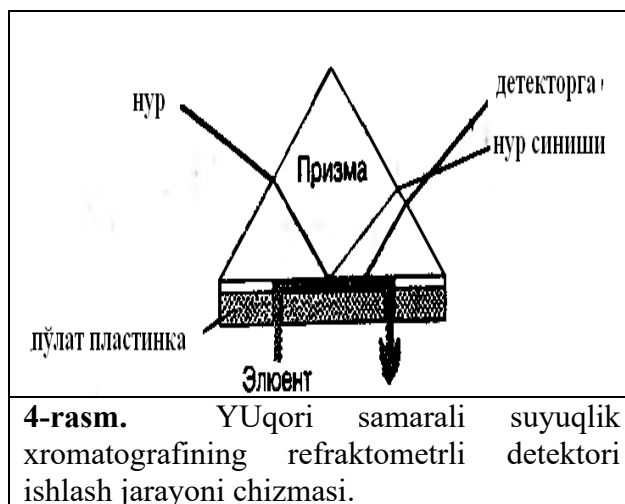
Jadvaldagi keltirilgan erituvchilar ichida eng yaxshi nur o'tkazuvchanlik xususiyatiga tozalangan suv egadir. SHuning uchun erituvchini faqat

"spektroskopiya" uchun foydalanish ko'rsatkichi berilgan bo'lishi kerak, aks holda avval tozalab so'ngra foydalanishni talab etiladi.

SHuning uchun YUSSX uskunalarida refraktometrli detektorlardan ham foydalaniladi. Unda ham elyuant orqali chikayotgan moddaning xususiyatlarini aniqlashga erishiladi. Bu turdagi detektorlar o'zining universalligi bilan 2 chi (UB detektordan) so'ng ahamiyatlidir. SHu bilan bir katordav bu detektor yordamida har kanday erituvchi yordamida o'ta tozalikni talab etmaydigan hamda 150⁰S gacha jarayonda amalga oshirish mumkin. Bu esa ayniksa sintetik polimerlarni tahlilida ko'llashga ahamiyatlidir.

YUSSX usulni amalga oshirishda qo'llaniladigan erituvchilar sistemasiga quyidagi talablar qo'yiladi:

- 6) xromatografik ajratish haroratida moddani to'liq erita olishi;
- 7) qo'llaniladigan kalonkani aktivlik xususiyatiga ta'sir etmaslik;
- 8) qo'zg'almas fazaning adsorbsiya jarayoniga ta'sir etmaslik;
- 9) qo'llanilayotgan detektorning sezgirligini oshirib berishda yuqori xususiyatga ega bo'lishi
- 10) Kam qovushqoqlik va zaharsiz bo'lishi kerak



YUSSX USULIDA DORI PREPARATLARINING SIFATINI ANIQLASH. TAHLIL UCHUN TEKSHIRILUVCHI VA STANDART ERITMALARNI TAYYORLASH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

1. YUSSX qurilmasi uchun tekshiriluvchi eritma namunasini tayyorlash.
2. YUSSX taxlil uchun injektorni yuvish.

- 3.YUSSX tekshiriluvchi eritmaning ushlanish vaqtini aniqlash
- 4.YUSSX taxlilda olingan natijalar asosida tekshiriluvchi eritmaga baxo berish.
- 5.YUSSX tahlilni yakunlash.

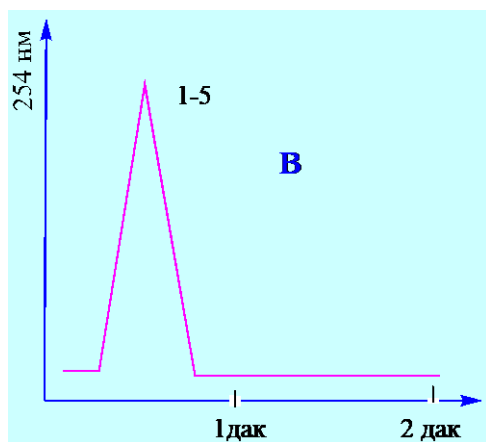
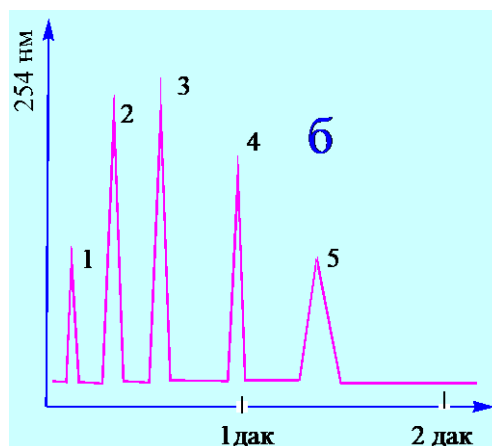
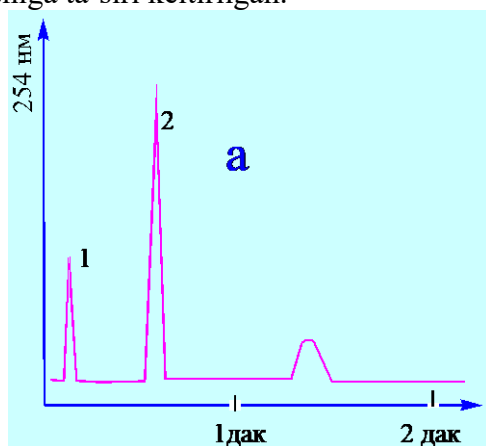
Mashg'ulot maqsadi:Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni YUSSX usulida dori moddalar tahlilida qo'llashga o'rgatish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

Talabalarga YUSSX tahlil asoslarini o'rgatish, YUSSX usulida dori vositalarini sifat tahlilini amalga oshirish.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar:Darslik, ma'ruza matni, o'quvqo'llanmalar,xromatografik kolonkalar, YUSSX qurilmasi, voronka, mikrosheprits, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmalimateriallarlar, skotch, qog'oz.

YUSSX usulni olib borishda va moddalarni ajralish cho'qqilarni paydo bo'lishi adsorbent tartibiga suvning miqdoriga bog'liqdir. Polyarsiz organik erituvchilar tarkibidagi suvni yo'qotish uchun tarkibida oksidlar saqlagan sorbentlardan foydalaniladi. Ularga alyuminiy oksidi va silikagel kiradi. Quyidagi rasimda oligofenilenlarni xromatogrammada ajralishida adsorbent tarkibidagi suvni piklarni hosil bo'lishiga ta'siri keltirilgan.

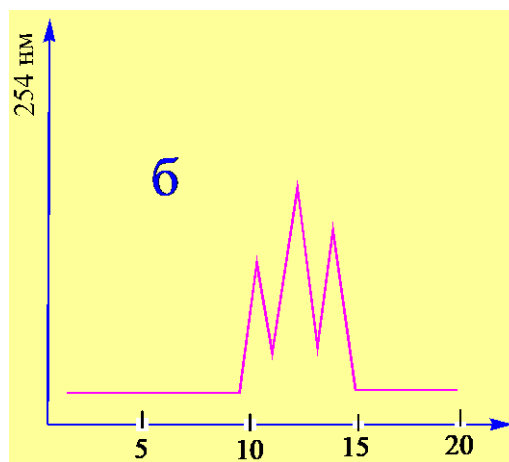
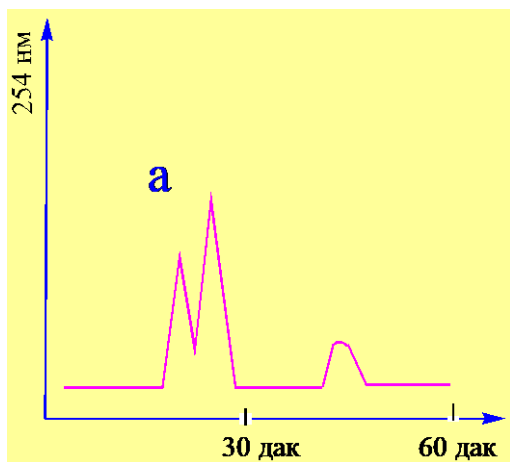


3- rasm. YUSSX usulni olib borishda va moddalarni ajralish cho'qqilarni paydo bo'lishi adsorbent tartibiga suvning miqdoriga bog'liqligi.

Elyuant: a- n-geptan, quritilgan
b- 100 ml geptan suv bilan to'yintirilgan,
200 ml geptan, quritilgan
v-geptan suv bilan to'yintirilgan

Bu sharoitdapiklarni ajralishida 1 qism geptanni suv bilan to'yintirilgan va 2 qism quritilgan geptan aralashmasi (b) maqsadga muvofiqdir. Agarda suvning miqdori ko'paytirilsa (v) piklarni ajralishini kuzatish qiyin bo'ladi.

Ayrim holatlarda teskari (elyuent tarkibida suv saqlasa) piklarni hosil bo'lishi va ajralishi yaxshi bo'ladi. Masalan silikagel sorbentida steroidlarni ajratishi quyidagi rasmda keltirilgan.



4- rasm. Steroidlarni ajralishi. Elyuant: xloroform 0,5% spirt bilan aralashmasi, a) xloroformni molekulyar quritgich yordamida quritilgan b) xloroform suv bilan to'yintirilgan. (kolonkani o'lchami 200 sm X 2 mm. 1-dekzametazon, 2-fluogidrokortizon, 3-gidrokartizon

"a" ko'rinishdagi xromatogrammada tekshiriluvchi moddalarni bir biridan ajralishi noaniq, hamda cho'zilib chiqqan.

"b" ko'rinishda esa xromatografik piklar aniq cho'qqilar asosida hosil bo'lgan. Bu natijalariga asoslanib ma'lum miqdordagi suvni bo'lishi moddalarni ajralishida yaxshi natijalar beradi, lekin suvning miqdori ko'p bo'lishi noaniq piklarni hosil bo'lishiga olib kelishiga ham sabab bo'ladi.

13- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. Ekslyuzion xromatografiya usulida dori vositalarini tahlil qilish

Gel-xromatografik tahlil.

Taqsimlovchi xromatografiyaning turlaridan farqli o'laroq gel-xromatografiyasida qo'zg'aluvchi va qo'zg'almas faza sifatida bir xil erituvchi qo'llaniladi. Bunda qattiq-faza ya'ni gel zarrachalari ustidan oqim bo'yicha xarakatlanuvchi erituvchi qismi qo'zg'aluvchi faza vazifasini bajaradi va aniqlanuvchi aralashma komponentlarini kolonka bo'ylab xarakatlantiradi. Qo'llanilayotgan erituvchining ikkinchi qismi esa gel zarrachalari ichki g'ovaklariga shimiladi va shu xolda qo'zg'almas faza vazifasini bajaradi. Molekulalar o'lchami turlicha bo'lgan aralashmalarda moddalarni bir-biridan ajralish sodir bo'ladi, gel zarrachalarida g'ovaklarning o'lchami bir xil bo'lib, u o'zidan kichik hajmli molekulalarni, g'ovaklar ichiga o'tkazadi. Tekshiriluvchi aralashma gel orqali filtrlanganda kichik hajmli molekulalar gel g'ovaklariga shimilib g'ovakdagi erituvchida ushlanib qoladi, katta yirik molekulalar esa gel zarrachalari orasidan gel g'ovaklariga shimilmasdan qo'zg'aluvchi erituvchi bilan birga xarakatlanadi. Demak avval yirik hajmli molekulalar yuviladi, kichik hajmli molekulalar esa yirik molekulalardan so'ng yuviladi. SHunday qilib gel xromatografiyasi modda aralashmasini modda molekulasiga hajmiga va massasiga bog'liq xolda bir-biridan ajratadi. Bu usul sodda, tez va eng kerakligi moddalar aralashmasi boshqa xromatografik turlariga nisbatan ancha engil sharoitda ajratiladi.

Modda aralashmasini ajratishda asosiy faktorlardan tashqari, qo'shimcha, ya'ni adsorbsiya va kimyoviy faktorlar xam ta'sir etadi. Xromatografiyalash sharoitini tanlanganda bular xisobga olinishi lozim.

Gellarni birinchi bo'lib 1959 yilda Porat va Flodinlar suyuq aralashmalar uchun qo'llaganlar.

Gel qatlamini toza erituvchi bilan yuvilganda katta hajmli molekulalar erituvchi suyuqlik xarakat tezligiga yaqin tezlikda xarakatlanadi, bir vaqtda kichik hajmli molekulalar esa gel g'ovaklariga shimilgan bo'lganligi tufayli sekin kechroq xarakat lanadi. SHunday qilib moddalar aralashmasi gel qatlamidan molekula hajmiga bog'liq xolda birin-ketin ajrala boshlaydi.

Gel xromatografiya usulini qo'llash aniqlanuvchi moddalar aralashmasi komponentlari bir xil molekulyar massaga ega bo'lgan xollar uchun qulay xisoblanadi. Bunda aniqlanuvchi modda bilan gel fazani orasidagi o'zaro ta'sir farqi asosida moddalar ajraladi. Odatda ikki xildagi o'zaro ta'sir namayon bo'ladi:

- 1) zaryadlangan ajraluvchi molekulasiga zaryadlangan zarralar o'rtasidagi ta'sir kuchi;
- 2) gel qobig'idan dispers kuchi xolida bo'ktirilgan gel fazasida erigan moddalar bilan bog'liq ionogen guruxlar ta'siri.

Gel xromatografiyasi ikki turda, ya'ni kolonkali va yupqa qavatli usullarda qo'llaniladi.

Gel xromatografiyasining nazariy asoslari.

Naychaga to'ldirilgan gel va erituvchi orasida to'g'ri munosabatini aniq bo'lishi uchun gel qatlamining nisbiy hajmini bilish maqsadga muvofiq. Gel ustunining umumiy hajmi (V_t) uning uch xil hajmiy o'lchamlar yig'indisidan iborat:

sirtqi hajm (V_s), ya'ni gel zarrachalari oraliq hajmi; gel g'ovaklari ichki hajmi (V_q); quruq gel zarrachalarining o'z hajmi (matritsa hajmi) V_m .

$$V_t = V_s + V_q + V_m$$

Odatda umumiy hajm idish hajmiga teng bo'ladi.

Sirtqi hajm (V_s). Gel bilan to'ldirilgan xromatografik naychaga qo'yilgan suyuqlikni gel qatlamlari orasiga shimilgan hajmi bilan belgilanadi. Gel g'ovaklarining ichki hajmi V_q gel zarrachalarining g'ovaksimonligi bilan bog'liq. Kserogellar ya'ni kam shimuvchi yarim qattiq gellarda g'ovak hajmini aniqlash (V_q) oson. Buning uchun gelning eruvchanlik hajmi S_r aniqlanadi. U 1 g quruq gel shimgan suyuqlik hajmi bilan belgilanadi.

Gel eruvchanlik hajmini aniqlash uchun tortib olingan, aniq miqdordagi gel ustuniga qo'llanilishi zarur bo'lgan erituvchidan quyib gelga shimdiriladi. Ortiqcha erituvchi sentrifugalab ajratib olinadi va erituvchi bilan to'yingan gel qayta tortiladi. Massalar farqi gelning shimgan hajmini belgilab beradi. Bu gel ichki hajmidir:

$$V_q = g \cdot S_r / R$$

(V_q) – gel g'ovaklar ichki hajmi

g - quruq gel massasi

r - erituvchi zichligi

S_r - gelning g'ovakdagi hajmi

Quruq geldagi zarrachalarning hajmini (V_m) aniqlash uchun avval gel uchun foydalanilgan polimerning nisbiy hajmini bilish kerak. Bu qiymatni xar doim aniqlash mumkin emas. Shuning uchun V_m qiymatni gelni bo'kkan zichlik qiymatidan foydalanib quyidagi tenglama asosida xisoblanadi.

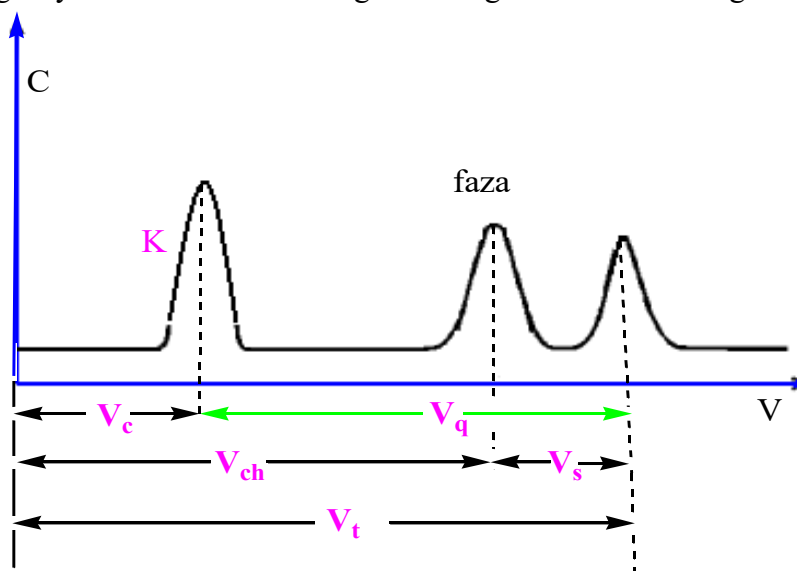
$$V_m = \frac{S_r \cdot P_r (V_t - V_{ch})}{P_r (S_r / P_r + 1)}$$

Bunda: V_r - tashqi hajm

V_t - umumiy hajm

V_q - kolonkadan chiqish hajmi

Rasmda gel xromatografiyasida ikkita moddaning xromatogrammasi tasvirlangan.



V_e – tashqi hajm (sirtqi); V_q - ichki hajm; V_t - umumiy hajm; V_{chiq} - chiqish hajmi

V_s – bo‘linish hajmi; Kraxmal (K) va glyukozani (G) sefadeksdagi gel xromatogrammasi.

Gel xromatografiyada V_r -ajratish hajmi o‘lchami xam mavjud bo‘lib, bu hajm, gel ustuniga tekshiriluvchi aralashma yuborilganda toki ajralib chiqayotgan ajralmada modda maksimal konsentratsiyaga etguncha o‘tgan erituvchi hajmi bilan belgilanadi.

Ajratish hajmi ajratilayotgan aralashma molekulasi o‘lchamiga bog‘liq. Tajribalarda tasdiqlanishicha ajratish hajmiga yuvilayotgan modda konsentratsiyasi xam yuvilish tezligi xam kalonka xarorati xam ta’sir qilmaydi. Ajralish hajmi ajralayotgan moddaning molekulyar massasi, logarifmiga to‘g‘ri proporsional.

Gel xromatografiyasida jarayonni effektivligi moddalarni zonalarida yuvilishi va bu bilan bog‘liq xolda teoritik tarelkalar effektivligi ortadi. Gel xromatografiyasining sezilarli birinchi faktori, bu usulda xromatografik jarayonda kam hajmdagi gel ishtirok etadi va moddalarning gel qatlami bo‘ylab xarakatlanishiga modda va gel orasidagi o‘zaro ta’sir deyarli sezilmaydi. Natijada gel xromatografiyasining kalonka effektivligi ortadi.

Ikkinchi faktor, yuvilish jarayonida diffuzion tenglik juda sekin o‘rnatiladi. Bu ta’sirlarni kamaytirish uchun mayda zarrachali gellar va yuvilish tezligini kamaytirish talab qilinadi. Molekulyar massa kamayishi bilan diffuziya tezlashadi, kichik molekulyar moddalar va sekin yuvilishda diffuzion ta’sir sezilmaydi. YUvilishga ta’sir etuvchi eng asosiy omil diffuzion tenglikka asta-sekin erishishdan iborat.

Gel xromatografiyasi boshqa xromatografik usullardan moddalarni ajralish mexanizm bilan farqlanadi. Qo‘zg‘almas fazadagi modda konsentratsiyasining qo‘zg‘oluvchi fazadagi konsentratsiyadan kam bo‘lishi metod uchun xarakterlidir. Qo‘zg‘almas va qo‘zg‘aluvchi faza farq qilmagan xolda qo‘zg‘almas faza gel strukturasiga bog‘liq xolda gel g‘ovaklariga shimiladi.

Agarda turli o‘lchamdagi molekulyar massali turli dori moddalarni gel xromatografiyasida bir-biridan ajratilganda yaxshi natijalarga erishiladi. Bunda ayrim moddalar uchun ichki hajm to‘g‘ri kelib, qolgan tarkibdagi moddalarni ajralishiga o‘liq erishilmaydi. SHuni inobatga olib Lorent T.S., Killander J., tomonidan molekulyalarni ajralishidagi jarayonni aniqlash uchun quyidagi formula tavsiya etiladi:

$$K = \frac{V_{ch} - V_s}{V_t - V_s}$$

K - moddani ajratib olishdagi eng qulay kattalik.

Bunda kolonkani to‘ldirilgan gel zichligi o‘rniga qo‘zg‘aluvchi faza sifatida foydalangan erituvchining xususiyati ahamiyatga olingan. Bu koeffitsent orqali qo‘zg‘almas va qo‘zg‘aluvchi fazalarning xususiyatlarini aniqlash mumkin.

K qiymatiga asoslanib moddalarni ajralib chiqish V_s qiymatini aniqlash mumkin. $V_s = V_{ch} - V_{ch} / (K - 1)$.

SHtrixlar ikkita moddani xromatografik ajralishi tushiniladi.

Gellar va erituvchilarni tanlash.

Gellar yumshoq, yarim qattiq va qattiq gellarga bo‘linadi. Ularning xar biri gidrofil va gidrofob, bo‘lishlari mumkin. Yumshoq gellar. Bu tur gellar yuqori molekulyar organik birikmalar bo‘lib, kam sonli yonbosh bog‘lardan iborat. Bunday gellar ko‘p miqdorda erituvchini shimib shishadi va o‘zining asosiy hajmini oshiradi. Ularning g‘ovakligi shimilgan erituvchi hajmiga to‘g‘ri proporsional xolda (bir necha barobar hajmda) ortadi. Natijada yumshoq gel hajmi ortishi xisobiga, gelning o‘zi deformatsiyalanadi. Yumshoq gellar . kichik molekulyar moddalarni kam oqim tezligida ajratish uchun qo‘llaniladi. Yumshoq gellar ko‘proq yupqa qatlam xromatografiyasida keng qo‘llaniladi. Gidrofil gellarga sefadeks yoki dekstrinli gellar kirib, ularda -O-SN₂SN(ON)SN₂-O tipdagi birikish bog‘lari vodorodli bog‘lar xususiyatiga ega. (poliakrilamid geli va kraxmal).

Organik erituvchilar bilan ishlanganda gidrofil sefodeksiga oksipropil guruxi kiritilib olingan lipofil sefadeksi ishlatiladi. Yumshoq gellar yuqori effektivlikka ega. Yumshoq gellarda xromatografiyalashni odatda gel-filtrlash deb nomlanadi.

Yarim qattiq gellar.

Bunday gellar polimerlanib olinadi. Ular yuqori o'tkazuvchanlikni taminlaydi va g'ovak o'lchamlariga bog'liq bo'lmagan o'rtacha hajmga ega. Yarim qattiq gellar bo'ktirilganda o'z hajmini sezilarsiz (1,1 - 1,8 barobar) oshiradi, yarim qattiq gellar bosimga chidamli va deformatsiyalanmaydi. Ular gidrofob gellar xisoblanadi. Yarim qattiq gellarni gidrofilligini oshirish ularning kimyoviy yoki fizik xususiyatlarini o'zgartirish evaziga bajariladi, masalan: sulfirlash kabi.

Asosan stirol va divinilbenzolni sopolimerlanishi maxsulotlari yarim qattiq gellar bo'lib, stirogellar deb yuritiladi. Polivinilatsetatli gellar xam yarim qattiq gellarga kiradi.

Qattiq gellar.

Bularga silikagel va g'ovakli shisha kiradi. G'ovakli shisha gel bo'lmasa xam gel o'rnida ishlatiladi. Qattiq gel g'ovaklari doimiy bo'ladi va xar qanday sharoitda xam o'z hajmini o'zgartirmaydi va yuqori o'tkazuvchanligini namayon qiladi. Ular gidrofil va liofillikni namoyon qiladi. Silikatlar o'zlarida gidroksil guruxlarini saqlashi qattiq gellarning kamchiligi xisoblanadi. Ikkinchi kamchiligi ularning yumshoq va yarim qattiq gellarga nisbatan katta yuviluvchanlikka egaligidir. Qattiq gel sifatida odatda g'ovakli silikagel (porasil), nazorat qilinuvchi g'ovakli shisha va bir xil o'lchamli g'ovakli sintetik kremnezem (aerosilikagellar) qo'llaniladi.

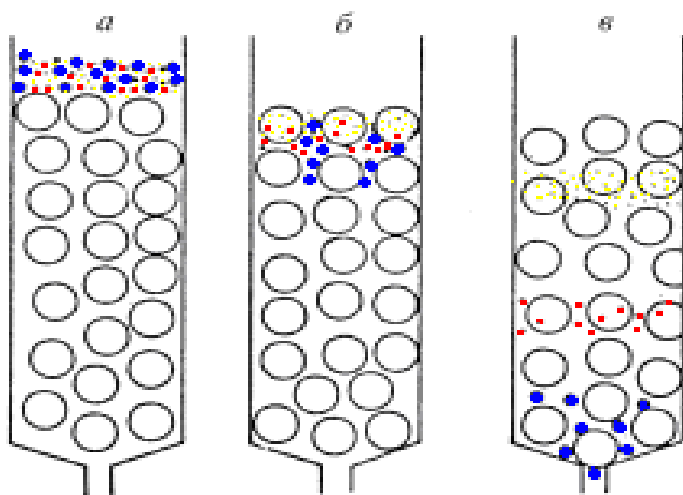
Erituvchilarni tanlash.

Gel xromatografiyada qo'llaniladigan erituvchilarga qo'yiladigan talablar, ularni tekshiriluvchi birikmalar aralashmasini erita olishi, gel sirtini xo'llashi va gel sirtiga shimilmasligi bilan tushuntiriladi. Yumshoq gellar uchun qo'llaniladigan erituvchi gelnı shishirishi zarur. Gel to'ldirilgan idishga qo'yilgan erituvchi gel zarrachalari bilan xamda xromatografiyalanuvchi modda bilan bir xil ta'sirda bo'lishi kerak. Bunda erigan modda gel zarrachalari ichida faqat diffuziyalanadi. ya'na erituvchining yopishuvchanligi xam axamiyatga olinadi va erituvchi imkon boricha yopishqoq bo'lmasligi kerak.

Gel xromatografiyaning qo'llanilishi.

Gel xromatografiyasida shisha nayni gel bilan to'ldirish katta axamiyatga ega. Gel bilan to'ldirish gel turi va ishlatilishi bilan bog'liq. Agarda yumshoq gel qo'llanilsa gel avval ajratish uchun olingan erituvchida bo'ktirilishi va shishirilishi kerak. Yarim qattiq gellardan foydalanilganda avval gel (suspensiyasi) bo'tqasi tayyorlanadi, erituvchi bilan aralashma zichligi quruq gel zichligiga teng bo'lmog'i kerak.

Gel xromatografiyasi uchun ichki diametri 8-10mm ga teng naychalardan foydalaniladi. Naycha diametrini 50 mm gacha kattalashtirish effektivlikni oshiradi, lekin naycha diametrini kamaytirish tavsiya etilmaydi.



2-rasm. Gel xromatografiya usulida moddalarni ajralish chizmasi:

a – *ajralishning boshlaninshi,*
b – *ajralish jarayoni,*
v – *ajralishning tugashi;*

15-LABORATORIYA MASHG'ULOTI. MURAKKAB TARKIBLI DORI VOSITALARINI INSTRUMENTAL USULLARIDA TAXLIL QILISH. KOMPONENTLARNI AJRALISH SHAROITLARI VA ULARNI CHINLIGI VA MIQDORINI ANIQLASH. DORI VOSITALARNI TAHLILIDA KOMPLEKS USULLARNI QO'LLANILISHI (XROMATOSPEKTROSKOPIYA VA XROMATOFOTOELEKTROKOLORIMETRIYA).

Ma'ruza rejasi:

1. Murakkab tarkibli dori vositalarini instrumental usullarida taxlil qilish.
2. Komponentlarni ajralish sharoitlari va ularni chinligi va miqdorini aniqlash.
3. Dori vositalarni tahlilida kompleks usullarni qo'llanilishi (xromatospektroskopiya va xromatofotoelektrokolorimetriya)

II. MUSTAQIL TA'LIM MASHG'ULOTLARI.

No	Mustaqil ta'lim mavzulari	Soat
	7-semestr	
1.	Fizik tahlil usullaridan: suyuqlanish va qotish haroratini aniqlash.	10
2.	Dori vositasining namligini aniqlash usullari.	10
3.	Dori moddalarini ampermetrik titrlash usulida tahlili.	10
4.	Ionometriya, suvli eritmalarni vodorod ko'rsatkichini aniqlash, dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	10
5.	Vizual kolorimetrik usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi	10
6.	Ekstraksion fotometriya usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	10
7.	Differensial spektrofotometriya usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	10
8.	Nefelometriya usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	10
9.	Dori moddalarining chinligi va miqdorini aniqlashda qo'llaniladigan poyarimetriya, refraktometriya, potensiometriya, fotometriya usullarining mohiyatini o'rganish.	10
10.	Dori moddasining yoki tayyor dori turidagi asosiy ingredientning miqdorini aniqlashda foydalaniladigan usullar.	10
11.	Dori moddasi hamda dori turi tarkibidagi yot aralashmalar miqdorini aniqlashga mo'ljallangan usullar.	10
12.	Ion xromatografiyasi. Ion xromatografining tuzilishi. Dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	10
13.	Kapilyar elektroforez usulida dori vositalari tahlili.	10
14.	Dori moddalarining rentgenstruktura tahlili.	10
15.	Dori vositalari tahlilida kompleks usullarni qo'llanilishi	10
	Jami:	150

III. GLOSSARIY

№	O'zbek	Rus	Ingliz
1	Instrumental tahlil usullari fizik va fizik-kimyoviy) – moddaning ulchash mumkin bulgan fizik xususiyatlari bilan ularning sifat va mikdoriy tarkibiga bog'liqligiga asoslangan usullar.	Инструментальные методы анализа - физические и физико-химические) - методы, основанные на количественных физических свойствах веществ и их количественном и количественном составе.	Instrumental methods of analysis (physical and physico-chemical) - methods based on the use of dependency between the measured physical properties of substances and their qualitative and quantitative composition.
2	Kimyoviy tahlil usullari – usullarning asosiy boskichi bulib analitik reaksiya xisoblanadi, bunda analitik signalni kuzatish murakkab jarayonsiz bajariladi (sifat tahlilida bu – reaksiyaning tashki effekti)	Методы химического анализа являются основным этапом методов, то есть аналитической реакцией, где мониторинг аналитического сигнала осуществляется без сложного процесса (в анализе качества это внешний эффект реакции).	Chemical methods of analysis the main stage methods - analytical reaction, with measurement of the analytical signal is carried out without complicated operations (in the qualitative analysis - is an external effect of the reaction).
3	Fizik tahlil usullari bunda asosiy boskich bu – analitik signalni ulchash va uni tahlil kilish	Методы физического анализа являются основным шагом - для измерения и анализа аналитического сигнала	Physical methods of analysis the main stage - analytical signal measurement and its interpretation.
4	Fizik-kimyoviy tahlil usullari analitik signalni reaksiya mobaynida yoki analitik reaksiyani utkazgandan sung kullaniladi.	Методы физико-химического анализа используются во время реакции аналитического сигнала или после аналитической реакции.	Physico-chemical methods of analysis analytical signal used in the analysis of the reaction or after the conference.
5	Tahlil usulitahlil obyektining kimyoviy tarkibi to'g'risida axborot olishning umumiy fizikaviy prinsipi, ya'ni tekshiriluvchi obyektini va aniklanuvchi komponentni inobatga olmagan holda tarkibni aniqlash ning universal va nazariy asoslangan usuli	Аналитический метод - это общий физический принцип получения информации о химическом составе аналитического объекта, т. Е. Универсальный и теоретически проверенный метод определения содержания исследуемого объекта и его составляющей.	Methods of analysis detailed description of all operations required for the analysis of the object to the content of all or only of the component.
6	Metabolizm grekcha	Греческий метаболизм	Metabolism The sum of the

	metabol – aylanish, o'zgarish so'zidan kelib chiqqan bo'lib, moddaning bir kimyoviy tuzilishdan boshqa kimyoviy tuzilish holatiga o'zgarishi.	является результатом цикла, изменения метаболизма вещества от одной химической структуры к другой.	physical and chemical changes in living cells by which energy is provided for vital processes and growth in cell mass.
7	Metabolitlar Organizmga kirgan moddalarning o'zgarishga uchragan mahsulotlari	Метаболиты - это продукты, которые подвергаются метаболизму.	Metabolite - Any of the various organic compounds produced by metabolism.
8	Summatsiya (additivlik) kombinatsiyada ta'sir kursatishi natijasida ta'sirlarni yigilib kushilgan effekti xolati	Состояние совокупного влияния эффекта суммирования на комбинацию.	summation (additivity) the phenomenon of additive effects induced by the combined action;
9	Potensiyalanish (sinergizm) ta'sir effektining oshishi; kushma ta'sirga nisbatan kuprok effekt	Усиление синергетического эффекта; Больше эффекта на совместный эффект	potentiation (synergy) Strengthening of effect; Effect more than the summation;
10	Miqdoriy tahlil Moddaning yoki ob'ektning mikdoriy tarkibini belgilaydi. Mikdoriy tahlil jarayoni deb konsentratsiyani yoki massani aniqlash ga aytiladi.	Количественный анализ Определяет количественное содержание вещества или объекта. Количественный анализ - это определение концентрации или массы.	Quantitative analysis sets quantitative composition of the substance or object is called analiza. Protseduroy quantitative analysis to determine the concentration or mass.
11	Elektrofarez – zaryadlangan zarrachalarni tashqi elektr maydonida harakatlanishiga asoslangan taxlil usuli.	Электрофорез - метод анализа, основанный на движении заряженных частиц во внешнем электрическом поле.	Electrophoresis - a method of analysis based on the movement of charged particles in the external electric field.
12	Tahlil uslubi bitta yoki bir necha komponentlarni mikdorini aniqlash da obyektning tahlili uchun kerak bulgan barcha jarayonlarni tulik yoritib berilishi	Метод анализа обеспечивает всесторонний обзор всех процессов, необходимых для анализа объекта при количественной оценке одного или нескольких компонентов.	The method of analysis the general physical principle of obtaining information about the chemical composition analysis of the object, ie, universal and theoretically sound method of determining the composition irrespective of the defined component, and (usually) to the analyzed object.
13	Tahlilining aniqliligi,	Точность, достоверность и	Accuracy, reliability and accuracy of the

	ishonchliligi, haqiqiyliqi(tahlil natijalarining tizimli xatoligi nolga intiladi) va ularning qaytaruvchanligi tahlil natijalarining bir-biriga yaqinligini ko'rsatadi.	достоверность анализа (систематическая погрешность результатов анализа равна нулю), а их повторяемость свидетельствует о сходимости результатов.	analysis results - (systematic error analysis of the results tends to zero) and reproducibility, which shows the degree of closeness to each other the results of individual measurements in the analysis of the sample material;
15	Sezgirlik usulning kam miqdordagi moddalarga qo'llanilishini ko'rsatadi.	Чувствительность указывает на использование небольших количеств метода.	Sensitivity the applicability of the methodology to determine the lowest concentration component.
16	Xususiylilik bu usulning xarakteristikasi bo'lib, boshqa komponentlarning xalaqit beruvchi ta'sirini aniqlaydi	Характеристика является характеристикой этого метода, который определяет мешающее влияние других компонентов	Selectivity (selectivity) methodology - a characteristic analysis method that determines the effect of interfering extraneous components of the sample; Express - characterizes the time of the analysis and results.
17	Tahlilga tayyorlash obyektini tahlilini amalga oshirishda jarayonlarning yig'indisi (maydalash, gomogenlash, ekstraksiya, gidroliz, cho'ktirish va b.) namunani davomiy tahlilga makbul shaklga keltirish maqsadida (quruq qoldiq, eritma va b.), moddaning holati (asos, tuz ko'rinishida, kon'yugatlarni gidroliz mahsulotlari), hamda konsentrlash yoki suyultirish, xalaqit beruvchi komponentlarni yo'qotish.	Подготовка к анализу Общее количество процессов (дробление, гомогенизация, экстракция, гидролиз, осаждение и т. Д.) При анализе объекта с целью составления образца для продолжения анализа (сухой остаток, раствор и т. Д.), Состояние вещества (основание, соль). продукты гидролиза), а также концентрирование или разбавление, устранение мешающих компонентов.	Sample preparation a set of actions on the object of analysis (grinding, homogenization, extraction, hydrolysis, precipitation, etc.) To convert the sample into a suitable subsequent analysis form (dry residue, solution and so forth.), The state of a substance (base, salt form, hydrolysis conjugates, etc.), as well as the concentration or dilution, removal of interfering components analysis.
18	Xromatografiya bu qo'zg'oluvchi va qo'zg'almas fazadagi moddalarning adsorbsiya va desorbsiya	Хроматография - это процесс, основанный на событиях адсорбции и десорбции как возбужденной, так и неподвижной фаз.	Chromatography process based on multiple repetition of acts of sorption and desorption of substances while moving it in the mobile phase flow along the fixed sorbent.

	xodisalariga asoslangan jarayon		
19	Qog'oz xromatografiyasi maxsus qog'ozlarda moddalarning taqsimlanish jarayoni	Бумажная хроматография - это процесс распределения веществ на специальной бумаге.	Paper chromatography separation of substances is carried out on the special paper.
20	Yupqa qatlam xromatografiya – moddalarning yupqa qatlam sorbent yuzasida ajralishi	Тонкослойная хроматография - разделение вещества на поверхности сорбента тонких пленок	TLC separation of substances is carried out in a thin layer of sorbent
21	Gaz-suyuqlik xromatografiyasi (GSX) eng zamonaviy ko'pkomponentli tahlillar uchun mo'ljallangan. (qo'zg'almas faza-suyuqlik va qo'zg'oluvchi faza — qattiq faza yuzasiga shimdirilgan suyuqlik). Moddalarning ajralishi turli uchuvchan va eruvchanlik xususiyatlariga asoslangan jarayon	Газожидкостная хроматография (ГЖХ) предназначена для большинства современных многокомпонентных анализов. (фиксированная фаза - жидкость и рулевая фаза - жидкость, абсорбированная на поверхности твердой фазы). Разделение вещества - это процесс, основанный на различных летучих и растворимых свойствах.	Gas-liquid chromatography (GLC) one of the most modern methods of multi-component analysis. (Stationary phase - the liquid applied to the solid support). The separation process is based on differences in volatility, solubility (or adsorption) shared components.
22	Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi (YUSSX) yuqori bosimdagi va tezkor suyuqlik xromatografiyasi, ajralish mexanizmining qanday bo'lishidan qat'iy nazar qo'zg'oluvchi faza - suyuqlik.	Высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ) представляет собой жидкость с высоким давлением и быстрой жидкостной хроматографией, независимо от механизма разделения.	High Performance Liquid Chromatography (HPLC) high pressure liquid chromatography, high speed liquid chromatography, regardless of the separation mechanism in the HPLC mobile phase - liquid.
23	Plastinka bu oyna (folga yoki poliefir plyonka) yuzasiga sorbent yopishtiriladigan moslama.	Пластина представляет собой сорбентный клей, прикрепленный к поверхности окна (фольга или полиэфирная пленка).	Plates for the sorbent substrate typically made of glass, aluminum foil or polyester film.
24	Kolonka modda	Колонка содержит	Column includes chromatographic

	komponentlarini ajratish uchun o'zida xromatografik sorbent saqlaydi	хроматографический сорбент для разделения компонентов	sorbent which performs the function separation into individual components of the mixture.
25	Elyuent qo'zg'oluvc hi faza (erituvchi yoki erituvchilar aralashmasi): gaz, suyuqlik.	Вакуумная жидкость (растворитель или смесь растворителей): газ и жидкость.	Eluent mobile phase (solvent or solvent mixture): gas, liquid, or (rarely) a supercritical fluid.
27	Qo'zgalmas faza Qattiq sorbent yoki sorbent yuzasiga shimgirilgan suyuqlik	Устойчивая фаза Жидкость, погруженная в твердый сорбент или поверхность сорбента	The stationary phase solid phase or fluid, connected to an inert carrier in adsorption chromatography - sorbent.
28	Xromatogramma vaqt birligida modda komponentlarini ajralishga bog'liqligini qayd etish natijasi.	Результат записи зависимости хроматограммы от разделения компонентов вещества во времени.	Chromatogram registering result depending on the concentration of the components of the output of the time column.
29	Detektor kolonkadan chiqayotgan moddalarning signallarini qayd qiluvchi qurilma	Детектор представляет собой устройство, которое записывает сигналы с выхода динамика	Detector a device for recording the concentration of components of the mixture at the outlet of the column.
30	Xromatograf xromatografiyani bajarish uchun mo'ljallangan asbob	Хроматограф Инструмент для проведения хроматографии	Chromatography the device for chromatography.
31	R _f ko'rsatkichi dog'ning ko'tarilish ko'rsatkichi bo'lib, plastinkaning o'lchamiga, ajralish vaqtiga va konsentratsiyasiga bog'liq emas.	R _f - скорость окрашивания, не зависящая от размера пластины, времени разделения и концентрации.	Spots R _f value value recovery is not dependent on the size of the plate, and time division (at a sufficiently small sample weight) of the component concentration in the sample and the presence of other components, that is a characteristic identification.
32	Ultrabinafsha spektr uskopiya - (UB spektroskopiya) - moddalarning ultrabinafsha nurida yutilishini ko'rsatadi. Ultrabinafsha mintaqada nurlanish, yutish va aks ettirish spektrlarini ta'minlash, tadqiq qilish va qo'llash, ya'ni. e. to'lqin uzunligi 10-400 nm.	Ультрафиолетовая спектроскопия - (UV Spectroscopy) - показывает поглощение веществ в ультрафиолетовом свете. обеспечение, исследование и применение спектров излучения, поглощения и отражения в ультрафиолетовой области, т.е. е. в диапазоне длин волн 10-400 нм.	Ultraviolet spectroscopy (UV spectroscopy), (UV spectroscopy), Optically section. spectroscopy, comprising: providing, research and application of emission spectra, absorption and reflection in the ultraviolet region, i.e. e. in the wavelength range of 10-400 nm.
33	Fotometrik tahlil	Фотометрический анализ	Photometric analysis (FA) a set of

	Bunda rangli moddalar yoki mos reagent bilan xosil qilgan rangli mahsulotlarining infraqizil va ultrabinafsha nurida yutilishini ko'rsatadi	показывает поглощение цветных продуктов окрашенными веществами или соответствующим реагентом в инфракрасном и ультрафиолетовом свете.	methods mol.-absorption spectral analysis based on izbirat. electromagnetic absorption. radiation in the visible, infrared and ultraviolet regions, or a component molekulamiopredelyaemogo comp. with a suitable reagent.
34	Optik zichlik moddaning 1 sm qatlam qalinligida (kyuvetada) nur yutish ko'rsatkichi	Индикатор поглощения оптической плотности в слое толщиной 1 см (куб.) Вещества	Optical density a measure of the opacity of the layer of thickness 1 for the light rays; It characterizes the attenuation of optical radiation in the layers of different materials.

V. ILOVALAR

O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI SOG'LIQNI SAQLASH VAZIRLIGI

TOSHKENT FARMATSEVTIKA INSTITUTI

Ro'yhatga olindi:

№ BD - 60911000 - 1.25.

2022 yil "06" 07



«DORI VOSITALARINING INSTRUMENTAL TAHLIL USULLARI»
MODUL DASTURI

Bilim sohasi:	900000	-Sog'liqni saqlash va ijtimoiy ta'minot
Ta'lim sohasi:	910000	-Sog'liqni saqlash
Ta'lim yo'nalishi:	60911000	- Dori vositalarini standartlashtirish, sertifikatlash va sifat menejmenti

TOSHKENT -2022

Tuzuvchilar:

- Olimov X.Q. - ToshFarmI, Farmatsevtik kimyo kafedrası mudiri,
f.f.n., dotsent
- Muhitdinova K.Sh -Toshkent farmatsevtika instituti, Farmatsevtik
kimyo kafedrası dotsenti, PhD

Taqrizchilar:

- Zulfikariyeva D.A. Toksikologik kimyo kafedrası dotsenti, farm.f.d.,
dotsent
- Hamdamov M.M. MCHJ "Dori vositalarini standartlash Ilmiy Markazi"
rahbari, f.f.n., katta o'qituvchi

Modul dasturi Toshkent farmatsevtika institutida ishlab chiqilgan.

Modul dasturi Toshkent farmatsevtika instituti Kengashida ko'rib chiqilgan va
tasdiqlangan (2022 yil " 6 " iyuldagi 11 - sonli bayonnoma).

1. O'quv modulining dolzarbligi va oliy ta'limdagi o'rni

O'zbekiston Respublikasi Prezidentining 2018-yil 5-iyundagi PQ-3775 sonli "Oliy ta'lim muassasalarida ta'lim sifatini oshirish va ularning mamalakatda amalga oshirilayotgan keng qamrovli islohatlarda faol ishtirokini ta'minlash chora-tadbirlari to'g'risida"gi, PQ-4310 "Tibbiyot va farmatsevtika ta'limi va ilm-moduli tizimini yanada rivojlantirish chora-tadbirlari to'g'risida"gi qarorlarini ijrosini ta'minlash maqsadida, yuqori darajada ma'naviy va ahloqiy sifatlarga ega bo'lgan malakali kadrlarni tayyorlash ilmiy asoslangan, xalq manfaatlariga javob beruvchi dasturni ishlab chiqishni taqozo etmoqda.

Dori vositalarining instrumental tahlil usullari moduli o'quv rejaning umum kasbiy modular blokiga taaluqli bo'lib, 3-kursda o'qitiladi.

Dori vositalarining instrumental tahlil usullari moduli yuqori malakali dorishunos-mutaxassislarini tayyorlashda yetakchi modullardan biri bo'lib, u dori moddalarini fizikaviy va kimyoviy xossalarini, instrumental tahlil usullarda ishlatiladigan asbob-uskunalarining tuzulishi, ishlash prinsiplari, tahlil uchun namunalar tayyorlash bosqichlari tahlil jarayoni bosqichlari, chinlik va miqdoriy tahlillar, namunalar tozligini tekshirish sharoitlarini o'rgatadi.

2. O'quv modulining maqsadi va vazifalari

2.1. Modulning maqsadi:

Modulni o'qitishning asosiy maqsadlari: dori vositalarining instrumental tahlil usullari modulini o'qitishdan maqsad – talabalarda zamonaviy ilm-fan yutuqlari asosida talabalarining fizik-kimyoviy tahlilning nazariy asoslari haqidagi bilimlarini va dori moddalarni tahlil qilish bilan bog'liq zamonaviy instrumental usullardan foydalanish ko'nikmalarini shakllantirish.

2.2. Modulning vazifalari:

Maqsadga erishish uchun quyidagi vazifalarni bajarish ko'zda tutiladi:

- talabalarga o'rgatiladigan fizik-kimyoviy tahlil usullari farmatsiyaning yangi muvaffaqiyatlarini ko'zda tutadi. Bu tahlil usullari, mashg'ulotlar davomida dori sifatini aniqlashda talabalarining laboratoriya uskunalarini bilan ishlash ko'nikmasini oshirish va farmatsiya modullariga qiziqishini kuchaytirish, unga nisbatan qiziqish uyg'otish, dori vositalar tahlil qilishda, yuqori javobgarlik xissini shakllantirish, shuningdek jonkuyarlik ruxida tarbiyalash.

- kimyo, fizikaning asosiy tushunchalari, qonuniyatlari va qonuniyatlari va ularning farmatsevtik tahlilning fizik-kimyoviy usullaridan foydalanishdagi o'rni to'g'risida tushuncha berish; o'quvchilarning o'quv, bilim va kasbiy faoliyatni amalga oshirishda qobiliyat va ko'nikmalarini shakllantirishni ta'minlash; farmatsevtning amaliy faoliyati uchun zarur bo'lgan kasbiy mahorat va ko'nikmalarni shakllantirish.

- dori vositalari sifatini aniqlashda fizik-kimyoviy tahlil usullari olib boriladigan darslari orqali talabalarining dunyo qarashini zamonaviy shakllantirish va mutaxassislikka tegishli boshqa modullarni yanada chuqurroq o'zlashtirishga, hamda tahlil usullarini o'rganishga yordam beradi.

- olgan bilim va ko'nikmalarni amalda qo'llash, uni tashviqot va targ'ibot qilish malakasini egallash.

2.3. Modul bo'yicha talabalarining bilim ko'nikma va malakalariga qo'yiladigan talabalar:

Talaba:

- fundamental kimyoviy tushunchalar, qonunlar va nazariyalar, tabiatni ilmiy bilish usullari va dunyoning zamonaviy ilmiy manzarasida kimyoning o'rni to'g'risida; instrumental tahlil tahlil usullarining mohiyati; dori mahsulotlar sifatini baholashning umumiy usullari, dori

mahsulotlarni, xom ashyoni olish uslubiga, dorivor moddalarning tuzilishiga, dorivor mahsulotlarni saqlash va aylanishi jarayonida yuzaga kelishi mumkin bo'lgan fizik-kimyoviy jarayonlarga qarab har bir usuldan foydalanish imkoniyati; qon aylanishining barcha bosqichlarida dori vositalarining sifatiga ta'sir etuvchi omillar; dorivor moddalarning xususiyatlariga qarab asosiy omillarni aniqlash (oksidlanish-qaytarilish, gidroliz qobiliyati, polimerizatsiya va boshqalar); tashqi omillarning dori-darmonlarning yaxshi sifatiga ta'sirini oldini olish qobiliyati; spektroskopiya usullari nazariyasi **haqida tasavvurga ega bo'lishi**

- kimyoviy terminologiya va belgilarni ishonch bilan ishlatish; moddalar va laboratoriya jihozlari bilan xavfsiz ishlash qoidalariga rioya qilgan holda mustaqil ravishda kimyoviy eksperimentni rejalashtirish va o'tkazish; noorganik moddalarning xususiyatlarini o'rganish, kimyoviy reaksiyalarning yuzaga kelishini taxmin qilish, ularning yurish qonuniyatlarini tushuntirish; tajribalar natijalarini tahlil qilish va ishonchli xulosalar chiqarish; og'zaki va yozma usullarni birlashtirgan holda, arifmetik operatsiyalarni bajarish, hisoblash vositalaridan foydalanish; agar kerak bo'lsa hisoblash moslamalari yordamida tabiiy daraja, ratsional ko'rsatkichga ega daraja, logaritma ildizining qiymatlarini topish; amaliy hisob-kitoblar uchun smeta va smetadan foydalaning; funktsiyalarning xususiyatlari va ularning grafikalaridan foydalanib, tenglamalarni, eng oddiy tenglamalar tizimini echish; normativ hujjatlarga muvofiq dorivor mahsulotlarning shakllarini tahlil qilishni rejalashtirish va olingan natijalar asosida ularning sifatini baholash; dorivor mahsulotlarning sifatini baholash uchun tahlil natijalarini talqin qilish qobiliyatlari; dori vositalar tahlilining optik usullarini mohiyati; dori vositalar tahlilining spektroskopik usullari;

- mass-spektrometriya; ultrabinafsha va infraqizil spektroskopiya; yadro magnit rezonans va proton magnit rezonans spektrometriyasi; haqida **bilishi va ulardanfoydalana olishi**;

- kimyoviy muammolarni hal qilish va eksperimental tadqiqotlar o'tkazish jarayonida bilim qiziqishlari, intellektual va ijodiy qobiliyatlarini rivojlantirish; mustaqil ravishda kimyo bo'yicha yangi bilimlarni olish qobiliyati; turli xil ma'lumot manbalari bilan ishlash; olingan bilim va ko'nikmalarni amaliyotda va kundalik hayotda oddiy amaliy hisoblash muammolarini hal qilishda, shu jumladan, kerak bo'lganda ma'lumotnomalardan, kalkulyatordan, kompyuterdan foydalanishda foydalanish; ultrabinafsha va infraqizil-spektroskopiya usullari yordamida dorivor moddalarning funksional guruhlarini aniqlash; fizik-kimyoviy usullarda farmatsevtik mahsulotning tahlilini amalga oshirish; spektrofotometr yordamida biologik faol moddalarning chinligini, miqdorini tarkibidagi yot moddalarni aniqlash **bo'yicha amaliy ko'nikmalariga ega bo'lishi kerak**.

- tabiiy kelib chiqadigan biologik faol moddalarning asosiy guruhlari va ularning biosintezning eng muhim fizik-kimyoviy yo'llari; xromatografiya nazariy va amaliy asoslari va klassifikatsiyasi; dori vositalar tahlilining xromatografik usullarini mohiyati; Dori vositalarni sifatini biologik faolligi bo'yicha aniqlash; Dori vositalarni sifatini farmako-texnologik ko'rsatkichlarni yordamida aniqlash haqida **tasavvurga ega bo'lishi**;

- dorivor moddalarning tozaligi bo'yicha testlarni o'tkazadi va kimyoviy va fizik-kimyoviy usullar bilan aralashmalarining chegaralarini belgilaydi; tayyor mahsulotning me'yoriy hujjatlar talablariga muvofiqligini deklaratsiya qilish uchun hujjatlarning tartibini va rasmiylashtirilishini aniqlash bo'yicha standart operatsion protseduralar; ion almashinish xromatografiyasini farmatsevtik tadqiqotlarda qo'llash; gaz va gaz-suyuqlik xromatografiyasi uskunada kolonkani almashtirish, dozatorga namuna yuborishni; yuqori samarali suyuqlik xromatografiya uskunasi kolonkani almashtirish; yuqori samarali suyuqlik xromatografiya uskunasi qo'zg'aluvchan fazani tayyorlash; gel xromatografiya; yuqori va quyi molekulyar moddalarni ajratish texnologiyasi; yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasida (YuSSX) qo'llaniladigan detektorlar, biosensorlar, kolonkalar, elyuantlar; immunoferment tahlil (IFT) asosida tahlil qilish usulining mohiyati,

qo'llanilishi haqida bilishi va ulardan foydalana olishi;

- farmatsevtika amaliyotining muammoli axloqiy va huquqiy masalalarini oqilona hal qilish va dori vositalari va boshqa farmatsevtika mahsulotlarini iste'molchilar manfaatlarini himoya qilish ko'nikmalari; Xromatografik tahlillar uchun namunalarni tayyorlash; Xromatografik tahlil usulida dori vositalarining chinligini va tozaligini aniqlash; Xromatografik tahlil usulida dori vositalarining miqdorini aniqlash; Xromatografik tahlil usullari uchun asboblarni ishga tayyorlash; Elektroforez va Kapilyar elektroforez usulida dori vositalarining chinligi va miqdor aniqlash **bo'yicha amaliy ko'nikmalariga ega bo'lishi kerak.**

3. Asosiy qism

3.1. Moduldagi ma'ruza mashg'ulotlari mavzulari va mazmuni, tashkil etish bo'yicha umumiy ko'rsatma va tavsiyalar:

5-semestr

- 1 Instrumental tahlil usullari haqida umumiy ma'lumotlar va ularning tasniflanishi. Dori vositalari tahlilida farmakopeya usulini tanlash. Namuna olish va tahlil uchun namuna tayyorlash.
- 2 Elektrokimyoviy tahlil usullari. Potensiometriya va konduktometriya nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llash.
- 3 Optik usullarning dori vositalari tahlilida qo'llanilishi. Refraktometrik va polyarimetrik usullarda dori vositasining chinlik va miqdorini aniqlash.
- 4 Fotometriya, nazariy asoslari, kolorimetriya va fotokolorimetriya. Fotometriya qonunlari. Spektrofotometriya.
- 5 Infra-qizil spektral tahlil, nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llash.
- 6 Xromatografik tahlil usullari haqida umumiy ma'lumotlar. Xromatografiyaning rivojlanish tarixi va sinflanishi.
- 7 Moddalarning xromatografik usulda ajralishining fizik kimyoviy xossalari. Qog'oz xromatografik tahlil usuli va uning variantlari.
- 8 Xromatografik sorbentlar, ularning xarakteristikasi. Sorbsiya prosessining nazariy asoslari.
- 9 Yupqa qatlam xromatografiyasi, uning uslubiy asoslari.
- 10 Yuqori samarali yupqa qatlam xromatografiyasi, uning uslubiy asoslari.
- 11 Gaz xromatografiyasi. Usulning nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llash.
- 12 Gaz xromatografik usulda dori vositalari chinligini va miqdoriy tahlil qilish asoslari.
- 13 Gaz xromato-mass spektroskopik usulda dori vositalari chinlik va miqdoriy tahlil asoslari.
- 14 Yuqori samarali suyuqlik xromatografiya usulini dori vositalari tahlilida qo'llash. Yuqori samarali suyuqlik xromatografining tuzilishi, xromatografik kolonka turlari va elyuyent tanlash.
- 15 Yuqori samarali suyuqlik xromatografiya usulini dori vositalar tahlilida qo'llash. Dori vositalarining chinligini, miqdori va yot moddalarni YuSSX usulida tahlil qilish.

3.2. Moduldagi laboratoriya mashg'ulotlari mavzulari, tashkil etish bo'yicha umumiy ko'rsatma va tavsiyalar:

3.2.1. Laboratoriya mashg'ulotlarining mavzular ro'yhati:

5-semestr

- 1 Instrumental tahlil usullarini bajarishda xavfsizlik qoidalariga rioya qilish chora tadbirlari. Dori vositalari tahlilida farmakopeya usulini tanlash. Namuna olish va tahlil uchun namuna tayyorlash.
- 2 Potensiometrik va konduktometrik usullarda dori vositasini tahlil qilish.
- 3 Refraktometrik usulda dori vositasini tahlil qilish.
- 4 Polyarimetrik usulda dori vositasining qutblangan nurni burish burchagini aniqlash.

- 5 Fotoelektrokolorimetrik usulda dori vositasini tahlil qilish. Svetofiltr tanlash.
- 6 Fotoelektrokolorimetrik usulda dori vositasining miqdorini aniqlash.
- 7 UB-spektrofotometrik usulda dori vositasining chinligini aniqlash.
- 8 UB-spektrofotometrik usulda dori vositasining miqdorini aniqlash.
- 9 Infra-qizil spektral tahlil usulining dori vositalari tahlilida qo'llash.
- 10 Qog'oz xromatografiyasi usulida rutinni tahlil qilish.
- 11 YuQX usulida dori preparatlarining tahlili.
- 12 Gaz xromatografiya tahlil usuli uchun dori vositasini tayyorlash va chinligini aniqlash
- 13 Gaz xromatografiya tahlil usulida dori vositalarini miqdorini aniqlash.
- 14 YuSSX tahlil usulini amalga oshirish uchun YuSSX qurilmasini tahlilga tayyorlash.
- 15 YuSSX usulida dori preparatlarining sifatini baholash.

Modul davomida egallanadigan kompetensiyalar (nomi, kodi) ro'yhati:

UK-1¹. Abstrakt fikr yuritish, xodisalarni tahlil va sintez qilish qobiliyatiga ega bo'lish;

UKK-2. Dori vositalarini yaratish, tadqiq qilish va tekshirish va dori vositalarini ishlab chiqarish uchun asosiy biologik, fizik-kimyoviy, kimyoviy va matematik usullardan foydalanishga qodir.

UKK-3. Farmatsevtik hujjatlarni yuritishga tayyorgalik;

UKK-4. Sintetik va tabiiy dori vositalari ishlab chiqish, tadqiq qilish va tekshirish uchun asosiy fizik, kimyoviy va kimyoviy tahlil usullarini qo'llash qobiliyati

UKK-5. Dori vositalarini ishlab chiqarishda fizik-kimyoviy tahlilning asosiy usullarini qo'llaydi

Modul davomida o'quv(klinik) amaliyotni tashkil etish bo'yicha umumiy ko'rsatma va tavsiyalar:
Dori vositalarining instrumental tahlil usullari modulidan o'quv(klinik) amaliyot rejalashtirilmagan

4. Mustaqil ta'lim va mustaqil ishlar, tashkil etish bo'yicha ko'rsatma vatavsiyalar

4.1. Tavsiya etilayotgan mustaqil ishlarning mavzular ro'yhati:

1. Fizik tahlil usullaridan: suyuqlanish va qotish haroratini aniqlash.
2. Dori vositasining namligini aniqlash usullari.
3. Dori moddalarini ampermetrik titrlash usulida tahlili.
4. Ionometriya, suvli eritmalarni vodorod ko'rsatkichini aniqlash, dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
5. Vizual kolorimetrik usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
6. Ekstraksion fotometriya usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
7. Differensial spektrofotometriya usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
8. Nefelometriya usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
9. Dori moddalarining chinligi va miqdorini aniqlashda qo'llaniladigan poyarimetriya, refraktometriya, potensiometriya, fotometriya usullarining mohiyatini o'rganish.
10. Dori moddasining yoki tayyor dori turidagi asosiy ingredientning miqdorini aniqlashda foydalaniladigan usullar.

11. Dori moddasi hamda dori turi tarkibidagi yot aralashmalar miqdorini aniqlashga mo'ljallangan usullar.
12. Ion xromatografiyasi. Ion xromatografining tuzilishi. Dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
13. Kapillyar elektroforez usulida dori vositalari tahlili.
14. Dori moddalarining rentgenstruktura tahlili.
15. Dori vositalari tahlilida kompleks usullarni qo'llanilishi

4.2. Tavsiya etilayotgan mustaqil ishlarning shakllari:

Talaba mustaqil ishini tayyorlashda muayyan modulning xususiyatlarini hisobga olgan holda quyidagi shakllardan foydalanish tavsiya etiladi:

- darslik va o'quv qo'llanmalar bo'yicha ma'ruzalar qismini o'zlashtirish;
- maxsus adabiyotlar bo'yicha modullar bo'limlari yoki mavzulari ustida ishlash;
- yangi texnikalarni, biologik tekshiruv asboblari, jarayonlar va texnologiyalarni o'rganish;
- talabaning o'quv-ilmiy tadqiqotishlarini bajarish bilan bog'liq bo'lgan modullar bo'limlari va mavzularni chuqur o'rganish;
- faol va muammoli o'qitish uslubidan foydalaniladigan o'quv mashg'ulotlari;
- masofaviy (distant) ta'lim.
- berilgan mavzu bo'yicha axborot (referat) tayyorlash;
- modulning bo'limlari yoki mavzulari ustida maxsus yoki ilmiy adabiyotlar (monografiyalar, maqolalar) bo'yicha ishlash va ma'ruzalar qilish;
- vaziyatli muammollarga yo'naltirilgan vaziyatli masalalar yechish;
- keys (real vaziyatli masalalar asosida case-study) yechish.
- grafik organayzerlarni ishlab chiqish va to'ldirish;
- maqola va tezis yozish;
- krossvordlar tuzish va yechish;
- prezentatsiya va videoroliklar tayyorlash hamda mustaqil ish jarayonida keng qo'llash.

4.3. Mustaqil ta'lim va mustaqil ishlarni tashkil etish bo'yicha umumiy ko'rsatma va tavsiyalar:

Dori vositalarining instrumental tahlil usullari moduli bo'yicha mustaqil ish auditoriya va auditoriyadan tashqari o'tkaziladi.

Talaba mustaqil ishini tashkil etishda qo'yidagi shakllardan foydalaniladi:

- auditoriya mashg'ulotlaridan tashqari trenajer, mulyaj va simulyasion zallarida/markazlarida tasdiqlangan amaliy ko'nikmalarni pedagog nazoratida son va sifat jihatdan bajarish va amaliy ko'nikmalarni o'zlashtirish daftarlarida aks ettirish;
- ayrim nazariy mavzularni o'quv adabiyotlari yordamida mustaqil o'zlashtirish;
- berilgan mavzu bo'yicha axborot (referat) tayyorlash;
- modulning (fanning) bo'limlari yoki mavzulari ustida maxsus yoki ilmiy adabiyotlar (monografiyalar, maqolalar) bo'yicha ishlash va ma'ruzalar qilish;
- vaziyatli va farmatsevtik muammollarga yo'naltirilgan vaziyatli masalalar yechish;
- CASE (real farmatsevtik vaziyatlar va farmatsevtik vaziyatli masalalar asosida case-study)

yechish;

– modellar yasash, krossvordlar tuzish, organayzerlar tuzish va h.k.

– Talabaning mustaqil ishi o'rganilayotgan mavzu yuzasidan kengaytirilgan ma'lumotlarni yig'ish, buning uchun axborot texnologiyalarining imkoniyatlaridan keng foydalanish, olingan ma'lumotlarni mustaqil ravishda ishlab chiqish va aniq dori vositasining sifatini nazorat qilishda qo'llay olishdan iborat bo'lib, uning turlari va shakllari turli ko'rinishda bo'lishi mumkin. Mustaqil ishga mo'ljallangan mavzular va topshiriqlar talabaning mustaqil ishini tashkil etish bo'yicha kafedrada ishlab chiqilgan va muntazam yangilanib boradigan uslubiy qo'llanmalarda keng yoritilgan.

– Mustaqil ta'lim natijalari reyting tizimi asosida baholanadi. Uyga vazifalarni bajarish, qo'shimcha darslik va adabiyotlardan yangi bilimlarni mustaqil o'rganish, kerakli ma'lumotlarni izlash va ularni topish yo'llarini aniqlash, internet tarmoqlaridan foydalanib ma'lumotlar to'plash va ilmiy izlanishlar olib borish, ilmiy to'garak doirasida yoki mustaqil ravishda ilmiy manbaalardan foydalanib ilmiy maqola va ma'ruzalar tayyorlash kabilar talabalarning darsda olgan bilimlarini chuqurlashtiradi, ularning mustaqil fikrlash va ijodiy qobiliyatini rivojlantiradi.

Modul bo'yicha talabalar bilimini nazorat qilish turlari va baholash mezonlari

Dori vositalarining instrumental tahlil usullari moduli bo'yicha nazorat turlari va baholash mezonlari haqidagi ma'lumot modul bo'yicha birinchi mashg'ulotda talabalarga e'lon qilinadi.

Talabalarning modul bo'yicha o'zlashtirish darajasining Davlat ta'lim standartlariga muvofiqligini ta'minlash uchun quyidagi nazorat turlari o'tkaziladi:

- joriy nazorat (JN);
- oraliq nazorat (ON);
- yakuniy nazorat (YaN)

Modulga ajratilgan 8 kreditni talaba 5-semestrda joriy nazorat va mustaqil ta'limda yig'adi.

Modulga ajratilgan kreditlar nazorat turlari bo'yicha quyidagicha taqsimlanadi:

JORIY NAZORAT (JN)

JN talabaning modul mavzulari bo'yicha bilim, amaliy ko'nima va kompetensiyalarni egalash darajasini aniqlash va baholab boorish ko'zda tutiladi. Dori vositalarining instrumental tahlil usullari moduli bo'yicha joriy nazorat og'zaki, o'rgatuvchi nazorat testlari, masalar yechish, o'rgatuvchi nazorat testlari, vaziyatli masalalar shaklida o'tkaziladi.

Baholashda talabaning bilim darajasi, laboratoriya mashg'uloti materiallarini o'zlashtirishi, nazariy material muhokamasida va ta'limning interaktiv usullarida ishtirokining faollik darajasi hisobga olinadi. Har bir mashg'ulotda barcha talabalar baholanishi shart. Maksimal ball 100 ball, o'tish bali 55 ball.

Joriy nazorat uchun 4 kredit quyidagicha taqsimlanadi:

5-semestr – 4 kredit

JNda saralash (o'tish) ballidan kam ball to'plagan va uzrli sabablarga ko'ra nazoratda qatnasha olmagan talabaga qayta topshirish uchun, navbatdagi shu nazorat turigacha, songgi JN uchun yakuniy nazoratgacha bo'lgan muddat beriladi.

JN da talaba ajratilgan kreditni toliq to'plashi shart, shundagina u yakuniy nazoratga (YaN) kiritiladi.

Kasalligi sababli darslarga qatnashmagan hamda belgilangan muddatlarda JNni topshira olmagan talabalarga fakultet dekani farmoyishi asosida, o'qishi boshlanganidan so'ng ikki hafta muddatda topshirishga ruxsat beriladi.

Semestr yakunida modul bo'yicha JN da saralsh balidan kam ball to'plagan talaba akademik qarzdor hisoblanadi.

Akademik arzdor talabalarga semester tugaganidan keyin qayta o'zlashtirish uchun biro y muddat beriladi. Shu muddat davomida modulni o'zlashtira olmagan talaba fakultet dekani tavsiyasiga ko'ra belgilangan tartibda rektorning buyrug'i bilantalabalar safidan chetlashtiriladi.

ORALIQ NAZORAT (ON)

Oraliq nazoratga 0 kredit ajratiladi:

5-semestrda 1 marotabadan oraliq nazorat o'tkaziladi. ON ga 0 kredit ajratilgan.

JN dan to'liq kredit olmagan talaba ONGa kiritilmaydi.

ONda talabaning modul mavzulari bo'yicha bilim, amaliy ko'nikma va kompetentsiyalarni egallash darajasini aniqlash va baholab borish ko'zda tutiladi. Dori vositalarining instrumental tahlil usullari moduli bo'yicha ON og'zaki, test yoki yozma ish kabi shakllarda o'tkazilishi mumkin.

Maksimal ball 100, o'tish bali 55 ball.

Oraliq nazoratda saralash (o'tish) ballidan kam ball to'plagan va uzrli sabablarga ko'ra nazoratlarda qatnasha olmagan talabaga qayta topshirish uchun, navbatdagi shu nazorat turigacha, so'nggi oraliq nazorat uchun yakuniy nazoratgacha bo'lgan muddat beriladi.

Kasalligi sababli darslarga qatnashmagan hamda belgilangan muddatlarda oraliq nazoratni topshira olmagan talabalarga fakultet dekani farmoyishi asosida, o'qishni boshlaganidan so'ng ikki hafta muddatda topshirishga ruxsat beriladi.

Semestr yakunida modul bo'yicha oraliq nazoratda saralash balidan kam ball to'plagan talaba akademik qarzdor hisoblanadi.

Akademik qarzdor talabalarga semestr tugaganidan keyin qayta o'zlashtirish uchun bir oy muddat beriladi. Shu muddat davomida modulni o'zlashtira olmagan talaba fakultet dekani tavsiyasiga ko'ra belgilangan tartibda rektorning buyrug'i bilan talabalar safidan chetlashtiriladi.

Modul bo'yicha talaba reytingi quyidagicha aniqlanadi:

Modul bo'yicha talaba reytingi quyidagicha aniqlanadi:

Ball	ECTS baho	ECTS ning ta'rifi		Baho	Ta'rifi
86-100	A	"a'lo" – a'lo natija, minimal hatoliklar bilan	modul dasturining barcha bo'limlari bo'yicha tizimli, to'la va chuqur bilimga ega bo'lishi, zarur dalillar bilan asoslay olishi; terminologiyadan (shu jumladan, ilmiy, xorijiy tilda ham) aniq, o'z o'rnida foydalanishi, savollarga javobni mantiqan to'g'ri, stilistik savodli ravishda ifodalashi; muammoli savollarni aniqlashi, o'z qarashlarini ilmiy-amaliy tilda asoslab bera olishi; modulning tayanch tushunchalarini	5	a'lo

			bilishi va uni qisqa vaqt ichida ilmiy va amaliy masalalarni echishda samarali qo'llay olishi; nostandart vaziyatlarda muammolarni mustaqil va ijodiy hal qila olish qobiliyatini ko'rsata olishi; amaliy ko'nikmalarni mustaqil ravishda to'liq bajara olishi (sifati va belgilangan soni jihatdan) va kompetentsiyalarni to'liq egallashi; amaliy masalalarni qisqa, asoslangan va ratsional ravishda hal etishi; modul dasturida tavsiya etilgan asosiy va qo'shimcha adabiyotlarni to'liq va chuqur o'zlashtirishi; modul bo'yicha nazariyalar, kontseptsiyalar va yo'nalishlar mohiyatini anglash, ularga tanqidiy baho berish va boshqa modullar ilmiy yutuqlarini qo'llay olishi; mashg'ulotlarda butun semestr mobaynida ijodiy va mustaqil qatnashishi, guruhli muhokamalarda faol bo'lishi, vazifalarni bajarishda yuqori madaniyat darajasiga ega bo'lishi lozim;		
81-85	B	"juda yaxshi" – o'rtadan yuqori natija, ayrim hatoliklar bilan	modul dasturining barcha bo'limlari bo'yicha tizimli, to'la va chuqur bilimga ega bo'lishi, zarur dalillar bilan asoslay olishi; terminologiyadan (shu jumladan, ilmiy, xorijiy tilda ham) aniq, o'z o'rnida foydalanishi, savollarga javobni mantiqan to'g'ri, stilistik savodli ravishda ifodalashi; o'z fikrini isbotlashda yoki boshqa nazariy materialni bayon qilishda yuzaga kelgan noaniqliklarni mustaqil bartaraf eta olishi; modulning tayanch tushunchalarini bilishi, qisqa vaqt ichida ilmiy va kasbiy vazifalarni qo'yish hamda hal qilishda undan unumli foydalanishi; standart vaziyatlarda muammolarni o'quv dasturi doirasida mustaqil hal qila olishi;	4	yaxshi

			amaliy ko'nikmalarni mustaqil ravishda to'liq bajara olishi (sifati va belgilangan soni jihatdan) va kompetentsiyalarni to'liq egallashi; laboratoriya mashg'ulotlarda normativ-huquqiy hujjatlarni yaxshi bilishini namoyish qilishi, ushbu bilimlarni yangi vaziyatlarda to'g'ri (lekin doim ham ratsional emas) qo'llay olishi, bajarilgan ish natijalarini etarli darajada rasmiylashtira olmaganligi; modul dasturida tavsiya qilingan asosiy adabiyotlarni o'zlashtirishi; o'rganilayotgan modul bo'yicha nazariyalar, kontseptsiyalar va yo'nalishlar mohiyatini anglay olishi va ularga tanqidiy baho berishi; mashg'ulotlarda butun semestr mobaynida ijodiy va mustaqil qatnashishi, guruhli muhokamalarda faol bo'lishi, vazifalarni bajarishda juda yaxshi madaniyat darajasiga ega bo'lishi lozim;		
71-80	C	"yaxshi" – o'rtacha natija, sezilarli hatoliklar bilan	modul dasturining barcha bo'limlari bo'yicha tizimli, to'la va chuqur bilimga ega bo'lishi, zarur dalillar bilan asoslay olishi, ammo bir oz kamchiliklar bilan; terminologiyadan (shu jumladan, ilmiy, xorijiy tilda ham) aniq, o'z o'rnida foydalanishi, savollarga javobni mantiqan to'g'ri, stilistik savodli ravishda ifodalashi; o'z fikrini isbotlashda yoki boshqa nazariy materialni bayon qilishda yuzaga kelgan noaniqliklarni mustaqil bartaraf eta olishi; modulning tayanch tushunchalarini bilishi, qisqa vaqt ichida ilmiy va kasbiy vazifalarni qo'yish hamda hal qilishda undan unumli foydalanishi; standart vaziyatlarda muammolarni o'quv dasturi doirasida mustaqil hal qila olishi; amaliy ko'nikmalarni mustaqil ravishda bajara olishi (sifati va belgilangan soni jihatdan) va kompetentsiyalarni		

			egallashi, ammo bir oz kamchiliklar bilan; amaliy mashg'ulotlarda normativ-huquqiy hujjatlarni yaxshi bilishini namoyish qilishi, ushbu bilimlarni yangi vaziyatlarda to'g'ri (lekindoim ham ratsional emas) qo'llay olishi, bajarilgan ish natijalarini etarli darajada rasmiylashtira olmaganligi; modul dasturida tavsiya qilingan asosiy adabiyotlarni o'zlashtirishi; o'rganilayotgan modul bo'yicha nazariyalar, kontseptsiyalar va yo'nalishlar mohiyatini anglay olishi va ularga tanqidiy baho berishi; mashg'ulotlarda butun semestr mobaynida ijodiy va mustaqil qatnashishi, guruhli muhokamalarda faol bo'lishi, vazifalarni bajarishda yaxshi darajaga ega bo'lishi lozim;		
60-70	D	"qoniqarli" – sust natija, qo'pol kamchiliklar bilan	davlat ta'lim standartlari (talablari) doirasida etarli bilim hajmiga ega bo'lishi; terminologiyani ishlatishi, savollarga javoblarni to'g'ri bayon qilishi, lekin bunda ayrim xatolarga yo'l qo'yishi; javob berishga yoki ayrim maxsus ko'nikmalarni namoyish qilishda qiynalganda, modul bo'yicha asosiy tushunchaga ega ekanligini namoyish etishi; amaliy ko'nikmalarni (sifati va belgilangan soni jihatdan) mustaqil ammo hatoliklar bilan to'liq bajara olishi; kompetentsiyalarni mustaqil, ammo hatoliklar bilan egallashi; modulining umumiy tushunchalari bo'yicha qisman bilimga ega bo'lishi va uni standart (namunaviy) vaziyatlarni hal etishda qo'llay olishi; pedagog xodim yordami bilan standart vaziyatlarni hal eta olishi; o'qilayotgan modul bo'yicha asosiy nazariyalar, kontseptsiyalar va yo'nalishlar mohiyatini anglashi, ularga baho bera olishi;	3	qoniqarli

			mashg'ulotlarda pedagog xodim rahbarligida qatnashishi, vazifalarni bajarishda etarli madaniyat darajasiga ega bo'lishi lozim;		
55-59	E	"o'rta" – minimal natijaga teng	davlat ta'lim standartlari (talablari) doirasida qoniqarli bilim hajmiga ega bo'lishi; terminologiyani ishlatishi, savollarga javoblarni to'g'ri bayon qilishi, lekin bunda ayrim qo'pol hatolarga yo'l qo'yishi; javob berishga yoki ayrim maxsus ko'nikmalarni namoyish qilishda qiynalganda va hatolarga yo'l qo'yganda, modul bo'yicha asosiy tushunchaga ega ekanligini namoyish etishi; amaliy ko'nikmalarni (sifati va belgilangan soni jihatdan) mustaqil emas va hatoliklar bilan to'liq bajara olishi; kompetentsiyalarni mustaqil emas va hatoliklar bilan egallashi; modulining umumiy tushunchalari bo'yicha qisman bilimga ega bo'lishi va uni standart (namunaviy) vaziyatlarni hal etishda qo'llay olishi; pedagog xodim yordami bilan standart vaziyatlarni hal eta olishi; o'qilayotgan modul bo'yicha asosiy nazariyalar, kontseptsiyalar va yo'nalishlar mohiyatini anglashi, ularga baho bera olishi; mashg'ulotlarda pedagog xodim rahbarligida qatnashishi, vazifalarni bajarishda etarli madaniyat darajasiga ega bo'lishi lozim;		
31-54	FX	"qoniqarsiz" – minimal darajadagi bilimlarni olish uchun qo'shimcha mustaqil o'zlashtirishi zarur	davlat ta'lim standartlari (talablari) doirasida faqat ayrim fragmentar bilimlarga ega bo'lsa; ilmiy terminlarni ishlata olmasa yoki javob berishda jiddiy mantiqiy xatolarga yo'l qo'ysa; mashg'ulotlarda passiv qatnashib, vazifalar bajarish madaniyatining past darajasiga ega bo'lsa;	2	qoniqarsiz

			amaliy ko'nikmalarga va kompetentsiyalarga ega bo'lmasa, o'z xatolarini hatto pedagog xodim tavsiyalari yordamida ham to'g'rilay olmasa.		
0-30	F	"mutloq qoniqarsiz" – to'liq qayta o'zlashtirishi lozim	davlat ta'lim standartlari (talablari) doirasida faqat ayrim fragmentar bilimlarga ega bo'lsa; terminlarni ishlata olmasa yoki javob berishda jiddiy va qo'pol mantiqiy hatolarga yo'l qo'ysa yoki umuman javob bermasa; mashg'ulotlarda passiv qatnashib, vazifalar bajarish madaniyatining past darajasiga ega bo'lsa yoki umuman bajarmasa; amaliy ko'nikmalarga va kompetentsiyalarga ega bo'lmasa, o'z hatolarini hatto pedagog xodim tavsiyalari yordamida ham to'g'rilay olmasa.		

YAKUNIY NAZORAT (YaN)

YaN modul yakunida test va og'zaki shaklida o'tkaziladi. Bunda talabalarning kompetensiyalari va nazariy bilimlari tekshiriladi. Maksimal ball 100, o'tish bali 55 ball.

YaNda saralash balini (55) yig'olmagan talaba YaNdan o'tmagan va modulni o'zlashtirmagan deb hisoblanadi (JN da to'liq kreditni yig'gan bo'lsa ham).

Ta'lim muassasasi rektorining buyrug'i bilan ichki nazorat va monitoring bo'limi rahbarligida tuzilgan komissiya ishtirokida yakuniy nazoratni o'tkazish jarayoni davriy ravishda o'rganib boriladi va uni o'tkazish tartiblari buzilgan hollarda, yakuniy nazorat natijalari bekor qilinadi va yakuniy nazorat qayta o'tkaziladi.

Kasalligi sababli yakuniy nazoratni topshira olmagan talabalarga fakultet dekani farmoyishi asosida, o'qishni boshlaganidan so'ng ikki hafta muddatda topshirishga ruxsat beriladi.

Semestr yakunida yakuniy nazoratda saralash balidan kam ball to'plagan talaba akademik qarzdor hisoblanadi.

Akademik qarzdor talabalarga semestr tugaganidan keyin qayta o'zlashtirish uchun bir oy muddat beriladi. Shu muddat davomida modulni o'zlashtira olmagan talaba fakultet dekani tavsiyasiga ko'ra belgilangan tartibda rektorning buyrug'i bilantalabalar safidan chetlashtiriladi.

Talaba nazorat natijalaridan norozi bo'lsa, modul bo'yicha nazorat turi natijalari e'lon qilingan vaqtdan boshlab bir kun mobaynida fakultet dekaniga ariza bilan murojaat etishi mumkin. Bunday holda fakultet dekanining taqdimnomasiga ko'ra rektor buyrug'i bilan 3 (uch) a'zodan kam bo'lmagan tarkibda apellyasiya komissiyasi tashkil etiladi.

Apellyasiya komissiyasi talabalarining arizalarini ko'rib chiqib, shu kunning o'zida xulosasini bildiradi.

Baholashning o'rnatilgan talablar asosida belgilangan muddatlarda o'tkazilishi hamda rasmiylashtirilishi fakultet dekani, kafedra mudiri, o'quv bo'limi hamda ichki nazorat va monitoring bo'limi tomonidan nazorat qilinadi.

5. Asosiy va qo'shimcha o'quv adabiyotlar hamda axborot manbaalari

5.1. Asosiy adabiyotlar

1. Ubaydullayev Q.A., Muxitdinov A.A. Dori vositalarini fizik - kimyoviy tahlil usullari, O'quv qo'llanma. Toshkent. 2019 y..
2. Yunusxo'jaev A.N., Ubaydullaev Q.A. va boshq. Dori vositalarining zamonaviy tahlil usullari, Darslik. Toshkent. 2010 y.
3. Государственная фармакопея Республики Узбекистан. Ташкент. 2020 г.
4. Быковский С.Н. Руководство по инструментальным методом исследований при разработке и экспертизе качества лекарственных препаратов, Москва. Учебное пособие. 2014 г.

5.2. Qo'shimcha adabiyotlar

1. vositalari va spayslar tahlilida qo'llash, monografiya. Toshkent.2020 y.
2. JalilovF.S., Tadjiev M.A., Pulatova L.T. Kimyo-toksikologik va biofarmatsevtik tadqiqotlarda paroksetinni aniqlash, Metodik ko'rsatma. Toshkent. 2017 y.
3. JalilovF.S., TadjievM.A., PulatovaL.T. Kimyo-toksikologik va biofarmatsevtik tadqiqotlarda sertralinni aniqlash, Metodik ko'rsatma. Toshkent. 2017 y.
4. Jalilov F.S., Tadjiev M.A., Pulatova L.T. Kimyo-toksikologik va biofarmatsevtik tadqiqotlarda karbamazepinni aniqlash, Metodik ko'rsatma. Toshkent. 2017 y.
5. Пулатова Л.Т., Жалилов Ф.С. Практическое использование физико- химических методов анализа для качественного и количественного определения синтетических каннабиноидов «спайсов» и антидепрессантов, Монография. Ташкент. 2017 г.

Internet saytlari

1. www.wikipedia.com
2. www.pharmapractice.ruwww.remedium.ru
3. www.pharmvestnik.ru
4. www.biotehnolog.ru
5. www.Ziyonet.uz
6. www.edy.uz
7. www.nuuz.uz
8. www.bimm.uz

**DORI VOSITALARINING INSTRUMENTAL TAHLIL USULLARIMODULIDAN
SILLABUS**

(7-semestr uchun)

Modulning to'liq nomi	Dori vositalarining instrumental tahlil usullari		
Modul kodi:	Kredit hajmi: umumiy – 8 kredit Shundan: JN – 4 kredit: TMI- 4 kredit ON– 0 kredit(o'tkazilishi majburiy) YaN– 0 kredit(o'tkazilishi majburiy) Kredit hajmi 5-semestr uchun: umumiy – 8 kredit Shundan: JN 5-semestrda 4 kredit; Dori vositalarining instrumental tahlil usullari modulidan umumiy tushunchalari, nazariy asoslarini mukammallashtirish – 2 kredit; Dori vositalarining instrumental tahlil usullari modulidan laboratoriya ishlarini o'zlashtirgani uchun – 2 kredit; ON –7-semestrda 0 kredit (o'tkazilishi majburiy); Sinov 7-semestrda 0 kredit (o'tkazilishi majburiy);	Modul o'tilish davri: 5-semestr	ECTS value: 10 https://www.nosu.ru/wp-content/uploads/2018/05/b1.v.dv.03.02_fiziko-himicheskie-metody-farmaceuticheskogo-analiza_rpd-3_33.05.01_2019-2020.pdf
Ta'lim yo'nalishi	60911000 - Dori vositalarini standartlashtirish, sertifikatsiyalash va sifat menejmenti	4-bosqich bakalavrlari	
Modulning davomiyligi	15 hafta		
O'quv soatlari xajmi:	Jami soat:	240	
	Shuningdek:		
	ma'ruza	30	
	laboratoriya mashg'uloti	60	
	mustaqil ta'lim	150	
O'quv modulining statusi	Maxsus modular bloki		
OTM nomi, manzili			
Kafedra nomi			
Mazkur kursning o'qituvchilari haqida ma'lumot		E-mail: E-mail:	
Mashg'ulot vaqti va joyi			
Modulning mazmuni	Dori vositalarining instrumental tahlil usullari moduli o'quv rejaning umum kasbiy modular blokiga taaluqli bo'lib, 3-kursda o'qitiladi. Dori vositalarining instrumental tahlil usullari moduli yuqori malakali dorishunos-mutaxassislarni		

	tayyorlashda yetakchi modullardan biri bo'lib, u dori moddalarini fizikaviy va kimyoviy xossalarini, instrumental tahlil usullada ishlatiladigan asbob-uskunalarining tuzulishi, ishlash prinsiplari, tahlil uchun namunalar tayyorlash bosqichlari tahlil jarayoni bosqichlari, chinlik va miqdoriy tahlillar, namunalar tozligini tekshirish sharoitlarini o'rgatadi.
Prerekvizitlar	Mutaxassislikka kirish, tibbiyot va farmatsevtikda metrologiya, analitik kimyo, organik kimyo, farmatsevtik kimyo, dori turlari texnologiyasi modullari nazariy zamin bo'lib xizmat qiladi.
Postrekvizitlar	Dori vositalarini sifatini nazorat qilish, dori vositalarini sifatini ta'minlash va boshqarish, dori vositalarini standartlash, dori vositalarini ishlab chiqarish validatsiyasi sohalari uchun nazariy zamin bo'lib xizmat qiladi.
Modulning maqsadi	Modulni o'qitishning asosiy maqsadlari: dori vositalarining instrumental tahlil usullari modulini o'qitishdan maqsad – talabalarda zamonaviy ilm-fan yutuqlari asosida talabalarining fizik-kimyoviy tahlilning nazariy asoslari haqidagi bilimlarini va dori moddalarni tahlil qilish bilan bog'liq zamonaviy instrumental usullardan foydalanish ko'nikmalarini shakllantirish.
Modulning vazifalari	- talabalarga o'rgatiladigan fizik-kimyoviy tahlil usullari farmatsiyaning yangi muvaffaqiyatlarini ko'zda tutadi. Bu tahlil usullari, mashg'ulotlar davomida dorilar sifatini aniqlashda talabalarining laboratoriya uskunalar bilan ishlash ko'nikmasini oshirish va farmatsiya modullariga qiziqishini kuchaytirish, unga nisbatan qiziqish uyg'otish, dori vositalar tahlil qilishda, yuqori javobgarlik xissini shakllantirish, shuningdek jonkuyarlik ruxida tarbiyalash. - kimyo, fizikaning asosiy tushunchalari, qonuniyatlari va qonuniyatlari va ularning farmatsevtik tahlilning fizik-kimyoviy usullaridan foydalanishdagi o'rni to'g'risida tushuncha berish; o'quvchilarning o'quv, bilim va kasbiy faoliyatni amalga oshirishda qobiliyat va ko'nikmalarini shakllantirishni ta'minlash; farmatsevtning amaliy faoliyati uchun zarur bo'lgan kasbiy mahorat va ko'nikmalarni shakllantirish. - dori vositalari sifatini aniqlashda fizik-kimyoviy tahlil usullari olib boriladigan darslari orqali talabalarining dunyo qarashini zamonaviy shakllantirish va mutaxassislikka tegishli boshqa modullarni yanada chuqurroq o'zlashtirishga, hamda tahlil usullarini o'rganishga yordam beradi. - olgan bilim va ko'nikmalarni amalda qo'llash, uni tashviqot va targ'ibot qilish malakasini egallash.
Modul bo'yicha talabalar bilimi, ko'nikma va malakalariga qo'yiladigan talablar	Talaba tasavvurga ega bo'lishi kerak: fundamental kimyoviy tushunchalar, qonunlar va nazariyalar, tabiatni ilmiy bilish usullari va dunyoning zamonaviy ilmiy manzarasida kimyoning o'rni to'g'risida; instrumental tahlil tahlil usullarining mohiyati; dorivor mahsulotlar sifatini baholashning umumiy usullari, dorivor mahsulotlarni, xom ashyoni olish uslubiga, dorivor moddalarning tuzilishiga, dorivor mahsulotlarni saqlash va aylanishi jarayonida yuzaga kelishi mumkin bo'lgan fizik-kimyoviy jarayonlarga qarab har bir usuldan foydalanish imkoniyati; qon aylanishining barcha bosqichlarida dori vositalarining sifatiga ta'sir etuvchi omillar; dorivor moddalarning xususiyatlariga qarab asosiy omillarni aniqlash (oksidlanish-qaytarilish, gidroliz qobiliyati, polimerizatsiya va boshqalar); tashqi omillarning dori-darmonlarning yaxshi sifatiga ta'sirini oldini olish qobiliyati; spektroskopiya usullari nazariyasi. Talaba bilishi shart: - kimyoviy terminologiya va belgilarni ishonch bilan ishlatish; moddalar va laboratoriya jihozlari bilan xavfsiz ishlash qoidalariga rioya qilgan holda mustaqil ravishda kimyoviy eksperimentni rejalashtirish va o'tkazish; - noorganik moddalarning xususiyatlarini o'rganish, kimyoviy reaksiyalarning

	yuzaga kelishini taxmin qilish, ularning yurish qonuniyatlarini tushuntirish; 3. tajribalar natijalarini tahlil qilish va ishonchli xulosalar chiqarish; og'zaki va yozma usullarni birlashtirgan holda, arifmetik operatsiyalarni bajarish, hisoblash vositalaridan foydalanish; agar kerak bo'lsa hisoblash moslamalari yordamida tabiiy daraja, ratsional ko'rsatkichga ega daraja, logaritma ildizining qiymatlarini topish; 4. amaliy hisob-kitoblar uchun smeta va smetadan foydalaning; funktsiyalarning xususiyatlari va ularning grafikalaridan foydalanib, tenglamalarni, eng oddiy tenglamalar tizimini echish; normativ hujjatlarga muvofiq dorivor mahsulotlarning shakllarini tahlil qilishni rejalashtirish va olingan natijalar asosida ularning sifatini baholash; 5. dorivor mahsulotlarning sifatini baholash uchun tahlil natijalarini talqin qilish qobiliyatlari; dori vositalar tahlilining optik usullarini mohiyati; dori vositalar tahlilining spektroskopik usullari; 6. mass-spektrometriya; ultrabinafsha va infraqizil spektroskopiya; yadro magnit rezonans va proton magnit rezonans spektrometriyasi; Talaba bajara olishi lozim: 1. Dori moddasining qotish, suyuqlanish, qaynash haroratini va zichligini aniqlash. 2. Konduktometriya usulda dori vositalari tahlilida qo'llash. 3. Potensiometriya usulda dori vositalari tahlili qo'llash. 4. Dori vositasini mikroskopik usulda tahlil qilish. 5. Polyarimetrik usulda dori vositasini tahlil qilish 6. Refraktometrik usulda dori vositasinig chinlik va miqdorini aniqlash 7. Fotokolorimetriya usulda dori vositasinig tahlili 8. Spektrofotometrik usulda qo'llaniladigan spektrofotometrler va kyuvetalar. Namunalarni tahlilga tayyorlash. 9. UB-spektrofotometrik usulda dori vositalari chinligini tahlil qilish asoslari 10. UB-spektrofotometrik usulda dori vositalari miqdorini tahlil qilish asoslari 11. Infraqizil spektroskopiya usulida dori vositasini tahlilini amalga oshirish. 12. Nefelometriya va turbodimetriya, nazariy asoslari va dori vositalar tahlilida qo'llash 13. Raman spektroskopiya tahlil usuli, nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llash 14. Mass spektral tahlil usuli va uni dori vositalar tahlilida qo'llash 15. Flyurometrik usul, nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llash 16. Yadro magnit rezonansi (YaMR) spektroskopiya sinining nazariy asoslari va usulni dori moddalar tahlilida qo'llanilishi 17. Atom absorbsion spektroskopiya usulini nazariy asoslari 18. Termodesorbsion sirt ionlashuv spektroskopiya usulini dori vositalar tahlilida qo'llash. Talaba quyidagi ko'nikmalarga ega bo'lishi lozim: 1. kimyoviy muammolarni hal qilish va eksperimental tadqiqotlar o'tkazish jarayonida bilim qiziqishlari, 2. intellektual va ijodiy qobiliyatlarini rivojlantirish; 3. mustaqil ravishda kimyo bo'yicha yangi bilimlarni olish qobiliyati; turli xil ma'lumot manbalari bilan ishlash; olingan bilim va ko'nikmalarni amaliyotda va kundalik hayotda oddiy amaliy hisoblash muammolarini hal qilishda, shu jumladan, kerak bo'lganda ma'lumotnomalardan, kalkulyatordan, kompyuterdan foydalanishda foydalanish; 4. ultrabinafsha va infraqizil-spektroskopiya usullari yordamida dorivor
--	---

	moddalarning funksional guruhlarini aniqlash; 5.fizik-kimyoviy usullarda farmatsevtik mahsulotning tahlilini amalga oshirish; spektrofotometr yordamida biologik faol moddalarning chinligini,miqdorini tarkibidagi yot moddalarni aniqlash
Ta'lim berish usullari	ma'ruza laboratoriya mashg'ulotlar.
Ta'minot	videofilmlar, multimediyali va o'qituvchi kompyuter dasturlardan, o'qitish metodikasidagi yangi texnologiyalardan, mavzular bo'yicha nazariy bilimlarni so'rashdan foydalaniladi; bakalavrlarning mustaqil ishi, individual va guruhli prezentatsiyalar, uyga berilgan vazifalarni tayyorlash, referatlar yozish, testlar, vaziyatli masalalar va boshqalar.

O'qitish natijalari:

Modulni yakunlaganda talaba biladi:

- kimyoviy terminologiya va belgilarni ishonch bilan ishlatish; moddalar va laboratoriya jihozlari bilan xavfsiz ishlash qoidalariga rioya qilgan holda mustaqil ravishda kimyoviy eksperimentni rejalashtirish va o'tkazish;
- noorganik moddalarning xususiyatlarini o'rganish, kimyoviy reaksiyalarning yuzaga kelishini taxmin qilish, ularning yurish qonuniyatlarini tushuntirish;
- tajribalar natijalarini tahlil qilish va ishonchli xulosalar chiqarish; og'zaki va yozma usullarni birlashtirgan holda, arifmetik operatsiyalarni bajarish, hisoblash vositalaridan foydalanish; agar kerak bo'lsa hisoblash moslamalari yordamida tabiiy daraja, ratsional ko'rsatkichga ega daraja, logaritma ildizining qiymatlarini topish;
- amaliy hisob-kitoblar uchun smeta va smetadan foydalaning; funktsiyalarning xususiyatlari va ularning grafikalaridan foydalanib, tenglamalarni, eng oddiy tenglamalar tizimini echish; normativ hujjatlarga muvofiq dorivor mahsulotlarning shakllarini tahlil qilishni rejalashtirish va olingan natijalar asosida ularning sifatini baholash;
- dorivor mahsulotlarning sifatini baholash uchun tahlil natijalarini talqin qilish qobiliyatlari; dori vositalar tahlilining optik usullarini mohiyati; dori vositalar tahlilining spektroskopik usullari;
- mass-spektrometriya; ultrabinafsha va infraqizil spektroskopiya; yadro magnit rezonans va proton magnit rezonans spektrometriyasi;

Modulni yakunlaganda talaba bajara oladi:

- Dori moddasining qotish, suyuqlanish, qaynash haroratini va zichligini aniqlash.
- Konduktometriya usulda dori vositalari tahlilida qo'llash.
- Potensiometriya usulda dori vositalari tahlili qo'llash.
- Dori vositasini mikroskopik usulda tahlil qilish.
- Polyarimetrik usulda dori vositasini tahlil qilish
- Refraktometrik usulda dori vositasinig chinlik va miqdorini aniqlash

- Fotokolorimetriya usulda dori vositasinig tahlili
- Spektrofotometrik usulda qo'llaniladigan spektrofotometrlar va kyuvetalar.
- Namunalarni tahlilga tayyorlash.**
- UB-spektrofotometrik usulda dori vositalari chinligini tahlil qilish asoslari
- UB-spektrofotometrik usulda dori vositalari miqdorini tahlil qilish asoslari
- Infraqizil spektroskopiya usulida dori vositasini tahlilini amalga oshirish.
- Nefelometriya va turbodimetriya, nazariy asoslari va dori vositalar tahlilida qo'llash
- Raman spektroskopiyasi tahlil usuli, nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llash
- Mass spektral tahlil usuli va uni dori vositalar tahlilida qo'llash
- Flyurometrik usul, nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llash
- Yadro magnit rezonansi (YaMR) spektroskopiyasining nazariy asoslari va usulni dori moddalar tahlilida qo'llanilishi
- Atom absorbsion spektroskopiya usulini nazariy asoslari
- Termodesorbsion sirt ionlashuv spektroskopiya usulini dori vositalar tahlilida qo'llash.

**O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI SOG'LIQNI SAQLASH VAZIRLIGI
TOSHKENT FARMATSEVTIKA INSTITUTI
FARMATSEVTIK KIMYO KAFEDRASI**



**DORI VOSITALARINING INSTRUMENTAL TAHLIL USULLARI
MODULINING ISHCHI O'QUV DASTURI**

Ta'lim sohasi:	910 000	-Sog'liqni saqlash
Ta'lim	60911000	-Dori vositalarini standartlashtirish,
yo'nalishlari:		sertifikatsiyalash va sifat menejmenti

Umumiy o'quv soati:	240
Jumladan:	7-semestr
Ma'ruza:	30
Laboratoriya	60
mashg'ulotlari:	
Mustaqil ta'lim soati:	150

Toshkent – 2025

Modulning ishchi o'quv dasturi Toshkent Farmatsevtika instituti
Kengashida 2022 yil 6 iyul 11-sonli bayonnoma bilan tasdiqlangan "Dori
vositalarining instrumental tahlil usullari" modul dasturi asosida
tayyorlangan.

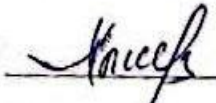
Tuzuvchilar:

Olimov X.Q. -Farmatsevtik kimyo kafedrası mudiri, farm.f.n., dotsent
Toshpo'latova A.D. -Farmatsevtik kimyo kafedrası v.v.b. professori,
farm.f.d., dotsent.
Ag'loxodjayeva Sh.M -Farmatsevtik kimyo kafedrası assistenti

Taqrizchilar:

D.A. Zulfikariyeva - Toksikologik kimyo kafedrası mudiri, farm.f.d.,
professor
S.Z. Nishanbayev - O'zRFA qoshidagi O'MKI Lipidlar kimyosi
laboratoriyasi mudiri, farm.f.d.

Modulning ishchi o'quv dasturi Toshkent Farmatsevtika Instituti Kengashida
muhokama etilgan va tasdiqlangan (2025 yil "30" 06 11 -son majlis
bayoni bilan ma'qullangan).

TFI, Farmatsevtik kimyo kafedrası mudiri  X.Q. Olimov

TFI, Sanoat Farmatsiyasi fakulteti dekani  Z. U. Mamatqulov

TFI, O'quv-uslubiy boshqarma boshlig'i  J.A. Xayitboyev

1. O'quv moduli o'qitilishi bo'yicha uslubiy ko'rsatmalar

Dori vositalarining instrumental tahlil usullarini farmatsiya fanlari orasida yetakchi o'rinlardan biri bo'lib, uning maqsadi dori vositalarini tahlil qilishning instrumental usullarini talabalarga o'rgatish va o'sha asbob uskunadan foydalanish bo'yicha aniq bilim berish va ko'nikmalar hosil qilishdan iboratdir. Fanni o'rganish natijasida kerakli bilim va amaliy ko'nikmalariga ega bo'lgan farmatsevt, MX talablari asosida dori vositasini sifatiga baxo bera olish malakasini egallashdan tashqari MX tuzish, tahlil usullari bilan solishtirish, dori vositalari tarkibidagi yot moddalarni aniqlash, dori vositalarining turg'unligini oshirish va yaroqlilik muddatini uzaytirish masalalarini ham hal eta oladi. Dori vositalarining sifatini nazorat qilishda qo'llaniladigan zamonaviy usullar, ularning nazariy asoslari va amaliy qo'llanilishi, murakkab tarkibli dori vositalari tahlilining o'ziga xos tomonlari, qo'llaniladigan kimyoviy va fizik-kimyoviy usullarini tanlashni o'rganish va amaliyotga tadbiq etishdan iborat.

2. Modulni o'qitish davomida rejalashtirilgan natijalar

2.1. O'quv modulining maqsadi: Modulni o'qitishning asosiy maqsadlari: dori vositalarining instrumental tahlil usullari modulini o'qitishdan maqsad – talabalarda zamonaviy ilm-fan yutuqlari asosida talabalarning fizik-kimyoviy tahlilning nazariy asoslari haqidagi bilimlarini va dori moddalarni tahlil qilish bilan bog'liq zamonaviy instrumental usullardan foydalanish ko'nikmalarini shakllantirish.

2.2. O'quv modulining vazifalari:

Maqsadga erishish uchun quyidagi vazifalarni bajarish ko'zda tutiladi:

-talabalarga o'rgatiladigan fizik-kimyoviy tahlil usullari farmatsiyaning yangi muvaffaqiyatlarini ko'zda tutadi. Bu tahlil usullari, mashg'ulotlar davomida dorilar sifatini aniqlashda talabalarning laboratoriya uskunalarini bilan ishlash ko'nikmasini oshirish va farmatsiya modullariga qiziqishini kuchaytirish, unga nisbatan qiziqish uyg'otish, dori vositalar tahlil qilishda, yuqori javobgarlik xissini shakllantirish, shuningdek jonkuyarlik ruxida tarbiyalash.

-kimyo, fizikaning asosiy tushunchalari, qonuniyatlari va qonuniyatlari va ularning farmatsevtik tahlilning fizik-kimyoviy usullaridan foydalanishdagi o'rni to'g'risida tushuncha berish; o'quvchilarning o'quv, bilim va kasbiy faoliyatni amalga oshirishda qobiliyat va ko'nikmalarini shakllantirishni ta'minlash;

farmatsevtning amaliy faoliyati uchun zarur bo'lgan kasbiy mahorat va ko'nikmalarni shakllantirish.

- dori vositalari sifatini aniqlashda fizik-kimyoviy tahlil usullari olib boriladigan darslari orqali talabalarning dunyo qarashini zamonaviy shakllantirish va mutaxassislikka tegishli boshqa modullarni yanada chuqurroq o'zlashtirishga, hamda tahlil usullarini o'rganishga yordam beradi.

- olgan bilim va ko'nikmalarni amalda qo'llash, uni tashviqot va targ'ibot qilish malakasini egallash.

2.3. Modul bo'yicha talabalarning bilim, ko'nikma va malakalariga qo'yiladigan talablar.

Talaba:

- dori moddalarning kimyoviy tuzilishi bilan uning fiziologik faolligi orasidagi o'zaro bog'liqlik qonuniyatlarini bilish;
- dori moddalarning va dori vositalarning tarkibida bo'lishi mumkin bo'lgan yot moddalar va ularning parchalanish mahsulotlarini aniqlash;
- dori vositalarining MX asosida yaratish va uni takomillashtirish haqida **tasavvurga ega bo'lishi**;
- dori vositalarining tahlilini amalga oshirishning instrumental usullarini o'rganish va yuzaga kelishi mumkin bo'lgan muammolarini hal eta olish;
- murakkab tuzilishga ega bo'lgan dori moddalarni element tahlilining zamonaviy usullari asosida sifat va miqdoriy tahlilini bajara **bilishi va ulardan foydalana olishi**;
- gomeopatik dori vositalari sifatini zamonaviy aspektda tahlil qila olish;
- dorivor o'simlik xom-ashyosi va fitopreparatlarning tahlilini malga oshira bilish;
- sanoatda ishlab chiqariladigan murakkab tarkibli dori vositalarining sifatini belgilash **ko'nikmalariga ega bo'lishi lozim.**

3. Modul tuzilmasi

3.1. Modul yuklamasi va o'quv ishlar turlari

Semestr	O'quv yuklama hajmi	Ma'ruza (soat)	Amaliy (seminar va h.k) mashg'ulot (soat)	Laboratoriya mashg'uloti (soat)	Mustaqil ta'lim (soat)	Nazorat turi va shakli	Kredit (hajmi)
7	240	30	-	60	150	JN-og'zaki, vaziyatli masalalar, test, masala yechish ON- og'zaki YaN-yozma	8
Jami:	240	30	-	60	150	-	8

3.2. Ma'ruza mashg'ulotlari

t/r	Ma`ruzalar mavzulari	Dars soatlari hajmi	Egallanishi shart bo'lgan kompetensiyalar kodi
	7-semestr		
1	Dori vositalarining instrumental tahlil usullari moduliga kirish: modulning mohiyati, maqsadi va vazifalari	2	UK-1 ¹ UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
2	Metrologik me'zonlar asosida instrumental tahlil usullarining sifatini baholash	2	UKK-3. UKK-4. UKK-5.
3	Elektrokimyoviy tahlil usullari. Potensiometriya va konduktometriya nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llash.	2	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
4	Dori vositalarining optik xossalriga asoslangan tahlil usullari: polyarimetriya va refraktometriya.	2	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
5	Dori vositalarining tahlilida spektral usullarning qo'llanilishi. Ultrabinafsha va ko'rinadigan spektr sohalaridagi spektrofotometriyaning mohiyati.	2	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
6	Fotometrik sifat va miqdoriy tahlil. Fotometrik usullar yordamida dori vositalarining miqdorini aniqlash usullari.	2	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
7	Infra-qizil spektral tahlil, nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llash.	2	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
8	Fluorimetriya. Usulning nazariy asoslari, dori vositalari tahlilida qo'llanilishi	2	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
9	Xromatografik tahlil usullari haqida umumiy ma'lumotlar. Xromatografiyaning rivojlanish tarixi va sinflanishi.	2	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
10	Moddalarning xromatografik usulda ajralishining fizik kimyoviy xossalari. Qog'oz xromatografiyasi usuli va uning variantlari.	2	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
11	YuQX va YuSYuQX usullarining nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llanilishi	2	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
12	Gaz xromatografiyasi. Usulning nazariy asoslari va dori vositalari	2	UKK-2.

	tahlilida qo'llanilishi.		UKK-3. UKK-4. UKK-5.
13	Yuqori samarali suyuqlik xromatografiya usulini dori vositalar tahlilida qo'llash. Dori vositalarining chinligi, miqdori va yot moddalarini YuSSX usulida tahlil qilish.	2	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
14	Eksklyuzion xromatografiyaning nazariy asoslari va qo'llanish sohasi.	2	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
15	Murakkab tarkibli dori vositalarini instrumental usullarida tahlil qilish. Komponentlarni ajralish sharoitlari va ularni chinligi va miqdorini aniqlash. Dori vositalarni tahlilida kompleks usullarni qo'llanilishi.	2	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
7- semestr bo'yicha jami:		30	
O'quv yili bo'yicha jami:		30	

Ma'ruza mashg'ulotlari multimedia qurilmalari bilan jihozlangan auditoriyada akademik guruhlar oqimi uchun o'tiladi.

3.3. Laboratoriya mashg'ulotlarini tashkil etish

№	Laboratoriya mashgʻulotlarining mavzulari	Dars soatlari hajmi		Egallanishi shart boʻlgan amaliy koʻnikmalar (roʻyxatdagi raqami)	Egallanishi shart boʻlgan kompetensiyalar kodi	Oʻquv-uslubiy taʼminot
		nazariy	amaliy			
7-semestr						
1	Instrumental tahlil usullarini bajarishda xavfsizlik qoidalariga rioya qilish chora tadbirlari. Dori vositalari tahlilida farmakopeya usulini tanlash. Namuna olish va tahlil uchun namuna tayyorlash.	2	2	1	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.	Maʼruza matnlari, mavzu boʻyicha taqdimotlar matni, modulning oʻquv-uslubiy majmuasi
2	Metrologik meʼzonlar asosida instrumental tahlil usullarining sifatini baholash	2	2	2	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.	Maʼruza matnlari, mavzu boʻyicha taqdimotlar matni, modulning oʻquv-uslubiy

						majmuasi
3	Potensiometrik va konduktometrik usullarda dori vositasini tahlil qilish.	2	2	3	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.	Ma'ruza matnlari, mavzu bo'yicha taqdimotlar matni, modulning o'quv-uslubiy majmuasi
4	Refraktometrik usulda dori vositasini tahlil qilish.	2	2	4	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.	Ma'ruza matnlari, mavzu bo'yicha taqdimotlar matni, modulning o'quv-uslubiy majmuasi
5	Polyarimetrik usulda dori vositasining miqdorini aniqlash.	2	2	5	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.	Ma'ruza matnlari, mavzu bo'yicha taqdimotlar matni, modulning o'quv-uslubiy majmuasi
6	Fotoelektrokolorimetrik usulda dori vositasining miqdorini aniqlash.	2	2	6	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.	Ma'ruza matnlari, mavzu bo'yicha taqdimotlar matni, modulning o'quv-uslubiy majmuasi
7	UB-spektrofotometrik usulda dori vositasining chinligini va miqdorini aniqlash.	2	2	7	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.	Ma'ruza matnlari, mavzu bo'yicha taqdimotlar matni, modulning o'quv-uslubiy majmuasi
8	Infraqizil spektroskopiya usulida dori vositasini tahlilini amalga oshirish.	2	2	8	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.	Ma'ruza matnlari, mavzu bo'yicha taqdimotlar matni, modulning o'quv-uslubiy majmuasi

9	Fluorimetrik usulni dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	2	2	9	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.	Ma'ruza matnlari, mavzu bo'yicha taqdimotlar matni, modulning o'quv-uslubiy majmuasi
10	Qog'oz xromatografiyasi usulida rutinni tahlil qilish.	2	2	10	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.	Ma'ruza matnlari, mavzu bo'yicha taqdimotlar matni, modulning o'quv-uslubiy majmuasi
11	YuQX usulida dori preparatlarining tahlili.	2	2	11	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.	Ma'ruza matnlari, mavzu bo'yicha taqdimotlar matni, modulning o'quv-uslubiy majmuasi
12	Gaz xromatografiya tahlil usuli uchun dori vositasini tayyorlash va tahlil qilish	2	2	12	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.	Ma'ruza matnlari, mavzu bo'yicha taqdimotlar matni, modulning o'quv-uslubiy majmuasi
13	YuSSX usulida dori preparatlarining sifatini baholash.	2	2	13	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.	Ma'ruza matnlari, mavzu bo'yicha taqdimotlar matni, modulning o'quv-uslubiy majmuasi
14	Ekslyuzion xromatografiya usulida dori vositalarini tahlil qilish	2	2	14	UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.	Ma'ruza matnlari, mavzu bo'yicha taqdimotlar matni, modulning o'quv-uslubiy majmuasi
15	Murakkab tarkibli dori vositalarini instrumental usullarda tahlil qilish.	2	2	15	UKK-2. UKK-3. UKK-4.	Ma'ruza matnlari, mavzu bo'yicha

					UKK-5.	taqdimotlar matni, modulning o'quv-uslubiy majmuasi
Semestr bo'yicha jami:		60				

Laboratoriya mashg'ulotlar multimedia qurilmalari bilan jixozlangan laboratoriya xonalarida akademik guruxga bir professor-o'qituvchi tomonidan o'tkazilishi lozim. Mashg'ulotlar faol va interaktiv usullar yordamida o'tiladi, "keys-stadi" texnologisi ishlatiladi, keyslar mazmuni o'qituvchi tomonidan belgilanadi. Ko'rgazmali materiallar va axborotlar multimedia qurilmalari yordamida uzatiladi.

Modul davomida egallanadigan kompetensiyalar (nomi, kodi) ro'yxati:

UK-1. Abstrakt fikr yuritish, xodisalarni tahlil va sintez qilish qobiliyatiga ega bo'lish;

UKK-2. Dori vositalarini yaratish, tadqiq qilish va tekshirish va dori vositalarini ishlab chiqarish uchun asosiy biologik, fizik-kimyoviy, kimyoviy va matematik usullardan foydalanishga qodir.

UKK-3. Farmatsevtik hujjatlarni yuritishga tayyorgalik;

UKK-4. Sintetik va tabiiy dori vositalari ishlab chiqish, tadqiq qilish va tekshirish uchun asosiy fizik, kimyoviy va kimyoviy tahlil usullarini qo'llash qobiliyati

UKK-5. Dori vositalarini ishlab chiqarishda fizik-kimyoviy tahlilning asosiy usullarini qo'llaydi

3.4. Amaliy ko'nikmalarni bajarish va egallash uchun ko'rsatmalar.

1. Mavzuning nazariy asoslari bilan tanishish va o'rganilayotgan tahlil usullari haqida umumiy ma'lumotlarga ega bo'lish.

2. Tahlil olib boriladigan uskunaning qismlari, ishlash prinsiplarini o'rganish.

3. Tahlil obyektlarining fizika-kimyoviy xususiyatlarini o'rganish. Tahlil uchun obyektidan namuna olish va tayyorlashni o'rganish.

4. Tahlilni amalga oshirish uchun normativ xujjatlarda keltirilgan usulning uslubi ketma-ketligida dori vositasining tahlilini amalga oshirish.

3.5. Talabalar tomonidan Modul davomida egallanadigan amaliy ko'nikmalar ro'yhati

№	Amaliy ko'nikmalar nomi	Soni	Amaliy ko'nikmalar bajarish uchun ta'minot (jihozlanishi)
7-semestr			
1	Instrumental tahlil usullarini bajarishda xavfsizlik qoidalariga rioya qilish chora tadbirlari. Dori vositasining qaynash va suyuqlanish haroratini aniqlash.	4	Analitik tarozi, kolba, voronka, o'lchov silindri, xaydash kolbasi, teskari muzlatkich, yig'uvchi kolba, qizdirishga chidamli termometr, kapillyar, PTP-turidagi uskuna, multimedia qurilmalari.
2	Dori vositalarni tahlilida farmakopeya usulini tanlash. Namuna olish va tahlil	4	Analitik tarozi, o'lchov kolbalari, kolba, silindr, pipetka. multimedia

	uchun namuna tayyorlash.		qurilmalari.
3	Potensiometrik usulda dori vositasini tahlilini amalga oshirish.	4	Analitik tarozi, potensiometr, kolba, bufer eritmalar. multimedia qurilmalari.
4	Konduktometriya usulida dori vositasini tahlil qilish.	4	Analitik tarozi, konduktometr, kolba, silindr. multimedia qurilmalari.
5	Dori vositasining zarrachalar shaklini mikroskopik tahlil qilish.	4	Analitik tarozi, mikroskop, buyum oynachasi. multimedia qurilmalari.
6	Polyarimetrik usulda dori vositasining qutblangan nurni burish burchagini aniqlash.	4	Analitik tarozi, polyarimetr, silindr, kolba, o'lchov kolbasi. multimedia qurilmalari.
7	Refraktometrik usulda dori vositasini tahlil qilish.	4	Analitik tarozi, Refraktometr, pipetka, kolba, o'lchov kolbasi, probirka. multimedia qurilmalari.
8	Fotoelektrokolorimetrik usulda dori vositasini tahlil qilish. Svetofiltr tanlash.	4	Analitik tarozi, suv xammomi, kolba, o'lchov kolbasi, fotoelektrokolorimetr. multimedia qurilmalari.
9	Fotoelektrokolorimetrik usulda dori vositasining miqdorini aniqlash.	4	Analitik tarozi, suv xammomi, kolba, o'lchov kolbasi, fotoelektrokolorimetr, kyuveta. multimedia qurilmalari.
10	Spektrofotometriya. Spektrofotometrik usulda qo'llaniladigan spektrofotometrlar va kyuvetalar haqida ma'lumot. Nur yutish spektri haqida ma'lumot.	4	Analitik tarozi, suv xammomi, kolba, o'lchov kolbasi, fotoelektrokolorimetr, kyuveta. multimedia qurilmalari.
11	UB-spektrofotometrik usulda dori vositasining chinligini va miqdorini aniqlash.	4	Analitik tarozi, suv xammomi, kolba, o'lchov kolbasi, spektrofotometr, kyuveta. multimedia qurilmalari.
12	Fluorimetrik usulni dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	4	Analitik tarozi, suv xammomi, kolba, o'lchov kolbasi, fluorimetr, kyuveta. multimedia qurilmalari.
13	Infraqizil spektroskopiya amalga usulida dori vositasini tahlilini oshirish.	4	Analitik tarozi, IQ-spektrofotometr, multimedia qurilmalari.
14	Xromatografik tahlil usullari haqida umumiy ma'lumotlar. Xromatografiyaning rivojlanish tarixi va sinflanishi. Xromatografiya usulida qo'llaniladigan uskunar bilan tanishish.	4	Multimedia qurilmalari, Xromatografik qog'oz, plastinka, kapillyar, xromatograf.
15	Qog'oz xromatografiyasi usulida rutinni tahlil qilish.	4	Multimedia qurilmalari, Xromatografik qog'oz, xromatografik kamera, kapillyar.
16	Yupqa qatlam xromatografiya usulining mohiyati YuQX usuli uchun plastinka tayyorlash.	4	Multimedia qurilmalari, Xromatografik plastinka, kapillyar, xromatografik kamera.
17	YuQX usuida dori preparatlarining tahlili.	4	Multimedia qurilmalari, Xromatografik plastinka, kapillyar, xromatografik kamera.

18	Gaz xromatografiyasi tahlil usulini amalga oshirish uchun GX qurilmasini tahlilga tayyorlash. GX qurilmasining tarkibiy qismlari va vazifalari bilan tanishish.	4	Multimedia qurilmalari, gaz xromatografi.
19	Gaz xromatografiya tahlil usulida dori vositalarining chinligini aniqlash. Tahlil uchun tekshiriluvchi va standart eritmalarini tayyorlash.	4	Multimedia qurilmalari, gaz xromatografi, analitik tarozi, o'lchov kolbalari, silindr, pipetka.
20	Gaz xromatografiya tahlil usulida dori vositalarini miqdorini aniqlash. Tahlil uchun tekshiriluvchi va standart eritmalarini tayyorlash.	4	Multimedia qurilmalari, gaz xromatografi, analitik tarozi, o'lchov kolbalari, silindr, pipetka.
21	YuSSX tahlil usulini amalga oshirish uchun YuSSX qurilmasini tahlilga tayyorlash. YuSSX qurilmasining tarkibiy qismlari va vazifalari bilan tanishish.	4	Multimedia qurilmalari, YuSSX qurilmasi, analitik tarozi, o'lchov kolbalari, silindr, pipetka.
22	YuSSX usulida dori preparatlarining sifatini aniqlash. Tahlil uchun tekshiriluvchi va standart eritmalarini tayyorlash.	4	Multimedia qurilmalari, YuSSX qurilmasi, analitik tarozi, o'lchov kolbalari, silindr, pipetka.
23	YuSSX usulida dori preparatining miqdorini aniqlash. Tahlil uchun tekshiriluvchi va standart eritmalarini tayyorlash.	4	Multimedia qurilmalari, YuSSX qurilmasi, analitik tarozi, o'lchov kolbalari, silindr, pipetka.
24	YuSSX usulida dori vositasi tarkibidagi yot moddalarni aniqlash. Tahlil uchun tekshiriluvchi va standart eritmalarini tayyorlash.	4	Multimedia qurilmalari, YuSSX qurilmasi, analitik tarozi, o'lchov kolbalari, silindr, pipetka.

4. Mustaqil ta'lim va mustaqil ishlar

4.1. Mustaqil ta'lim mavzulari

No	Mustaqil ta'lim mavzulari	Soat	Kompeten siyalar
	7-semestr		
1.	Fizik tahlil usullaridan: suyuqlanish va qotish haroratini aniqlash.	10	UK-1 ¹ UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
2.	Dori vositasining namligini aniqlash usullari.	10	UK-1 ¹ UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
3.	Dori moddalarini ampermetrik titrlash usulida tahlili.	10	UK-1 ¹ UKK-2. UKK-3. UKK-4.

			UKK-5.
4.	Ionometriya, suvli eritmalarni vodorod ko'rsatkichini aniqlash, dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	10	UK-1 ¹ UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
5.	Vizual kolorimetrik usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	10	UK-1 ¹ UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
6.	Ekstraksiya fotometriya usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	10	UK-1 ¹ UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
7.	Differensial spektrofotometriya usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	10	UK-1 ¹ UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
8.	Nefelometriya usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	10	UK-1 ¹ UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
9.	Dori moddalarining chinligi va miqdorini aniqlashda qo'llaniladigan poyarimetriya, refraktometriya, potensiometriya, fotometriya usullarining mohiyatini o'rganish.	10	UK-1 ¹ UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
10.	Dori moddasining yoki tayyor dori turidagi asosiy ingredientning miqdorini aniqlashda foydalaniladigan usullar.	10	UK-1 ¹ UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
11.	Dori moddasi hamda dori turi tarkibidagi yot aralashmalar miqdorini aniqlashga mo'ljallangan usullar.	10	UK-1 ¹ UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
12.	Ion xromatografiyasi. Ion xromatografining tuzilishi. Dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	10	UK-1 ¹ UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
13.	Kapillyar elektroforez usulida dori vositalari tahlili.	10	UK-1 ¹ UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
14.	Dori moddalarining rentgenstruktura tahlili.	10	UK-1 ¹ UKK-2. UKK-3. UKK-4. UKK-5.
15.	Dori vositalari tahlilida kompleks usullarni qo'llanilishi	10	UK-1 ¹ UKK-2. UKK-3. UKK-4.

			UKK-5.
	Jami	150	

4.2. Modul bo'yicha mustaqil ta'lim shakllari va ishlar turlari ro'yhati:

Dori vositalarining instrumental tahlil usullari moduli bo'yicha mustaqil ish auditoriya va auditoriyadan tashqari o'tkaziladi.

Talaba mustaqil ishini tashkil etishda qo'yidagi shakllardan foydalaniladi:

– auditoriya mashg'ulotlaridan tashqari trenajer, mulyaj va simulyasion zallarida/markazlarida tasdiqlangan amaliy ko'nikmalarni pedagog nazoratida son va sifat jihatdan bajarish va amaliy ko'nikmalarni o'zlashtirish daftarlarida aks ettirish;

–ayrim nazariy mavzularni o'quv adabiyotlari yordamida mustaqil o'zlashtirish;

– berilgan mavzu bo'yicha axborot (referat) tayyorlash;

– modulning (fanning) bo'limlari yoki mavzulari ustida maxsus yoki ilmiy adabiyotlar (monografiyalar, maqolalar) bo'yicha ishlash va ma'ruzalar qilish;

– vaziyatli va farmatsevtik muammollarga yo'naltirilgan vaziyatli masalalar yechish;

– CASE (real farmatsevtik vaziyatlar va farmatsevtik vaziyatli masalalar asosidasase-study) yechish;

– modellar yasash, krossvordlar tuzish, organayzerlar tuzish va h.k.

–Talabaning mustaqil ishi o'rganilayotgan mavzu yuzasidan kengaytirilgan ma'lumotlarni yig'ish, buning uchun axborot texnologiyalarining imkoniyatlaridan keng foydalanish, olingan ma'lumotlarni mustaqil ravishda ishlab chiqish va aniq dori vositasining sifatini nazorat qilishda qo'llay olishdan iborat bo'lib, uning turlari va shakllari turli ko'rinishda bo'lishi mumkin. Mustaqil ishga mo'ljallangan mavzular va topshiriqlar talabaning mustaqil ishini tashkil etish bo'yicha kafedrada ishlab chiqilgan va muntazam yangilanib boradigan uslubiy qo'llanmalarda keng yoritilgan.

–Mustaqil ta'lim natijalari reyting tizimi asosida baholanadi. Uyga vazifalarni bajarish, qo'shimcha darslik va adabiyotlardan yangi bilimlarni mustaqil o'rganish, kerakli ma'lumotlarni izlash va ularni topish yo'llarini aniqlash, internet tarmoqlaridan foydalanib ma'lumotlar to'plash va ilmiy izlanishlar olib borish, ilmiy to'garak doirasida yoki mustaqil ravishda ilmiy manbaalardan foydalanib ilmiy maqola va ma'ruzalar tayyorlash kabilar talabalarning darsda olgan bilimlarini chuqurlashtiradi, ularning mustaqil fikrlash va ijodiy qobiliyatini rivojlantiradi.

4.3. Modul bo'yicha mustaqil ta'limni tashkil etish uchun tavsiya etiladigan o'quv-uslubiy ta'minot.

5. Ubaydullayev Q.A., Muxitdinov A.A. Dori vositalarini fizik - kimyoviy tahlil usullari, O'quv qo'llanma. Toshkent. 2019 y..
6. Yunusxo'jaev A.N., Ubaydullaev Q.A. va boshq. Dori vositalarining zamonaviytahlil usullari, Darslik. Toshkent. 2010 y.
7. Государственная фармакопея Республики Узбекистан. Ташкент. 2020 г.
8. Быковский С.Н. Руководство по инструментальным методом исследований при разработке и экспертизе качества лекарственных препаратов, Москва. Учебное пособие. 2014 г.
9. A.Kar Pharmaceutical drug analysis. New Delhi.2005-434p
10. A.F. Douglas, J.R. Stanley Principles of Instrumental Analysis. Canada. 2007-1057 p
11. . B.D Minstry. A handbook of spektroscopic data chemistry. Oxford. 2009-200p
12. The United States Pharmacopeia (USP) 32, - NF 27, 2009
13. D.L. Pavia G.M. Lampman. Introduction to spectroscopy. Bellingham. Washington. 2007-200p
14. www.wikipedia.com
15. www.pharmappractice.ru
16. www.remedium.ru
17. www.pharmvestnik.ru
18. www.biotehnolog.ru
19. www.Ziyonet.uz
20. www.edy.uz
21. www.nuuz.uz
22. www.bimm.uz

Modul bo'yicha kurs ishi.

Dori vositalarining instrumental tahlil usullari modulidan kurs ishi (loyihasi) rejalashtirilgan. Kurs(ishi) loyihasini mavzulari talabalarga shaxsiy topshiriq sifatida beriladi. Kurs ishining adabiyotlar sharxi mavzu yuzasidan mavjud bo'lgan adabiy manbaalarni yig'ish, ularni tartibga solish va tajriba qismini bajarish uchun tahlil usullarini belgilab olishdan iborat. Kurs ishining tajriba qismi modul bo'yicha ishlab chiqarish amaliyotini o'tish jarayonida bajarilib, ishlab chiqarish korxonasida ximoya qilinadi. Modul bo'yicha kurs ishlarining mavzulari, uslubiy ko'rsatmalar ishlab chiqilib, bunda kurs ishlarining mavzulari, rejalari va bajarish jarayonlari to'la aks ettirilgan. Kurs ishlarining taxminiy mavzulari:

1. Xromatografiya, uni rivojlanish tarixi. Xromatografiyani sinflanishi ning nazariy asoslari.
2. Fizik-kimyoviy tahlili usullari. Bu usullarni dori turlari chinligini aniqlashda qo'llanilishi.
3. Qog'ozdagi taqsimlanish xromatografiyasi va uni fenotiazin hosilalari tahlilida qo'llanilishi.
4. Qog'ozdagi taqsimlanish xromatografiyasi va uni vitaminlar sofligini aniqlashda qo'llanilishi.

5. Yupqa qatlamli xromatografiyaning nazariy va uslubiy asoslari. Barbitur kislota hosilalarini YuQX usulida aniqlash
6. Yupqa qatlamli xromatografiyani markaziy nerv sistemasiga ta'sir qiluvchi dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
7. Yupqa qatlamli xromatografiya usulini neyroleptik dori vositasini tahlilida qo'llash.
8. Yupqa qatlamli xromatografiyaning antidepressant dori vositasi tahlilida qo'llanilishi.
9. Yupqa qatlamli xromatografiyaning fenotiazin hosilalari tahlilida qo'llanilishi.
10. Yupqa qatlamli xromatografiyaning yurak glikozidlari tahlilida qo'llanilishi.
11. Yupqa qatlamli xromatografiyaning psixotrop dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
12. Yupqa qatlamli xromatografiyaning antibiotiklar tahlilida qo'llanilishi.
13. Elektrokimyoviy usullar. (Elektroforez). Ularni dori turlarini aniqlashda qo'llanilishi.
14. Elektrokimyoviy usullar. Potensiometrik tahlil. Dori vositalari sifatini pH-muhiti asosida tahlil qilish.
15. Xromatografiya usullari. Ion almashuv xromatografiyasi va uni dori shakllari tahlilida qo'llanilishi.
16. Gaz xromatografik tahlil asoslari. Alkaloidlarni gaz xromatografik usulda aniqlash.
17. Gaz xromatografik tahlil asoslari. Spirt saqlovchi dori vositalarini gaz xromatografik usulda aniqlash.
18. Spirtli nastoykalar tarkibidagi spirt miqdorini gaz suyuqlik xromatografik usulda aniqlash.
19. Yurak glikozidlarni gaz suyuqlik xromatografik usulda aniqlash.
20. Streptomitsin dori vositasini gaz suyuqlik xromatografik usulda aniqlash.
21. Pirimidin xosilalarini GX-MS usulda aniqlash.
22. Benzodiazepin xosilasining metabolitini GX-MS usulda aniqlash.
23. Analgetik dori vositasini GX-MS usulda aniqlash.
24. Sulfanilamid dori moddasini YuSSX usulda aniqlash.
25. Dori vositalari tahlilida fotometrik usulni qo'llash. Alkaloidlar misolida.
26. Dori vositalari tahlilida fotometrik usulni qo'llash. Nitrofurani hosilalari misolida.
27. Dori vositalari tahlilida fotometrik usulni qo'llash. Mahalliy anestetiklar misolida.
28. Spektrofotometrik tahlil. Yurak glikozidlarini UB spektrofotometrik usulda sifat va miqdorini aniqlash.
29. Spektrofotometrik tahlil. Neyroleptik dori vositalarini UB spektrofotometrik usulda sifat va miqdorini aniqlash.
30. Nefelometrik va turbidimetrik usullari va uni dori shakllari tahlilida qo'llanilishi.
31. Lyuminessent usuli va uni dori shakllari tahlilida qo'llanilishi.
32. Alkaloidlarni spektrofotometrik usulda sifat va miqdorini aniqlash.

33. Spektrofotometrik usulda vitaminlarni sifat va miqdorini aniqlash.
34. Fotometrik usulda yurak glikozidlarini sifat va miqdorini aniqlash.
35. Spektrofotometrik usulda yurak glikozidlarini sifat va miqdorini aniqlash.
36. Alkaloidlarni spektrofotometrik usullarda sifat va miqdorini aniqlash.
37. Fotometrik usulda piridin va pirimidin xosilalarini saqlovchi dori moddalarini sifat va miqdorini aniqlash.
38. Spektrofotometrik usulda achchiq glyukozid saqlovchi dori moddalarini sifat va miqdorini aniqlash.
39. Fenotiazin xosilalarini fotometrik usullarda sifat va miqdorini aniqlash.
40. Fenotiazin xosilalarini spektrofotometrik usullarda sifat va miqdorini aniqlash.
41. Barbitur kislota hosilalarini IQ-spektrofotometrik usullarda sifat va miqdorini aniqlash.
42. 1,4-benzodiazepin xosilalarini IQ-spektrofotometrik usulda sifat va miqdorini aniqlash.
43. Antidepressantlarni MS usulda sifat va miqdorini aniqlash.
44. Maxalliy ta'sir etuvchi lidokain dori moddasini spektrofotometrik usulda sifat va miqdorini aniqlash.
45. IQ spektrofotometriya usulini dori moddalari tahlilida qo'llanilishi.
46. Mass-spektrofotometrik tahlil, uni dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
47. Yuqori samarali suyuqlik-suyuqlik xromatografik tahlili, uning dori vositalar tahlilida qo'llanilishi.
48. Neyroleptik dori vositalarini Yuqori samarali suyuqlik-suyuqlik xromatografik tahlili.
49. Yurak glikozidlarini Yuqori samarali suyuqlik-suyuqlik xromatografik tahlili.
50. Antidepressantlarni Yuqori samarali suyuqlik-suyuqlik xromatografik tahlili.
51. Antibiotiklarni Yuqori samarali suyuqlik-suyuqlik xromatografik tahlili.
52. Antigipertenziv dori vositalarini Yuqori samarali suyuqlik-suyuqlik xromatografik tahlili.
53. Benzodiazepin xosilalarini Yuqori samarali suyuqlik-suyuqlik xromatografik tahlili.
54. Xromato-Mass spektrometrik tahlil, uni dori vositalari tahlilida qo'llash.
55. Neyroleptiklarni Xromato-Mass spektrometrik tahlili.
56. Yurak glikozidlarini Xromato-Mass spektrometrik tahlili.
57. Termodesorbsion sirt ionlashuv spektroskopiya tahlil usulining dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
58. Refraktometrik usulda dori vositasini tahlil qilish.
59. Polyarimetrik usulda dori vositasining qutblangan nurni burish burchagini aniqlash.
60. Neyroleptik dori vositalarini Termodesorbsion sirt ionlashuv spektroskopik tahlili.
61. Yurak glikozidlarini Termodesorbsion sirt ionlashuv spektroskopik tahlili.
62. Antidepressantlarni Termodesorbsion sirt ionlashuv spektroskopik tahlili.
63. Tarkibida spirt saqlovchi dori vositalarini Termodesorbsion sirt ionlashuv spektroskopik tahlili.

64. Atom absorbsion fotometrik tahlil asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
65. Emission fotometrik tahlil asoslari va usulni dori vositalari tahlilida qo'llash.
66. Yadro magnit rezonansi asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.

5. Modul bo'yicha talabalar bilimni nazorat qilish turlari va baholash mezonlari.

5.1 Modul bo'yicha talabalarda nazariy bilimni nazorat qilish va baholash mezonlari.

Dori vositalarining instrumental tahlil usullari moduli bo'yicha nazorat turlari va baholash mezonlari haqidagi ma'lumot modul bo'yicha birinchi mashg'ulotda talabalarga e'lon qilinadi.

Talabalarning modul bo'yicha o'zlashtirish darajasining Davlat ta'lim standartlariga muvofiqligini ta'minlash uchun quyidagi nazorat turlari o'tkaziladi:

- joriy nazorat (JN);
- oraliq nazorat (ON);
- yakuniy nazorat (YaN)

Modulga ajratilgan 8 kreditni talaba 5-semestrda joriy nazorat va mustaqil ta'limda yig'adi. Modulga ajratilgan kreditlar nazorat turlari bo'yicha quyidagicha taqsimlanadi:

JORIY NAZORAT (JN)

Joriy nazoratda talabaning modul mavzulari bo'yicha bilim, amaliy ko'nikma va kompetensiyalarni egallash darajasini aniqlash va baholab borish ko'zda tutiladi. Farmatsevtik kimyo moduli bo'yicha JN og'zaki, o'rgatuvchi- nazorat testlari, tarqatma materiallari bilan ishlash, vaziyatli masalalar, uyga berilgan vazifalarni tekshirish va boshqa shakllarda o'tkazilishi mumkin.

Baholashda talabaning bilim darajasini, laboratoriya mashg'ulot materiallarini o'zlashtirishi, nazariy material muhokamasida va ta'limning interaktiv usullarida ishtirokining faollik darajasi, shuningdek, amaliy bilim va ko'nikmalarni o'zlashtirish darajasi, kompetensiyalarni egallash (y'ani nazariy, analitik va amaliy yondoshivlar) hisobga olinadi.

Har bir mashg'ulotda barcha talabalar baholanishi shart. Maksimal ball 100, o'tish bali 55 ball.

Joriy nazorat uchun ajratilgan 4 kredit quyidagicha taqsimlanadi.
5-semestr – 4 kredit

Talaba xar bir bo'limdan belgilangan kreditlarni to'plagandan keyingina yakuniy nazoratga kiritiladi.

Joriy nazoratda saralash (o'tish) balidan kam ball to'plagan va uzrli sabablarga ko'ra nazoratlarda qatnasha olmagan talabaga qayta topshirish uchun, navbatdagi shu nazorat turigacha, so'nggi joriy nazorat uchun yakuniy nazoratgacha bo'lgan muddat beriladi.

Kasalligi sababli darslarga qatnashmagan hamda belgilangan muddatlarda joriy va yakuniy nazoratlarni topshira olmagan talabalarga fakultet dekani farmoyishi asosida o'qishni boshlaganidan so'ng ikki hafta muddatda topshirishga ruxsat beriladi.

Semestr yakunida modul bo'yicha joriy nazoratda saralash balidan kam ball to'plagan talaba akademik qarzdor hisoblanadi.

Akademik qarzdor talabalarga semestr tugaganidan keyin qayta o'zlashtirish uchun bir oy muddat beriladi. Shu muddat davomida modulni o'zlashtira olmagan talaba fakultet dekani tavsiyasiga ko'ra belgilangan tartibda rektorning buyrug'i bilan talabalar safidan chetlashtiriladi.

ORALIQ NAZORAT (ON)

Oraliq nazoratga 0 kredit ajratiladi:

5- semestrda 1 marotabadan oraliq nazorat o'tkaziladi. ON ga 0 kreditajratilgan.

JN dan to'liq kredit olmagan talaba ONGa kiritilmaydi.

ONda talabaning modul mavzulari bo'yicha bilim, amaliy ko'nikma va kompetentsiyalarni egallash darajasini aniqlash va baholab borish ko'zda tutiladi.

Dori vositalarining instrumental tahlil usullari moduli bo'yicha ON og'zaki, test yoki yozma ish kabi shakllarda o'tkazilishi mumkin.

Maksimal ball 100, o'tish bali 55 ball.

Oraliq nazoratda saralash (o'tish) ballidan kam ball to'plagan va uzrli sabablarga

ko'ra nazoratlarda qatnasha olmagan talabaga qayta topshirish uchun, navbatdagi shu nazorat turigacha, so'nggi oraliq nazorat uchun yakuniy nazoratgacha bo'lgan muddat beriladi.

Kasalligi sababli darslarga qatnashmagan hamda belgilangan muddatlarda oraliq nazoratni topshira olmagan talabalarga fakultet dekani farmoyishi asosida, o'qishni boshlaganidan so'ng ikki hafta muddatda topshirishga ruxsat beriladi.

Semestr yakunida modul bo'yicha oraliq nazoratda saralash balidan kam ball to'plagan talaba akademik qarzidor hisoblanadi.

Akademik qarzidor talabalarga semestr tugaganidan keyin qayta o'zlashtirish uchun bir oy muddat beriladi. Shu muddat davomida modulni o'zlashtira olmagan talaba fakultet dekani tavsiyasiga ko'ra belgilangan tartibda rektorning buyrug'I bilan talabalar safidan chetlashtiriladi.

YAKUNIY NAZORAT (YaN)

YaN modul yakunida test va og'zaki shaklida o'tkaziladi. Bunda talabalarning kompetensiyalari va nazariy bilimlari tekshiriladi. Maksimal ball 100, o'tish bali 55 ball.

YaNda saralash balini (55) yig'olmagan talaba YaNdan o'tmagan va modulni o'zlashtirmagan deb hisoblanadi (JN da to'liq kreditni yig'gan bo'lsa ham). Ta'lim muassasasi rektorining buyrug'i bilan ichki nazorat va monitoring bo'limi rahbarligida tuzilgan komissiya ishtirokida yakuniy nazoratni o'tkazish jarayoni davriy ravishda o'rganib boriladi va uni o'tkazish tartiblari buzilgan hollarda, yakuniy nazorat natijalari bekor qilinadi va yakuniy nazorat qayta o'tkaziladi.

Kasalligi sababli yakuniy nazoratni topshira olmagan talabalarga fakultet dekani farmoyishi asosida, o'qishni boshlaganidan so'ng ikki hafta muddatda topshirishga ruxsat beriladi.

Semestr yakunida yakuniy nazoratda saralash balidan kam ball to'plagan talaba akademik qarzidor hisoblanadi.

Akademik qarzdor talabalarga semestr tugaganidan keyin qayta o'zlashtirish uchun bir oy muddat beriladi. Shu muddat davomida modulni o'zlashtira olmagan talaba fakultet dekani tavsiyasiga ko'ra belgilangan tartibda rektorning buyrug'i bilan talabalar safidan chetlashtiriladi.

Talaba nazorat natijalaridan norozi bo'lsa, modul bo'yicha nazorat turi natijalari e'lon qilingan vaqtdan boshlab bir kun mobaynida fakultet dekaniga ariza bilan murojaat etishi mumkin. Bunday holda fakultet dekanining taqdimnomasiga ko'ra rektor buyrug'i bilan 3 (uch) a'zodan kam bo'lmagan tarkibda apellyatsiya komissiyasi tashkil etiladi.

Apellyatsiya komissiyasi talabalarining arizalarini ko'rib chiqib, shu kunning o'zida xulosasini bildiradi.

Baholashning o'rnatilgan talablar asosida belgilangan muddatlarda o'tkazilishi hamda rasmiylashtirilishi fakultet dekani, kafedra mudiri, o'quv bo'limi hamda ichki nazorat va monitoring bo'limi tomonidan nazorat qilinadi. Semestr yakunida YaNda saralash balidan kam ball to'plagan talaba akademik qarzdor hisoblanadi.

Akademik qarzdor talabalarga semestr tugaganidan keyin qayta o'zlashtirish uchun bir oy muddat beriladi. Shu muddat davomida modulni o'zlashtira olmagan talaba fakultet dekani tavsiyasiga ko'ra belgilangan tartibda rektorning buyrug'i bilan talabalar safidan chetlashtiriladi.

Talaba nazorat natijalaridan norozi bo'lsa, modul bo'yicha nazorat turi natijalari e'lon qilingan vaqtdan boshlab bir kun mobaynida fakultet dekaniga ariza bilan murojaat etishi mumkin. Bunday holda fakultet dekanining taqdimnomasiga ko'ra rektor buyrug'i bilan 3 (uch) a'zodan kam bo'lmagan tarkibda apellyatsiya komissiyasi tashkil etiladi.

Apellyatsiya komissiyasi talabalarining arizalarini ko'rib chiqib, shu kunning o'zida xulosasini bildiradi.

Baholashning o'rnatilgan talablar asosida belgilangan muddatlarda o'tkazilishi hamda rasmiylashtirilishi fakultet dekani, kafedra mudiri, o'quv bo'limi hamda ichki nazorat va monitoring bo'limi tomonidan nazorat qilinadi.

5.2. Modul bo'yicha talabalarda amaliy ko'nikmalarni egallashni nazorat qilish va bilimni baholash mezonlari.

5.2. Modul bo'yicha talabalarda amaliy kompetensiyalarni egallashni nazorat qilish va bilimni baholash mezonlari.

Ball	ECTS baho	ECTS ning ta’rifi		baho	Ta’rifi
86-100	A	"a’lo" – a’lo natija, minimal xatoliklar bilan	modul dasturining barcha bo’limlari bo’yicha tizimli, to’la va chuqur bilimga ega bo’lishi, zarur dalillar bilan asoslay olishi; terminologiyadan (shu jumladan, ilmiy, xorijiy tilda ham) aniq, o’z o’rnida foydalanishi, savollarga mantiqan to’g’ri, stilistik savodli ravishda ifodalashi; muammoli savollarni aniqlashi, o’z qarashlarini ilmiy-amaliy tilda asoslab bera olishi; modulning tayanch tushunchalarini bilishi va uni qisqa vaqt ichida ilmiy va amaliy masalalarni yechishda samarali qo’llay olishi; nostandart vaziyatlarda muammolar-ni mustaqil va ijodiy hal qila olish, qobiliyatini ko’rsata olishi; amaliy ko’nikmalarni mustaqil ravishda to’liq bajara olishi (sifati va belgilangan soni jihatidan) va kompetensiyalarni to’liq egallashi; amaliy masalalarni qisqa, asoslangan va ratsional ravishda hal etishi; modul dasturida tavsiya etilgan asosiy va qoshimcha adabiyotlarni to’liq va	5	A’lo

			chuqur o'zlashtirishi; modul bo'yicha nazariyalar, konsepsiyalar va yo'nalishlar mohiyatini anglash, ularga tanqidiy baho berish va boshqa modullar ilmiy yutiqlarini qo'llay olishi; nazariy va amaliy mashg'ulotlarda butun semestr mobaynida ijodiy va mustaqil qatnashishi, guruhli muhokamalarda faol bo'lishi, vazifalarni bajarishda yuqori madaniyat darajasiga ega bo'lishi lozim.		
81-85	B	"juda yaxshi" – o'rtadan yuqori natija, ayrim xatoliklar bilan	modul dasturining barcha bo'limlari bo'yicha tizimli, to'la va chuqur bilimga ega bo'lishi, zarur dalillar bilan asoslay olishi; terminologiyadan (shu jumladan, ilmiy, xorijiy tilda ham) aniq, o'z o'rnida foydalanishi, savollarga mantiqan to'g'ri, stilistik savodli ravishda ifodalashi; o'z fikrini isbotlashda yoki boshqa nazariy materialni qilishda yuzaga kelganno aniqliklarni mustaqil bartaf eta olishi; modulning tayanch tushunchalarini bilishi, qisqa vaqt ichida ilmiy va kasbiy vazifalarni qo'yish hamda hal qilishda undan unumli foydalanishi; standart vaziyatlarda muammolarni o'quv dasturi doirasida mustaqil hal qila olishi; amaliy ko'nikmalarni mustaqil ravishda to'liq bajara olishi (sifati va belgilangan soni jihatidan) va kompetensiyalarni to'liq egallashi; amaliy mashg'ulotlarda normativ-huquqiy hujjatlarni yaxshi bilishini namoyish qilishi, ushbu bilimlarni yangi vaziyatlarda to'g'ri (lekin doim ham ratsional emas) qo'llay olishi, bajarilgan ish natijalarini etarli darajada rasmiylashtira olmaganligi;	4	yaxshi

			modul dasturida tavsiya qilingan asosiy adabiyotlarni o'zlashtirishi; o'rganilayotgan modul bo'yicha nazariyalar, konsepsiyalar va yo'nalishlar mohiyatini anglay olishi va ularga tanqidiy baho berishi; nazariy va amaliy mashg'ulotlarda butun semestr mobaynida ijodiy va mustaqil qatnashishi, guruhli muhokamalarda faol bo'lishi, vazifalarni bajarishda juda yaxshi madaniyat darajasiga ega bo'lishi lozim.		
71-80	C	"yaxshi" – o'rtacha natija sezilarli xatoliklar bilan	modul dasturining barcha bo'limlari bo'yicha tizimli, to'la va chuqur bilimga ega bo'lishi, zarur dalillar bilan asoslay olishi, ammo bir oz kamchiliklar bilan; terminologiyadan (shu jumladan, ilmiy, xorijiy tilda ham) aniq, o'z o'rnida foydalanishi, savollarga mantiqan to'g'ri, stilistik savodli ravishda ifodalashi; o'z fikrini isbotlashda yoki boshqa nazariy materialni bayon qilishda yuzaga kelgan noaniqliklarni mustaqil bartaraf eta olishi; modulning tayanch tushunchalarini bilishi, qisqa vaqt ichida ilmiy va kasbiy vazifalarni qo'yish hamda hal qilishda undan unumli foydalanishi; standart vaziyatlarda muammolarni o'quv dasturi doirasida mustaqil hal qila olishi; amaliy ko'nikmalarni mustaqil ravishda toliq bajara olishi (sifati va belgilangan soni jihatidan) va kompetensiyalarni egallashi, ammo biroz kamchiliklar bilan; amaliy mashg'ulotlarda normativ-huquqiy hujjatlarni yaxshi bilishini namoyish qilishi, ushbu bilimlarni yangi vaziyatlarda to'g'ri (lekin doim ham ratsional emas) qo'llay olishi, bajarilgan ish natijalarini etarli darajada rasmiylashtira olmaganligi;		

			modul dasturida tavsiya qilingan asosiy adabiyotlarni o'zlashtirishi; o'rganilayotgan modul bo'yicha nazariyalar, konsepsiyalar va yo'nalishlar mohiyatini anglay olishi va ularga tanqidiy baho berishi; nazariy va amaliy mashg'ulotlarda butun semestr mobaynida ijodiy va mustaqil qatnashishi, guruhli muhokamalarda faol bo'lishi, vazifalarni bajarishda yaxshi darajaga ega bo'lishi lozim.		
60-70	D	"qoniqarli" – sust natija, qo'pol kamchiliklar bilan	Davlat ta'lim standartlari (talablari) doirasida yetarli bilimga hajmiga ega bo'lishi; terminologiyani ishlatishi, savollar-ga javoblarni to'g'ri bayon qilishi, lekin ayrim xatolarga yo'l qo'yishi: javob berishga yoki ayrim maxsus ko'nikmalarni namoyish qilishda qiynalganda, modul bo'yicha asosiy tushunchaga ega ekanligini namoyish etishi; Amaliy ko'nikmalarni (sifati va belgilangan soni jihatidan) mustaqil, ammo xatoliklar bilan to'liq bajara olishi; kompetensiyalarni mustaqil, ammo xatoliklar bilan egallashi; modulning umumiy tushunchalari bo'yicha qisman bilimga ega bo'lishi va uni standart (namunaviy) vaziyatlarni hal etishda qo'llay olishi; pedagog xodim yordami bilan standart vaziyatlarni hal eta olishi; o'qilayotgan modul bo'yicha asosiy nazariyalar, konsepsiyalar va yo'nalishlar mohiyatini anglashi, ularga baho bera olishi; nazariy va amaliy mashg'ulotlarda pedagog xodim yordamida qatnashishi, vazifalarni bajarishda yetarli madaniyat	3	Qoni-qarli

			darajasiga ega bo'lishi lozim.		
55-59	E	"o'rta" – minimal natijaga teng	Davlat ta'lim standartlari (talablari) doirasida qoniqarli bilimga hajmiga ega bo'lishi; terminologiyani ishlatishi, savollar-ga javoblarni to'g'ri bayon qilishi, lekin bunda ayrim qo'pol xatolarga yo'l qo'yishi; javob berishga yoki ayrim maxsus ko'nimalarni namoyish qilishda qiynalganda va xatolarga yo'l qo'yganda, modul bo'yicha asosiy tushunchaga ega ekanligini namoyish etishi; amaliy ko'nikmalarni (sifati va belgilangan soni jihatidan) mustaqil emas va xatoliklar bilan to'liq bajarishi. kompetensiyalarni mustaqil emas va xatoliklar bilan egallashi; modulning umumiy tushunchalari bo'yicha qisman bilimga ega bo'lishi va uni standart (namunaviy) vaziyatlarni hal etishda qo'llay olishi; pedagog xodim yordami bilan standart vaziyatlarni hal eta olishi; o'qilayotgan modul bo'yicha asosiy nazariyalar, konsepsiyalar va yo'nalishlar mohiyatini anglashi, ularga baho bera olishi; nazariy va amaliy mashg'ulotlarda pedagog xodim yordamida qatnashishi, vazifalarni bajarishda yetarli madaniyat darajasiga ega bo'lishi lozim.		
31-54	FX	"qoniqarsiz" – minimal darajadagi bilimlarni olish uchun qo'shimcha mustaqil o'zlashtirish zarur	Davlat ta'lim standartlari (talablari) doirasida faqat ayrim fragmentar bilimlarga ega bo'lsa; ilmiy terminlarni ishlata olmasa yoki javob berishda jiddiy mantiqiy xatolarga yo'l qoysa; nazariy va amaliy mashg'ulotlarda passiv qatnashib, vazifalar bajariash	2	Qoni-qarsiz

			madaniyatining past darajasiga ega bo'lsa; amaliy ko'nikma va kompetensiyalarga ega bo'lmasa, o'z xatolarini xatto pedagog xodim tavsiyalari yordamida ham to'g'rilay olmasa.		
0-30	F	"mutloq qoniqarsiz" – toliq qayta o'zlashtirishi lozim	Davlat ta'lim standartlari (talablari) doirasida faqat ayrim fragmentar bilimlarga ega bo'lsa; terminlarni ishlata olmasa yoki javob berishda jiddiy va qo'pol mantiqiy xatolarga yo'l qo'ysa yoki umuman javob bermasa; nazariy va amaliy mashg'ulotlarda passiv qatnashib, vazifalar bajariash madaniyatining past darajasiga ega bo'lsa yoki umuman bajarmasa; Amaliy ko'nikma va kompetensiyalarga ega bo'lmasa, o'z xatolarini xatto pedagog xodim tavsiyalari yordamida ham to'g'rilay olmasa.		

6. Asosiy va Qo'shimcha adabiyotlar hamda axborot manbalari

6.1. Asosiy adabiyotlar

1. Ubaydullayev Q.A., Muxitdinov A.A. Dori vositalarini fizik - kimyoviy tahlil usullari, O'quv qo'llanma. Toshkent. 2019 y..
2. Yunusxo'jaev A.N., Ubaydullaev Q.A. va boshq. Dori vositalarining zamonaviy tahlil usullari, Darslik. Toshkent. 2010 y.
3. Государственная фармакопея Республики Узбекистан. Ташкент. 2020 г.
4. Быковский С.Н. Руководство по инструментальным методом исследований при разработке и экспертизе качества лекарственных препаратов, Москва. Учебное пособие. 2014 г

6.2. Qo'shimcha adabiyotlar

1. Mirziyoyev Sh. M. **“O'zbekiston Respublikasini yanada rivojlantirish bo'yicha harakatlar strategiyasi to'grisida”gi Farmoni.** Toshkent.: O'zbekiston, 2017 yil 7 fevral.
2. Mirziyoyev Sh. M. O'zbekiston Respublikasi Prezidentining “Oliy ta'lim tizimini yanada rivojlantirish chora-tadbirlari to'grisida”gi qarori. Toshkent.: O'zbekiston, 2017 yil 20 aprel.
3. Mirziyoyev Sh. M. Tibbiyot sohasidagi islohotlar aholining hayotdan roziligi, el-yurtimiz taraqqiyotiga xizmat qilsin. Sog'liqni saqlash tizimini yanada

takomillashtirish, tibbiy xizmat sifati va samaradorligini oshirish, aholi salomatligini mustahkamlash, sifatli dori-darmon bilan ta'minlash borasidagi islohotlar tahliliga bag'ishlangan yig'ilishida so'zlagan nutqi. Toshkent.: O'zbekiston, 2017 yil 18 oktyabr.

4.Mirziyoyev Sh. M. Buyuk kelajagimizni mard va olijanob xalqimiz bilan birga quramiz. – Toshkent.: O'zbekiston, 2017 y.

5.O'zbekiston Respublikasi Prezidentining 2017 yil 7 fevraldagi “O'zbekiston Respublikasini yanada rivojlantirish bo'yicha harakatlar strategiyasi to'g'risida” gi PF-4947-sonli Farmoni. O'zbekiston Respublikasi qonun hujjatlari to'plami, 2017 y., 6-son, 70-modda

6.The United States Pharmacopoeia, 2003.

7.Farmatsevtik kimyo fanidan ma'lumotnoma, Q.A.Ubaydullaev va b. Toshkent, «Extremum press», 2010

8.Mavzular bo'yicha uslubiy qo'llanmalar

6.3. Internet saytlari

www.wikipedia.com

www.pharmvestnik.uz

www.pharmapractice.ru

www.remedium.ru

www.pharmvestnik.ru

O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI SOG'LIQNI SAQLASH VAZIRLIGI

**O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI OLIY TA'LIM, FAN VA
INNOVATSIYALAR VAZIRLIGI**

TOSHKENT FARMATSEVTIKA INSTITUTI

FARMATSEVTIK KADRO KATTA BIRASI



**DORI VOSITALARINING INSTRUMENTAL TAHLIL USULLARI
MODULI BO'YICHA**

SILLABUS

Bilim sohasi	900 000	–Sog'liqni saqlash va ijtimoiy ta'minot
Ta'lim sohasi:	910 000	– Sog'liqni saqlash
Ta'lim yo'nalishi:	60911000	– Dori vositalarini standartlashtirish, sertifikatsiyalash va sifat menejmenti

Toshkent – 2025

MODUL/FAN SILLABUSI

Farmatsiya fakulteti

60911000 – Dori vositalarini standartlashtirish,sertifikatsiyalash va sifat menejmenti ta'lim yo'nalishi

Modul/Fan nomi:	Dori vositalarining instrumental tahlil usullari
Modul/Fan turi:	Majburiy
Modul/Fan kodi:	DVITUB48125
Yil:	4
Semestr :	7
Ta'lim shakli:	Kunduzgi
Mashg'ulotlar shakli va semestrda ajratilgan soatlar:	240
Ma'ruza	30
Amaliy mashg'ulotlar	-
Laboratoriya mashg'ulotlari	60
Seminar	-
Mustaqil ta'lim	150
Kredit miqdori:	8
Baholash shakli:	Imtihon
Fan tili:	O'zbek

Modul maqsadi (MM)	
MM	Dori vositalarining instrumental tahlil usullari modulini o'qitishdan maqsad – talabalarda zamonaviy ilm-fan yutuqlari asosida talabalarning fizik-kimyoviy tahlilning nazariy asoslari haqidagi bilimlarini va dori moddalarni tahlil qilish bilan bog'liq zamonaviy instrumental usullardan foydalanish ko'nikmalarini shakllantirish.

Modulni o'zlashtirish uchun zarur boshlang'ich bilimlar	
1.	Umumiy va noorganik kimyo
2.	Organik kimyo
3.	Fizik kimyo
4.	Analitik kimyo
5.	Biologik kimyo
6.	Fizika

Ta'lim natijalari (TN)	
	<i>Bilimlar jihatidan:</i>

TN1	Dori vositalarining instrumental tahlil usullari modulining asosiy tushunchalari, uning maqsad va vazifalari, rivojlanish bosqichlari haqida bilimga ega bo'lishi kerak;
TN2	Instrumental tahlil usullarining tasnifi va nazariy asoslarini tushuntira olishi, tahlil usullarining toifalarga ajrata olishi va ularning fizik-kimyoviy asoslarini izohlab bera olishi kerak;
TN3	Analitik asboblarning qurilishi va ishlash prinsipi haqida tushuncha hosil qilishi kerak;
TN4	Dori vositasining tahliliga mos usulni tanlay olishi va tanlovni asoslay olishi, har bir dori shakli yoki faol modda uchun qanday instrumental usul mos kelishini tushunib, asosli tanlov qila olishi kerak;
TN6	Turli instrumental usullarning ishlash prinsiplarini farqlay olishi kerak. Masalan, UB-spektroskopiya, IQ-spektroskopiya, gaz va suyuqlik xromatografiyasi, polarimetriya kabi usullarning qanday fizik qonunlarga asoslanganini bilishi va ularning afzalliklarini solishtira olishi kerak;
TN7	Instrumental tahlillarda yuzaga keladigan xatoliklarni tahlil qila olishi, o'lchash xatoliklari, sistematik va tasodifiy xatoliklar, kalibrovka xatolari haqida tushunchaga ega bo'lishi va ularni kamaytirish usullarini bilishi kerak;
	<i>Ko'nikmalar jihatidan:</i>
TN8	Namunalarni tayyorlash bo'yicha amaliy qadamlarni to'g'ri bajaradi. Tahlil uchun kerakli eritmalarni tayyorlaydi, filtrlash, eritma suyultirish, pH sozlash, ekstraktsiya kabi texnologik bosqichlarni to'g'ri bajaradi va gigiyena hamda xavfsizlik qoidalariga amal qiladi.
TN9	Instrumental tahlil uskunalarida mustaqil ishlay oladi. Talaba spektrofotometr (UB/Vis), infraqizil (IQ) asbob, pH-metr, xromatograf (GX/YuSSX), elektroanalitik uskunalarda ishni mustaqil bajara oladi: ishga tushuradi, o'lchov o'tkazadi, asbobni tozalaydi.
TN10	O'lchash natijalarini qayd etadi va tahlil qiladi. Eksperiment natijalarini jadval yoki grafik shaklida to'g'ri rasmiylashtiradi, ularni statistik usullar yordamida tahlil qiladi (masalan, dispersiya, o'rtacha qiymat, standart og'ish).
TN11	Chinlik va miqdoriy tahlillarni to'g'ri bajara oladi. Dori vositalarining miqdorini aniqlash (masalan, UB-spektrofotometriya orqali), sifatini tekshirish (masalan, IR-spektr orqali) kabi tahlillarni aniq va metodik talablar asosida bajaradi.
TN12	Olingan natijalarning farmakopeya talablariga muvofiqligini baholaydi. Eksperimental natijalarni tegishli farmakopeya standartlari bilan solishtiradi, normativ hujjatlarga muvofiq xulosa

	chiqaradi.
TN13	Tahlil jarayoni va natijalari bo'yicha to'liq laboratoriya hisobotini tuza oladi. Har bir laboratoriya ishi natijasida kirish, uslub, olingan natijalar, grafiklar, tahlil va xulosa bo'lgan to'liq hujjat (hisobot) yozadi.

Modul mazmuni	
Mashg'ulotlar shakli: Ma'ruza (M)	
7- semestr	
M1	Dori vositalarining instrumental tahlil usullari moduliga kirish: modulning mohiyati, maqsadi va vazifalari
M2	Metrologik me'zonlar asosida instrumental tahlil usullarining sifatini baholash
M3	Elektrokimyoviy tahlil usullari. Potensiometriya va konduktometriya nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llash.
M4	Dori vositalarining optik xossalariga asoslangan tahlil usullari: polyarimetriya va refraktometriya.
M5	Dori vositalarining tahlilida spektral usullarning qo'llanilishi. Ultrabinafsha va ko'rinadigan spektr sohalaridagi spektrofotometriyaning mohiyati.
M6	Fotometrik sifat va miqdoriy tahlil. Fotometrik usullar yordamida dori vositalarining miqdorini aniqlash usullari.
M7	Infra-qizil spektral tahlil, nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llash.
M8	Fluorimetriya. Usulning nazariy asoslari, dori vositalari tahlilida qo'llanilishi
M9	Xromatografik tahlil usullari haqida umumiy ma'lumotlar. Xromatografiyaning rivojlanish tarixi va sinflanishi.
M10	Moddalarning xromatografik usulda ajralishining fizik kimyoviy xossalari. Qog'oz xromatografiyasi usuli va uning variantlari.
M11	YuQX va YuSYuQX usullarining nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llanilishi
M12	Gaz xromatografiyasi. Usulning nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
M13	Yuqori samarali suyuqlik xromatografiya usulini dori vositalar tahlilida qo'llash. Dori vositalarining chinligi, miqdori va yot moddalarini YuSSX usulida tahlil qilish.
M14	Eksklyuzion xromatografiyaning nazariy asoslari va qo'llanish sohasi.
M15	Murakkab tarkibli dori vositalarini instrumental usullarida tahlil qilish. Komponentlarni ajralish sharoitlari va ularni chinligi va

	miqdorini aniqlash. Dori vositalarni tahlilida kompleks usullarni qo'llanilishi.
--	--

Mashg'ulotlar shakli: laboratoriya mashg'uloti (L)	
7- semestr	
L1	Instrumental tahlil usullarini bajarishda xavfsizlik qoidalariga rioya qilish chora tadbirlari. Dori vositalari tahlilida farmakopeya usulini tanlash. Namuna olish va tahlil uchun namuna tayyorlash.
L2	Metrologik me'zonlar asosida instrumental tahlil usullarining sifatini baholash
L3	Potensiometrik va konduktometrik usullarda dori vositasini tahlil qilish.
L4	Refraktometrik usulda dori vositasini tahlil qilish.
L5	Polyarimetrik usulda dori vositasining miqdorini aniqlash.
L6	Fotoelektrokolorimetrik usulda dori vositasining miqdorini aniqlash.
L7	UB-spektrofotometrik usulda dori vositasining chinligini va miqdorini aniqlash.
L8	Infraqizil spektroskopiya usulida dori vositasini tahlilini amalga oshirish.
L9	Fluorimetrik usulni dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
L10	Qog'oz xromatografiyasi usulida rutinni tahlil qilish.
L11	YuQX usulida dori preparatlarining tahlili.
L12	Gaz xromatografiya tahlil usuli uchun dori vositasini tayyorlash va tahlil qilish
L13	YuSSX usulida dori preparatlarining sifatini baholash.
L14	Ekslyuzion xromatografiya usulida dori vositalarini tahlil qilish
L15	Murakkab tarkibli dori vositalarini instrumental usullarda tahlil qilish.

Mustaqil ta'lim (MT)

7-semestr	
1.	Fizik tahlil usullaridan: suyuqlanish va qotish haroratini aniqlash.
2.	Dori vositasining namligini aniqlash usullari.
3.	Dori moddalarini ampermetrik titrlash usulida tahlili.
4.	Ionometriya, suvli eritmalarni vodorod ko'rsatkichini aniqlash, dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
5.	Vizual kolorimetrik usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi
6.	Ekstraksion fotometriya usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.

7.	Differensial spektrofotometriya usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
8.	Nefelometriya usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
9.	Dori moddalarining chinligi va miqdorini aniqlashda qo'llaniladigan poyarimetriya, refraktometriya, potensiometriya, fotometriya usullarining mohiyatini o'rganish.
10.	Dori moddasining yoki tayyor dori turidagi asosiy ingredientning miqdorini aniqlashda foydalaniladigan usullar.
11.	Dori moddasi hamda dori turi tarkibidagi yot aralashmalar miqdorini aniqlashga mo'ljallangan usullar.
12.	Ion xromatografiyasi. Ion xromatografining tuzilishi. Dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
13.	Kapillyar elektroforez usulida dori vositalari tahlili.
14.	Dori moddalarining rentgenstruktura tahlili.
15.	Dori vositalari tahlilida kompleks usullarni qo'llanilishi

Asosiy adabiyotlar	
1	Ubaydullayev Q.A., Muxitdinov A.A. Dori vositalarini fizik - kimyoviy tahlil usullari, O'quv qo'llanma. Toshkent. 2019 y
2	Государственная фармакопея Республики Узбекистан. Ташкент. 2020 г
3	Быковский С.Н. Руководство по инструментальным методом исследований при разработке и экспертизе качества лекарственных препаратов, Москва. Учебное пособие. 2014 г
4	В.О.Козьминых, О.В.Дрюк «Физико-химические методы исследования», Учебное пособие, Костанай, 2020
Qo'shimcha adabiyotlar	
1	Mirziyoyev Sh. M. "O'zbekiston Respublikasini yanada rivojlantirish bo'yicha harakatlar strategiyasi to'grisida"gi Farmoni. Toshkent.: O'zbekiston, 2017 yil 7 fevral.
2	Mirziyoyev Sh. M. O'zbekiston Respublikasi Prezidentining "Oliy ta'lim tizimini yanada rivojlantirish chora-tadbirlari to'grisida"gi qarori. Toshkent.: O'zbekiston, 2017 yil 20 aprel.
3	Mirziyoyev Sh. M. Tibbiyot sohasidagi islohotlar aholining hayotdan roziligi, el- yurtimiz taraqqiyotiga xizmat qilsin. Sog'liqni saqlash tizimini yanada takomillashtirish, tibbiy xizmat sifati va samaradorligini oshirish, aholi salomatligini mustahkamlash, sifatli dori-darmon bilan ta'minlash borasidagi islohotlar tahliliga bag'ishlangan yig'ilishida so'zlagan nutqi. Toshkent.: O'zbekiston, 2017 yil 18 oktyabr.
4	Mirziyoyev Sh. M. Buyuk kelajagimizni mard va olijanob xalqimiz bilan birgaquramiz. – Toshkent.: O'zbekiston, 2017 y.
5	O'zbekiston Respublikasi Prezidentining 2017 yil 7 fevraldagi "O'zbekiston Respublikasini yanada rivojlantirish bo'yicha harakatlar strategiyasi

	to'g'risida" gi PF-4947-sonli Farmoni. O'zbekiston Respublikasi qonun hujjatlari to'plami, 2017 y., 6-son, 70-modda
6	Руководство по инструментальным методам исследований при разработке и экспертизе качества лекарственных препаратов / под ред. С. Н. Быковского, И. А. Василенко, М. И. Харченко и [др.]. – М. : Изд-во Перо, 2014.
7	Mavzular bo'yicha uslubiy qo'llanmalar

Talabanning fan bo'yicha o'zlashtirish ko'rsatkichini nazorat qilishda quyidagi mezonlar tavsiya etiladi:

a) 5 baho olish uchun talabannig bilim darajasi quyidagilarga javob berishi lozim:

- ✓ modulning mohiyati va mazmunini to'liq yoritib olsa;
- ✓ modulda mavzularni bayon qilishda ilmiylik va mantiqiylik saqlanib, ilmiy xatolik va chalkashliklarga yo'l qo'ymas;
- ✓ modul bo'yicha mavzu materiallarining nazariy yoki amaliy ahamiyati haqida aniq tasavvurga ega bo'lsa;
- ✓ modul doirasida mustaqil erkin fikrlash qobiliyatini namoyon eta olsa;
- ✓ berilgan savollarga aniq va lo'nda javob bera olsa;
- ✓ konspektga puxta tayyorlangan bo'lsa;
- ✓ mustaqil topshiriqlarni to'liq va aniq bajargan bo'lsa;
- ✓ modulga tegishli qonunlar va boshqa me'yoriy-huquqiy hujjatlarni to'liq o'zlashtirgan bo'lsa;
- ✓ tarixiy jarayonlarni sharhlay bilsa:

b) 4 baho olish uchun talabanning bilim darajasi quyidagilarga javob berishi lozim:

- ✓ modulning mohiyati va mazmunini tushungan, fandagi mavzularni bayon qilishda ilmiy va mantiqiy chalkashliklarga yo'l qo'ymas;
- ✓ modulning mazmunini amaliy ahamiyatini tushingan bo'lsa;
- ✓ modul bo'yicha berilgan vazifa va topshiriqlarni o'quv dasturi doirida bajarsa;
- ✓ modul bo'yicha berilgan savollarga to'g'ri javob bera olsa;
- ✓ modul bo'yicha konspektini puxta shakllantirgan bo'lsa;
- ✓ modul bo'yicha mustaqil topshiriqlarni to'liq bajargan bo'lsa;
- ✓ modulga tegishli qonunlar va boshqa me'yoriy hujjatlarni o'zlashtirgan bo'lsa

v) 3 baho olish uchun talabanning bilim darajasi quyidagilarga javob berishi lozim:

- ✓ modul haqida umumiy tushunchaga ega bo'lsa;
- ✓ modulda mavzularni to'g'ri doirada yoritib, bayon qilishda ayrim

chalkashliklarga yo'l qo'yilsa:

- ✓ bayon qilish ravon bo'lmasa;
- ✓ fan bo'yicha savollarga mujmal va chalkash javoblar olinsa;
- ✓ fan bo'yicha matn puxta shakllantirilmagan bo'lsa.

g) quyidagi hollarda talabaning bilim darajasi qoniqarsiz 2 baho bilan baholanishi mumkin:

- ✓ modul bo'yicha mashg'ulotlarga tayyorgarlik ko'rilmagan bo'lsa;
- ✓ modul bo'yicha mashg'ulotlarga doir hech qanday tasavvurga ega bo'lmasa;
- ✓ modul bo'yicha matnlarni boshqalardan ko'chirib olganligi sezilib tursa;
- ✓ modul bo'yicha matnda jiddiy xato va chalkashliklarga yo'l qo'yilgan bo'lsa;
- ✓ modulga doir berilgan savollarga javob olinmasa;
- ✓ modulni bilmasa

Modul o'qituvchisi to'g'risida ma'lumot	
Mualliflar:	Toshpo'latova A.D. Farmatsevtik kimyo kafedrası professori, farm.f.d., dotsent
	Olimov X.Q. Farmatsevtik kimyo kafedrası mudiri, farm.f.n., dotsent
E-mail:	aiza2505@mail.ru.
Tashkilot:	Toshkent farmatsevtika instituti farmakognoziya kafedrası
Taqrizchilar:	Nishanbayev S.Z.-O'zRFA qoshidagi O'MKI Lipidlar kimyosi laboratoriyasi mudiri, farm.f.d.
	Zulfikariyeva D.A.-Toshkent farmatsevtika instituti Toksikologik kimyo kafedrası mudiri, farm.f.d

Ushbu sillabus Toshkent farmatsevtika instituti Kengashining 2022 yil 6 iyul 11-sonli bayonnoma bilan tasdiqlangan "Dori vositalarining instrumental tahlil usullari" modul dasturi asosida tayyorlangan

Mazkur Sillabus Toshkent farmatsevtika instituti Kengashining 2025 yil 30 iyundagi 11-sonli yig'ilish bayoni bilan tasdiqlangan.

Mazkur Sillabus Farmatsevtik kimyo kafedrasining 2025 yil 27 iyundagi 1-sonli yig'ilish bayoni bilan ma'qullangan.

*Sanat farmasiyasi
fakultati dekani
Farmatsiyalik kimyo
kafedrası mudiri*

Tuzovchilar

 Z.U. Mamatqulov

A.D. Toshpo'latova

Unicef X.Q.Olimov

4.3. TARQATMA MATERIALLAR.

3

Физик кимёвий (инструментал) таҳлил усуллари ҳақида умумий маълумотлар.

Дори моддаларни кимёвий таркибини ва уларнинг таркибидаги аралашмаларни аниқлашда асосан:

а) физикавий усуллар

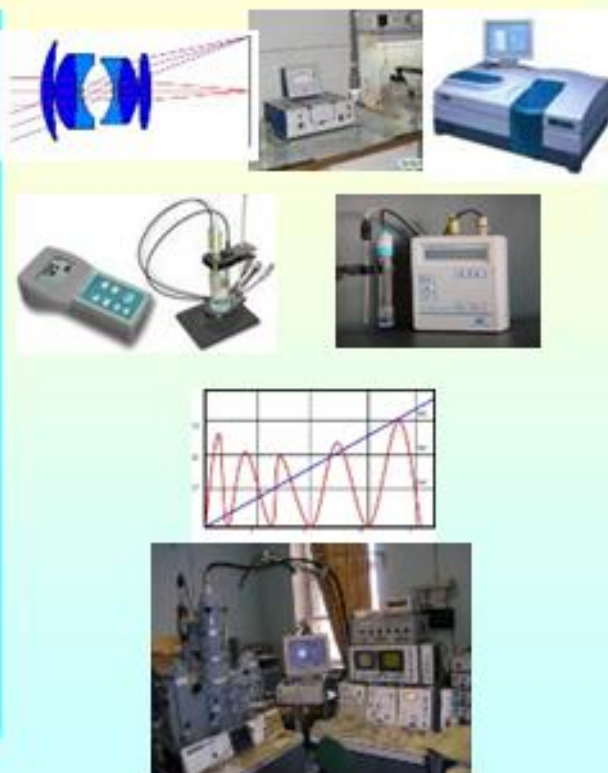
б) кимёвий усуллар

в) физик-кимёвий усуллар.



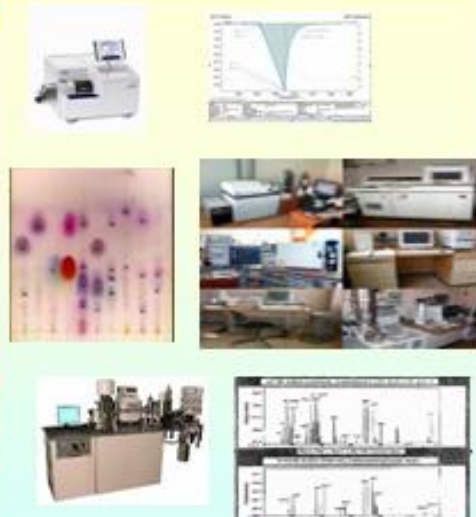
Инструментал усулларнинг синфланиши

1. **Оптик** – моддалар ва улар эритмаларнинг оптик хусусиятларини ўлчашга асосланган.
2. **Электрохимёвий** – модда эритмаларининг электр хусусиятлари...
3. **Резонансли** – электр ёки магнит майдонида модданинг резонанс ютилиш ҳолатига асосланган.
4. **Радиометрик** – радиоактивлик хусусиятига асосланган



Инструментал усулларнинг синфланиши

1. **Термик** – иссиқлик эффектларини (қуриштириш, титрлаш каби) ўлчаш
2. **Хроматографик** – ажратишнинг хроматографик усуллари
3. **Масс-спектрал** – модда молекулаларининг ионланган парчаланиш маҳсулотларининг массасини ўлчашга асосланган
4. **Ультратовушли** – модда эритмаларида ультратовушнинг тезлигини ўлчаш орқали.



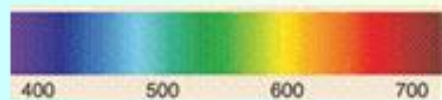
Кимёвий тузилишига кўра эритмалари аниқ рН муҳит
характерловчи дори моддалар.

№	Моддалар сони	рН
1	Глютамин кислотаси	3,1-3,7
2	Акрихин	3,5-5,0
3	Адонизид	5,0-6,5
4	Адреналин гидро тартарати	3,0-3,8
5	Амиказол	2,7-3,5
6	Аликазол суртмаси	4,5-5,5
7	Анатоксин (дифтерияси)	6,8-7,2
8	Анатоксин (диферия ва столбнякна)	6,8-7,3
9	Анатоксин (стафилакокка)	7,0-7,2
10	Анатоксин (столбнякка)	6,8-7,2
11	Апорафин НС1	4,3-5,3



2-расм. Ҳар хил қалинликдаги
кюветалар

Фотоэлектрoколориметр – КФК-2



Длина волны в нанометрах (нм)





Хроматографияда боғларни ҳосил килиш учун кўпроқ қўлланиладиган эритувчиларнинг ярим миқлорий баҳоланиши

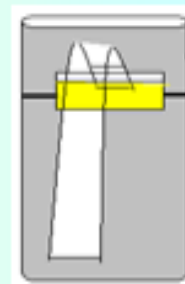
№	Эритувчи	Акцептор	Донор	Диполлар таъсири	Дисперсион	Координацион	Ион
1	Алифатик углеводородлар (гексан)	-	-	-	++++	-	-
2	Тетрахлорметан	-	-	(+)	+++	+	-
3	Сероуглерод	-	-	(+)	+++	+	-
4	Бензол	+	-	-	+++	+	-
5	Хлороформ	-	++	++(+)	++	+	-
6	Дихлорметан	-	++(+)	+++	++	+	-
7	Дихлоротан	-	+	+++	+++	+	-
8	Эфир	+++	-	++	+++	+++	-
9	Диметилпропил эфир						-
10	Тетрагидрофуран	+++(+)	-	++	+++(+)	++(+)	-
11	Метанол	+++(+)	-	+++	++	+++(+)	-
12	н-бутанол	++(+)	+++	+++	++	+++	+
13	Фенол	++	+++(+)	+++	++	++	++
14	Ацетон	+++	+	+++	++	+++	-
15	Сирқа кислотаси	++	++++	++	++	++	++++
16	Этилацетат	++(+)	(+)	+++	+++	++(+)	-
17	Суз	+++	+++	+++(+)	+	+++	++
18	Формамид	+++	++	++++	+	+++	-
19	Диметилформамид	++++	+	++++	++	++++	-
20	Пиридин	++++	-	++	++(+)	++++	-

Ҳозирги кунда, қоғоз хроматографиясининг турли вариантлари қўлланилади. Улардан қўллашга қулай усулларни тушунтирамиз.

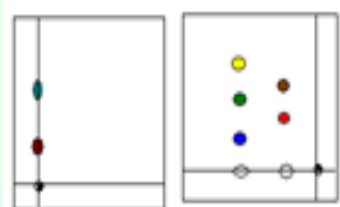
1) Пастдан юқорига кўтарилувчи хроматографик жараён.



2) Юқоридан пастга томон хроматографияси.



3) Иккилама қоғоз хроматограммаси варианты



4) Колонкали қоғоз хроматографияси

5) Радикал қоғоз хроматографияси

Эритувчиларнинг элюотроп қаторлари

№	Траппе	Стрейт	Дюкс ва Мюль	Райхштейн ва Шоппе	Негер	Штазь
1	Петролейн эфир	Петролейн эфир	Гексан	пентан	пентан	Пентан, гексан, гептан
2	Циклогексан	Циклогексан	Бензол	Петролейн эфир	Петролейн эфир	Циклогексан, циклопентан
3	Тетрахлор-метан	Углерод сульфид	эфир	бензол	Тетрахлор-метафос	CCl_4
4	Трихлор-этилен	эфир	Хлороформ	эфир	бензол	Толуол, бензол
5	Толуол	ацетон	этилацетат	хлороформ	Эфир	Дихлорэтан, хлороформ
6	Бензол	Бензол	Дихлорэтан	метанол	Дихлор-метан	тетрахлорэтан
7	Дихлорметан	толуол	Бутанол-2		хлороформ	Эфир
8	Хлороформ	Эфир, орг. к-та	ацетон		ацетон	метилэтилацетон
9	Эфир		Этанол		Этилацетат	Этилацетат
	Этилацетат	Дихлорэтан	метанол		пропанол	Пиридин
	Ацетон	Спиртлар			Этанол	Тетрагидрофуран
	Пропанол-1	пиридин			Суз	Диоксан, ацетон
	Этанол	Органик к-та			Сирка к-та	Анилин, фенол
	Метанол					Этанол, метанол, CH_3COOH , суз кис-та, суз



ГХ усул тарихи

1941 йил илк бора А.Дж.Мартин ва Р.Л.Синглар ГСХ усулини таклиф этишди.

1949 йил Н.М.Туркельтауб газларнинг хроматографик ажралишини курсатиб берди.

1952 йил А.Джеймс ва А.Дж.Мартинлар ГХ усулининг асосини ишлаб чиқишди.

1953 йилда Д.А.Вяхиров, А.И. Брук ва С.А.Гутлин, Янаклар биринчи марта газ хроматографик колонкадан чиқаётган текширилувчи моддаларни аниқлаш усулини таклиф этдилар. Бунда колонкадан чиқаётган газ оксимининг (CO_2) бюреткадаги ишқорда ютилишини кўрсатилади.

Газ хроматографияси қуйидаги белгиларига асосланиб таснифланади:

1) фазаларни агрегат ҳолатига асосланиб;

а) Газ-адсорбцион хр. қўзғолувчи фаза сифатида газ, қўзғалмас фаза эса – қаттиқ модда- сорбент (ёғочли кўмир, силикагель ва б) ишлатилади.

б) Газ суюқлик хр. Кузғолувчи фаза сифатида инертный газ- H_2 , Ar ... кузғалмас фаза эса – колонка четларига суртилган юкори кайнаш хароратига эга булган суюқлик.

2) элементар хусусиятларига асосан; қўзғалмас ва қўзғолувчи фаза

3) фазаларни ўзаро ҳаракатига асосан;

а) Элюэнт (проявитель) б) Фронтал в) Сикиб чиқариш хроматографияси

4) асбоб усулларнинг жихозланишига асосан; колонкали, капиляр

5) олиб бориладиган ишнинг мақсадига асосан; Газ-хромато масс спектрал





Намунани хроматографга киргизиш

Микрошприц ёрдамида буглатгичга намуна юборилади. Одатда буглатгич харорати колонка хароратидан 50°C га юкори булади. Киритилувчи намуна хажми — бир неча микролитр.

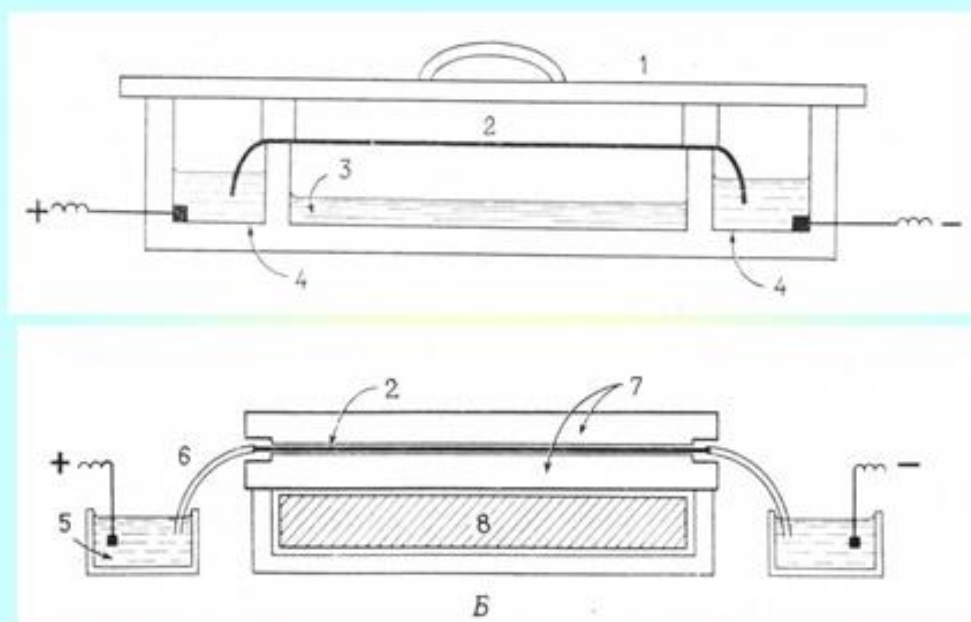
ГСХ да моддалар сифатини аниқлаш босқичлари

Детекторлардан олинган сигналнинг газ оқими хажмига ёки колонкадан ажралаётган модданинг колонкада ушланиш вақтига боғлиқлигини кўрсатувчи эгри ажралиш чизиклари ёки хроматограмма деб аталади.

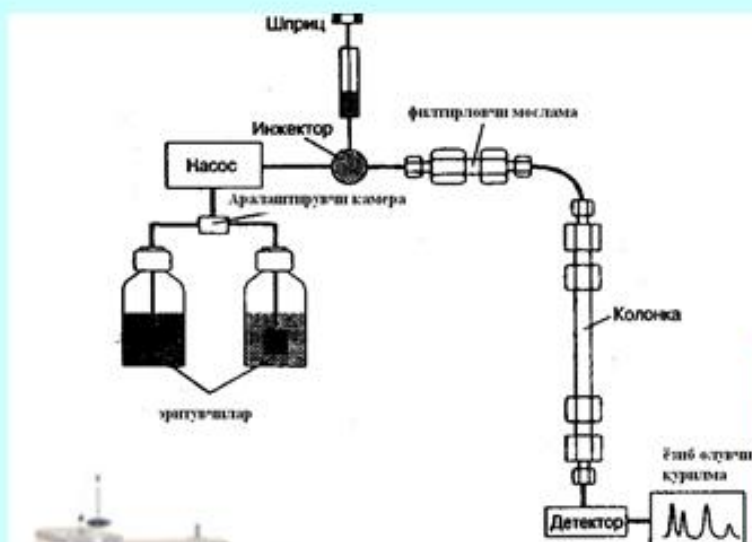


**Айрим фенотиазин хосилаларини ГСХ ушланиш
параметрлари (вақт, дақиқа)**

Бирикмалар номи	Колонка ҳарорати °C		
	165°C	180°C	210°C
Хлорпромазин	5,7	27	0,9
Хлорпромазин гидрохлорид	6,2	30	-
этапромазин	3,7	-	-
Этапромазин гидрохлорид	4,1	20	-
Флюфеназин	13	-	6,6
Флюфеназин гидрохлорид	13	13	7,3
Мепазин	7,3	33	-
Мепазин гидрохлорид	7,7	35	-
Метоксипрамазин	8,5	38	-
Метоксипрамазин малсат	9,5	43	-
Перфеназин	13	-	13
Прохлорперазин	32	125	2,9
Прохлорперазин дималсат	37	138	3,0

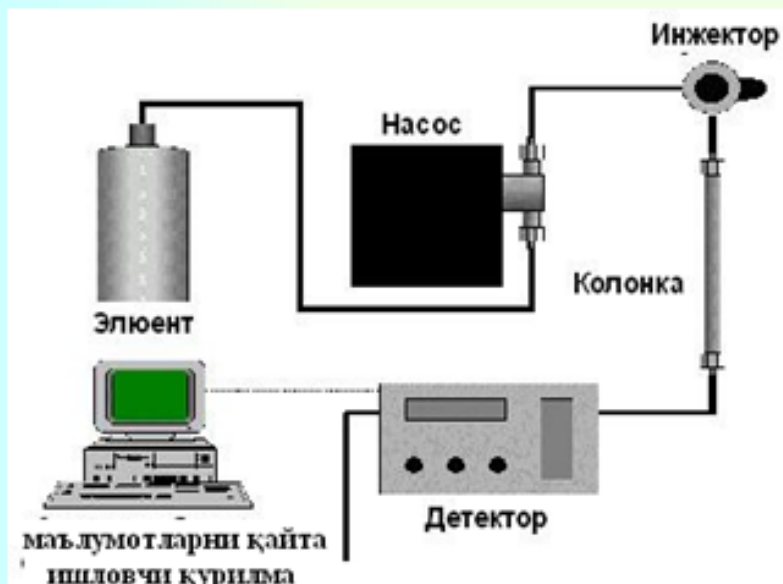


Паст вольтли (А) ва юқори вольтли кохоз электрофорезнинг схемаси
 1 - қопқок; 2 - қоғоз қатлами; 3 - камеранинг намлик даражасини ушлаб туриш
 учун суюқлик; 4, 5 - буфер эритмалари кюветлари; 6 - ток ўтказувчи фитил; 7 -
 совитувчи пластинкалар; 8 - ҳаво тўлдирилган қопча.



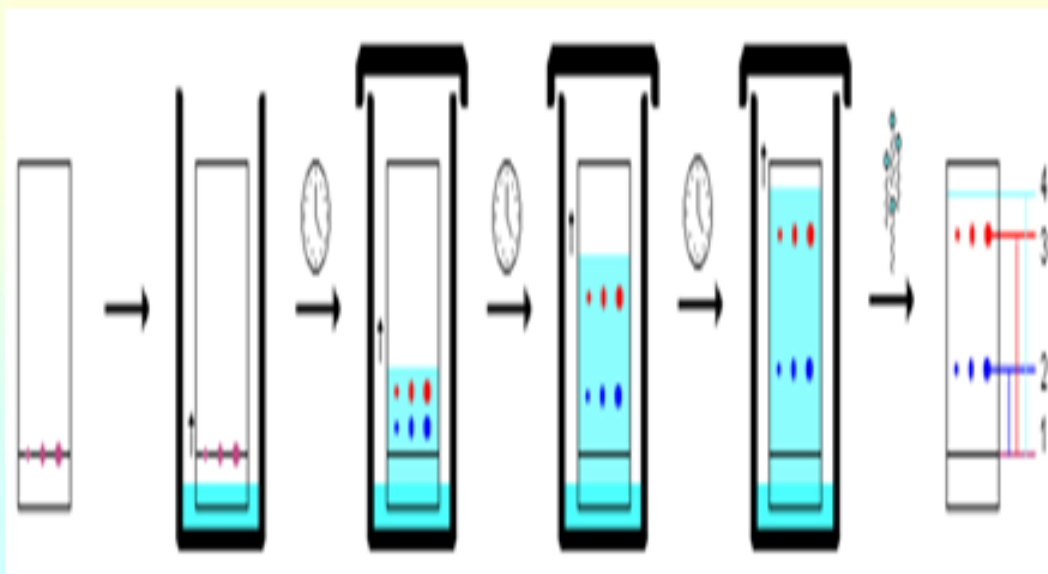
ЮССХ усулини олиб боришда фойдаланиладиган колонкаларга қўйидаги талаблар қўйилади:

1. моддаларни ажратиш даражаси
2. таҳлилни олиб бориш тезлиги
3. колонкани ишлатиш даражаси.



2-расм. Юқори самарали суюқлик хроматографининг тузилиш чизмаси.

ЮҚХ усулида хроматографик жараённинг схематик кўриниши



4.4. TESTLAR

1. Fizik kimyoviy tekshiruvda qanday ishora sizni qiziktirayotgan modda haqida ma'lumot beradi?
 - A. Toza tekshirilayotgan modda signali.
 - V. Moddalar signali.
 - S. o'xshash moddalar signali.
 - D. Tekshiriluvchi yot va uning o'rovidagi moddalar signali
2. Barcha yot va o'rovdagi moddalar umumiy signali ma'nosi qanday aniqlanadi?
 - A. Toza tekshiriluvchi modda signali o'lchanadi
 - V. Yot moddalar signallari o'lchanadi
 - S. o'rovdagi moddalar signallari o'lchanadi
 - D. Quruq tekshiriluvchi moddasiz tajriba signallari o'lchanadi
3. Fizik kimyoviy tahlillarda moddalarni ajratish va aniqlash qanday prinsipga asoslangan?
 - A. Moddani qo'zg'almas fazada eritish prinsipini qo'llab
 - V. Moddani ikki ,biri qo'zg'almas ikkinchisi qo'zg'aluvchi, fazalar orasida taqsimlanish.
 - S. Moddani qo'zg'aluvchi fazada eritish prinsipini qo'llab
 - D. Moddalarni organik erituvchilarda eritish usuli qo'llaniladi
4. Qaynashni boshlanish harorati deb qaysi harorat tushuniladi?
 - A. Qaynashni boshlanishi harorati deb yig'ib oluvchi idishga birinchi 15 tomchi yig'ilgandagi harorat tushuniladi
 - V. Qaynashni boshlanish harorati deb, yig'ib oluvchi idishga birinchi 10 tomchi yig'ilgandagi harorat tushuniladi.

- S. Qaynashni boshlanishi harorati deb, yig'ib oluvchi idishga birinchi 5 tomchi yig'ilgandagi harorat tushuniladi.
D. Qaynashni boshlanishi harorati deb, yig'ib oluvchi idishga birinchi 20 tomchi yig'ilgandagi harorat tushuniladi.
5. Solishtirma nur sinish ko'rsatkichini aniqlashni aytib bering.
A. Solishtirma nur sinish ko'rsatkichi umumiy tarqalish tezligining tekshiriluvchi modda nur tarqatish tezligiga nisbatidir
V. Solishtirma nur sinish ko'rsatkichi havodagi nur tarqalish tezligiga nisbatidir
S. Solishtirma nur sinish ko'rsatkichi havodagi nur tarqalish tezligining toza erituvchidagi nur tarqalishi tezligiga nisbatidir
D. Solishtirma nur sinish ko'rsatkichi havodagi nur tarqalish tezligidir
6. Sorbsiya protsessiga tushuncha bering?
A. Sorbsiya shimuvchi yuzadan shimilgan gaz, par va suyuq moddalarni ajratishdir
V. Sorbsiya gaz, par va erigan moddalarni suyuq jism yuzasiga shimilishidir.
S. Sorbsiya gaz, par va erigan moddalarni qattiq jismlar butun hajmi buyicha shimilishidir
D. Sorbsiya gaz, par va erigan moddalarni qattiq va suyuq shimuvchilarga oddiy shimilishidir
7. Absorbsiya protsessini tushuntirib bering?
A. Absorbsiya gaz, par yoki erigan moddalarni qattiq yoki suyuq fazalarga butun hajmi bo'yicha shimilishidir
V. Absorbsiya gaz, par yoki erigan moddalarni qattiq yoki suyuq sorbentlar bilan kimyoviy birikma hosil qilib shimilishidir
S. Absorbsiya qattiq sorbent g'ovaklarida por xolidagi moddalar shimilib suyuq faza hosil bo'lishidir
D. Absorbsiya moddalarni ikki qo'zg'almas va qo'zg'aluvchan fazalar bo'ylab taqsimlanishidir
8. Sorbsiya protsessi nima bilan xarakterlanadi?
A. Statika va dinamika bilan
V. Kinetika va statika bilan
S. Dinamika, kinetika va taqsimlanish koeffitsienti bilan
D. Statika, dinamika va kinetika bilan.
9. Erituvchilar sistemasida maksimal ajratilish xolati qanday R_f orasida yuzaga kelishini ko'rsating.
A. $R_f=0,2$
V. $R_f=0,3$
S. $R_f=0,4$
D. $R_f=0,5$
10. Qanday kattalikdagi sorbentlar moddalar aralashmasini sifat tahlilida ishlatiladi?
A. Zarrachalar kattaligi 5 - 10 mkm
V. Zarrachalar kattaligi 20 - 40 mkm
S. Zarrachalar kattaligi 5 - 40 mkm
D. Zarrachalar kattaligi 5 - 60 mkm
11. Mahkamlanmagan (sepilgan) qatlamli plastinkalar start nuqtasiga tomiziladigan tomchilar diametri qancha bo'lishi lozim?
A. 2 mm
V. 4 mm
S. 6 mm
D. 5 mm

12.Xromatogrammani tahlilida xromatografik tekshiruvning qaysi parametrlari aniqroq ma'lumot beradi?.

A.Xromatografik dog' diametri

V.Tekshiriluvchi modda dog'ining Rf qiymati

S.Standart modda dog'ining Rf qiymati

D.Tekshiriluvchi (aniqlanuvchi) modda dog'i Rf qiymatining standart modda dog'i Rf qiymatiga nisbatlash

13.Qanday moddalar rangli hisoblanadi?

A. UF nur spektrlarini yutuvchi moddalar

V. IK nur spektrini yutuvchi moddalar

S. Elektromagnit nurlarini yutuvchi moddalar

D. Ko'rinadigan ranglar spektr nurlarini yutuvchi moddalar

14. IK spektr nurlari to'liq uzunliklarini ko'rsating.

A. 800 - 2500 nm.

V. 200 - 400 nm.

S. 400 - 700 nm.

D. 600 - 1000 nm.

15.Lambert Ber qonunini tushintirib bering.

A.Eritmalarning nur yutishi eritmadagi erigan modda konsentratsiyasiga to'g'ri proporsional

V.Eritmalarning nur yutishi nur o'tayotgan qatlam qalinligiga bog'liq

S.Eritmalarning nur yutishi eritmadagi moddaga tushayotgan nur intensivligiga bog'liq

D.Eritmalarning nur yutishi eritmadagi moddaga tushayotgan elektromagnit to'liqlari intensivligiga bog'liq

16.Fotometrik usulda modda konsentratsiyasini aniqlash formulasini ko'rsating.

A. $S = D / E_{1\%}^{1\text{cm}} * L$

V. $E_{1\%}^{1\text{cm}} = D / C * L$

S. $L = D / C * E_{1\text{cm}}^{1\%}$

D. $D = C * L * E_{1\text{cm}}^{1\%}$

17. Molyar nur yutish ko'rsatkichiga tushuncha bering.

A.Molyar nur yutish ko'rsatkichi 100ml da eritilgan 1g moddaning 1sm qalinlikdagi erituvchi qatlamidan o'tgan nur optik zichligi bilan o'lchanadi.

V. Molyar nur yutish ko'rsatkichi moddaning 1molyarli eritmasining 1sm qalinlikdagi qatlamidan o'tgan nur optik zichligi bilan o'lchanadi.

S. Molyar nur yutish ko'rsatkichi 100ml hajmda erigan 1g moddaning 2sm qalinlikdagi qatlamidan o'tgan nur yutish zichligi bilan o'lchanadi.

D. Molyar nur yutish kursatkichi 1normalli modda eritmasining 1sm qalinlikdagi qatlamidan o'tgan nur optik zichligi bilan o'lchanadi.

18. Fotometrik aniqlashdagi nisbiy xatolik qancha bo'lishi mumkin?.

A. 2%

B. 3%

C. 4%

D. 5%.

19. Polyarografik usulda moddalarni aniqlashga tavsif bering.

A. Polyarografik usul fotometrik tahlil usuli bo'lib, tekshiriluvchi moddaning flyuorisensiyalanishi rangi intensivligini aniqlashga asoslangan.

V. Polyarografik usul fotometrik tahlil usuli bo'lib, ultrabinafsha nurlar spektri intensivligini aniqlashga asoslangan.

S. Polyarografik usul fotometrik tahlil usuli bo'lib, infraqizil nurlar spektri quyuqligini aniqlashga asoslangan.

D. Polyarografik usul moddalarni mikro elektrodda elektron qaytarilishi yoki elektr oksidlanishi natijasida hosil bo'ladigan tokni aniqlashga asoslangan elektrokimyoviy tahlil usulidir.

20. Fotokolorometriya haqida tushuncha bering.

A. Fotokolorometriya ko'rinadigan ranglar monoxromatik spektr nurlarini yutilishini o'lchashga asoslangan.

V. Fotokolorometriya ko'rinadigan ranglar polixromatik spektr nurlarini yutilishini o'lchashga asoslangan.

S. Fotokolorometriya ko'rinadigan ranglar, ultrabinafsha va infraqizil nurlarni monoxromatik spektr nurlari yutilishini o'lchashga asoslangan.

D. Fotokolorometriya flyuorissensiyalanuvchi nurlar quyuqligini o'lchashga asoslangan.

21. Gazsuyuqlik xromatografiyasi haqida tushuncha bering.

A. Gazsuyuqlik xromatografiyada qo'zg'aluvchi faza sifatida gaz, qo'zg'almas faza sifatida qattiq jism qo'llaniladi.

V. Gazsuyuqlik xromatografiyada qo'zg'aluvchi faza sifatida gaz, qo'zg'almas faza sifatida suyuqlik qo'llaniladi.

S. Gazsuyuqlik xromatografiyada qo'zg'aluvchi faza sifatida qattiq jism, qo'zg'almas faza sifatida gaz yoki por qo'llaniladi.

D. Gazsuyuqlik xromatografiyada qo'zg'aluvchi va qo'zg'almas faza sifatida qattiq jismlar qo'llaniladi.

22. Differensial detektorlar nimani yozib oladi?

A. Ko'zg'aluvchi gaz (tashuvchi gaz) konsentratsiyasini yozib oladi.

V. Ko'zg'aluvchi gaz tezligini yozib oladi.

S. Suyuq qo'zg'almas faza konsentratsiyasini yozib oladi.

D. Qo'zg'aluvchi gazdagi tarkibiy qism konsentratsiyalarini yozib oladi.

23. Xromatogrammadagi nol chizig'i nimani izohlaydi?

A. Tekshiriluvchi moddani kolonkadan chiqishini

V. Toza qo'zg'aluvchi gazning kolonkadan chiqishini

S. Suyuq qo'zg'almas fazaning kolonkadan chiqishini

D. Tekshiriluvchi tarkib va suyuq fazaning kolonkadan chiqishini

24. Xromatografik cho'qqi balandligi nimaga bog'liq?

A. Xromatografik cho'qqi balandligi kolonkadan ajralib chiqayotgan modda konsentratsiyasiga bog'liq.

V. Xromatografik cho'qqi balandligi toza qo'zg'aluvchi gaz konsentratsiyasiga bog'liq.

S. Xromatografik cho'qqi balandligi qo'zg'almas suyuq faza konsentratsiyasiga bog'liq.

D. Xromatografik cho'qqi balandligi kolonkadagi haroratga bog'liq.

25. Xromatografik cho'qqi balandligiga tushuncha bering.

A. Xromatografik cho'qqi balandligi deb uning eng yuqori uchidan asosigacha bulgan masofaning yarim o'lchami tushiniladi.

V. Xromatografik cho'qqi balandligi deb uning eng yuqori uchida asosigacha bo'lgan masofa o'lchami tushiniladi.

S. Xromatografik cho'qqi balandligi deb cho'qqi balandligining teng yarimida cho'qqi konturiga qo'yilgan nuqtalar orasidagi masofa tushiniladi.

D. Xromatografik cho'qqi balandligi deb nol chizig'i bo'ylab cho'qqi uchi tomon egilgan nuqtalar orqali o'tkazilgan tegma chiziq hosil qilgan bo'lak tushiniladi.

26. Xromatografik cho'qqi maydoni haqida tushuncha bering.

A. Xromatografik cho'qqi maydoni deb uning eng yuqori uchidan asosigacha masofaning yarim o'lchami tushiniladi.

V. Xromatografik cho'qqi maydoni deb uning eng yuqori uchida asosigacha bo'lgan masofa o'lchami tushiniladi.

S. Xromatografik cho'qqi maydoni deb cho'qqi balandligining teng yarimida cho'qqi konturiga qo'yilgan nuqtalar orasidagi masofa tushiniladi.

E. Xromatografik cho'qqi maydoni deb cho'qqi va asos orasidagi maydon tushiniladi.

27. Gaz xromatografik taxlilida umumiy ushlanish vaqti haqida tushuncha bering.

A. Aniqlanuvchi namuna kolonkaga kiritilganda xromatografik cho'qqi maksimumi hosil bo'lgungacha o'tgan vaqt

V. Shimilmagan gaz cho'qqisi maksimumidan aniqlanuvchi namuna cho'qqisi maksimumigacha o'tgan vaqt

S. Aniqlanuvchi namuna kolonkaga kiritilgandan shimilmagan gaz cho'qqisi maksimumi hosil bo'lguncha o'tgan vaqt

D. Aniqlanuvchi namuna kolonkaga kiritilgandan xromatografik tekshiruv tugaguncha o'tgan vaqt

28. Qaysi sharoitlarda xromatografik taqsimlanishdan hosil bo'lgan ushlanish vaqti kattaligi modda uchun xususiy bo'ladi?

A. Xromatografik taqsimlanish bir xil, ya'ni kolonka uzunligi, kolonka to'ldirilishi qo'zg'aluvchi gaz tezligi o'zgarmagan sharoitda

V. o'zgarmagan sharoitda, ya'ni kolonka uzunligi qo'zg'aluvchi gaz fazasi tezligi va harorat o'zgarmagan sharoitda

S. Kolonka uzunligi, uning to'ldirilishi, harorat va qo'zg'aluvchi gaz fazasi tezligi o'zgarmagan sharoitda

D. Kolonka uzunligi, uning to'ldirilishi va harorat o'zgarmagan sharoitda

29. Taqsimlanish chegarasi (kriteriya) qaysi formula yordamida aniqlanadi?

A. $K_1 = VR/M_{0,5}(1) + M_{0,5}(2)$

V. $K_1 = VR_1 VR_2 / M_{0,5}(1) M_{0,5}(2)$

S. $K_1 = VR_2 + VR_1 / M_{0,5}(1) + M_{0,5}(2)$

D. $K_1 = VR * M_{0,5}$

30. Teoretik taqsimcha ekvivalent balandlik TTEB(H) qanday aniqlanadi?

A. TTEB kolonka uzunligining teoretik taqsimchalar soniga (N) nisbati bilan $H = L/N$

V. TTEB teoretik taqsimcha kolonka uzunligiga nisbati bilan $H = N/L$

S. TTEBni aniqlanuvchi namuna yuborilgan nuqtadan xromatografik cho'qqi balandligi-gacha masofani xromatografik cho'qqi asosi oralig'iga nisbati bilan $H = X/Y$

D. TTEBni aniqlanish quyidagi formula bo'yicha $H = (X/Y)^2 * 16$

31. Nasadkali kolonkada ko'p hollarda qo'llaniladigan parametrlarni ko'rsating.

A. Uzunligi 0,5 dan 3m gacha, ichki diametr 3 dan 10mm gacha

V. Uzunligi 1 dan 5m gacha, ichki diametr 5 dan 10mm gacha

S. Uzunligi 50m gacha, ichki diametr 10 dan 15mm gacha

D. Uzunligi 100m gacha, ichki diametr 15 dan 20mm gacha

32. Gaz suyuqlik xromatografiyasining effektivligini kanday amalga oshirish mumkin?
- A. Fizik usullarini birgalikda qo'llab
 - B. Kimyo reaksiyalarni birgalikda qo'llab
 - C. Kog'oz xromatografiyasini birgalikda qo'llab
 - D. Gel xromatografiyasini birgalikda qo'llab
33. Gaz xromatografiyasi yordamida miqdor tahlili qaysi moddalar uchun qo'llaniladi?
- A. Olifenlar miqdori aniqlanadi; aralashmadagi faqat bitta komponent miqdori aniqlanadi
 - V. Aralashmadagi bitta komponent yoki barcha komponentlar miqdori aniqlanadi
 - S. Aralashmadagi bitta, bir nechta yoki barcha komponentlar miqdorini aniqlanadi, mikro kushimchalar miqdori aniqlanadi
 - D. Aralashmadagi bitta, bir nechta va barcha komponentlar miqdori; yakka aniq moddalar va turli sharoitlardagi mikro qo'shimchalar miqdori; aralashmaning umumiy tarkibi aniqlanadi
34. Absolyut kolibrash usuliga xarakteristika bering.
- A. O'lchab olingan asosiy namunaga, aniq ma'lum miqdordagi standart modda aralashtiriladi
 - V. Moda namunasi saqlagan xromatogramma chizmasi cho'qqisi maydonining, uning balandligiga nisbatiga asoslanib grafik tuziladi
 - S. Aniqlanuvchi aralashmalardan xromatogramma olinadi va barcha chizilgan cho'qqilar maydoni aniklangach, har bir komponent alohida hisoblanadi
 - D. Aniqlash planimetriya usulida olib boriladi
35. Gaz xromatografiyasida detektorlarning funksiyalarini ko'rsating.
- A. Qo'zg'aluvchi gaz oqimi tezligini o'lchashda
 - V. Kolonkada doimiy harorat hosil qilish uchun qo'llaniladi
 - S. Aralashmadagi ajratilgan komponentlarni yozib oladi va ularni har birini miqdorini aniqlaydi
 - D. Aralashmadagi har bir komponentni miqdorini aniqlaydi
36. Katorometrning ishlash prinsipini ko'rsating.
- A. Organik moddalarning vodorod alangasida yonishida ionlar hosil bo'ladi, ionlar hisobiga ion toki yuzaga chiqib uni detektorda o'lchashga asoslangan
 - V. Tekshiriluvchi moddaning radioaktiv nurlanishi hisobiga bir xil nomdagi elektronlar erkin elektronlarni o'ziga tortadi va shuni hisobiga tokning pasayishiga olib keladi
 - S. O'tkazgichning elektr qarshiligini o'lchash atrof muhitning issiqlik o'tkazuvchanligiga bog'liqligiga asoslangan prinsip
 - D. O'tkazgichning elektr qarshiligini o'lchash atrof muhitning elektr o'tkazuvchanligiga bog'liqligiga asoslangan prinsip
37. Modda konsentratsiyasi va shu moddaning biron-bir signali orasida qanday bog'liqlik bor?
- A. To'g'ri proporsionallik
 - V. Teskari proporsionallik
 - S. Hech qanday bog'liqlikka ega emas
 - D. Past konsentratsiyada to'g'ri, konsentratsiya ortishi bilan teskari proporsional
38. Siz qanday fizik-kimyoviy tahlillar usullarini bilasiz?
- A. Fotometriya, xromatografiya turlari, moddalar fizik konstantlarini aniqlash mikrokristallik reaksiyalar
 - V. Fotometriya, xromatografiya turlari, UB, YAMR, IK va Masspektroskopiya, radiometriya, polyarografiya
 - S. Spetrofotometriya, gaz xromatografiyasi, YAMR, cho'ktirish reaksiyalari, suyuqlanish va qaynash haroratlarini aniqlash

D. Moddalar fizik konstantlarini aniqlash, makro va mikrokimyo viy reaksiyalar

39. Suyuqlanish haroratini aniqlash ta'rifini ko'rsating.

A. Suyuqlanish harorati bu modda suyuqlana boshlagandagi harorat, ya'ni birinchi tomchi suyuq modda hosil bo'lgan harorat

V. Suyuqlanish harorati modda to'liq suyuqlanib bo'lgandagi, ya'ni modda to'liq suyuq xolatga o'tgandagi xaroratdir

S. Suyuqlanish harorati modda suyuqlana boshlagandagi harorat va to'liq suyuqlanib bo'lgandagi (suyuqlanish tugagandagi) haroratlar intervalidir.

D. Suyuqlanish xarorati modda tulik suyuqlikka aylanishi va to'liq porga aylanish haroratlari intervalidir

40. Qaynashning oxirgi xarorati deganda qaysi harorat tushuniladi?.

A. Yig'ib oluvchi idishga 25% suyuqlik yig'ilgandagi harorat qaynashdagi oxirgi xarorat deb tushuniladi.

V. Yigib oluvchi idishga 50% suyuqlik yig'ilgandagi harorat qaynashdagi oxirgi xarorat deb tushuniladi.

S. Yig'ib oluvchi idishga 75% suyuqlik yig'ilgandagi harorat qaynashdagi oxirgi xarorat deb tushuniladi.

D. Yig'ib oluvchi idishga 95% suyuqlik yig'ilgandagi harorat qaynashdagi oxirgi xarorat deb tushuniladi.

41. Nur sinish ko'rsatkichi bo'yicha modda konsentratsiyasini aniqlash nimalarga asoslangan?.

A. Nur sinish koeffitsienti va konsentratsiyasi to'g'ri chiziqli bog'liqlikka asoslangan usul

V. Modda konsentratsiyasini grafik bo'yicha aniqlash usuli

S. Modda konsentratsiyasini kontrol modda bo'yicha aniqlashga asoslangan usul

D. Modda konsentratsiyasini UB nurlar yutilishini aniqlashga asoslangan usul

42. Siz qanday sorbsiya protsesslarini bilasiz?

A. Adsorbsiya, absorbsiya, kapillyar kondensatsiya (to'planish)

V. Absorbsiya, kapillyar kondensatsiya, xemosorbsiya

S. Adsorbsiya, xemosorbsiya, kapillyar kondensatsiya

D. Adsorbsiya, absorbsiya, xemosorbsiya, kapillyar kondensatsiya

43. Xemosorbsiya protsessini tushuntirib bering.

A. Xemosorbsiya gaz, por yoki erigan moddalarni qattiq yoki suyuq fazalarga butun hajmi bo'yicha shimilishidir

V. Xemosorbsiya gaz, por yoki erigan moddalarni qattiq yoki suyuq sorbentlar bilan kimyoviy birikma hosil qilib shimilishidir

S. Xemosorbsiya qattiq sorbent g'ovaklarida por xolidagi moddalar shimilib suyuq faza hosil bo'lishidir

D. Xemosorbsiya moddalarni ikki qo'zg'almas va qo'zg'aluvchan fazalar bo'ylab taqsimlanishidir.

44. Sorbsiyaning statikasini tushuntirib bering.

A. Sorbsiya statikasi sorbsiyaning protsessi xolatini, ya'ni massa birligidagi sorbentga shimilgan modda miqdorini o'rganadi

V. Sorbsiya statikasi sorbsiyaning protsessidagi tenglik xolatini, ya'ni massa yoki hajm birligida sorbentga shimilgan modda miqdorini o'rganadi

S. Sorbsiya statikasi sorbsiyaning protsessidagi tenglik xolatini, ya'ni massa yoki hajm birligida sorbentga aniq bosim va haroratda shimilgan modda miqdorini o'rganadi

D. Sorbsiya statikasi sorbsiyaning protsessida hajm birligidagi sorbentga aniq bosim ta'sirida shimilgan modda miqdorini o'rganadi

45. Yupqa qatlamli xromatografik usulning qanday jihatlarini bilasiz?.
- A. Modda va aralashmalar sifat tahlilida qo'llanadi
 - V. Modda aralashmali miqdoriy tahlilida qatnashadi
 - S. Aniq modda komponentini ajratish qo'llanadi
 - D. Modda va aralashmalarni sifat va miqdoriy tahlilida qo'llash
46. Qanday optimal kattalikdagi zarrachalar mahkamlanmagan (yopishtirilmagan) qatlamli plastinkalar tayyorlashda qo'llaniladi?
- A. 0,020 mm
 - V. 0,10 mm
 - S. 0,0050 mm
 - D. 0,090 mm
47. Yupqa qatlam xromatografiyasida plastinka asosidan start chizig'igacha masofasi qancha bo'lishi lozim?
- A. 0,52 sm
 - V. 1,9 sm
 - S. 1,4 sm
 - D. 2,6 sm
48. O'z xarakteriga ko'ra xatoliklar qaysi guruxlarga bo'linadi?
- A. Sistematik, tasodifiy
 - V. Tasodifiy, adashish
 - S. Sistematik, tasodifiy, adashish
 - D. Tasodifiy, sistematik va ishlatilayotgan pribor xatoligi
49. Ko'rinadigan ranglar spektr nurlari to'lqin uzunliklarini ko'rsating?
- A. 800-3000 nm.
 - V. 200-400 nm.
 - S. 400-700 nm.
 - D. 600-1000 nm.
50. Eritmalarning nur yutishi qanday umumiy qonunga asoslanadi?
- A. Nur yutishning Buger-Lambert-Ber qonuniga
 - V. Nur yutishning Buger-Lambert qonuniga
 - S. Nur yutishning Lambert-Ber qonuniga
 - D. Nur yutishnin Buger-Ber qonuniga
51. Buger-Lambert-Ber nur yutilishi qonunini tushintirib bering.
- A. Eritmalarning nur yutishi eritmadagi erigan modda konsentratsiyasiga tugri proporsional
 - V. Eritmalarning nur yutishi nur o'tayotgan qatlam qalinligiga bog'liq
 - S. Eritmalarning nur yutishi eritmadagi moddaga tushayotgan nur intensivligiga bog'liq
 - D. Eritmalar nur yutishi erigan modda konsentratsiyasiga va qatlam qalinligiga to'g'ri proporsional
52. Spektrofotometrik usulda modda konsentratsiyasini aniqlash da qaysi optik zichlik intervali optimal hisoblanadi.
- A. Eritmaning optik zichligi 0,30 bo'lsa
 - V. Eritmaning optik zichligi 0,10 bo'lsa
 - S. Eritmaning optik zichligi 0,20 bo'lsa
 - D. Eritmaning optik zichligi 0,50 bo'lsa

53. Solishtirma nur yutish ko'rsatkichidan molyar ko'rsatkichga o'tkazish uchun eng to'g'ri formulani ko'rsating.

A. $E^{1\text{sm}}_{1\%} = E \cdot 10/M$

V. $M = E \cdot 10/E^{1\text{sm}}_{1\%}$

S. $E = E^{1\text{sm}}_{1\%} \cdot M/10$

D. $D = E \cdot d$

54. Flyuorimetrik tahlil usuliga tushuntirish bering.

A. Flyuorimetriya fotometrik tahlil usuli bo'lib, tekshiriluvchi moddaning flyuoressensiyalanishi rangi intensivligini aniqlashga asoslangan.

V. Flyuorimetriya fotometrik tahlil usuli bo'lib, ultrabinafsha nurlar spektri intensivligini aniqlashga asoslangan.

S. Flyuorimetriya fotometrik tahlil usuli bo'lib, infraqizil nurlar spektri quyuqligini aniqlashga asoslangan.

D. Flyuorimetriya fotometrik tahlili usuli bo'lib, ko'rinadigan ranglar intensivligini aniqlashga asoslangan.

55. Spektr nurni yutish haqida tushuncha bering.

A. Nur yutilishi va tekshiriluvchi modda eritmasi konsentratsiyasi bilan bog'liq.

V. Nur yutilishi nur yutuvchi modda eritmasi qatlami qalinligi bilan bog'liq.

S. Nur yutilishi tekshiriluvchi modda eritmasining nurlanish to'lqin uzunligi bilan bog'liq.

D. Nur yutilishi tekshiriluvchi modda eritmasining flyuoressensiyalanish rangi intensivligi bilan bog'liq.

56. Moddalar miqdori fotometrik aniqlashda qanday tahlil usullari qo'llaniladi?

A. Nur yutish koeffitsienti bo'yicha, solishtirish, qo'shish usuli, grafik yordamida aniqlash.

V. Nur yutish koeffitsienti bo'yicha, qo'shish usuli, grafik yordamida aniqlash, differensiyalash usuli, ekstraksionfotometrik usul

S. Nur yutish koeffitsienti, solishtirish usuli, qo'shish usuli, grafik bo'yicha aniqlash, differensiyalash usuli, ekstraksion- fotometrik usul

D. Differensiyalash usuli, ekstraksion-fotometrik usul, grafik bo'yicha aniqlash usullari

57. Taqsimlanish koeffitsienti haqida tushuncha bering.

A. Taqsimlanish koeffitsienti qo'zg'aluvchi fazadagi modda molyar konsentratsiyasini qo'zg'almas fazadagi konsentratsiyasiga nisbatidir.

V. Qo'zg'almas fazada taqsimlangan modda molekula og'irligining qo'zg'aluvchi fazadagi konsentratsiyaga nisbatidir.

S. Taqsimlanish koeffitsienti qo'zg'almas fazadagi modda konsentratsiyasining qo'zg'aluvchi fazadagi konsentratsiyaga nisbatidir.

D. Taqsimlanish koeffitsienti $S_n = K \cdot S_n$ formula bilan aniqlanadi.

58. Integral detektorlar nimalarni yozib oladi?

A. Qo'zg'aluvchi gaz(tashuvchi gaz)konsentratsiyasini yozib oladi.

V. Qo'zg'aluvchi gaz tezligini yozib oladi.

S. Suyuq qo'zg'almas faza konsentratsiyasini yozib oladi.

D. Tajriba boshidan ajralayotgan tarkibiy qismlar umumiy miqdorini doimiy yozib oladi.

59. Xromotogrammadagi cho'qqi chiziqlar nimani izohlaydi?

A. Xromatogrammadagi cho'qqi chiziqlar kolonkadan chiqayotgan toza qo'zg'aluvchi gazni izohlaydi.

V. Xromatogrammadagi cho'qqi chiziqlar kolonkadan chiqayotgan suyuq fazani ifodalaydi.

- S. Xromatogrammadagi cho‘qqi chiziqlar kolonkadan suyuq faza va toza qo‘zg‘aluvchi gazni izohlaydi.
D. Xromatogrammadagi cho‘qqi chiziqlar kolonkadan ajralgan modda tarkiblarini izohlaydi.
60. Xromatografik cho‘qqi maydoni yuzasi nimaga bog‘liq?
A. Xromatografik cho‘qqi yuzasi kolonkadan ajralib chiqayotgan modda konsentratsiyasiga bog‘liq.
V. Xromatografik cho‘qqi yuzasi toza qo‘zg‘aluvchi gaz konsentratsiyasiga bog‘liq.
S. Xromatografik cho‘qqi yuzasi qo‘zg‘aluvchi suyuq faza konsentratsiyasiga bog‘liq.
D. Xromatografik cho‘qqi yuzasi kolonkadagi xaroratga bog‘liq
61. Xromatografik cho‘qqi balandligi haqida tushuncha bering.
A. Xromatografik cho‘qqi balandligi deb uning eng yuqori uchidan asosigacha masofaning yarim o‘lchami tushiniladi.
V. Xromatografik cho‘qqi balandligi deb uning eng yuqori uchida asosigacha bo‘lgan masofa o‘lchami tushiniladi.
S. Xromatografik cho‘qqi balandligi deb cho‘qqi balandligining teng yarimida cho‘qqi konturiga qo‘yilgan nuqtalar orasidagi masofa tushiniladi.
D. Xromatografik cho‘qqi balandligi deb nol chizig‘i bo‘ylab cho‘qqi uchi tomon egilgan nuqtalar orqali o‘tkazilgan tegma chiziq hosil qilgan bo‘lak tushiniladi.
62. Xromatografik cho‘qqi yuzasi amaliyotda qanday hisoblanadi? .
A. Planimetrik usulda
V. Qirqib olish yuli bilan
S. Qirqib olingan yuzani tortish yo‘li bilan
D. Uchburchak yuzasini aniqlash bilan $S=1/2h \cdot M$
63. Haqiqiy ushlanish vaqti haqida tushuncha bering.
A. Aniqlanuvchi namuna kolonkaga kiritilgandan xromatografik cho‘qqi maksimumi hosil bulgungacha o‘tgan vaqt
V. Shimilmagan gaz cho‘qqisi maksimumidan aniqlanuvchi namuna cho‘qqisi maksimumigacha o‘tgan vaqt
S. Aniqlanuvchi namuna kolonkaga kiritilgandan shimilmagan gaz cho‘qqisi maksimumi hosil bo‘lguncha o‘tgan vaqt
D. Aniqlanuvchi namuna kolonkaga kiritilgandan xromatografik tekshiruv tugaguncha o‘tgan vaqt
64. Gaz suyuqlik xromatografiyasidi modda porlarining taqsimlanish imkoniyatlari qaysi faktorlar bilan aniqlanadi? .
A. Taqsimlanish koeffitsienti va taqsimlanish darajasi bilan
V. Taqsimlanish koeffitsienti bilan
S. Taqsimlanish darajasi bilan
D. Taqsimlanish koeffitsienti, taqsimlanish darajasi va kolonka effektivligi bilan
65. Xromatogrammadagi teoretik taqsimchalar soni (N) ni qanday aniqlanadi? .
A. Quyidagi tenglama bilan $N=16(XY)^3$, X tahlilda yuborilgan nuqtadan chiziq cho‘qqisi maksimumigacha bo‘lgan masofa
V. Quyidagi tenglama bilan $N=16(X/Y)^2$
S. Quyidagi tenglama bilan $N=16(Y/X)^3$
D. Quyidagi tenglama bilan $N=16(Y+X)^2$
66. GSX da ruxsat etilgan nisbiy xatolik foizini ko‘rsating.
A. $\pm 15\%$

- V. $\pm 12\%$
- S. $\pm 5\%$
- D. $\pm 3\%$

67. Mikronasadkali kolonkada ko'p xollarda qo'llaniladigan parametrlarni ko'rsating.

- A. Uzunligi 0,5 dan 3sm gacha, ichki diametr 3 dan 10mm gacha
- V. Uzunligi 1 dan 5m gacha, ichki diametr 5 dan 10mm gacha
- S. Uzunligi 510m gacha, ichki diametr 10 dan 15mm gacha
- D. Uzunligi 1000m gacha, ichki diametr 0,6 dan 1,0mm gacha

68. GSX da nima maqsadda kimyo reaksiyalardan foydalaniladi?.

- A. Modda strukturasini aniqlash uchun
- V. GSX da modda tahlilini aniqlab bo'lmaydigan xolatlarda
- S. GSX da modda tahlilini aniqlab bo'lmaydigan xolatlarda; qiyin echimli analitik masalalarni oddiyoqqa o'tkazishda
- D. GSX da modda sifatini anik aniqlab bulmaydigan xolatlarda; kiyin echimli analitik masalalarni oddiyoqqa o'tkazishda; fizik konstantalarni aniqlashda

69. Qaysi usullar gaz xromatografiyasi amaliyotida modda miqdorini aniqlash uchun ko'p qo'llaniladi?.

- A. Ichki standartlash usuli va absolyut kolibrovka
- V. Ichki standartlash usuli va ichki normallashtirish
- S. Ichki standartlash va absolyut kolibrovka va ichki tenglashtirish

70. Ichki (normallashtirish) tenglashtirish usuliga xarakteristika bering.

- A. olingan asosiy namunaga, aniq ma'lum miqdordagi standart modda aralashtiriladi
- V. Modda namunasi saqlagan xromatogramma chizmasi cho'qqisi maydonining, uning balandligiga nisbatiga asoslanib grafik tuziladi
- S. Aniqlanuvchi aralashmalardan xromatogramma olinadi va barcha chizilgan cho'qqilar maydoni aniqlangach, har bir komponent alohida hisoblanadi
- D. Aniqlash planimetriya usulida olib boriladi

71. Differensial detektorlar qanday qismlarga bo'linadi?.

- A. Konsentratsion va yondirib ionizatsiyalovchi
- V. Konsentratsion va okimli
- S. Oqimli va yondirib ionizatsiyalovchi
- D. Konsentratsion va termokimyoviy

72. Yonuvchi-ionizatsion detektorlarning ishlash prinsipini ko'rsating.

- A. Organik moddalarning vodorod alangasida yonishida ionlar hosil bo'ladi, ionlar hisobiga ion toki yuzaga chiqib uni detektorda o'lchashga asoslangan
- V. Tekshiriluvchi moddaning radioaktiv nurlanishi hisobiga bir xil nomdagi elektronlar erkin elektronlarni o'ziga tortadi va shuni hisobiga tokning pasayishiga olib keladi
- S. o'tkazgichning elektr qarshiligini o'lchash atrof muhitning issiklik o'tkazuvchanligiga bog'liqligiga asoslangan prinsip
- D. o'tkazgichning elektr qarshiligini o'lchash atrof muhitning elektr o'tkazuvchanligiga bog'liqligiga asoslangan prinsip

73. Fon signali nima.

- A. Toza tekshiriluvchi modda signali
- V. Toza tekshiriluvchi va yot moddalar
- S. Yot va atrofidagi moddalar signallari

D. Toza tekshiruvchi modda va o'xshash moddalar signallari

74. Tekshirishda qaysi maqsadda ayrim moddalarni maskirovka (bekitish) qilinadi.

A. Tekshiriluvchi modda signallarini aniqlashga halaqitini yo'qotish maqsadida

V. Yot moddalar signallarini aniqlash

S. O'rovdagi moddalar signallarini yo'qotish maqsadida

D. Yot va urovdagi moddalar signallarini aniqlash maqsadida

75. Moddalarni haydalish harorati chegarasini aniqlashning ta'rifini ko'rsating.

A. Haydalish haroratlari chegarasi deganda, normal bosim 101,3 kPa da olingan moddalarni qaynay boshlash va to'liq qaynashi haroratlari orasidagi farq oralig'i tushuniladi

V. Normal bosimda 101,3 kPa da olingan modda qaynashini boshlanish harorati tushuniladi

S. Normal bosim 101,3 kPa da olingan modda to'liq qaynashga utish haroratidir

D. 780 mm simob ustunida olingan moddani qaynay boshlash va tulik qaynab bo'lishi haroratlari orasidagi farq oralig'i xaydash haroratlari chegarasidir

76. Absolyut nur sinish ko'rsatkichini aniqlashtirib bering.

A. Absolyut nur sinish ko'rsatkichi bu nur tarqalish tezligining tekshiriluvchi moddadagi nur tarqalish tezligiga nisbatidir

V. Absolyut nur sinishi ko'rsatkichi vakuumdagi nur tarqalish tezligining tekshiriluvchi moddadagi nur tarqalishi tezligiga nisbatidir

S. Absolyut nur sinishi ko'rsatkichi vakuumdagi nur tarqalishi tezligining toza erituvchidagi nur tarqalishi tezligiga nisbatidir

D. Absolyut nur sinishi ko'rsatkichi vakuumdagi nur tarqalishi tezligidir.

77. Optik aylanish (polyarimetriya) bo'yicha aniqlashni tushuntiring.

A. Optik aylanish vakuumdagi nur tarqalish tezligining tekshiriluvchi moddadagi nur tarqalish tezligiga nisbatidir

V. Optik aylanish (polyarizatsion) moddaning qutblanuvchi yuzadan qutblangan nurni o'tkazish davridagi aylantirish xususiyatidir

S. Optik aylanish moddaning qutblanuvchi yuzadan nur utish davridagi aylantirish xususiyatidir

D. Optik aylanish moddaning nur yuzasidan ultrabinafsha nur o'tishi davridagi aylantirish xususiyatidir

78. Adsorbsiya protsessini tushuntirib bering.

A. Adsorbsiya gaz, por yoki erigan moddalarni qattiq yoki suyuq fazalarga butun hajmi bo'yicha shimilishidir

V. Adsorbsiya gaz, por yoki erigan moddalarni kattik yoki suyuq sorbentlar bilan kimyoviy birikma hosil kilib shimilishidir

S. Adsorbsiya qattiq sorbent g'ovaklarida por xolidagi moddalar shimilib suyuq faza hosil bo'lishidir

D. Adsorbsiya gaz, por yoki erigan moddalarni qattiq va suyuq jismlar yuzasi bo'ylab shimilishidir.

79. Kapillyar kondensatlanish protsessini tushuntirib bering.

A. Kapillyar kondensatsiya gaz, por yoki erigan moddalarni qattiq yoki suyuq fazalarga butun hajmi bo'yicha shimilishidir

V. Kapillyar kondensatsiya gaz, por yoki erigan moddalarni qattiq yoki suyuq sorbentlar bilan kimyoviy birikma hosil qilib shimilishidir

S. Kapillyar kondensatsiya qattiq sorbent g'ovaklarida por xolidagi moddalar shimilib suyuq faza hosil bo'lishidir

D. Kapillyar kondensatsiya moddalarni ikki qo'zg'almas va qo'zg'aluvchan fazalar bo'ylab taqsimlanishidir

80. Sorbsiya kinetikasini tushuntirib bering.

A. Sorbsiya kinetikasi sorbsiyalanish protsessidagi tenglik xolatni, ya'ni massa yoki hajm birligidagi sorbentga aniq bosim va harorat ta'sirida shimilgan modda miqdorini o'rganadi

V. Sorbsiya kinetikasi sorbsiyalanish protsessi tezligini o'rganadi, u haroratga bog'liq.

S. Sorbsiya kinetikasi sorbsiyalanish protsessidagi qo'zg'almas va kuzgaluvchan fazalar orasidagi tenglik xolatini o'rganadi.

D. Sorbsiya kinetikasi sorbsiyalanish protsessidagi massa birligidagi sorbentda shimilgan modda miqdorini o'rganadi.

81. yupqa qatlamli sorbentda xromatografiyalash qanday jarayonlardan tarkib topadi.

A. yupqa qatlamli yuzani tayyorlash, namuna tayyorlash, namunani yupqa qatlam yuzaga o'tkazish, xromatografik taqsimlanishini o'tkazish, xromatogrammani aniqlash, natijalarni sharxlash va xromatogrammani yozib qo'yish

V. yupqa qatlam yuzani tayyorlash, namuna tayyorlash, xromatografiktaqsimlanishni o'tkazish, xromatogrammani aniqlash, natijalarni sharxlash va xromatogrammani yozib qo'yish

S. yupqa qatlamli yuzani tayyorlash, namuna tayyorlash, namunani yupqa qatlam yuzaga o'tkazish, xromatografiktaqsimlanishni o'tkazish, natijalarni sharxlash va xromatogrammani yozib kuyish

D. namunani tayyorlash, namunani yupqa qatlam yuzaga o'tkazish, xromatografik taqsimlanishni o'tkazish, xromatogrammani aniqlash, natijalarni sharxlash va xromatogrammani yozib qo'yish

82. Mahkamlangan qatlamli plastinkalar start nuqtasiga tomiziladigan tomchilar diametri qancha bo'lishi lozim?

A. 2 mm.

V. 4 mm.

S. 6 mm

D. 8 mm

83. Rf qiymatning to'g'ri ta'rifini toping?

A. Rf erituvchi ko'tarilgan chiziq(front)va start oralig'idagi o'lcham tushiniladi

V. Rf modda dog'i markazi va start oralig'idagi o'lchami tushiniladi

S. Rf erituvchi ko'tarilgan front chizig'i va start o'lchamining, modda dog'i markazi va start chizig'i o'lchamiga nisbatidir

D. Rf modda dog'i markazidan startgacha bulgan o'lchamning erituvchi fronti va start oralig'i o'lchamiga nisbatidir

84. Sistematik xatoliklar nimalarga bo'linadi?

A. Doimiy va vaqtinchalik

V. Tasodifiy va doimiy

S. Tasodifiy va adashish

D. Doimiy va adashish

85. UF spektr nurlari to'lqin uzunliklarini ko'rsating

A. 800-2500 nm.

V. 200-400 nm.

S. 400-700 nm.

D. 600-1000 nm

E. 200-700 nm.

86. Buger qonunini tushuntirib bering

A. Eritmalarning nur yutishi eritmadagi erigan modda konsentratsiyasiga to'g'ri proporsional

- V. Eritmalarning nur yutishi nur o'tayotgan qatlam qalinligiga bog'liq
 S. Eritmalarning nur yutishi eritmadagi moddaga tushayotgan nur intensivligiga bog'liq
 D. Eritmalarning nur yutishi eritmadagi moddaga tushayotgan elektromagnit to'lqinlari intensivligiga bog'liq

87. Optik zichlikning erigan modda konsentratsiyasi va nur o'tayotgan qatlam qalinligiga bog'liqligini aniqlovchi eng to'g'ri formulani aniqlang.

- A. $S = D / E_{1\text{cm}} 1\% \cdot L$
 V. $E_{1\text{cm}} 1\% = D / C \cdot L$
 S. $L = D / C \cdot E_{1\text{cm}} 1\%$
 D. $D = C \cdot L \cdot E_{1\text{cm}} 1\%$

88. Solishtirma nur yutish ko'rsatkichiga tushuncha bering.

- A. Solishtirma nur yutish ko'rsatkichi 100ml da eritilgan 1g moddaning 1sm qalinlikdagi erituvchi qatlamidan o'tgan nur optik zichligi bilan o'lchanadi.
 V. Solishtirma nur yutish ko'rsatkichi moddaning 1molyarli eritmasining 1sm qalinlikdagi qatlamidan o'tgan nur optik zichligi bilan o'lchanadi.
 S. Solishtirma nur yutish ko'rsatkichi 100ml hajmda erigan 1g moddaning 2sm qalinlikdagi qatlamidan o'tgan nur yutish zichligi bilan o'lchanadi.
 D. Solishtirma nur yutish ko'rsatkichi 1normalli modda eritmasining 1sm qalinlikdagi qatlamidan o'tgan nur optik zichligi bilan o'lchanadi.

89. Spektrofotometrik aniqlashdagi nisbiy xatolik qancha bo'lishi mumkin?

- A. 1%
 V. 2%
 S. 3%
 D. 4%

90. Flyuorimetrik analiz usulining nisbiy xatoliklarini ko'rsating.

- A. 13%
 V. 35%
 S. 58%
 D. 25%

91. Moddalarning nur yutishi spektri nima bilan xarakterlanadi?

- A. Maksimum o'lchamiga muvofiq to'lqin uzunligida aniq spektr chiziqlarga egaligi bilan xarakterlanadi.
 V. Spektr nur yutishi, spektrning umumiy maydoni bilan xarakterlanadi.
 S. Spektr nur yutishi spektral egri chiziq bo'rtmasi balandligi to'lqin uzunligi bilan o'lchanadi.
 D. To'lqin uzunligi bilan xarakterlanadigan spektr chiziqlari bilan xarakterlanadi.

92. Gaz-adsorbsion xromatografiyasi haqida tushuncha bering.

- A. Gaz-adsorbsion xromatografiyada qo'zg'aluvchi faza sifatida gaz, qo'zg'almas faza sifatida qattiq jism qo'llaniladi.
 V. Gaz-adsorbsion xromatografiyada qo'zg'aluvchi faza sifatida gaz, qo'zg'almas faza sifatida suyuqlik qo'llaniladi.
 S. Gaz-adsorbsion xromatografiyada qo'zg'aluvchi faza sifatida qattiq jism, qo'zg'almas faza sifatida gaz yoki por qo'llaniladi.
 D. Gaz-adsorbsion xromatografiyada qo'zg'aluvchi va qo'zg'almas faza sifatida qattiq jismlar qo'llaniladi.

93. Gaz xromatograf qurilmasining asosiy qismlarini ko'rsating.

- A. Manometrlı gaz baloni, dozator, xromatografik kolonkalar, detektor, registrator.
- V. Manometrlı gaz baloni, xromatografik kolonka, termostat, detektor, registrator.
- S. Monometrlı gaz baloni, dozator, xromatografik kolonka, registrator.
- D. Monometorlı gaz baloni (yoki boshqa gaz manbalari), dozator, xromatografik kolonka, termostat, detektor, registrator (potensiometr).

94. Gaz xromatografiyasida yozilgan xromatogramma xakida tushuncha bering.

- A. Xromatogramma detektorga kelayotgan signal kuchini aks ettiruvchi kolonkadan o'tayotgan qo'zg'aluvchi gaz hajmiga va vaqtga bog'liqligini grafik ko'rsatkichi
- V. Xromatogramma kolonkadan utayotgan toza qo'zg'aluvchi gazning grafik ko'rsatkichi
- S. Xromatogramma kuzgaluvchi gazning qo'zg'almas fazaga nisbatan nisbiy grafik ko'rsatkichi
- D. Xromatogramma kuzgaluvchi gazning qo'zg'aluvchi fazaga nisbatan nisbiy grafik ko'rsatkichi

95. Xromatografik cho'qqilar qanday o'lchamlar bilan xarakterlanadi?

- A. Maydon, balandligi, asosi va joylanishi bilan.
- V. Balandligi, asosi, joylanishi va kengligi bilan.
- S. Maydoni, balandligi, asosi, kengligi va joylanishi tartibi bilan xarakterlanadi.
- D. Maydoni, balandligi, kengligi va joylanishi tartibi bilan xarakterlanadi.

96. Xromatogrammadagi cho'qqining joylanish tartibi va uning kengligi qanday xarakterlanadi?

- A. Cho'qqining maydoni bilan xarakterlanadi.
- V. Xarorat ta'sirida taqsimlanish protsessiga bog'liqligi bilan xarakterlanadi.
- S. Taqsimlanish protsessi tartibi bilan xarakterlanadi.
- D. Kolonkadan chiqayotgan toza qo'zg'aluvchi gaz bilan xarakterlanadi.

97. Xromatografik cho'qqi asosi haqida tushincha bering.

- A. Xromatografik cho'qqi asosi deb uning eng yuqori uchidan asosigacha masofaning yarim o'lchami tushiniladi.
- V. Xromatografik cho'qqi asosi deb uning eng yuqori uchidan asosigacha bo'lgan masofa o'lchami tushuniladi.
- S. Xromatografik cho'qqi asosi deb cho'qqi balandligining teng yarimidan cho'qqi konturiga qo'yilgan nuqtalar orasidagi masofa tushuniladi.
- D. Xromatografik cho'qqi asosi deb nol chizig'i bo'ylab cho'qqi uchi tomon egilgan nuqtalar oralig'i o'tkazilgan tegma chiziq hosil qilgan bo'lak tushuniladi.

98. Moddalar ajralishining xarakterlovchi asosiy parametrlari nimadan iborat.

- A. Ushlanish hajmi
- V. Ushlanish masofasi
- S. Cho'qqi maydoni
- D. Ushlanish vaqti va masofasi

99. O'lik ushlanish vaqti haqida tushuncha bering.

- A. Aniklanuvchi namuna kolonkaga kiritilganda xromatografik cho'qqi maksimumi hosil bulgungacha o'tgan vaqt
- V. Shimilmagan gaz cho'qqisi maksimumidan aniqlanuvchi namuna cho'qqisi maksimumigacha o'tgan vaqt
- S. Aniqlanuvchi namuna kolonkaga kiritilgandan shimilmagan gaz cho'qqisi maksimumi hosil bo'lguncha o'tgan vaqt
- D. Aniqlanuvchi namuna kolonkaga kiritilgandan xromatografik tekshiruv tugaguncha o'tgan vaqt

100. Taqsimlanish koeffitsienti (α) qanday hisoblanadi?

- A. Ushlanish vaqtining ushlanish hajmiga nisbati sifatida $\alpha = tR_1 / V_{R2}$

V. Ushlanish vaqtining ushlanish masofasiga nisbati sifatida $a=tR_2/IR_1$

S. Ushlanish masofasini ushlanish vaqtiga nisbati sifatida $a=IR_1/tR_2$

D. Ikki ajratiluvchi moddalar ushlanish hajmlari nisbati sifatida $a=VR_1/VR_2$

4.5.FAN BO'YICH TALABALAR BILIMINI BAHOLASH VA NAZORAT QILISH MEZONLARI

"FARMATSEVTİK KIMYO" KAEEDRASIDA TALABALAR BILIMINI NAZORAT QILISH VA BAHOLASHNING MEZONI

I. Fan bo'yicha talabalar bilimini baholash va nazorat qilish mezonlari

Talabalar bilimini nazorat qilish JN, ON va YaN turlarini o'tkazish orqali amalga oshiriladi.

JN semestr davomida ishchi o'quv dasturda keltirilgan mavzular bo'yicha talabaning bilim va amaliy ko'nikmalarini baholash maqsadida o'quv mashg'ulotlari davomida o'tkaziladi. Fandan semestr davomida 1 marta ON o'tkaziladi.

YaN test sinovi shaklida o'tkaziladi. YaN turi o'quv-uslubiy bo'lim yoki fakultet dekanati tomonidan ishlab chiqiladigan hamda o'quv va tarbiyaviy ishlari bo'yicha prorektor tasdiqlaydigan Yakuniy nazorat turlarini o'tkazish jadvaliga muvofiq o'tkaziladi.

Talabalar bilimini baholash mezonlari

Talabalarning bilimi quyidagi mezonlar asosida baholanadi:

- talaba mustaqil xulosa va qaror qabul qiladi, ijodiy fikrlay oladi, mustaqil mushohada yuritadi, olgan bilimini amalda qo'llay oladi, fanning (mavzuning) mohiyatini tushunadi, biladi, ifodalay oladi, aytib beradi hamda fan (mavzu) bo'yicha tasavvurga ega deb topilganda — 86-100 ballgacha (a'lo);

- talaba mustaqil mushohada yuritadi, olgan bilimni amalda qo'llay oladi, fanning (mavzuning) mohiyatni tushunadi, biladi, ifodalay oladi, aytib beradi hamda fan (mavzu) bo'yicha tasavvurga ega deb topilganda — 71-85 ballgacha (yaxshi) ;

- talaba olgan bilimni amalda qo'llay oladi, fanning (mavzuning) mohiyatni tushunadi, biladi, ifodalay oladi, aytib beradi hamda fan (mavzu) bo'yicha tasavvurga ega deb topilganda — 56-70 ballgacha (qoniqarli) ;

- talaba fan dasturini o'zlashtirmagan, fanning (mavzuning) mohiyatini tushunmaydi hamda fan (mavzu) bo'yicha tasavvurga ega emas deb topilganda — 55 ballgacha (qoniqarsiz) bilan baholanadi.

Talabalar bilimni baholash

Talabalar bilimni baholash 100 ballik tizimda amalga oshiriladi.

Talabaning semestr mobaynidagi xar bir modul buyicha uzlashtirishi 100 ballik tizim asosida butun sonlar bilan baxolanadi. 100 ball nazorat turlari buyicha quyidagicha taksimlanadi:

joriy nazorat — 100 ball;

talaba mustakil ta'limi - 100 ball

oralik nazorat — 100 ball;

yakuniy nazorat — 100 ball.

YaN turlarini o'tkazish, shuningdek talabalarning bilimni baholash tegishli kafedra mudiri tomonidan tashkil etiladigan komissiya tomonidan amalga oshiriladi. Institutda YaN turlarini o'tkazilishi uchun maxsus ishchi guruh shakllantiriladi. Ma'ruza, amaliy mashg'ulotlarini qoldirgan yoki JN qoniqarsiz baho olgan va ularni qayta topshirmagan talaba YaNga kiritilmaydi.

YaN turiga kirmagan yoki kiritilmagan, shuningdek ushbu nazorat turi bo'yicha «2» (qoniqarsiz) baho bilan baholangan talaba akademik qarzdor hisoblanadi. Talaba uzrli sabablarga ko'ra oraliq va (yoki) YaN turiga kirmagan taqdirda ushbu talabaga tegishli nazorat turini qayta loqshirishga fakultet dekanining farmoyishi asosida ruxsat beriladi.

Baholash natijalarini qayd qilish

Talabalar bilimni baholash tegishli fan bo'yicha professor-o'qituvchi tomonidan talabalarning fanlarni o'zlashtirishini hisobga olish jurnalida qayd etib boriladi.

Professor-o'qituvchi jurnalda talabaga qo'yilgan baholarni shu kunning o'zida qayd etib boradi. Agar talabaning bilimni baholash yozma ish shaklida o'tkazilgan bo'lsa, bunda professor-o'qituvchi talabalarning natijalarini 3 kundan ko'p bo'hnagan muddatda jurnalga qayd etishi lozim.

Nazorat turi bo'yicha talabaning bilimi «3» (qoniqarli) yoki «4» (yaxshi) yoxud «5» (a'lo) baho bilan baholanganda, nazorat turini qayta topshirishga yo'l qo'yilmaydi.

Talaba nazorat turi o'tkazilgan vaqtda uzrli sabablarsiz qatnashmagan hollarda jurnalga «0» belgisi yozib qo'yiladi.

Fan bo'yicha o'zlashtirish ko'rsatkichi JN va YaNlarning o'rtacha arifmetik qiymatidan kelib chiqadi va butun sonlarda ifodalanadi. Bunda talaba har bir nazorat turidan kamida 3 “qoniqarli” baho olishi lozim.

Talabaning modul bo'yicha o'zlashtirishini baholashda quyidagi namunaviy mezonlardan foydalaniladi:

“A” 86 - 100 ball a'lo natija minimal xatoliklar bilan: modul dasturining barcha bo'limlari bo'yicha tizimli, to'la va chuqur bilimga ega bo'lishi, zarur dalillar bilan asoslantirishi; ilmiy

terminologiyadan (shu jumladan, xorijiy tilda xam) aniq, o'z o'rnida foydalanishi, savollarga javobni mantiqan to'g'ri, stilistik savodli ravishda ifodalashi; muammoli savollarni aniqlashi, o'z xuquqiy pozitsiyasini ilmiy-amaliy tilda asoslab bera olishi; modulning tayanch tushunchalarini bilishi va uni qisqa vaqt ichida ilmiy va amaliy masalalarni echishda samarali qo'llay olishi; nostandart vaziyatlarda muammolarni mustaqil va ijodiy xal qila olish qobiliyatini ko'rsata olishi; amaliy masalalarni qisqa, asoslangan va ratsional ravishda xal etishi; modul o'kuv dasturida tavsiya etilgan asosiy va ko'shimcha adabiyotlarni to'liq va chuqur o'zlashtirishi; o'rganilayotgan modul bo'yicha nazariyalar, konsepsiyalar va yo'nalishlar mohiyatini anglash, ularga tanqidiy baho berish va boshqa modullar ilmiy yutuqlarini ko'llay olishi; seminar, amaliy va laboratoriya mashg'ulotlarida butun semestr davomida ijodiy va mustaqil qatnashishi, guruhli muhokamalarda faol bo'lishi, vazifalarni bajarishda yukori madaniyat darajasiga ega bulishi lozim;

“B” 81 - 85 ball juda yaxshi ayrim xatoliklar bilan: modul dasturining barcha bo'limlari bo'yicha tizimli, to'la va chuqur bilimga ega bo'lishi, zarur dalillar bilan asoslantirishi; ilmiy terminologiyadan (shu jumladan, xorijiy tilda xam) aniq, o'z o'rnida foydalanishi, savollarga javobni mantiqan to'g'ri, stilistik savodli ravishda ifodalashi; o'z fikrini isbotlashda yoki boshqa nazariy materialni bayon qilishda yuzaga kelgan noaniqliklarni mustaqil bartaraf eta olishi; modulning tayanch tushunchalarini bilishi, qisqa vaqt ichida ilmiy va kasbiy vazifalarni qo'yish xamda xal qilishda undan unumli foydalanishi; standart vaziyatlarda muammolarni modul dasturi doirasida mustaqil xal qila olishi; amaliy mashg'ulotlarda fan bo'yicha bilim va ko'nikmalarni yaxshi bilishini namoyish qilishi, ushbu bilimlarni yangi vaziyatlarda tug'ri (lekin doim xam ratsional emas) qo'llay olishi, bajarilgan ish natijalarini etarli darajada rasmiylashtira olmaganligi; modul dasturida tavsiya kilingan asosiy adabiyotlarni o'zlashtirishi; o'rganilayotgan modul bo'yicha nazariyalar, konsepsiyalar va yo'nalishlar mohiyatini anglay olishi va ularga tanqidiy baxo berishi; seminar, amaliy va laboratoriya mashg'ulotlarida butun semestr mobaynida ijodiy va mustaqil qatnashishi, guruhli muhokamalarda faol bo'lishi, vazifalarni bajarishda yuqori madaniyat darajasiga ega bo'lishi lozim;

“C” 71 - 80 ball yaxshi sezilarli xatoliklar bilan: modul dasturining barcha bo'limlari bo'yicha tizimli, to'la va chuqur bilimga ega bo'lishi, zarur dalillarni biroz kamchiliklar bilan asoslay olish; ilmiy terminologiyadan (shu jumladan, xorijiy tilda xam) anik, o'z o'rnida foydalanishi, savollarga javobni mantiqan to'g'ri, stilistik savodli ravishda ifodalashi; o'z fikrini isbotlashda yoki boshqa nazariy materialni bayon qilishda yuzaga kelgan noaniqliklarni mustaqil bartaraf eta olishi; modulning tayanch tushunchalarini bilishi, qisqa vaqt ichida ilmiy va kasbiy vazifalarni qo'yish xamda xal qilishda undan unumli foydalanishi; standart vaziyatlarda muammolarni modul dasturi doirasida mustaqil xal qila olishi;

amaliy mashg'ulotlarda fan bo'yicha bilim va ko'nikmalarni yaxshi bilishini namoyish qilishi, ushbu bilimlarni yangi vaziyatlarda to'g'ri (lekin doim xam ratsional emas) qo'llay olishi, bajarilgan ish natijalarini etarli darajada rasmiylashtira olmaganligi; modul dasturida tavsiya kilingan asosiy adabiyotlarni o'zlashtirishi; o'rganilayotgan modul bo'yicha nazariyalar, konsepsiyalar va yo'nalishlar mohiyatini biroz kamchiliklar bilan anglay olishi va ularga tanqidiy baxo berishi; seminar, amaliy va laboratoriya mashg'ulotlarida butun semestr mobaynida ijodiy va mustaqil qatnashishi, guruhli muhokamalarda faol bo'lishi, vazifalarni bajarishda yuqori madaniyat darajasiga ega bo'lishi lozim;

“D” 60 - 70 ball qoniqarli sust natija qo'pol kamchiliklar bilan: davlat ta'lim standartlari doirasida etarli bilim xajmiga ega bo'lishi; ilmiy terminologiyani ishlatishi, savollarga javoblarni to'g'ri bayon qilishi, lekin bunda ayrim xatolarga yo'l qo'yishi; javob berishga yoki ayrim maxsus ko'nikmalarni namoyish qilishda qiynalganda, modul va normativ-xukukiy xujjatlar bo'yicha asosiy

tushunchaga ega ekanligini namoyish etishi; modulining umumiy tushunchalari bo'yicha qisman bilimga ega bo'lishi va uni standart (namunaviy) vaziyatlarni xal etishda qo'llay olishi; o'qilayotgan modul bo'yicha asosiy nazariyalar, konsepsiyalar va yo'nalishlar mohiyatini anglashi, ularga baho bera olishi; seminar, amaliy va laboratoriya mashg'ulotlarida pedagog xodim rahbarligida qatnashishi, vazifalarni bajarishda etarli madaniyat darajasiga ega bo'lishi lozim;

“E” 55 - 59 ball o'rta minimal natijaga ega: davlat ta'lim standartlari doirasida etarli bilim xajmiga ega bulishi; ilmiy terminologiyani ishlatishi, savollarga javoblarni to'g'ri bayon qilishi, lekin bunda ayrim xatolarga yo'l qo'yishi; javob berishga yoki ayrim maxsus ko'nikmalarni namoyish qilishda qiynalganda, modul va normativ-xuquqiy xujjatlar bo'yicha asosiy tushunchaga ega ekanligini namoyish etishi; modulining umumiy tushunchalari bo'yicha qisman bilimga ega bo'lishi va uni standart (namunaviy) vaziyatlarni xal etishda qo'llay olishi; pedagog xodim yordami bilan standart vaziyatlarni xal eta olishi; o'qilayotgan modul bo'yicha asosiy nazariyalar, konsepsiyalar va yo'nalishlar mohiyatini anglashi, ularga baho bera olishi; seminar, amaliy va laboratoriya mashg'ulotlarida pedagog xodim rahbarligida qatnashishi, vazifalarni bajarishda etarli madaniyat darajasiga ega bo'lishi lozim;

“FX” 31 - 54 ball qoniqarsiz minimal baholanadi, agar: davlat ta'lim standartlari, malaka talablari doirasida faqat ayrim fragmentar bilimlarga ega bo'lsa; ilmiy terminlarni ishlata olmasa yoki javob berishda jiddiy mantiqiy xatolarga yo'l qo'ysa; seminar, amaliy va laboratoriya mashg'ulotlarida passiv qatnashib, vazifalar bajarish madaniyatining past darajasiga ega bo'lsa;

“F” 0-30 ball mutloq qoniqarsiz to'liq qayta o'zlashtirishi lozim: davlat ta'lim standartlari, malaka talablari doirasida faqat ayrim fragmentar bilimlarga ega bo'lsa; ilmiy terminlarni ishlata olmasa yoki javob berishda jiddiy va ko'pol mantiqiy xatolarga yo'l qo'ysa yoki umuman javob bermasa;

seminar, amaliy va laboratoriya mashg'ulotlarida passiv qatnashib, vazifalar bajarish madaniyatining past darajasiga ega bo'lsa yoki umuman bajarmasa; amaliy ko'nikmalarga ega bo'lmasa, o'z xatolarini xatto pedagog xodim tavsiyalari yordamida xam to'g'rilay olmasa.

Talaba semestr davomida modul buyicha olgan umumiy balli belgilangan tartibda talaba tomonidan xar bir nazorat turi bo'yicha olingan umumiy ballar yig'indisiga teng.

V. ADABIYOTLAR RO'YXATI

Asosiy adabiyotlar

1. Q.A. Ubaydullayev, A.A. Muxitdinov Dori vositalarini fizik - kimyoviy tahlil usullari, O'quv qo'llanma. –T.: TFI bosmaxonasi, –2019. 294 b.
2. A.N. Yunusxo'jaev, Q.A. Ubaydullaev va b. Dori vositalarining zamonaviy tahlil usullari. Darslik –T.: «EXTREMUM PRESS» – 2010, 640 b.
3. S.N.Быковский Руководство по инструментальным методом исследования при разработке и экспертизе качества лекарственных препаратов, —М.: Изд-во Фармконтракт, – 2014, 697 s.
4. A.I.Slivkin, V.F.Selemeney, E.A.Suxoverxova Fiziko-ximicheskie i biologicheskie metody otsenki kachestva лекарственных средств. Uchebnoe posobie / Pod red. V. G. Artyuxova, A. I. Slivkina. — Voronej: Izd-vo VGU, –1999. 368 s.

Qo'shimcha adabiyotlar

5. Mirziyoev Sh.M. Erkin va farovon demokratik O'zbekiston davlatini birgalikda barpo etamiz. Toshkent, "O'zbekiston" NMIU, 2017. – 29 b.
6. Mirziyoev Sh.M. Qonun ustuvorligi va inson manfaatlarini ta'minlash yurt taraqqiyoti va xalq farovonligining garovi. "O'zbekiston" NMIU, 2017. – 47 b.
7. Mirziyoev Sh.M. Buyuk kelajagimizni mard va olijanob xalqimiz bilan birga quramiz. "O'zbekiston" NMIU, 2017. – 485 b.
8. O'zbekiston Respublikasi Prezidentining 2017 yil 7 fevraldagi "O'zbekiston Respublikasini yanada rivojlantirish bo'yicha harakatlar strategiyasi to'g'risida" gi PF-4947-sonli Farmoni. O'zbekiston Respublikasi qonun hujjatlari to'plami, 2017 y., 6-son, 70-mudda.
9. T.A.Nesterova Ispolzovanie kolorimetrii i fotokolorimetrii v analize лекарственных средств. Prakticheskoe rukovodstvo —Voronej.: Izd-vo 2003-35s
10. A.Kar Pharmaceutical drug analysis. New Delhi.2005-434p
11. A.F. Douglas, J.R. Stanley Principles of Instrumental Analysis. Canada. 2007-1057 p
12. . B.D Minstry. A handbook of spektroskopicheskaya data chemistry. Oxford. 2009-200p
13. The United States Pharmacopeia (USP) 32, - NF 27, 2009
14. D.L. Pavia G.M. Lampman. Introduction to spectroscopy. Bellingham. Washington. 2007-200p
15. M.I.Alixodjaeva, V.A.Popkov., Fiziko-ximicheskie i ximiko-toksikologicheskie issledovanie nekotorykh diurnicheskikh лекарственных средств. Uchebnoe posobie, M.: Izdatelstvo Moskovskogo universiteta 2008, - 247 s.
16. Gosudarstvennaya farmakopeya XI vypusk tom I –M. 1987 g.-336s
17. Gosudarstvennaya farmakopeya XII vypusk tom II –M 1990 g.-398s

Internet saytlari

18. www.wikipedia.com
19. www.pharmapactice.ru
20. www.remedium.ru
21. www.pharmvestnik.ru
22. www.biotehnolog.ru
23. www.Ziyonet.uz
24. www.edy.uz
25. www.nuuz.uz
26. www.bimm.uz