

DENEY NO: 3

BARBİTÜRATLARIN SIVI-SIVI EKSTRAKSİYONU İLE İZOLASYONU VE TANIMA DENEYLERİ

A) Genel Bilgi:

Barbitüratlar, sedatif-hipnotik etkili ilaçlardır; intihar amacıyla ya da çocuklar tarafından kazaen alınmaları sonucu zehirlenmeye neden olan önemli bir ilaç grubudur. Bütün doku ve vücut sıvılarında dağılırlar; inaktif metabolitleri, başlıca idrarla atılır.

Uçucu olmayan zehirler, organik faza geçebildiği ekstraksiyon koşullarına göre üçe ayrılabilirler:

- Asit ortamda ekstrakte edilebilen zehirler:
Asitli sulu ortamdan eter veya kloroforma geçerler. Örnek: Asetil salisilik asit, barbitüratlar, oksalik asit
- Bazik ortamda ekstrakte edilebilen zehirler:
Bazik sulu ortamdan eter veya kloroforma geçerler. Örnek: Alkaloitler, sentetik azotlu bazik maddeler
- Amonyaklı ortamda ekstrakte edilebilen organik zehirler:
Amonyaklı ortamdan organik çözücülere geçerler. Örnek: Morfin

B) Deneyin Yapılışı: (Barbitüratların biyolojik materyalden izolasyonu ve tanınmaları)

25 mL idrar alınır, indikatör kağıdı ile kontrol edilerek 1N HCl ile pH3'e ayarlanır. Ayırma hunisine alındıktan sonra, 3 kez 10 mL eterle ekstrakte edilir. Eter fazı, susuz sodyum sülfat taşıyan kuru filtre kağıdından süzülür. Eterli fazlar birleştirilip elektrikli su banyosunda, çeker ocak altında uçurulur. Kalıntı, 1 mL kloroformda çözülür. Kloroformlu çözelti üzerinde aşağıdaki deneyler yapılır:

- Parri deneyi:** 1 damla ekstre bir kapsüle konur. Üzerine bir damla %1 kobalt nitrat ve 1 damla %5 isopropilamin (metanolde) damlatılır. **Viola renk**, barbitürat varlığını gösterir.
- Civa nitrat deneyi:** 2-3 damla ekstre, kapsüle konur. 1 damla civa nitrat reaktifi damlatıldığında barbitürat varlığında **beyaz çökelti** oluşur.
- İTK ile tanıma:** Kloroformlu çözelti, Silikajel G ile hazırlanmış adsorban tabakaya standart barbitürat ile birlikte uygulanır. Plak, kloroform: aseton (9:1) karışımı ile daha önceden doyurulmuş tanka yerleştirilir. Developman çözeltisi yeterince sürüklendikten sonra, plak tanktan çıkarılarak kurutulur. Lekelerin belirlenmesi için önce %2 HgNO₃ (%1 HNO₃), ardından %2 HgNO₃ ve %0.1 Rodamin B (etil alkolde) karışımından püskürtülür. Pembe viola renkler, barbitürat varlığını gösterir.