

# FARMAKOĞNOZİ II UYGULAMA

**İYOT İNDEKSİ TAYİNİ**  
**PEROKSİT SAYISI TAYİNİ**  
**ASİTLİK İNDEKSİ TAYİNİ**  
**SABUNLAŞMA İNDEKSİ TAYİNİ**



# GİRİŞ

---

- ▶ Lipitleri içeren droglardan, farmakognozi yönünden en önemli olanları sabit yağlardır.
- ▶ Sabit yağların kalite kontrolünde, fiziksel (refraksiyon indisi, polarize ışığı çevirme derecesi, viskozite vb.) ve kimyasal (asitlik indeksi, iyot indeksi, sabunlaşma indeksi vb.) göstergelerden yararlanır.
- ▶ Eczacılıkta kullanılan sabit yağlara ait bu göstergeler, farmakopelerde kayıtlıdır.
- ▶ Kimyasal göstergelerden bazıları şu şekilde tayin edilir:



# İYOT İNDEKSİ TAYİNİ

## İyot İndeksi:

100 g yağda bulunan doymamış yağ asitlerinin çifte bağlarına girebilecek iyot miktarınının g cinsinden değeridir.

-İyot indeksi ile yağın saflığı, kalitesi, doymamışlık derecesi tespit edilir. Yağ gerçekten saf ise yağın tanınmasına da yardımcı olur.

-İyot indeksi farmakopeye göre fazla ise, doymamış yağ asidi miktarı fazladır.

-İyot indeksi “uzun zincirli yağ asidi içeren maddeleri” bulunduran droglarda tayin edilir.



# Deneğin Yapılışı:



0,2 ml ayçiçek yağı kapaklı erlenlerde tartılır (**A g**) + CCl<sub>4</sub> (15ml) → + ICl (5ml)  
(iyot mono klorür)

KI ile ıslatılmış kapak kapatılır

Yarım saat karanlıkta bekletilir.

+ KI (5 ml) + Su (100 ml)

+ nişasta çözeltisi (1ml)...**indikatör**


**0,1 N Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile titrasyon  
mavi-mor renk kaybolana kadar**

- Hacim ölçümünü duyarlı yapınız.
- Yağın çözünmesini sağlayınız.
- Çözünmenin tam olup olmadığını dikkatli gözlemleyiniz.
- Erlenin kapağını kapatarak çalkalamayı unutmayınız.

- Büreti 0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi ile doldurup, " 0 " ayarını yapmayı unutmayınız.
- Titrasyonu yavaş yavaş ve erleni çok kuvvetli çalkalayarak yapınız.
- Sodyum tiyosülfatın erlene damla damla akmasına özen gösteriniz.
- Çalkalama yaparken çözeltinin sıçramamasına dikkat ediniz.
- Bürettteki son damlayı erlene almayı unutmayınız.

- Aynı işlemler yağ konmadan tekrarlanır. (kör)

# Kör Deneyi:

$\text{CCl}_4$  (15ml)  + ICl (5ml)  
(İyot mono klorür)

KI ile ıslatılmış kapak kapatılır



Yarım saat karanlıkta bekletilir.

  
+ KI (5 ml) + Su (100 ml)

  
+ nişasta çözeltisi (1ml)...**indikatör**

  
**0,1 N  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  ile titrasyon mavi-  
mor renk kaybolana kadar**

- Büreti 0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi ile doldurup, " 0 " ayarını yapmayı unutmayınız.
- Titrasyonu yavaş yavaş ve erleni çok kuvvetli çalkalayarak yapınız.
- Sodyum tiyosülfatın erlene damla damla akmasına özen gösteriniz.
- Çalkalama yaparken çözeltinin sıçramamasına dikkat ediniz.
- Büretteki son damlayı erlene almayı unutmayınız.

0,2 ml ayçiçek yağı tartılır = **A g**

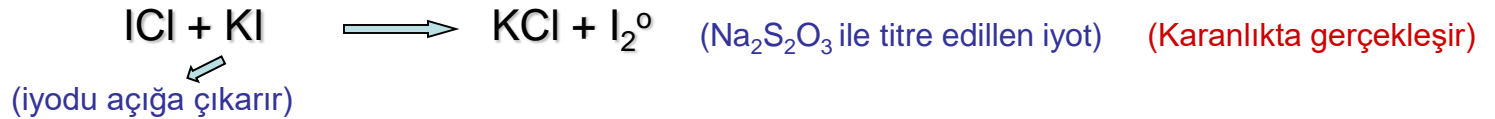
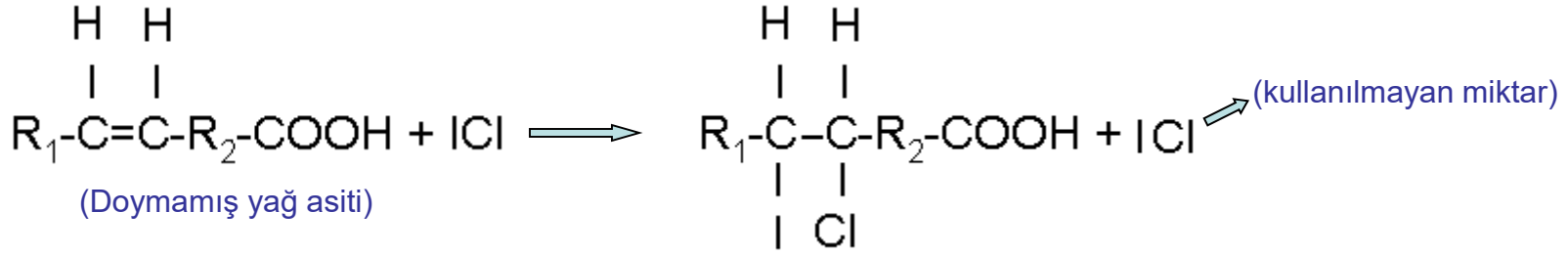
Yağ ile yapılan deneyde harcanan 0,1 N  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  = **a ml**

Yağ konulmadan yapılan (kör) deneyde harcanan 0,1 N  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  = **b ml**



$$\text{i.i.} = \frac{(b-a) \times 0,01269 \times 100}{A \text{ (g)}}$$

## Deneyin Esası:



(İndikatör olarak kullanılan nişasta çözeltisinde bulunan amiloz, reaksiyon sonucu açığa çıkan  $\text{I}_2$  ile mavi renk verir)

1 N      1000 ml  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$       126,91 g iyota eşdeğerse  
0,1 N    1 ml  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$       0,01269 g iyota eşdeğerdur.

0,1 N    1 ml  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$       0,01269 g iyota eşdeğerse  
0,1 N    (b-a) ml  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$     (b-a) x 0,01269 g iyota eşdeğerdur.

---

$$X = (b-a) \times 0,01269 \text{ g iyot}$$

A g yağda      (b-a) x 0,01269 g iyot varsa  
100 g yağda    Y

---

$$Y = \frac{(b-a) \times 0,01269 \times 100}{A}$$

# PEROKSİT SAYISI TAYİNİ

## Peroksit Sayısı:

1000 g yağın taşıdığı miliekivalan (meq) oksijen miktarıdır.

-Peroksit sayısı ile yağın acılaşıp acılaşmadığı tespit edilir. Yağların ekstraksiyonları ya da depolanmaları sırasında;

- ▶ Oksijen,
- ▶ Sıcaklık,
- ▶ Nem,
- ▶ Yağ ile temastaki hava miktarı,
- ▶ Işık,
- ▶ Antioksidanların bulunup bulunmayışı vb. nedenlerle bozulmaları söz konusudur.

-Yağdaki peroksit miktarının belirlenmesi; yağın bozulma derecesi ve saklama süresi hakkında fikir verir.





# Deneyin Yapılışı:

5 g acılařmıř  
yađ erlende  
tartılır  
**(A g)**

+ Glasiyel asetik asit  
: Kloroform (3:1)  
(30 ml)

→ + doymuř KI çözeltisi  
(0.5 ml)

→ 1 dakika bekletilir

+  
distile su (30 ml)



+  
niřasta çözeltisi (1ml)  
**indikatör**

- Çözünmenin tam olup olmadığını dikkatli gözlemleyiniz.
- Erlenin kapađını kapatarak çalkalamayı unutmayınız.

- Büreti 0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi ile doldurup, " 0 " ayarını yapmayı unutmayınız.
- Titrasyonu yavař yavař ve erleni çok kuvvetli çalkalayarak yapınız.
- Sodyum tiyosülfatın erlene damla damla akmasına özen gösteriniz.
- Çalkalama yaparken çözeltinin sıçramamasına dikkat ediniz.
- Dönüm noktasına çok dikkat ediniz.
- Bürettteki son damlayı erlene almayı unutmayınız.

**0,1 N Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile titrasyon  
mavi-mor renk kaybolana  
kadar**

# Kör Deneyi:

Glasiyel asetik asit : Kloroform (3:1)  + doymuş KI çözeltisi  1 dakika bekletilir  
(30 ml) (0,5 ml)

+  
distile su (30 ml)

+

nişasta çözeltisi (1ml)  
**indikatör**



- Büreti 0,1 N sodyum tiosülfat çözeltisi ile doldurup, " 0 " ayarını yapmayı unutmayınız.
- Titrasyonu yavaş yavaş ve erleni çok kuvvetli çalkalayarak yapınız.
- Sodyum tiosülfatın erlene damla damla akmasına özen gösteriniz.
- Çalkalama yaparken çözeltinin sıçramamasına dikkat ediniz.
- Dönüm noktasına çok dikkat ediniz.
- Bürettteki son damlayı erlene almayı unutmayınız.

**0,1 N Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile titrasyon  
mavi-mor renk kaybolana  
kadar**

~5 gr acılaştırılmış yağ tam tartım = **A g**

Yağ ile yapılan deneyde harcanan 0,1 N Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = **a ml**

Yağ konulmadan yapılan (kör) deneyde harcanan 0,1 N Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = **b ml**



$$\text{P.S.} = \frac{(a-b) \times N \times 1000}{A (g)}$$

$N = \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  çözeltisinin normalitesi (0,1 N)

## Deneyin Esası:

Deney, asitli ortamda peroksitin iyot açığa çıkarması esasına dayanır.



Eğer yağ acılaşırsa peroksit oluşur ve iyot ( $\text{I}_2$ ) açığa çıkar ve açığa çıkan iyot, ayarlı  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  ile titre edilir. Sonuç elde edilemiyorsa yağ acılaşmamış demektir.

1 N	1L	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	124 g ise
0,1 N	1L	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	12.4 g eşdeğerdir

12.4 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  alınır, distile suyla balon jodede 1L'ye tamamlanır.

# ASİTLİK İNDEKSİ TAYİNİ

## Asitlik İndeksi:

1 g yağda bulunan serbest yağ asitlerini nötralize etmek için gereken KOH'ın mg cinsinden değeridir.

Özellikle uçucu yağlar, sabit yağlar, mumlar ve reçine taşıyan droglardaki serbest yağ asitlerinin tayini yapılır.

Serbest yağ asidi miktarı fazla ise yağ bozulmuş yada tağşiş edilmiştir. Yani farmakopeye uygun değildir.



# Deneyin Yapılışı:

10 ml ayçiçek yağı + etanol R : eter + fenolftalein  
erlende tartılır (1:1) (50 ml) + çözeltisi  
(A g) (5 ml)

0,1 N KOH ile titrasyon  
(MİKROBÜRET KULLANILIR)  
pembe renk oluşana kadar

Asit ortamda renksiz  
Bazik ortamda pembe

1 g fenolftalein tartılır, % 95'lik  
etanolla 100 ml'ye tamamlanır.

10 ml ayçiçek yağı tam tartım = A g

Deneyde harcanan 0,1 N KOH = a ml



$$\mathbf{A.i. = \frac{a \times 0,00561 \times 1000}{A (g)}}$$

**A (g)**

1 N	1000 ml KOH	56,1 g eşdeğere
0,1 N	1 ml KOH	0,00561 g eşdeğere dir.
0,1 N	a ml KOH	X g

---

$$X = a \times 0,00561 \times 1000 \text{ mg}$$

A g numune için	a x 0,00561 x 1000 mg KOH
1 g numune için	Y mg KOH

---

$$Y = \frac{a \times 0,00561 \times 1000}{A g}$$

# SABUNLAŞMA İNDEKSİ TAYİNİ

## Sabunlaşma İndeksi:

1 g yağda bulunan serbest ve bağlı yağ asitlerini sabunlaştırmak için gereken KOH'ın mg cinsinden değeridir.

-Özellikle sabit yağlar, uçucu yağlar, balsam, mum ve reçineler için yapılır.

-Saflık, kalite kontrolü, yağ içindeki serbest yağ asitleri ve trigliseritleri hakkında bilgi sahibi olmak amacıyla yapılır.

-Yağda sabunlaşan miktar farmakope değerlerinin dışında ise yağ tağşiş edilmiş demektir.

-Kimyasal Açıdan Sabunlaşma: Yağda bulunan serbest yağ asitleri veya gliseritlerin (gliserolun yağ asidi ile oluşturduğu esterler), alkali katyonuyla sabun oluşturması ve sonuçta gliserin açığa çıkmasıdır.



# Deneinin Yapılışı:

2 ml ayçiçek yağı  
erlene tartılır  
(A g)

+ Alkollü potas  
(25 ml)

geri çeviren dik soğutucu altında  
30 dk kaynatılır  
(sabunlaşma sağlanır)

(Karışım sıcakken)  
+ fenolftalein çözeltisi

indikatör

gliserin oluşumu için

0,5 N HCl ile geri titrasyon  
renk kaybolana kadar

- Büreti 0,5 N HCl çözeltisi ile doldurup, " 0 " ayarını yapmayı unutmayınız.
- Titrasyonu yavaş yavaş ve erleni çok kuvvetli çalkalayarak yapınız.
- HCl'nin erlene damla damla akmasına özen gösteriniz.
- Çalkalama yaparken çözeltinin sıçramamasına dikkat ediniz.
- Bürettteki son damlayı erlene almayı unutmayınız.

- Aynı işlemler yağ konmadan tekrarlanır (kör)



# Kör Deneyi:

Alkollü potas (25 ml)  + fenolftalein çözeltisi

indikatör



0,5 N HCl ile geri titrasyon  
**renk** kaybolana kadar

- Büreti 0,5 N HCl çözeltisi ile doldurup, “ 0 ” ayarını yapmayı unutmayınız.
- Titrasyonu yavaş yavaş ve erleni çok kuvvetli çalkalayarak yapınız.
- HCl'nin erlene damla damla akmasına özen gösteriniz.
- Çalkalama yaparken çözeltinin sıçramamasına dikkat ediniz.
- Büretdaki son damlayı erlene almayı unutmayınız.

## Kör Deneyinin Amacı:

Kör deneyi alkolden veya reaktiften gelen asitliklerin neden olabileceği hataları önlemek ve bir standart oluşturmak amacıyla yapılmaktadır.

10 ml ayçiçek yağı tartılır = **A g**

Yağ ile yapılan deneyde harcanan 0,5 N HCl = **a ml**

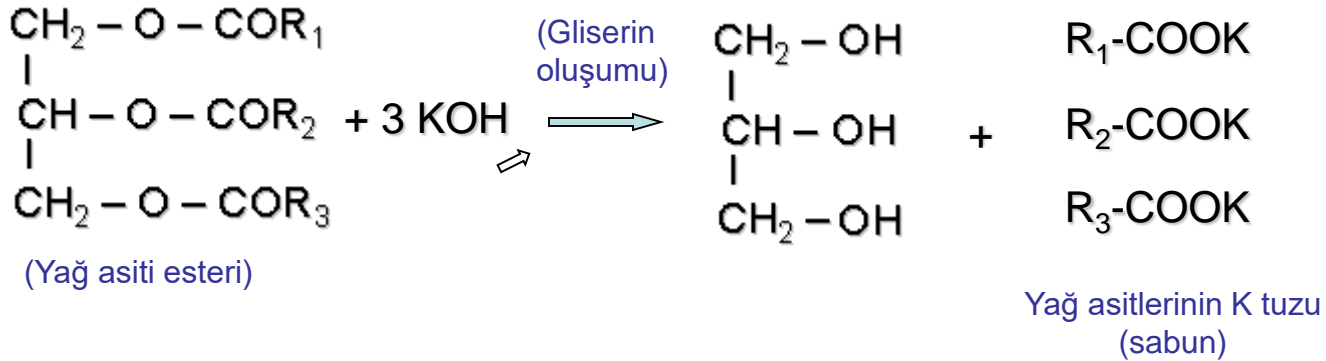
Yağ konulmadan yapılan deneyde(kör) harcanan 0,5 N HCl = **b ml**



$$S.İ. = \frac{(b-a) \times 0,02805 \times 1000}{A (g)}$$

## Deneyin Esası:

### Gliserit için:



### Yağ asiti için:



\_\_\_\_\_ (ester ve yağ asitleri)  
\_\_\_\_\_ (0,5 N KOH aşırısı)  
\_\_\_\_\_ (0,5 N HCl)

1 N	1000 ml KOH	56,1 g eşdeğere
0,5 N	1 ml KOH	0,02805 g eşdeğere
0,5 N	(b-a) ml KOH	X g

---

$$X = (b-a) \times 0,02805 \times 1000 \text{ mg}$$

A g numuneyi sabunlaştırmak için	(b-a) x 0,02805 x 1000 mg KOH	(meq KOH = meq HCl)
1 g numuneyi sabunlaştırmak için	Y mg KOH	

---

$$Y = \frac{(b-a) \times 0,02805 \times 1000 \text{ mg KOH}}{A \text{ g}}$$