

**KAFEİN FARMAKOPE ANALİZİ,  
ELDE EDİLİŞİ &  
KOLORİMETRİK MİKTAR  
TAYİNİ**

# FARMAKOPE ANALİZİ

Farmakope analizleri, **eczacılıkta kullanılan etken veya yardımcı maddelerin, drogların** farmakopeye uygunluğunun belirlenmesi için yapılan deneylerdir

Hangi farmakope esas alınacaksa onda belirtilen analizler yapılır ve uygun olup olmadığı değerlendirilir

# **COFFEINUM**

## **(TF 1974)**

**1,3,7- trimetilksantin**

# ÖZELLİKLER

- ✓ Beyaz
- ✓ Kristal yapıda
- ✓ Acı

## ÇALIŞMANIN BÖLÜMLERİ

# Özellikler

# Eriyebilme

# Tanıma reaksiyonları

# Reaksiyon

# Yabancı alkaloitler

# ERİYEBİLME

SU

ETANOL

ETER

KLOROFORM

# TANIMA REAKSİYONU A -MÜREKSİT DENEYİ-

Kafein + HCl + KClO<sub>3</sub>

Su banyosunda kuruluğa  
kadar uęurulur

Kapsül NH<sub>3</sub> buharına tutulur

**ERGUVAŒI  
RENK**

Alkali ilavesiyle renk kaybolur

# TANIMA REAKSİYONU

**B**

Sudaki soğukta doymuş  
çözeltisi

+ tannik asit R' nin  
sudaki %10 a/h' lik  
çözeltisi

BEYAZ ÇÖKELEK

# TANIMA REAKSİYONU

C

Sudaki soğukta doymuş  
çözeltisi iyot TS ile  
çökelek vermez

Dilüe HCl ilavesi ile (enol  
formuna dönüşür)  
kahverengi bir çökelek verir

Bu çökelek NaOH fazlası  
(keto formuna dönüşür)  
ile kaybolur



# REAKSİYON

İki kısım su ile ısıtıldığında  
turnusola karşı nötr olan  
ve soğuyunca berraklaşan  
bir solüsyon verir

# **YABANCI ALKALOİTLER**

**Sudaki soğukta doymuş çözeltisi,  
K- merkürü iyodür (Mayer Reaktifi) ile  
çökelek meydana getirmez**

# KAFEİN ELDESİ & KOLORİMETRİK MİKTAR TAYİNİ

# KAFEİN ELDESİ

Ortamı bazik hale  
getirmek ve alkaoliti  
tanenden ayırt etmek  
için

Tam tartılmış **Foliae Theae** (10 g)

20 ml %10' luk **CaO** ile ıslatılır

20 ml **CHCl<sub>3</sub>** ile 3 kez tüketilir

Balonda bulunan **CHCl<sub>3</sub>**' lü çözelti basit distilasyon ile  
yoğunlaştırılır

Ham alkaolit (**kafein ve türevleri**) kaynar suda eritilir

Pigment ve yabancı  
maddelerden ayırmak  
için

**Aktif kömür** ile temizlenir

**Pilili süzgeç kağıdından** kapsüle süzülür  
ve su banyosu üzerinde kristallendirilir

**KRİSTAL KAFEİN**

# KAFEİNİN KOLORİMETRİK MİKTAR TAYİNİ



**STANDART ÇÖZELTİ;**  
Kafein kullanılarak ve  
aynı işlemler  
uygulanarak hazırlanır

Kristal kafein + 1 ml **HCl** + 0,1 g **KClO<sub>3</sub>**

Su banyosu üzerinde kapsülde kuruluğa kadar  
uçurulur

Kapsül içerisinde **NH<sub>3</sub>** bulunan bir beherin üzerine kapatılarak  
numune renklendirilir

Renklendirilmiş numune + 10 ml **distile su**

**NUMUNE ÇÖZELTİSİ**



Numune çözeltilisinin renk şiddeti ile aynı şekilde renklendirilmiş standart çözeltilinin renk şiddeti kolorimetrede karşılaştırılarak % alkaloit miktarı hesaplanır

# **KOLORİMETRİK YÖNTEM**

- ✓ Işığın absorbe edilmesi esasına dayanan bir yöntemdir
- ✓ Konsantrasyonu bilinmeyen renkli bir maddenin konsantrasyonu bilinen bir standart çözeltisi ile karşılaştırılarak tayin edilmesine kolorimetri; bu amaçla kullanılan alete de kolorimetre denir



Kolorimetre ile tabaka kalınlığı deęiştirilerek renkleri denkleştirme yöntemi uygulanır

Kolorimetrenin kuvvetlerinin birine konsantrasyonu bilinen çözelti dięerine ise konsantrasyonu bilinmeyen numune çözeltisi konur





Bu küvetler vidalar yardımıyla aşağı yukarı hareket ettirilir

Aynı tip ve boyda cam çubuklardan geçen ışınlar merceklerden geçip göze gelir. Göz bu iki rengi mercekten gözler ve vidalar oynatılarak renklerin eşitliği sağlanır. Aynı anda okuma işlemi yapılır

Renkler çapraz görülür okuma düz yapılır

## HESAPLAMALAR

## LAMBERT- BEER KANUNU

Hesaplama yapılırken Lambert- Beer kanunundan yararlanılır

Renk şiddetlerinin eşitlenmesi

absorbansların eşitlenmesi demektir

$$A_n = A_s$$

$$\varepsilon \cdot I_n \cdot C_n = \varepsilon \cdot I_s \cdot C_s$$

$\varepsilon$  : absorbtivite katsayısı ( $\text{cm}^{-1} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{L}$ )

$I$  : çözelti tabaka kalınlığı (cm)

$C$  : konsantrasyon (g/ L)

$$I_n \cdot C_n = I_s \cdot C_s$$

$$C_n = \frac{I_s \cdot C_s}{I_n}$$

## HESAPLAMALAR

10, .... g drog       $C_n$  g kafein  
100 de                      ?

## KOLORİMETRİK YÖNTEMDE DİKKAT EDİLECEK HUSUSLAR

- ✓ Çözeltiler taze hazırlanmalı ve berrak olmalıdır
- ✓ Kolorimetrik yöntemin uygulanacağı madde renkli olmalı; değilse renklendirilmelidir
- ✓ Çözeltilerin renk tonu çok açık yada çok koyu olmamalıdır
- ✓ Kullanılan küvetler ve cam çubuklar çok temiz olmalıdır