

## **NİTEL (KALİTATİF) VE NİCEL (KANTİTATİF) İLAÇ ANALİZLERİ**

**GENEL İLAÇ ANALİZ YÖNTEMLERİ:** Gravimetri Esasına Dayanan Kalitatif Yöntemler, Çöktürme Esasına Dayanan Titrimetrik Yöntemler, Arjantometri Kompleksometri Nitritometri Fizikokimyasal Yöntemler a. Elektroanalitik Yöntemler Potansiyometrik Titrasyonlar Kolorimetri b. Optik Ve Spektroskopik Yöntemler Kromatografik Yöntemler

**KALİTATİF YÖNTEMLER:** Kalitatif analize başlarken her şeyden önce elimizdeki organik ilaç maddesinin saflığından emin olmalıyız. Maddenin saf olmaması durumunda ekstraksiyon, destilasyon, süblimasyon gibi uygun bir ayırma yöntemiyle önce madde temizlenir, sonra sistematik madde analizi (teşhis) işlemlerine başlanır:

**1- Maddenin fiziksel özellikleri saptanır. (koku, renk, tad vb)**

**2- Yakma deneyi uygulanır.**

3- Organik ilaç maddesinde C, H ve O yanında N, S, F, Cl, Br, I, P ve bazen de metal de bulunabilir.

**4- Maddenin hangi çözünürlük sınıfına girdiği bulunur**

**5- Maddenin erime derecesi saptanır.**

6- Maddede bulunan karboksilli asit, fenol, aldehid, keton, alkol, alkil, karbonhidrat, eter, aromatik, halojenür gibi grupların hangileri olduğu ve organik molekülde ne şekilde yerleşmiş oldukları saptanır.

**7- Şüphelenilen maddeye ait özel reaksiyonlar uygulanır**

**8- Kromatografik ayırımına bakılır**

### **VOLUMETRİK ANALİZLER (Titrimetri)**

Bir çözeltildeki madde miktarının konsantrasyonunun, ağırlığı veya hacmi bilinen ve ölçümü yapılacak madde ile belirli bir kantitatif reaksiyon verebilen başka bir çözelti (standart çözelti, titrasyon çözeltisi) yardımıyla tayini esasına dayanan analiz yöntemidir. Kimyasal eşdeğerliğe göre, reaksiyona giren madde oranları sabit olduğundan ölçülen madde hacmi belli ise bu çözeltildeki madde miktarının konsantrasyonu standart çözeltinin harcanan hacmi ölçülerek bulunabilir.

## **Volümetrik Analiz Yöntemlerinin Sınıflandırılması**

1. İyonik reaksiyonlara dayanan yöntemler a) Nötralizasyon reaksiyonları b) Çökeltme reaksiyonları c) Yükseltgeme-İndirgeme reaksiyonları d) Kompleks oluşum reaksiyonları Kompleksometri

2. Elektron transferine dayalı yöntemler Bir redoks olayının gerçekleştiği reaksiyonlardır. a) Manganimetri: İyodometri: Bromometri: Serimetri:

## **FİZİKOKİMYASAL YÖNTEMLER**

Bazı ilaçların miktar tayinini yaparken uygulanan titrimetrik reaksiyonlarda, reaksiyonun bitiş noktasının tayininde renk değişiminin ve çökelti oluşumunun saptanması olanaksızdır. Böyle durumlarda fizikokimyasal yöntemlere başvurulur. Bu yöntemler, herhangi bir titrimetrik yöntemde dönüm noktası tayininde kullanılmalarının yanısıra, doğrudan miktar tayini yöntemi olarak da kullanılırlar. Fizikokimyasal yöntemleri iki grup altında incelemek mümkündür.

**ELEKTROANALİTİK YÖNTEMLER:** Maddenin elektriksel özelliklerinin (akım, gerilim, iletkenlik), madde türüne ve konsantrasyonuna bağlı olarak değişmesidir. Örneğin; pHmetre, iyon seçici elektrotlar, voltametri, kondüktometri ile yapılan ölçümler gibi. Titrasyon sırasında çözeltilerde değişen bir özelliğin saptanmasıyla reaksiyonun bitiş noktası tayin edilir. a.

Potansiyometri: Çözeltiye daldıran iki elektrot arasındaki gerilim farkının her ayarlı çözelti ilavesinden sonra ölçülmesi esasına dayanır. b. Kondüktometri: Titre edilen çözeltinin iletkenliğindeki değişmelerin incelenerek reaksiyonun bitiş noktasının tayinine dayanmaktadır. c. Kulometri: Titrasyonda kullanılan ayarlı çözeltinin elektrolizle oluşturularak titre edilen maddeyle reaksiyon vermesinden yararlanır. d. Polarografi: Elektroaktif maddelerin elektrolizi sonucu oluşan akımın ölçülmesi esasına dayanır.

## **Potansiyometrik Titrasyonlar**

Bir metal kendi iyonlarını içeren bir çözeltiye daldırıldığında, metal ile çözelti arasında bir elektriksel gerilim meydana gelir. Oluşan bu gerilim ile iyon konsantrasyonu arasındaki ilişki "Nerst denklemi" ile verilir.  $E = E^0 - \frac{RT}{nF} \ln \frac{C_{M^{+n}}}{C_{M}}$  Gerilim R: Gaz sabiti T: Sıcaklık (Kelvin) K: Sabit F: Faraday sabitesin: Redoks olayına katılan elektron sayısı  $C_{M^{+n}}$ : Yüğü +n olan metal iyonunun konsantrasyonu