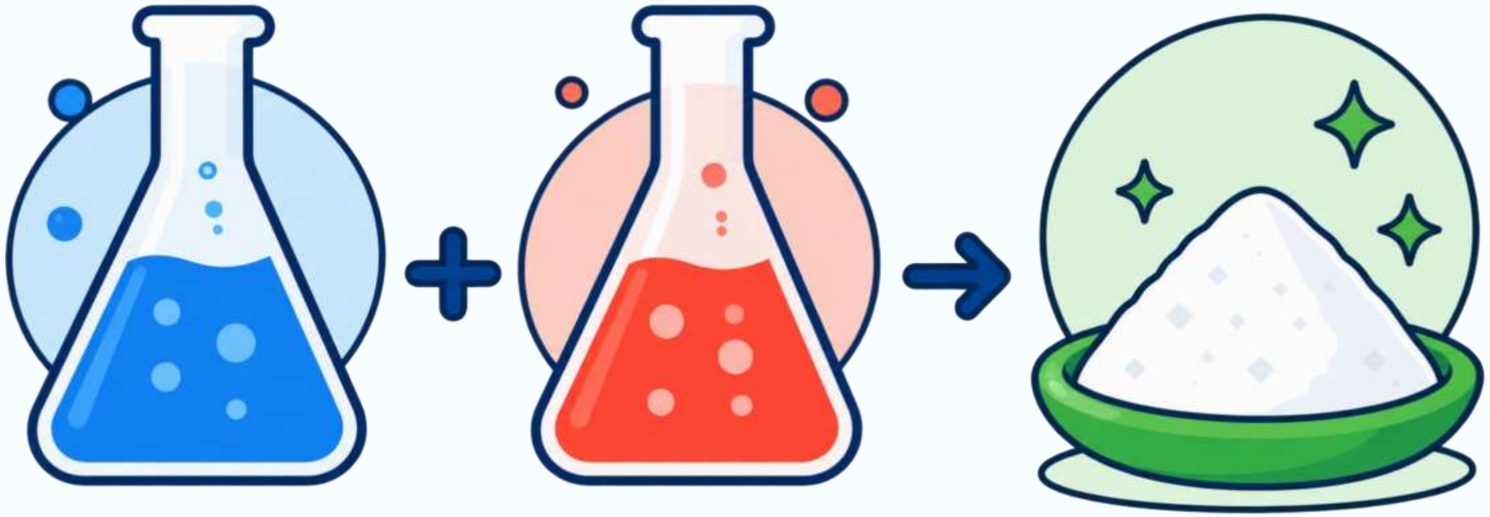
3-дәріс

ТАЛДАУДЫҢ ХИМИЯЛЫҚ ӘДІСТЕРІ. КОМПЛЕКСОНМЕТРЛІК ӘДІС ПЕН СУЛЫ ЕМЕС ОРТАЛАРДА ҚЫШҚЫЛДЫҚ-НЕГІЗДІК ТИТРЛЕУ ӘДІСІ

Дәріскер: х.ғ.д., профессор Жумагалиева Ш.Н.

МАҚСАТЫ

Дәрілік заттардың сапасы, құрамы және тазалығын анықтауда қолданылатын химиялық талдау әдістерінің маңызын қарастыру, соның ішінде комплексонметрлік әдіс пен сулы емес ортадағы қышқылдық-негіздік титрлеудің принциптерін, ерекшеліктерін және қолданылу аясын түсіндіру.



ЖОСПАР

01 **Комплексонметрлік әдіс** (Комплекстүзгіш титрлеу). Әдістің жалпы сипаттамасы:Әдіс процесінің кезеңдері.

02 Комплексонметрлік әдістің артықшылықтары. Қолдану мысалдары.

03 Сулы емес орталарда қышқылдық-негіздік титрлеу әдісі
Әдістің жалпы сипаттамасы.

04 Негізгі ерекшеліктері. Қолдану салалары. Қорытынды

КОМПЛЕКСОНМЕТРЛІК ӘДІС (КОМПЛЕКСТҮЗГІШ ТИТРЛЕУ)

бұл химиялық титрлеу әдісі, ол металл иондарының концентрациясын анықтау үшін қолданылады. Бұл әдіс кешен түзгіш реагенттерді (көбінесе ЭДТА – этилендиаминтетраацетат қышқылы) қолдануға негізделген, ол металл ионымен берік кешендер түзеді. Комплексонметрлік титрлеу әдісі әртүрлі салаларда, соның ішінде фармацевтикада, металлургияда, су және азық-түлік өнімдерінің сапасын анықтауда қолданылады.



Комплексонометрлік титрлеудің әдіс процесінің кезеңдері

1 Дайындық

Ерітіндідегі металл ионының концентрациясын анықтау үшін ерітіндіні дайындау қажет. Металл иондарын анықтау үшін кейбір жағдайларда алдын ала өңдеу талап етілуі мүмкін.

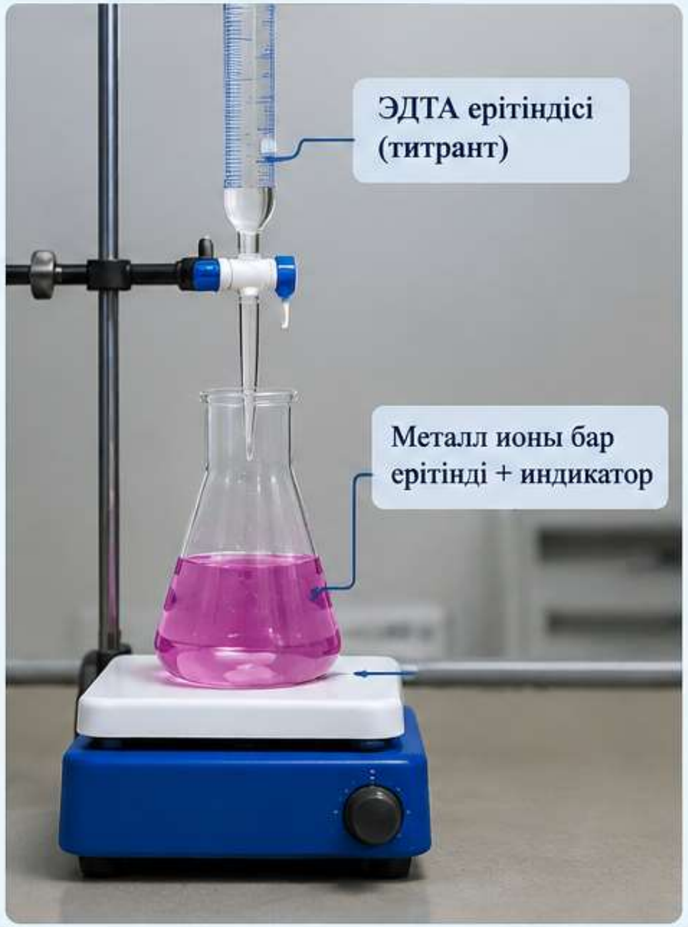


Құралдар мен реагенттер:

- Зерттелетін ерітінді
- ЭДТА ерітіндісі
- Буферлік ерітінді (pH реттеу)
- Индикатор (эриохром қара Т)

2 Титрлеу процесі

Белгілі концентрациядағы ЭДТА ерітіндісін металл ионы бар ерітіндіге қосады. ЭДТА металл ионымен біртіндеп реакцияға түсіп, комплекс түзеді.



3 Индикатор қосу

Металл иондарының бар екенін көрсету үшін индикатор қолданылады. Мысалы, эриохром кара Т индикаторы кальций немесе магний иондарымен көк түске боялады. Титрлеу кезінде ЭДТА барлық металл иондарын байланыстырып алған кезде, индикатордың түсі өзгереді, бұл **титрлеудің соңғы нүктесін көрсетеді.**

Түстің өзгеруі (мысал: Ca^{2+}, Mg^{2+})



Индикатор қосылғанға дейін (металл ионы бар кешен)

Титрлеу соңында (металл иондары барлығы байланысқан)

Нәтиже:
Индикатор түсінің өзгеруі – титрлеудің соңғы нүктесі.

1.1 Орта (pH деңгейі)

Комплексонометрлік титрлеу кезінде ерітіндінің pH деңгейі өте маңызды рөл атқарады, себебі әртүрлі металл иондары әртүрлі pH деңгейлерінде комплекстер түзе алады.

Көбінесе металл-ЭДТА кешендері қалыптасуы үшін әлсіз сілтілік орта қажет (pH 8–10). pH деңгейін тұрақтандыру үшін буферлік ерітінділер қолданылады.





Металл иондары үшін қажетті pH

Ca^{2+} Mg^{2+}

Кальций және магний иондарын титрлеу кезінде pH **10** шамасында тұрақтандыру қажет.

pH ≈ 10

Zn^{2+} Cu^{2+}

Мырыш немесе мыс сияқты металл иондары үшін **әлсіз қышқыл** орта қажет болуы мүмкін.

pH ≈ 5–6

Буферлік ерітінділер

pH деңгейі	Қолданылатын буфер
≈ 10	Аммиак аммоний буфері (NH_3/NH_4^+)
≈ 5–6	Ацетат буфері (CH_3COOH/CH_3COO^-)

Маңызды!

- ✔ pH дұрыс таңдалмаса, кешеннің тұрақтылығы төмендейді.
- ✔ Буферлік ерітінді орта pH-ты тұрақтандырады.
- ✔ Бұл әдіс металл иондарының толық комплекстенуін қамтамасыз етеді.

Индикатор қолдану

Титрлеу кезінде эквиваленттік нүктені анықтау үшін индикаторлар қолданылады. Бұл индикаторлар металл иондарымен байланысып, түрлі түстер береді. Индикатор кешен түзілген кезде түсін өзгертеді, бұл титрлеудің соңғы нүктесін анықтауға мүмкіндік береді.

- **Эриохром қара Т** – бұл ең жиі қолданылатын индикатор, ол кальций мен магний иондарына тән және қызыл-күлгін түстен көк түске ауысқанда эквиваленттік нүкте анықталады.



- **Мурексид** – бұл кальций иондарын анықтауда қолданылатын тағы бір индикатор.



ЭДТА ерітіндісінің концентрациясы

Титрант ретінде қолданылатын ЭДТА ерітіндісі дәл концентрацияда дайындалуы керек. Көбінесе 0,01-0,1 моль/л ЭДТА ерітінділері қолданылады. ЭДТА барлық металл иондарымен тұрақты 1:1 қатынаста комплекстер түзеді, сондықтан титрлеу кезінде эквиваленттік нүктені нақты анықтауға болады.



Комплексонметрлік әдістің ерекшеліктері

Жоғары селективтілік

Бұл әдіс тек белгілі бір металл иондарына жоғары сезімтал. Әрбір металл ионы белгілі бір pH деңгейінде ең тұрақты кешендер түзеді, сондықтан басқа иондар титрлеуге әсер етпейді.

Көптеген металл иондарын анықтау мүмкіндігі

Комплексонметрлік әдіс әртүрлі металл иондарын анықтауға мүмкіндік береді. Мысалы, бір сынамада бір уақытта кальций мен магний иондарының концентрациясын анықтауға болады.

Буферлік ерітінділердің қолданылуы

pH деңгейін дәл бақылау үшін буферлік ерітінділер пайдаланылады. Әр металл үшін әртүрлі буферлер қолданылады:

Кальций мен магний үшін аммоний буфері (pH 10),

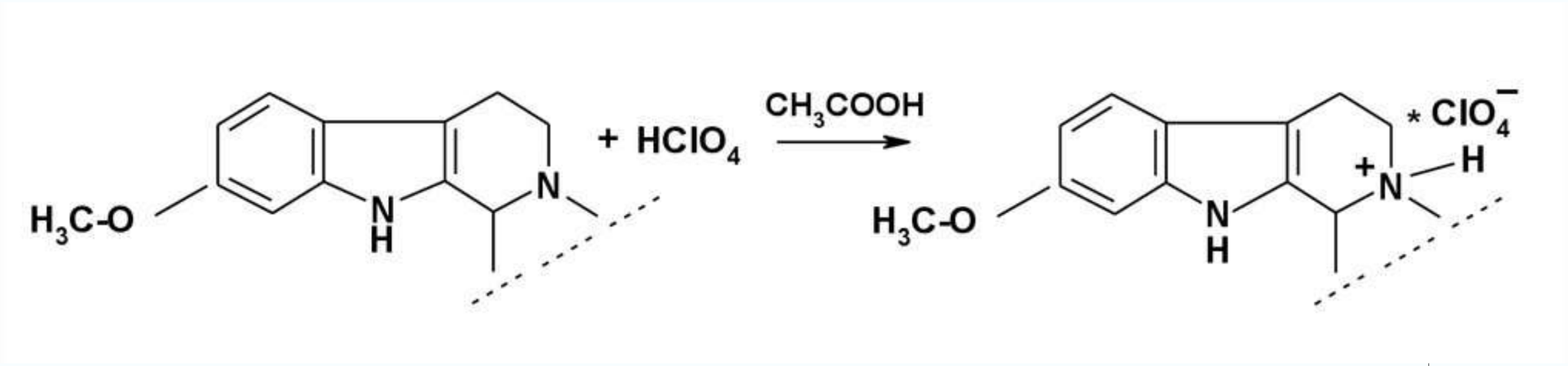
Мырыш үшін ацетатты буфер (pH 5-6).

Жылдам және тиімді әдіс

Бұл әдісте реакцияларды жүргізу үшін көп уақыт талап етілмейді, ал эквиваленттік нүкте түс өзгеруі арқылы оңай байқалады.

СУЛЫ ЕМЕС ОРТАЛАРДА ҚЫШҚЫЛДЫҚ-НЕГІЗДІК ТИТРЛЕУ ӘДІСІ

Бұл әдіс суға нашар еритін немесе судағы қасиеттері толық көрінбейтін қосылыстарды талдауға арналған. Сулы емес еріткіштер (мұзды сірке қышқылы, ацетон, метанол және т.б.) қолданылғанда дәрілік заттардың қышқылдық-негіздік қасиеттері жақсы анықталады.



Сулы емес орталарда қолданылатын еріткіштер:

Мұзды сірке қышқылы: әлсіз негіздер мен қышқылдардың реакциясын зерттеу үшін.



Ацетон және метанол: органикалық қосылыстардың қасиеттерін зерттеу үшін





КОМПЛЕКСОНМЕТРЛІК ЖӘНЕ СУЛЫ ЕМЕС ҚЫШҚЫЛДЫҚ-НЕГІЗДІК ТИТРЛЕУ ӘДІСТЕРІН САЛЫСТЫРУ

- Комплексонметрлік әдіс металл иондарын зерттеуге тиімді болса, сулы емес ортадағы титрлеу дәрілік заттардың қышқылдық және негіздік қасиеттерін анықтауда қолданылады.
- Комплексонметрлік титрлеу металл иондарымен кешендер түзуді зерттейтін әдіс ретінде кеңінен танымал. Металл иондарының мөлшерін дәл анықтауға мүмкіндік береді.
- Сулы емес орталардағы титрлеу органикалық заттарды талдауда, суда ерімейтін немесе әлсіз еритін заттарды зерттеуде өте қолайлы.

1 Дәрілік заттарды анықтау

Суда нашар еритін дәрілердің қышқылдық-негіздік қасиеттерін зерттеу үшін қолданылады.



Мысал:
Суда нашар еритін дәрілердің қышқылдық-негіздік қасиеттерін анықтау (парацетамол, ибупрофен және т.б.).

2 Органикалық қосылыстарды талдау

Диссоциация дәрежесін және басқа да маңызды химиялық қасиеттерді бағалау үшін қолданылады.



Қолданылатын объектілер:
- органикалық қышқылдар
- негіздер
- дәрілік заттардың туындылары
- полярлық қосылыстар

3 Фармацевтикадағы зерттеулер

Жаңа дәрілік формаларды немесе дәрілердің химиялық құрамын зерттеу үшін қолданылады.



Мысал:
Жаңа дәрілік формалардың стабильдігін, тазалығын және құрамын анықтау (анализ, бақылау).

ҚОРЫТЫНДЫ



Комплексонметрлік титрлеу металл иондарын комплекс түзуші реагенттермен, негізінен ЭДТА-мен әрекеттестіруге негізделеді. Бұл әдісте ортаның pH-ы, индикатордың табиғаты, титранттың концентрациясы және реакцияның селективтілігі талдау нәтижесінің дәлдігіне тікелей әсер етеді. Әдіс кальций, магний, мырыш, мыс және басқа да металл иондарының мөлшерін анықтауда маңызды.

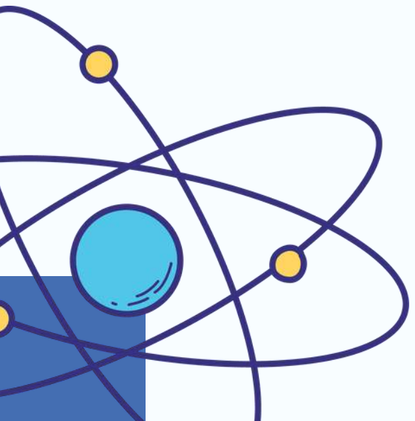
Ал сулы емес ортадағы қышқылдық-негіздік титрлеу суда нашар еритін немесе сулы ортада қышқылдық-негіздік қасиеттері толық байқалмайтын дәрілік заттарды анықтауға мүмкіндік береді. Еріткішті дұрыс таңдау арқылы әлсіз қышқылдар мен әлсіз негіздердің иондану дәрежесін арттырып, олардың титрленуін және эквиваленттік нүктесін дәлірек анықтауға болады.





ПАЙДАЛАНЫЛҒАН ӘДЕБИЕТТЕР ТІЗІМІ

1. **Jeffery G.H., Bassett J., Mendham J., Denney R.C.** *Vogel's Textbook of Quantitative Chemical Analysis*. – 5th ed. – Longman Scientific & Technical, 1989. Комплексонметрлік титрлеу, EDTA, индикаторлар, pH және титрлеу жағдайлары қарастырылған.
2. **Skoog D.A., West D.M., Holler F.J., Crouch S.R.** *Fundamentals of Analytical Chemistry*. – 9th ed. – Cengage Learning, 2014.→ Аналитикалық химияның теориясы және комплекс түзу реакцияларына негізделген титрлеу әдістері.
3. **Beckett A.H., Stenlake J.B.** *Practical Pharmaceutical Chemistry*. – Part I & II. – Athlone Press.→ Фармацевтикалық заттарды химиялық талдау және дәрілік заттардың сандық анықталуы. Бұл кітап фармацевтикалық талдау курстарында ұсынылатын негізгі әдебиеттердің бірі ретінде көрсетіледі.
4. **Watson D.G.** *Pharmaceutical Analysis: A Textbook for Pharmacy Students and Pharmaceutical Chemists*. – Elsevier.→ Сулы емес титрлеу және комплексометриялық титрлеудің фармацевтикалық талдауда қолданылуы нақты қарастырылған.



НАЗАРЛАРЫҢЫЗҒА РАХМЕТ!