

**AZƏRBAYCAN RESPUBLİKASI SƏHIYYƏ NAZİRLİYİ
AZƏRBAYCAN TİBB UNİVERSİTETİ**



**ƏCZAÇILIQDA ANALİTİK CİHAZLAR
FƏNNİ ÜZRƏ**

050806– Əczaçılıq ixtisası üçün

TƏDRİS PROQRAMI

BAKİ – 2023

Tərtib edənlər:

«Əczaçılıq toksikologiyası və kimya»
kafedrasının əməkdaşları:

Professor Qarayev Eldar Abdulla oğlu

İmza _____

Dosent Hüseynova Nazilə Sadıx qızı

İmza _____

Baş müəllim Paşayeva Sara Ağakəşi qızı

İmza _____

Rəy verənlər:

- 1.
- 2.

GİRİŞ

Əczaçılığın müxtəlif sahələrində aparılan analizlərin yerinə yetrilməsində istifadə olunan üsullardan biri və ən əhəmiyyətli xromatoqrafiya hesab olunur. Ümumiyyətlə xromatoqrafiya müasir və daim inkişafda olan ən əhəmiyyətli analitik üsul kimi nəinki əczaçılıqda, eyni zamanda bir çox sahələrdə müvəffəqiyyətlə istifadə olunur. Elə bir analitik laboratoriya yoxdur ki, orada xromatoqrafiyanın hansısa bir növündən istifadə edilməsin. İstər analitik, istərsə də preparativ məqsədlərlə xromatoqrafiya üsulları elmi və təcrübi laboratoriyalarda öz geniş istifadəsini tapmışdır. Elmi-texniki tərəqqi inkişaf etdikcə xromatoqrafiya üsulları da təkmilləşir və yenilənir. Artıq klassik xromatoqrafiya üsulları yeni müasir üsullarla əvəz edilməkdədir. Belə ki, klassik üsullardan olan kagız xromatoqrafiyası və sütunlu xromatoqrafiya üsulları daha əhəmiyyətli NTX və fləş xromatoqrafiya ilə əvəz olunmuşdur. Öz növbəsində NTX analiz üsulu da YENTX ilə əvəz olunur. QMX-da istifadə edilən doldurulma kolonkalarının yerini kapillyar kolonkalar tutur. UYEMX yavaş-yavaş YEMX üsulunu sıxışdırır. Xromatoqrafiya üsullarına tətbiq edilən hər bir yenilik hansısa əsas göstəricilərin daha əlverişli, üstün olmasına görə əvvəlkindən fərqlənir.

Əczaçılıqda analitik tədqiqatlar bəzən canlı orqanizmdən götürülmüş bioloji nümunələr (saç, dırnaq, qan, sidik) və meyit orqanları üzərində aparılır. Bu nümunələrdə axtarılan maddə və ya onun metabolitinin miqdarı da çox kiçik olur. Odur ki, belə mürəkkəb qarışıqlarda çox kiçik miqdar kimyəvi birləşmənin analizi üçün yüksək bölücülük və həssaslıq qabiliyyətinə malik cihazlara ehtiyac duyulur. Xromatoqrafiyanın müasir variantlarından olan YEMX-MS, QMX-MS və s. belə problemlərin öhdəsindən müvəffəqiyyətlə gəlir.

Spektroskopik analiz üsulları həssaslığına, dəqiqliyinə, sürətinə və analiz nəticələrinin etibarlılığına görə digər analiz üsulları arasında özünəməxsus yer tutur. Spektral analiz maddələrin kimyəvi tərkibinin təyini üsulu kimi formalaşmışdır. İlk dəfə bu alimlər müxtəlif maddələrin spektrlərini müşahidə etməklə kimyəvi analizin mümkünlüyünü qeyd etmişlər. Xeyli sonra isə spektral analizin nəzəri əsasları işlənmişdir.

Spektroskopiyanı və eləcə də analitik siqnalın spektrlərini maddənin hansı hissəciyinin yaratması xüsusiyyətinə görə ümumi şəkildə iki yerə ayırırlar: *atom spektroskopiyası* (atom-absorbsion spektroskopiya, atom-emission spektroskopiya, atom-flüoressent spektroskopiya və s.) və *molekulyar spektroskopiya* (optik spektroskopiya, mass-spektrometriya, mikrodalğa spektroskopiyası, rentgen spektroskopiyası, NMR-spektroskopiya, EPR-spektroskopiya və s.). Atom spektroskopiyası nümunənin element tərkibini, molekulyar spektroskopiya isə molekul tərkibini öyrənir. Kimyəvi maddənin vəsfi sübutu zamanı optik spektroskopik (UB-, GS- və İQ-spektroskopiya) və kütlə-spektroskopik analiz üsullarından daha geniş istifadə edilir. Lakin maddələrin tam kimyəvi quruluşunu müəyyən etmək üçün NMR-spektroskopiya üsulu böyük əhəmiyyətə malikdir.

AKTS: 6

Fənnin məqsədi: əczaçılıq fakültəsinin bakalavr pilləsində təhsil alan tələbələrə müxtəlif xromatoqrafik və spektroskopik analiz üsullarının nəzəri əsaslarını izah etmək, bununla yanaşı praktik vərdişləri, tətbiq olunan cihazların iş prinsiplərini öyrətməkdən ibarətdir.

Təhsilalan nəyi bilməlidir:

- Xromatoqrafiya və spektroskopiya üsullarının əczaçılıqda əhəmiyyətini;
- Vəsfi sübut və miqdari təyinatda xromatoqrafiya (NTX, Fləş, QMX və YEMX) üsullarının mahiyyətini;
- Vəsfi və miqdari analiz üçün müasir spektroskopik analiz (UB-, İQ- və NMR-spektroskopiya, MS) üsullarının nəzəriyyələrini
- Tədqiqat zamanı istifadə olunan müxtəlif analiz üsullarının təhlil və sintez edilməsini

- Preparativ xromatoqrafiya üsullarının mənimsənilməsini;

Təhsilalan nəyi bacarmalıdır:

- Təhlükəsiz qaydalarına uyğun olaraq laboratoriyada olan müxtəlif avadanlıq və cihazlarla işləməyi;
- Müstəqil surətdə mövzuya aid internet resurslarından lazımi məlumatların əldə edilməsini və elmi, sorğu ədəbiyyatı ilə işləməyi;
- Analizin planına uyğun müvafiq gələn üsulun növünün müəyyənləşdirilməsi;
- Maddələrin skrining (NTX) analizinin yerinə yetirilməsi;
- Spektrlərin interpretasiyası əsasında maddənin kimyəvi quruluşunun öyrənilməsi;
- Üzvi birləşmənin xarakterik udma zolaqlarını təyin etməklə və onların kütlə spektrlərində fraqmentləri tədqiq etməklə onun kimyəvi strukturunu proqnozlaşdırmaq bacarığı.
- UV və IR udma zolaqlarının tezliklərinə və intensivliyinə təsir edən amilləri təsnif etmək bacarığı

Təhsilalan nəyə yiyələnəlməlidir:

- Əczaçılıqda analitik cihazlar fənninə aid vacib biliklər və praktik vərdislərə;
- Xromatoqrafik və spektroskopik tədqiqatın prinsiplərinə;
- Spektrlərin interpretasiyası əsasında maddənin kimyəvi quruluşunun öyrənilməsi prinsiplərinə;
- Laboratoriyada analizin yerinə yetirilməsi üçün planın qurulmasına;
- Laborator ekspress-analiz üsullarının aparılma prinsiplərinə;

PROQRAM

Nazik təbəqə üzərində xromatoqrafiya (NTX). NTX planar xromatoqrafiya üsullarına aid olmaqla əczaçılıq, tibbi, bioloji və kimyəvi birləşmələrin əsasən vəsfi sübutu və bəzən miqdarı analizində geniş istifadə edilir. NTX ilə yanaşı planar xromatoqrafiyaya KX da aid edilir. Hazırda KX üsulu daha az reaktiv sərf edilməsinə, vaxt qənaətinə, həssaslıq və digər göstəricilərinə görə NTX tərəfindən sıxışdırılmışdır və az hallarda istifadə edilir. Bu üsullarla maddələrin bölünməsi müxtəlif xromatoqrafiya sistemləri ilə yerinə yetirilə bildiyindən adsorbsion, paylayıcı, əks-fazalı, kompleksmələgətirici, ion mübadilə NTX və KX ayırd edilir.

Fləş xromatoqrafiya. Fləş xromatoqrafiya təzyiqlik altında sütunlu xromatoqrafiyanın sürətli növüdür. Fləş xromatoqrafiyada xüsusi kolonkalardan – kartridclərdən həlledici axını yüksək sürətlə keçirilir. Axın sürəti 10 ml/dəq-dən 300 ml/dəq-yə kimi dəyişə bilər. Bu üsul preparativ maye xromatoqrafiya prosesinə sadə və iqtisadi səmərəli yanaşmadır. Fləş xromatoqrafiya üzvi birləşmələrin təmizlənməsi üçün istifadə edilən ən sərfəli və ən sürətli üsul hesab edilir.

Yüksək effektivli maye xromatoqrafiya (YEMX). sütunlu maye xromatoqrafiya üsullarına aid edilməklə qarışıqın komponentlərinin bölünməsi, identifikasiya olunması və miqdarı təyini üçün istifadə edilir. YEMX üsulunda MF kimi istifadə edilən maye təzyiqlik altında SF olan sorbent doldurulmuş kolonkadan ötürülməklə komponentlərin bölünməsi həyata keçirilir. Mahiyyətinə görə YEMX üsulu klassik sütunlu maye xromatoqrafiya üsulunun müasir variantıdır. Analizlərin yüksək sürətlə yerinə yetirilməsi, xromatoqrafiya zonalarının minimal yuyulma dərəcəsinə malik olması, yüksək bölünmə imkanları, termolabil komponentlərin parçalanmadan bölünməsi, prosesin tam avtomatlaşdırılması və s. kimi müsbət xüsusiyyətlər müasir YEMX üsulunu əczaçılıq analizinin bütün sahələrinə tətbiq etməyə şərait yaradır.

Qaz xromatoqrafiya. QX müasir dövrdə ən geniş istifadə edilən analiz üsullarından biridir. Bu ekspress və yüksək həssaslığa malik analitik üsul geniş imkanlara malik olması ilə səciyyələnir. QX-nın iki növü vardır: MF bərk adsorbentdən ibarət QAX və SF bərk adsorbent

üzərinə yaxılmış mayedən ibarət QMX. QAX adsorbsion, QMX isə bölüşdürücü (paylanma) xromatoqrafiyaya aid edilir. QX-nın köməyi ilə praktiki olaraq bütün maddələri, o cümlədən bir-birlərindən qaynama temperaturu cüzi fərqlənən izomerləri də bölmək mümkün olur. Üsulun əhəmiyyətli xassələrindən biri də yüksək həssaslıqla yanaşı sadə olmasıdır. QMX buxarlanma zamanı parçalanmayan müxtəlif tərkibli mürəkkəb maddə qarışıqlarının bölünməsi üçün universal üsul hesab oluna bilər.

UB-spektrofotometriya. Buger-Lambert-Ber qanunu.

İşıq şüasının elektromaqnit spektrinin dalğa uzunluqlarına müvafiq olaraq müəyyən sahələrə ayrılmasına əsaslanaraq spektrofotometriyanın üç növü: infraqırmızı, görünən və ultrabənövşəyi sahələrdə spektrofotometriya vardır. Ultrabənövşəyi və görünən sahələrdə molekulların elektron spektrləri, infraqırmızı sahədə isə rəqs edən spektrlər özünü göstərir. 200-400 nm arası sahədə ultrabənövşəyi spektrləri, 400-700 nm arası sahədə görünən spektrləri, 700-30000 nm arası sahədə isə infraqırmızı spektrləri ölçmək mümkündür. Spektrin ultrabənövşəyi və görünən sahələrində təyinatlar müəyyən quruluş xüsusiyyətlərinə malik maddələr üçün tətbiq edilə bilər.

İşıq şüasının mühitdən keçərkən intensivliyinin dəyişməsi ilə həmin mühitdə olan maddələrin qatılığı arasında əlaqə - qanunauyğunluq mövcuddur ki, bu da Buger-Lambert qanunu adlanır. Bu qanunauyğunluq təcrübə cəhətdən Pyer Buger (1729), nəzəri cəhətdən isə İohann Henrix Lambert (1760) tərəfindən əsaslandırılmışdır. Sonradan işıq şüası intensivliyinin azalma səbəblərindən biri kimi işıq şüası keçən məhlul qatının qalınlığı da A.Ber (1852) tərəfindən aşkar edildi və həmin qanun ümumiləşdirilərək adsorbsion spektroskopiyasının əsas qanunu: Buger-Lambert-Ber qanunu adlandırıldı. Buger-Lambert qanununa nisbətən Ber qanunu universal deyildir. Ber qanunundan kənara çıxmalar məhlullardakı molekul daxili qarşılıqlı təsirlə əlaqədardır.

İQ-spektroskopiya. İQ-spektroskopiyasının köməyi ilə molekulda olan müxtəlif funksional qruplar tez və dəqiq təyin olunur: karbonil, karboksil, hidroksil, birli-, ikili-, üçlü amid və aminlər, sian və s. Həmçinin molekulun doymamış rabitəyə malik hissələrini (ikiqat və üçqat rabitələr, aromatik hissələr və s.) dəqiq müəyyən etmək mümkün olur. İQ-spektroskopiya molekul daxili və molekullararası qarşılıqlı əlaqələri də öyrənməyə imkan yaradır.

İQ spektr maddə tərəfindən $10000-100 \text{ sm}^{-1}$ tezlik intervalında udulan və ya buraxılan (%) işıq seli ilə onun ν - tezlik (sm^{-1}) və ya λ - dalğa uzunluğundan (mkm , sm^{-1}) asılılığının qrafik təsviridir. Başqa sözlə, İQ spektr udulan şüa enerjisinin molekulun titrəyiş enerjisinə çevrilməsini əks etdirir. Bu şüalanma kvantlanmışdır və titrəyiş enerjisində baş verən hər dəyişiklik çoxsaylı diskret enerji dəyişikliyi ilə müşayiət olunduğu üçün İQ spektrdə xətlər deyil zolaqlar təsvir edilir. İQ spektrdə görünən hər bir zolaq maddənin kimyəvi quruluşundakı hər hansı funksional qrupa məxsusdur ki, bu piklərdən toksikoloji kimyada zərərli maddələrin vəsfi sübutu üçün istifadə edilir.

NMR-spektroskopiya. Nüvə maqnit rezonansı (NMR) molekulun xüsusiyyətlərini maqnit sahəsində onu təşkil edən atom nüvələrinin radiotezlikli dalğalar təsirindən elektromaqnit enerjini rezonans udmaları nəticəsində öyrənən üsuldur. Başqa sözlə, NMR-spektroskopiya radiotezlikli dalğaların təsirindən atom nüvələrində baş verən enerji səviyyə keçidlərini qeyd edir.

NMR-in köməyi ilə üzvi birləşmələrin kimyəvi quruluşlarını, o cümlədən maddələrin birincili, ikincili və mütləq quruluşlarını, molekulların konformasiya vəziyyətlərini, reaksiyaların getmə mexanizmlərini və s. təyin etmək mümkün olur.

Kütlə spektroskopiyası. Kütlə spektroskopiyası (MS) üsulu tədqiq edilən kimyəvi birləşmənin ion şəklində keçirildikdən sonra qaz fazasında əmələ gələn müsbət və mənfi ion kütlələrinin (m) yükə (z) nisbətində (m/z) görə öyrənilməsinə əsaslanır.

Çoxatomlu molekulların ionlaşması mürəkkəb prosesdir və müxtəlif növ ionların (molekulyar, fraqmentasiya, qəlpə və qrup yerdəyişmə) əmələ gəlməsi ilə nəticələnir. Molekulyar ion və ya ana ion M^+ (və ya M^+) molekulun elektron itirməklə ionlaşması nəticəsində yaranır. Fraqmentasiya ionları isə molekulun parçalanması nəticəsində yaranır. Qəlpə ionlar rabitələrin qırılması məhsuludur. Qrup yerdəyişmə ionları rabitələrin qırılması ilə yanaşı ilkin molekul

ilə birbaşa əlaqədar olmayan atom və ya qruplar arasında yeni rabitələrin yaranması ilə xarakterizə olunur.

MS detektor həm sərbəst şəkildə, həm də xromatoqrafa (YEMX, QX, kapilyar elektroforez və s.) birləşdirilməklə hibrid analitik cihazlar şəklində bölünən ionların kütlələrinin yükə nisbətini (m/z) ölçməklə qeydiyyat aparır.

**Əczaçılıq fakültəsi üzrə IV kurs tələbələri üçün “Əczaçılıqda analitik cihazlar”
fənnindən mühazirələrin mövzu planı**

| № | Mövzular | Saat |
|----------|---|-------------|
| 1 | Xromatoqrafiya haqqında ümumi məlumat və xromatoqrafiyanın inkişaf tarixi. Xromatoqrafiya üsullarının təsnifatı. Xromatoqrafiya nəzəriyyələri. | 2 |
| 2 | Nazik təbəqədə xromatoqrafiya üsulunun nəzəri əsasları. Xromatoqrafik bölünmənin fiziki-kimyəvi əsasları. | 2 |
| 3 | Preparativ xromatoqrafiyanın nəzəri əsasları. Sütünlü və fləş xromatoqrafiya. Mərkəzdənqaçma paylanma xromatoqrafiyası. | 2 |
| 4 | Yüksək effektiv maye xromatoqrafiya üsulunun nəzəri əsasları və əczaçılıqda tətbiqi. Detektorların növləri. Preparativ yüksək effektiv maye xromatoqrafiya üsulu. | 2 |
| 5 | Qaz xromatoqrafiyasının nəzəri əsasları və əczaçılıqda tətbiqi. Kolonka və detektorlara qoyulan tələblər. Detektorların növləri. | 2 |
| 6 | Spektroskopiyanın nəzəri əsasları. Spektroskopik analiz üsullarının əczaçılıqda tətbiqi. Absorbsion spektroskopiya istifadə edilən göstəricilər. Molekulyar absorpsion spektroskopiya nəzəriyyəsi | 2 |
| 7 | UB -və GS – spektroskopiya. Əsas prinsip və qanunlar. Buger-Lambert-Ber qanunu | 2 |
| 8 | İQ-spektroskopiyanın nəzəri əsasları. Furiye İQ-spektroskopiya. Əksolunma İQ-spektroskopiyası. | 2 |
| 9 | NMR-spektroskopiyanın nəzəri əsasları. ^1H NMR spektroskopiyası. ^{13}C NMR spektroskopiyası. İkiölçülü (2D) NMR spektroskopiya | 2 |
| 10 | Kütlə-spektroskopiyanın nəzəri əsasları. Mass-spektrometrin iş prinsipi. Neytral hissəciklərin və ionların stabilliyinin qiymətləndirilməsi | 2 |

Cəmi: 20 saat

**Əczaçılıq fakültəsi üzrə IV kurs tələbələri üçün “Əczaçılıqda analitik cihazlar”
fənnindən təcrübi məşğələlərin mövzu planı**

| № | Mövzular | Saat |
|----------|--|-------------|
| 1 | Nazik təbəqədə xromatoqrafiya üsulunun yerinə yetirmə texnikası. Sorbentlər, elyuentlər və deteksiya. Bir- və ikiölçülü NTX. Selektivlik. Xətalər. | 6 |
| 2 | Nazik təbəqədə xromatoqrafiya üsulunun variantları. Miqdarı təyinat. Skrining analiz. | 6 |
| 3 | Sütünlü və fləş xromatoqraflarının iş prinsipləri. Fləş xromatoqrafların növləri. | 6 |

| | | |
|----|--|---|
| 4 | Yüksək effektiv maye xromatoqraf cihazının iş prinsipi. Preparativ Yüksək effektivli maye xromatoqrafın iş prinsipi, kalibrləmə qrafikinə qurulması. | 6 |
| 5 | Yüksək effektiv maye xromatoqrafiyada optimal analitik şəraitin tapılması. Miqdarı təyinat. | 6 |
| 6 | Qaz xromatoqrafının iş prinsipi. Detektorların həssaslığı və təyinat həddi. Optimal analitik şəraitin tapılması. | 4 |
| 7 | Spektrofotometr və ya optik spektrometrin iş prinsipi. Buger-Lambert-Ber qanunundan kənar çıxımlar. Digər qayda və prinsiplər. | 4 |
| 8 | Spektrofotometrə udma spektri və optik sıxlıq. Udma spektrinin çəkilməsi və optik sıxlığın ölçülməsi. | 4 |
| 9 | Spektrofotometrə çəkilmiş spektrlərin interpretasiyası, miqdarı təyinatın yerinə yetirilməsi. Məsələ həlli. | 4 |
| 10 | Kollokvium | 4 |
| 11 | İQ spektroskopiyada istifadə olunan cihazlar. Nümunələrin hazırlanması və İQ-spektrlərin çəkilməsi. İQ-spektrlərin interpretasiyası. | 4 |
| 12 | NMR spektroskopiyada signalın qeydiyyatı. Relaksasiya. Kimyəvi sürüşmə. NMR-spektrlər əsasında kimyəvi quruluşun açılması. Məsələ həlli. | 4 |
| 13 | Kütlə-spektroskopiya üsulunda identifikasiya. Spektrlərin interpretasiyası. | 4 |
| 14 | Kombinə edilmiş spektroskopik analiz üsullarında spektrlərin interpretasiyası. Əsas kimyəvi qrupların spektral göstəricilərinin təyini. | 4 |
| 15 | Ümumi sorğu. Yekun dər. | 4 |

Cəmi: 70 saat

Metodiki təminat:

1. Eldar Abdulla oğlu Qarayev, Elnur Eldar oğlu Qarayev. "Xromatoqrafik analiz". Dərslük. Bakı: "Təbib", 2021, 423 s.
2. Eldar Abdulla oğlu Qarayev, Elnur Eldar oğlu Qarayev. "Spektroskopik analiz üsulları". Dərslük. Bakı: "Təbib", 2018, 491 s.

TEXNİKİ TƏCHİZAT:

Praktiki məşğələlər müxtəlif kimyəvi avadanlıq: xromatoqrafik kamera, quruducu şkaf (termostat), sentrifuqa, çiləyici (pulverizator), su buxarı ilə qovma qurğusu, maqnit qarışdırıcı, analitik tərəzi, müxtəlif ölçülü kimyəvi qablar; cihazlar: spektrofotometr, fləş xromatoqraf və s. ilə təchiz olunmuş laboratoriyalarda keçirilir. Fənn üzrə mühazirələr multimedia avadanlıqları (proyektor, ekran və s.) ilə təchiz olunmuş auditoriyalarda keçirilir.

Kağız formatı 60x84 1 / 16
Sifariş . Tiraj 30.

Azərbaycan Tibb Universitetinin
nəşriyyatında çap edilmişdir.
Tel.: (012) 595-55-76