جامعة تكريت

كلية التربية للبنات

قسم الكيمياء

كيمياء التحليل الالي العملي

المرحلة الرابعة

محاضرة

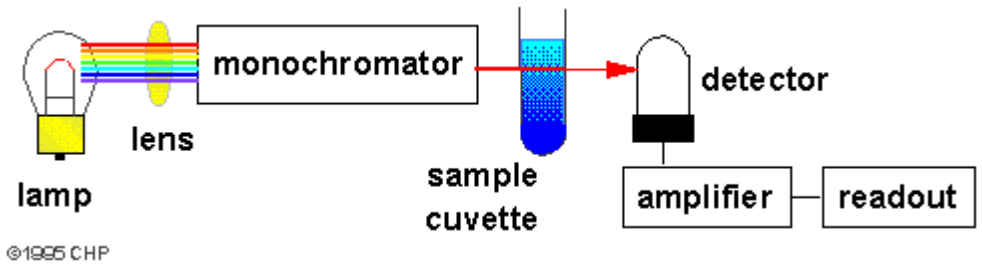
{تقدير عقار Paracetamol طيفيا بواسطة تفاعل الازوتة والاقتران }

مدرس كيمياء تحليلية

مروان ثائر جلال

marwan.analytical@tu.edu.iq

وهو احد انواع التحليل الكمي والذي يعني بتحليل المواد من خلال توظيف الاجهزة المصنعة لهذه الغاية, ويتميز بالحساسية والانتقائية وتكون طرائقها غير تحطيمية و زمن التحليل قصير, ومثال على اجهزة التحليل الالي هو جهاز قياس الاشعة الفوق البنفسجية – المرئية الذي يتكون من الاجزاء الاتية (مصدر طاقة اشعاعية لتزويد اطوال موجية مختلفة – موحد لون لعزل اطوال موجية محددة – خلية النموذج – مكشاف لتحويل الطاقة الضوئية الى اشارة كهربائية – منظومة قراءة لتحويل الاشارة الكهربائية الى اشارة ممكن قراءتها) وتركيب الجهاز هو:-



المحلول القياسي Standard Solution

وهو محلول معلوم التركيز ومضبوط الحجم ويتم من خلاله معرفة تراكيز المواد المجهولة.

المنحني القياسي Calibration Curve

يتم تحضيره من خلال تحضير سلسلة من القناني الحجمية التي تحتوي على تراكيز مختلفة ومتزايدة من المادة المراد قياسها مع محلول صوري واحد , ويتم من خلاله معرفة قيمة الميل والامتصاصية المولارية ودلالة ساندل والنقاط المطاوعة والمنحرفة عن قانون بير–لامبرت وقيمة معامل التقدير R^2 ومعامل الارتباط R.

قانون بير – لامبرت Per – Lambert Law عند

مرور حزمة اشعاع احادي اللون فأن الامتصاص يتناسب تناسبا طرديا مع التركيز بثبوت طول المسار الضوئي , وقد يحصل الانحراف عن قانون بير– لامبرت بسبب عوامل كيميائية تختص بالمادة او عوامل الية تختص بالجهاز او نتيجة سقوط اشعاع متعدد الطول الموجي:

$$A = \varepsilon b c$$

A = الامتصاص

ε = الامتصاصية المولارية (لتر.مول$^{-1}$. سم$^{-1}$)

C = تركيز النموذج (مول/لتر)

b = طول المسار الضوئي(سنتميتر)

$A = \text{Log } I_0 / I$

A= الامتصاص

I_0= الشعاع الساقط

I= الشعاع النافذ

الامتصاصية المولارية Molar Absorptivity

وهي صفة نوعية للمادة ووحدتها (لتر / مول * سم) والقانون كما يأتي:

$$\mathcal{E} = a \times M \times 1000$$

a = الميل.

M = الوزن الجزيئي للمادة المراد تقديرها.

دلالة ساندل Sandal Index

وهي طريقة للتعبير عن الحساسية والقانون كما يأتي:

$$S = M / \mathcal{E}$$

S = دلالة ساندل مايكروغرام . سم$^{-2}$

M = الوزن الجزيئي للمادة المراد تقديرها

ε = الامتصاصية المولارية (لتر.مول$^{-1}$. سم$^{-1}$)

المعادلة الخطية Line equation

وهي العلاقة بين متغيرين ويجب ان تمر بنقطة الاصل.

يتفاعل ايون النتريت (NO_2^-) نتريت الصوديوم في وسط حامضي مع الامين الاروماتي (2,4-dichloro aniline) لتكوين ملح الدايزونيوم, والذي بدوره يتفاعل ويقترن (ازدواج) مع كاشف الاقتران عقار (Paracetamol) وهو المادة المراد تقديرها في وسط قاعدي(Sodium Hydroxide) لتكوين صبغة الازو Yellow Color وعند الطول الموجي 490 nm الذي تعتبر الاساس في طريقة تقدير العقار.

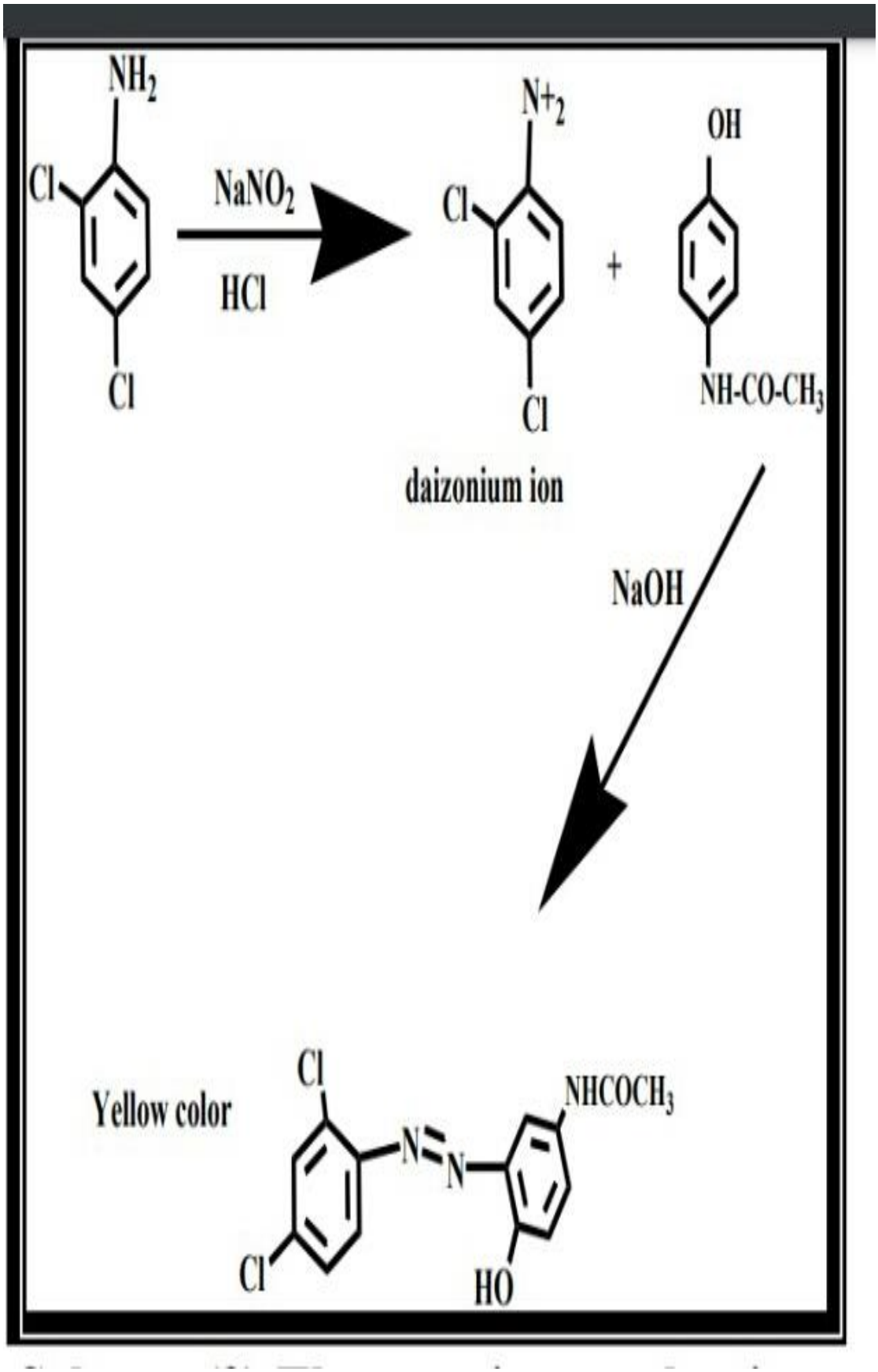
تحضير حامض النتروز :- وسط حامضي مع ايون النتريت في درجة حرارة ($0-5\ ^0C$)

$$H^+ + NO_2^- \xrightarrow{(0-5\ ^0C)} HNO_2$$

تفاعل الازوتة والاقتران يتم بخطوتين هما :-

خطوة الازوتة :- تفاعل امين اروماتي (2,4-dichloro aniline) مع حامض النتروز والناتج هو ملح الدايزونيوم الغير مستقر.

خطوة الاقتران :- يقترن ملح الدايزونيوم الناتج من خطوة الازوتة مع كاشف الاقتران العقار المطلوب تقديره طيفيا(Paracetamol) في وسط قاعدي (Sodium Hydroxide).



طريقة العمل:-

تحضير المحاليل

1- العقار باراسيتامول (Paracetamol (stock solution 1000 ppm :- حضر محلول 1000 مايكروغرام/مل (1000 ppm) من اذابة 0.1 gm. من Paracetamol في قنينة حجمية سعة 100 مل بالماء المقطر.

2- Sodium nitrite (5 x 10^{-3}M):- اذب 0.0863 gm. من المركب بالماء المقطر الى حد العلامة في قنينة حجمية سعة 250 مل.

3- الامين الاروماتي 2,4-dichloro aniline solution (1000 ppm) :- حضر محلول 1000 مايكروغرام/مل (1000 ppm) من اذابة 0.1 gm. من 2,4-dichloro aniline في 10 ml من ethanol ومن ثم اضافة الماء المقطر في قنينة حجمية سعة 100 مل.

4- الوسط الحامضي Hydrochloric acid (BDH) (1M) :- انقل 43 ml من قنينة حفظ المادة Standard تركيزه 11.64 M الى قنينه حجميه سعة 500 ml تحتوي على الماء المقطر.

5- الوسط القاعدي Sodium Hydroxide (1M) :- اذب 4 gm. من المركب بالماء المقطر الى حد العلامة في قنينة حجمية سعة 100 ml.

تحضير محلول العينة Sample Solution

Sample Solution :- The 3.5 ml of paracetamol standard solution (1000µgml-1) and 0.5 ml of 1M Sodium Hydroxide solutions were added to 1.5 ml of of 2,4- dichloroaniline and 1 ml of 1% sodium nitrite and 0.5 ml of 1M HCl were mixed and completed with distilled water to the mark in 10 ml volumetric flask and shake for 2 minutes, with shaking and cooling in ice bath for 2 minute, after 5 minutes the yellow color is completely developed and the absorbance measurement was carried out at a wavelength at 490 nm, against a blank solution prepared in the same method but without paracetamol.

تحضير المحلول الصوري (Blank Solution):- بنفس الطريقة ويحتوي على جميع مكونات المحلول ما عدا المادة المراد تقديرها (Paracetamol).

الحسابات:-

الوزن = التركيز ب ppm * الحجم / 10^6

التركيز ppm= التركيز المولاري*الوزن الجزيئي*1000

التركيز المولاري= التركيز ppm / الوزن الجزيئي*1000

الامتصاصية المولارية: - $\varepsilon = a \times M \times 1000$

a = الميل.

M = الوزن الجزيئي للمادة المراد تقديرها.

دلالة ساندل $S = M / \varepsilon$

S = دلالة ساندل مايكروغرام . سم$^{-2}$

M = الوزن الجزيئي للمادة المراد تقديرها

ε = الامتصاصية المولارية (لتر.مول$^{-1}$. سم$^{-1}$)

المصادر:-

1-طرائق وتقنيات حديثة في التحليل الكيميائي الالي تأليف د. جميل موسى ضباب.

2-التحليل الكيميائي الالي تأليف د. عبدالمحسن عبد الحميد الحيدري.

3- Skoog fundamentals of Analytical Chemistry 2014.

4- *Rafah K. Ahmed* Saud S. Muhammad *Enaas A. Khodaer,* " Spectrophotometric Determination of Paracetamol in bulk and Pharmaceutical Preparations " , Baghdad Science Journal, 2015, volume 12, NO.(2), 317-323.