جامعة تكريت

كلية التربية للبنات

قسم الكيمياء

# كيمياء التحليل الالي العملي

## المرحلة الرابعة

## محاضرة

## {تقدير عقار Methyldopa طيفياً}

مدرس كيمياء تحليلية

مروان ثائر جلال

2024-2023

marwan.analytical@tu.edu.iq

**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** **Beers – 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 محيط حامضي مع الامين الاروماتي (ميتاكلوبرمايد هيدروكلوريد) لتكوين املاح الدايزونيوم، والذي بدوره يتفاعل ويقترن مع عقار ال مثيل دوبا المنشطة في وسط قاعدي لتكوين صبغة الازو برتقالية حمراء اللون وعند الطول الموجي 470 nm الذي تعتبر الاساس في طريقة تقدير العقار.

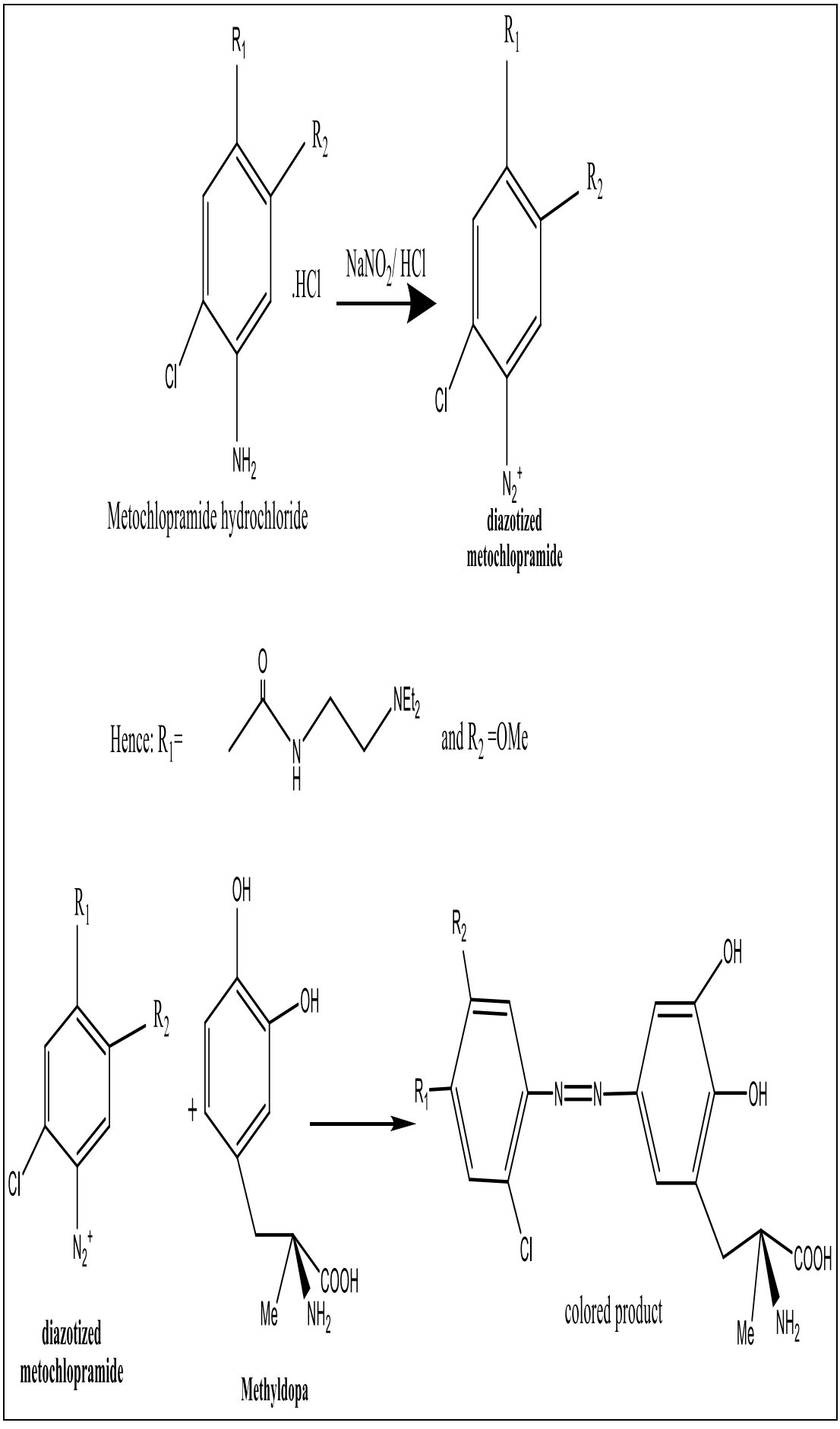
**تحضير حامض النتروز:- وسط حامضي مع ايون النتريت في درجة حرارة (0-5 $^0$C )**

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

## تفاعل الازوتة والاقتران يتم بخطوتين هما:-

**خطوة الازوتة :- تفاعل امين اروماتي ( ميتاكلوبرمايد هيدروكلوريد ) مع حامض النتروز والناتج ملح الدايزونيوم الغير مستقر.**

**خطوة الاقتران :- يقترن ملح الدايزونيوم الناتج من خطوة الازوتة مع كاشف الاقتران العقار المطلوب تقديره طيفيا ( مثيل دوبا ) في وسط قاعدي.**


R1
R2
.HCl
Cl
NH2
NaNO2/ HCl
N2+
Metochlopramide hydrochloride
diazotized
metochlopramide
Hence: R1=
O
NEt2
N
H
and R2 =OMe
OH
Me
COOH
colored product
diazotized
metochlopramide
Methyldopa

## طريقة العمل:-

## تحضير المحاليل

1- العقار مثيل دوبا ( Methyldopa (stock solution 1000 ppm :- حضر محلول 1000 مايكروغرام/مل (1000 ppm) من اذابة 0.1 gm من Methyldopa في قنينة حجمية سعة 100 مل.

2- العقار مثيل دوبا ( Methyldopa (working solution 100 ppm :- انقل 10 ml من محلول العقار مثيل دوبا (1000 ppm) الى قنينة حجمية سعة 100 ml واكمل الحجم الى حد العلامة بالماء المقطر.

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

4- Metochlopramide solution ($5 \times 10^{-3}$M) :- اذب 0.1772 gm من المركب بالماء المقطر الى حد العلامة في قنينة حجمية سعة 100 مل.

5- 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.

6- Sodium acetate (4M) :- اذب 82.03 gm من المركب بالماء المقطر الى حد العلامة في قنينة حجمية سعة 250 مل.

## تحضير محلول العينة Sample Solution

**Sample Solution :-** A 2mL of ($5\times 10^{-3}$ M) metochlopramide was transferred into a series of 25mL calibrated flask. To this solution was added equi-molar of sodium nitrite solution ($5 \times 10^{-3}$ M) and the acidity was adjusted with 2 ml of 1 M hydrochloric acid solution. The solution was shaken thoroughly. Then, an aliquot volumes of 0.25-3.5 ml of a standard solution 100 µg $ml^{-1}$ ($4.2\times10^{-4}$M) of methyldopa was transferred into this series of 25 ml calibrated flasks , 3 ml of 4 M sodium acetate solutions was added and the contents were diluted to the mark with distilled water and mixed well. After 15min, the absorbance of the colored azo - dye was measured at 470nm against the corresponding reagent blank.

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



الحسابات:-

**الوزن = التركيز ب ppm * الحجم / $10^6$**

**التركيزppm= التركيز المولاري*الوزن الجزيئي*1000**

**التركيز المولاري= التركيزppm / الوزن الجزيئي*1000**

**الامتصاصية المولارية:-** $\mathcal{E} = a \times M \times 1000$

**a** = الميل.

**M** = الوزن الجزيئي للمادة المراد تقديرها.

**دلالة ساندل** $S = M / \mathcal{E}$

**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- Mouyed Qassim Al-Abachi , Wasan Abdul Amir Al-Uzri* and Sadeem Subhi Abed, " Batch and Flow-Injection Spectrophotometric Determination of Methyldopa Using Metochlopramide as diazotized Chromogenic Reagent ", Iraqi National Journal of Chemistry,2013, volume 49, 12-24.**