

التقدير الطيفي لبارا-امينوفينول وميتا-امينوفينول في خليطيهما باستخدام الكاشف رباعي سيانواثيلين في المحلول المائي

عمر عبدالحى
قسم الكيمياء / كلية التربية
جامعة الموصل

ضياء نجم الصبحة
قسم الكيمياء / كلية التربية
جامعة الموصل

(NJC)

(تاريخ القبول ٢٠٠٧/٩/٦)

(تاريخ الاستلام ٢٦/١٢/٢٠٠٦)

الخلاصة

يتضمن البحث تطوير طريقة طيفية بسيطة وانتقائية لتقدير بارا-امينوفينول وميتا-امينوفينول كل لوحده وفي خليطيهما. تعتمد الطريقة على تفاعل الكاشف رباعي سيانواثيلين مع هذين المركبين في محلول مائي قاعدي من هيدروكسيد الصوديوم لتكوين ناتجين لهما حزم امتصاصية عند ٣٥٠ نانوميتر لبارا-امينوفينول وعند ٤٦٦ و ٣٥٠ نانوميتر لميتا-امينوفينول. تم مطاوعة قانون بير ضمن تراكيز تتراوح بين ١-٢٤ مايكروغرام/ملتر لبارا-امينوفينول عند ٣٥٠ نانوميتر و ٢-٣٤ مايكروغرام/ملتر لميتا-امينوفينول عند ٤٦٦ نانوميتر. إن تقدير هذين الأمينين في الخليط يعتمد أساسا على قياس امتصاصات هذين المعقدتين باستخدام مجموعتين متماثلتين من المحاليل ولكن كل عند طوله الموجي الأعظم وتحت ظروفه المثلى وبعد حل التداخل الطيفي لبارا-امينوفينول عند ٣٥٠ نانوميتر. إذ بلغت دقة الطريقة (معدل نسبة الاسترجاع) ٩٩,٦٦% و ١٠٠,٥١% لبارا-امينوفينول وميتا-امينوفينول على التوالي بينما كانت توافقية الطريقة (الانحراف القياسي النسبي) أقل من ١,٧% في المزيج.

Abstract

A simple and selective spectrophotometric method is described for the determination of p-aminophenol and m-aminophenol alone and in admixture. The analysis is based on the reaction of tetracyanoethylene reagent with the above amines in basic aqueous solution of sodium hydroxide forming two products having absorption bands at λ_{max} at 350 nm for p-aminophenol and at 466 and 350 nm for m-aminophenol. Beer's law is obeyed in the range of 1-24 $\mu\text{g/ml}$ for p-aminophenol at 350 nm and 2-34nm for m-aminophenol at 466nm. The determination of amines in admixture is mainly depended on the measurement of absorbances of complexes using two identical sets of solutions, each at its λ_{max} and under its respective optimised conditions. The accuracy (average recovery %) are 99.66 % and 100.51 % for p-aminophenol and m-aminophenol respectively with precision (RSD) less than 1.7 % for the two components in admixture.

المقدمة

ثنائي حامض السلفونيك(-8-amino-1-naphthol) وقياس امتصاصه عند طول موجي ٦٤٠ نانومتر بعد ذلك يستخلص البار-امينوفينول المتبقي في الخليط بواسطة حامض الهيدروكلوريك أيضاً ويمزج مع هيدروكسيد الصوديوم ويتفاعل مع ٢،١-نفثوكوينون-٤-حامض السلفونيك وقياس امتصاص الناتج الملون عند ٥٠٠ نانومتر [10]. كذلك تم تقدير البار-امينوفينول عند وجوده كشوائب مع الانيلين وذلك بإذابته في محلول نترات الفضة في وسط عضوي (أسيتون) وقياس امتصاص المحلول المرشح بعد ساعتين عند ٤٠٠ نانومتر، ومعرفة الكمية من المنحني القياسي لمحاليل قياسية تحتوي على كمية ثابتة من الانيلين وكمية متغيرة من البار-امينوفينول. إلا أن هناك تداخلاً يحدث عند وجود الأورثو-امينوفينول في حين لا يتفاعل الميتا-امينوفينول مع نترات الفضة [11]. كذلك تم تقدير البار-فينيلين ثنائي الأمين (p-phenylenediamine) والبار-امينوفينول في خليطهما بواسطة النهايدين وذلك بإضافة الخليط إلى المحلول المنظم من السترات والنهايدين وقياس امتصاصه عند ٥٤٠ نانومتر لتقدير البار-فينيلين ثنائي الأمين و٥٥٥ نانومتر لتقدير البار-امينوفينول [12]. يلاحظ من الطرائق السابقة أنها معقدة وتحتاج إلى كواشف متعددة وعمليات استخلاص واستخدام أجهزة عالية الثمن إضافة إلى عدم وجود طرائق في تقدير البار-امينوفينول وميتا-امينوفينول في خليطيهما.

استخدمت تفاعلات الشحنة المنقلة في تقدير مخاليط ثنائية من بارا وميتا وأورثو-امينوفينول، كمانحات للإلكترونات من نوع n، في المحلول المائي اعتماداً على التباين في الأطوال الموجية لمعقداتهم مع الكلورانييل [13] و٣،٢-ثنائي كلورو-٦،٥-ثنائي سيانو- بارا-

يعتبر البار والميتا-امينوفينول من أهم المركبات الفينولية التي تحتوي على مجموعة أمين أولية حيث أن البار-امينوفينول يتأكسد بسهولة وهذه الميزة تجعله مظهراً في عملية التصوير وحالة انتقالية في تحضير أصباغ الأكسدة خاصة لصبغ الشعر والفراء [1]. كما يستخدم في التقدير الغير مباشر للباراسيتامول نتيجة تحلل الباراسيتامول وتحوله إلى بارا-امينوفينول [2]. كما أن للميتا-امينوفينول استخدامات محددة حيث يستخدم في طلاء الفرو كما وجد انه يستخدم لأكسدة القواعد فضلاً عن استخدامه بشكل رئيسي كمركب وسطي في نواتج تحضير (PAS) (p-aminosalicylic acid) [3].

لقد وصفت القليل من الطرائق التحليلية لتقدير البار والميتا-امينوفينول في بعض المخاليط. حيث تم تقدير بارا وميتا-امينوفينول من خلال التسحيجات الجهدية وذلك عن طريق تفاعلها مع اليودات (Iodate) والبيرويدات (Periodates) في اختزالها إلى اليوديد (Iodide) الذي يسحح ارجاعياً مع ايون الزئبق الثنائي وباستخدام ملغم الزئبق وقطب الكالوميل المشبع [4]. كما تم تقدير بارا وميتا وأورثو-امينوفينول في فضلات المياه باستخدام تقنية كروماتوغرافيا الغاز المزودة بمكشاف الاصطياد الالكتروني (electron capture-GC) [5]. كما أمكن تقدير ميتا و بارا-امينوفينول ومركبات أخرى في أصباغ الشعر باستخدام تقنية كروماتوغرافيا السائل عالي الاداء والسائل عالي الاداء- الطور المعاكس (RP-HPLC) [6-8]. كذلك استخدمت تقنية كروماتوغرافيا السائل (LC) في فصل وتقدير أمينات فينولية وفنيلين ثنائي الأمين في أصباغ الشعر [9]. أمكن تقدير الانيلين والبارا-امينوفينول في الخليط وذلك باستخلاص الانيلين بواسطة حامض الهيدروكلوريك ومزجه في محلول يحتوي نترت وسلفمات الامونيوم وخلات الصوديوم ثم تفاعله مع ٨-امينو-١-نفثول-٦،٣-

بنزوكوينون(DDQ) [١٤] بوصفهما مستقبلا
للإلكترونات من نوع π .

إن التحليل الكمي للمخاليط مشكلة تحليلية
عامة معروفة ومطلوبة البحث فيها على نحو مستمر
وخاصة في الوسط المائي ولاسيما للمركبات
المتشابهة في الصيغة الكيميائية. ونتيجة لقلّة
الطرائق الطيفية المستخدمة لتقدير بارا وميتا-
امينوفينول في خليطيهما فقد كان الهدف من هذا
البحث تطوير طريقة طيفية حساسة وانتقائية
لتقديرهما في المزيج بحيث لا تحتاج إلى عمليات
فصل.

الجزء العملي

الأجهزة المستخدمة

تمت القياسات الطيفية بواسطة جهاز
المطياف ذي الحزمة الواحدة نوع
(Cecil single beam (CE 1021)) واستخدم
جهاز المطياف الضوئي ذو الحزمتين نوع
(Shimadzu UV-210 Double-beam Spectrophotometer)
لرسم الأطياف الامتصاصية. واستخدمت خلايا سيليكات ذات عرض
١ سم. أجريت عمليات التسخين في حمام مائي نوع
(Gallen Kamp) وقيست الدالة الحامضية
للمحاليل باستخدام جهاز الدالة الحامضية نوع
(Philips (PW 9420)) بقطب نوع (CEI 0-12)
ووزنت المواد بميزان حساس نوع (HR- AND 200).

المواد والمحاليل الكيميائية المستخدمة

محلول رباعي سيانواتيلين (TCNE): تم
إعادة بلورته باستخدام الكلوروبنزين وحضر منه
 1×10^{-2} مولاري وذلك بإذابة ٠,٠١٢٩ غم
بالإيثانول المطلق (٩٩-١٠٠%) في قنينة حجمية
سعة ١٠ ملتر وأكمل الحجم بنفس المذيب.

محاليل الأمينات: حضرت محاليل مائية لكل من
ميتا وبارا-امينوفينول بتركيز ١٠٠
مايكروغرام/ملتر.

محلول هيدروكسيد الصوديوم: تم تحضير ~ 3
 0.1×10 مولاري منه وذلك بإذابة ٠,٠٢ غم في قنينة
حجمية سعة ١٠٠ ملتر وأكمل الحجم إلى حد
العلامة بالماء المقطر.

طريقة العمل

تقدير كل من بارا وميتا-امينوفينول

تم أخذ مجموعة قناني حجمية سعة ٢٥
ملتر وأضيف إليها (٠,٢٥-٦,٠٠) ملتر و
(٢,٠٠-٨,٥٠) ملتر بتركيز ١٠٠ مايكروغرام/ملتر
من محاليل كل من بارا-امينوفينول و ميتا-
امينوفينول على التوالي تبعته إضافة ١,٠ و ١,٢
ملتر من محلول هيدروكسيد الصوديوم على
التوالي و ١,٠ ملتر من الكاشف TCNE
بتركيز 1×10^{-2}
مولاري لكل من المركبين أعلاه. خففت المحاليل إلى
حد العلامة بالماء المقطر وقيس الامتصاص عند
الطول الموجي 350 نانومتر لبارا-امينوفينول و
٤٦٦ نانومتر لميتا-امينوفينول وذلك بعد مرور ٥
دقائق عند درجة حرارة المختبر.

تقدير بارا وميتا-امينوفينول في الخليط

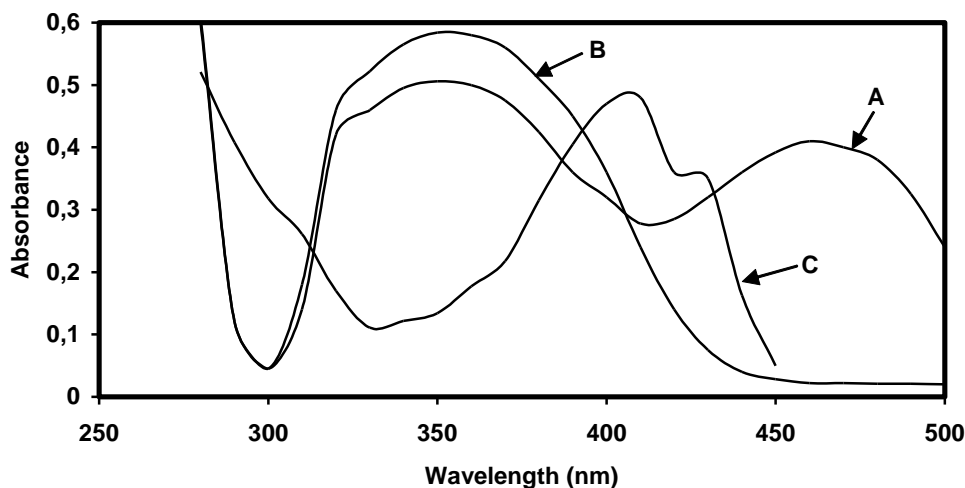
تم أخذ مجموعتين من القناني الحجمية
سعة ٢٥ ملتر وأضيف إليها كميات مختلفة من
ميتا-امينوفينول وبارا-امينوفينول بحيث تقع ضمن
مديات التقدير لها ، وبإتباع طريقة العمل الخاصة
بالميتا-امينوفينول (كما في الفقرة أعلاه) تم قياس
امتصاص إحدى المجموعتين عند الطول الموجي
٤٦٦ نانومتر، أما المجموعة الأخرى فقد تم إتباع
طريقة العمل الخاصة بتقدير بارا-امينوفينول (كما
في الفقرة أعلاه) وقيس الامتصاص عند ٣٥٠
نانومتر.

النتائج والمناقشة

الدراسة التمهيديّة وطيف الامتصاص الابتدائي

امينوفينول مع TCNE اعطى حزمة امتصاصية واحدة بوجود نفس القاعدة عند الطول الموجي ٣٥٠ نانوميتر (شكل ١) لذا تم دراسة الظروف المثلى لتكوين تلك النواتج بغية تقديرهما في خليطيهما.

لقد وجد إن ناتج تفاعل ميتا-امينوفينول مع TCNE يعطي حزمتين امتصاصيتين بوجود NaOH عند الأطوال الموجية ٣٥٠ و ٤٦٦ نانوميتر، في حين وجد إن ناتج تفاعل بارا-



شكل (١): أطياف امتصاص ١ مللتر بتركيز 10×10^{-2} رباعي سيانوأثيلين مع:

A. 1.8×10^{-4} مولاري ميتا-امينو فينول مقابل المحلول الصوري في حجم نهائي ٢٥ مللتر

B. 1.8×10^{-4} مولاري بارا-امينو فينول مقابل المحلول الصوري في حجم نهائي ٢٥ مللتر

C. المحلول الصوري مقابل الماء المقطر.

أضيف ١,٠ مللتر من محلول الكاشف TCNE (1.0×10^{-2} مولاري) ثم أكمل الحجم إلى حد العلامة بالماء المقطر، وقيس الامتصاص عند الأطوال الموجية ٣٥٠ و ٤٦٦ نانوميتر لكل من بارا وميتا-امينوفينول على التوالي مقابل المحلول الصوري عند درجة حرارة المختبر، والجدول (١) يوضح أن ١,٠ و ١,٢ مللتر من هيدروكسيد الصوديوم تعطي أعلى امتصاص عند دالة حامضية ٤,١٢ و ٤,٣٩ في المحلول النهائي لكل من بارا- وميتا-امينوفينول على التوالي في تكوين النواتج النهائية والتي اعتمدت في التجارب اللاحقة.

دراسة الظروف المثلى

تم دراسة تأثير متغيرات مختلفة على شدة امتصاص ناتج التفاعل بغية الوصول إلى أفضل ظروف للتفاعل بين الكاشف (TCNE) وبين بارا وميتا-امينوفينول.

دراسة تأثير كمية هيدروكسيد الصوديوم

تم دراسة تأثير تركيز القاعدة من خلال إضافة كميات متزايدة (٠,٢-٢,٠ مللتر) من محلول هيدروكسيد الصوديوم (5×10^{-3} مولاري) في قناني حجمية سعة ٢٥ مللتر على كمية ثابتة من بارا أو ميتا-امينوفينول (٢٠ مايكروغرام/مللتر) ثم

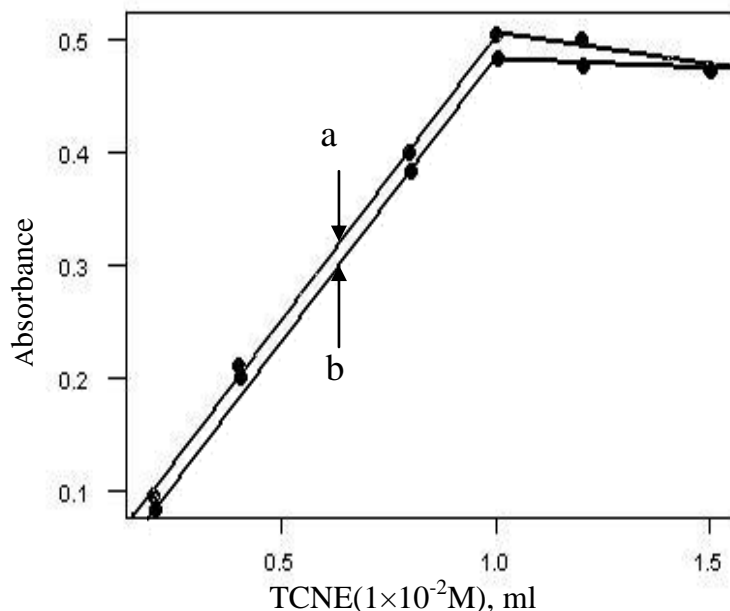
ml of 5×10^{-3} M of NaOH	Absorbance of TCNE with		Final pH	
	p-aminophenol	m-aminophenol	p-aminophenol	m-aminophenol
0.2	0.201	0.211	2.9	2.79
0.5	0.293	0.320	3.11	3.05
0.8	0.477	0.460	3.95	3.85
1.0	0.508	0.472	4.12	3.95
1.2	0.501	0.485	4.39	4.3
1.5	0.495	0.480	0.462	4.6

جدول (١): دراسة تأثير كمية القاعدة على امتصاص ناتج تفاعل (TCNE-امينو فينول)

وبوجود الكمية المثلى من NaOH لكل منهما. وتم قياس الامتصاص عند الأطوال الموجية المحددة لكل منهما مقابل المحلول الصوري. والشكل (٢) يوضح أن الناتج يمتلك أعلى حساسية باستخدام ١,٠ مللتر من الكاشف TCNE لكل من بارا وميتا-امينوفينول.

دراسة تأثير تركيز الكاشف رباعي سيانواثيلين (TCNE)

تم دراسة تأثير تركيز الكاشف TCNE على امتصاص الناتج المتكون بإضافة كميات متزايدة من الكاشف أعلاه (٢,٠-١,٥ مللتر) بتركيز (1×10^{-2}) مولاري إلى كمية ثابتة لكل من بارا-امينوفينول وميتا-امينوفينول (٢٠ مايكروغرام/مللتر)



شكل (٢) تأثير تركيز الكاشف TCNE على امتصاص ناتجه مع (a) بارا-امينوفينول و (b) ميتا-امينوفينول بوجود هيدروكسيد الصوديوم

الصوري بشكل متماثل من الكاشف TCNE ومحلول NaOH عند درجات حرارية تتراوح بين ٠ و ٤٠°م. لقد وجد أن ناتج تفاعل كل من المركبين أعلاه مع TCNE يتكون بأعلى حساسية عند درجة ٢٠°م بعد مرور ٥ دقائق ويبقى ثابتاً لمدة أكثر من ٣٠ دقيقة، بعدها يبدأ اللون بالخفوت تدريجياً (جدول 2). وقد تم اعتماد تلك الدرجة الحرارية والزمن في التجارب اللاحقة.

دراسة تأثير الزمن ودرجة الحرارة على تكوين الناتج واستقراره

تم دراسة تأثير الزمن ودرجة الحرارة على تكوين ناتج تفاعل TCNE مع كل من بارا-امينوفينول وميتا-امينوفينول حيث تم معاملة النموذج الحاوي على الأمين الأروماتي والمحلول

Temp. °C	Absorbance									
	Time (min)							Time (hours)		
	0	5	10	15	20	25	30	1.0	1.5	Overnight
0	-	0.495	0.496	0.495	0.490	0.481	0.461	0.441	0.430	-
20*	0.498	0.502	0.504	0.504	0.504	0.503	0.503	0.498	0.477	0.315
30	-	0.495	0.490	0.481	0.462	0.453	0.451	0.432	0.416	-

جدول(٢): تأثير الزمن ودرجة الحرارة على تكوين الناتج (TCNE-بارا-امينوفينول) واستقراره

بأقصى امتصاص عند ٣٥٠ و ٤٦٦ نانوميتر للبارا- و الميتا-امينوفينول على التوالي، وقد يعزى السبب في ذلك إلى سلوك القاعدة هيدروكسيد الصوديوم كمادة حفازة [15] إضافة إلى رفع الأس الهيدروجيني لخليط التفاعل إلى ١٢,٤ في حالة بارا-امينوفينول و ٣٩,٤ في حالة ميتا-امينوفينول لتكوين الناتج النهائي بأعلى امتصاص، وعليه تم اعتماد الترتيب أعلاه في التجارب اللاحقة. الجدول(٤) يوضح الظروف المثلى التي تم التوصل إليها لتقدير كل من بارا-امينوفينول وميتا-امينوفينول بوساطة الكاشف TCNE.

دراسة تأثير المواد الفعالة سطحياً

تم دراسة تأثير بعض المواد الفعالة سطحياً والمتمثلة بالسيتافلون وصوديوم دوديكايل سلفيت (SDS) وسيتايل بريدينيوم كلورايد (CPC) على امتصاص نواتج تفاعل TCNE مع كل من بارا-امينوفينول و ميتا-امينوفينول. لقد تبين أن لتلك العوامل إما تأثيراً سلبياً على امتصاص تلك النواتج أو تؤدي الى عكسة المحاليل، لذا تم استبعادها في التجارب اللاحقة.

تأثير تسلسل الإضافة

لقد أوضحت النتائج أن الترتيب (II) والموضح في الجدول(٣) هو الملائم لتكوين الناتج

Order of addition	Order No.	Absorbance	
		p-Aminophenol	m-Aminophenol
Aminophenol+ TCNE+ NaOH	I	0.410	0.405
Aminophenol+ NaOH+ TCNE	II	0.425	0.410
TCNE +NaOH+ Aminophenol	III	0.319	0.377
TCNE+ Aminophenol+ NaOH	IV	0.379	0.386

جدول (٣): تأثير تسلسل الإضافة

وفي ما يلي جدول (٤) يوضح الظروف المثلى التي تم التوصل اليها لتقدير كل من بارا-امينوفينول بوساطة الكاشف TCNE

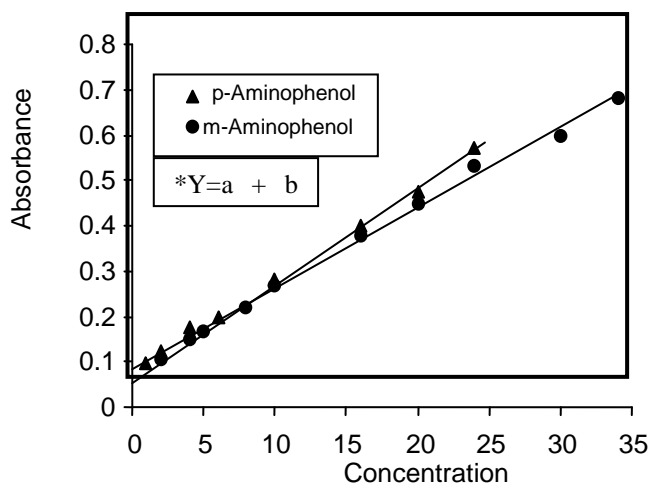
Condition	p-Aminophenol	m-Aminophenol
λ_{max} (nm)	350	466
Temp. (°C)	٢٠	٢٠
Development time (min)	5.0	5.0
Stability period (min)	30	30
NaOH 5×10^{-3} M (ml)	1.0	1.2
TCNE 1×10^{-2} M (ml)	1.0	1.0
Final pH	4.1	4.3

جدول (٤): الظروف المثلى لتقدير كل من بارا وميتا-امينوفينول

التطبيقات التحليلية

عند رسم العلاقة بين الامتصاص والتركيز، (شكل ٣)، تبين مطاوعة قانون بير في حدود تراوحت بين (١-٢٤ مايكروغرام/ملتر) للبارا-امينوفينول و(٢-٣٤ مايكروغرام/ملتر) للميتا-امينوفينول وان هناك انحرافاً سلبياً في حدود التقدير العليا. إذ بلغت قيمة الامتصاصية المولارية $4,074 \times 10^3$ و $3,371 \times 10^3$ لتر.مول^{-١}.سم^{-١}

في حين بلغت دلالة ساندل ٠,٠٢٤ و ٠,٠٣٢٦ مايكروغرام/سم^٢ عند الأطوال الموجية ٣٥٠ و ٤٦٦ نانوميتر لكلا المركبين أعلاه وعلى التوالي. كما وجد أن معامل الارتباط لكل من البارا والميتا -امينو فينول ٠,٩٩٩٢ و ٠,٩٩٩٥ على التوالي مما يدل احصائياً على أن المنحنيات القياسية تمتلك مواصفات خطية ممتازة.



شكل (٣): المنحنيات القياسية لتقدير بارا وميتا-امينو فينول

Compounds	Slope	Intercept	Correlation coefficient
m-aminophenol	0.0191	0.0716	0.9995
p-aminophenol	0.02	0.082	0.9992

* Y=absorbance unit, a=Intercept, b= slope and c= concentration of analyte ($\mu\text{g/ml}$)

الموضحة في جدول (٥) أن الطريقة ذات دقة وتوافقية جيدتين حيث بلغ معدل نسبة الاسترجاع بين ٩٩,٩٩% للبارا-امينوفينول و ٩٩,٩٨% للميتا-امينوفينول وتوافقية أفضل من ٣,٣% لكلا المركبين.

دقة الطريقة وتوافقها

تم فحص دقة الطريقة وتوافقها من خلال حساب نسبة الاسترجاع (% Recovery) والانحراف القياسي النسبي (RSD) باستخدام ثلاثة تراكيز مختلفة لكل مركب أميني وتشير النتائج

Compound	Amount added $\mu\text{g/ml}$	Recovery* %	Average recovery %	R.S.D*
p-Aminophenol	6	99.99	99.99	0.908
	16	100.01		0.033
	24	99.97		0.008
m-Aminophenol	6	99.98	99.98	3.300
	16	99.98		0.260
	24	99.99		0.568

*Average of six determinations.

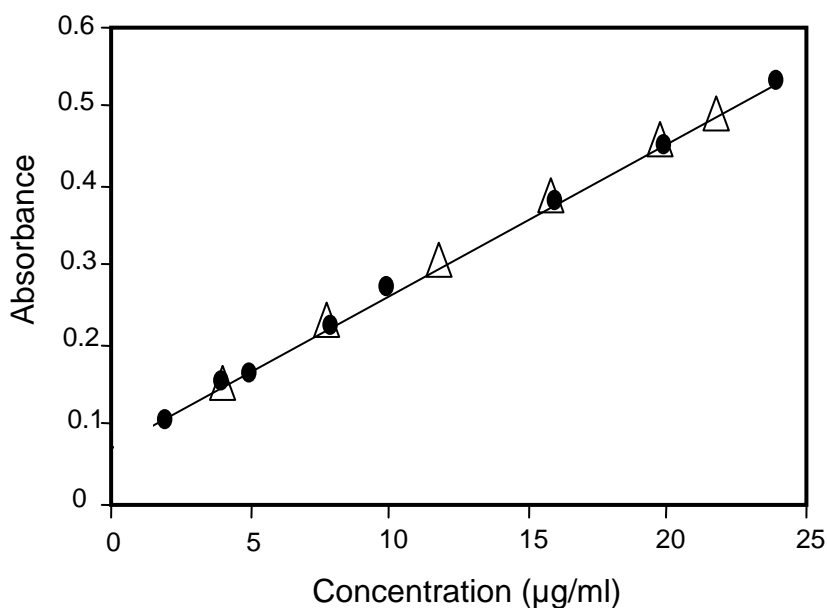
جدول (٥): دقة وتوافقية الطريقة

تقدير بارا وميتا-امينوفينول في الخليط

ذكرنا سابقاً أن الميتا-امينوفينول يعطي حزمتين امتصاصيتين بتفاعله مع الكاشف رباعي سيانواثيلين (TCNE) وبوجود هيدروكسيد الصوديوم عند ٣٥٠ و ٤٦٦ نانوميتر في حين أعطى ناتج تفاعل بارا-امينوفينول مع TCNE حزمة امتصاصية واحدة عند ٣٥٠ نانوميتر (شكل ١). ولغرض التأكد من عدم تداخل البار-امينوفينول في تقدير الميتا-امينوفينول عند الطول الموجي ٤٦٦ نانوميتر تم تقدير الأخير بوجود كمية ثابتة من البار-امينوفينول وكما يأتي:

تم أخذ مجموعة قناني حجمية سعة ٢٥ مللتر وأضيف إليها كميات تتراوح بين (٢-٢٤ مايكروغرام/مللتر) من ميتا-امينوفينول وكمية ثابتة من بارا-امينوفينول (٦ مايكروغرام/مللتر) وتحت الظروف المثلى

للميتا-امينوفينول، جدول (4)، تم قياس امتصاص الناتج مقابل المحلول الصوري عند ٤٦٦ نانوميتر. تم تسقيط الامتصاصات على المنحني القياسي للميتا-امينوفينول لوحده. لقد وجد تطابق تلك الامتصاصات على المنحني القياسي للميتا-امينوفينول، مما يدل على عدم تداخل (٦ مايكروغرام/مللتر) من البار-امينوفينول على تقدير الميتا-امينوفينول عند ٤٦٦ نانوميتر، شكل (4).

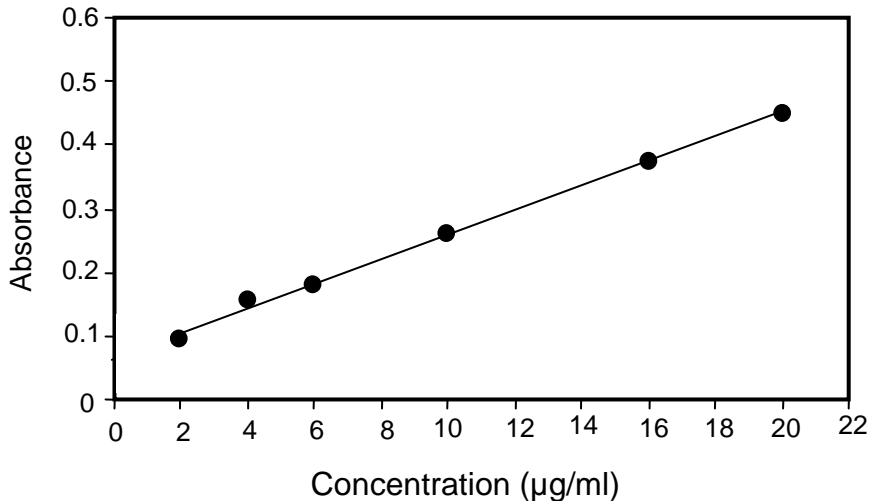


شكل (4): المنحني القياسي لميتا-امينوفينول لوحده (●) وبوجود ٦ مايكروغرام / مللتر بارا-امينوفينول (Δ)

الموجي ٣٥٠ نانوميتر، ومن المعروف إن قيم الامتصاصات في الطرائق الطيفية يمكن جمعها جبرياً [16]. ولغرض إيجاد تركيز البار-امينوفينول في الخليط إذ لا بد من إيجاد الامتصاصية المولارية للميتا-امينوفينول تحت الظروف المثالية للبار-امينوفينول وعند الطول الموجي ٣٥٠ نانوميتر وقد وجدت أنها تساوي ٣٣٣٦ لتر.مول^{-١}.سم^{-١} من خلال رسم المنحنى القياسي لميتا-امينوفينول تحت الظروف المثالية لبار-امينوفينول كما في الشكل (٥).

إيجاد الامتصاصية المولارية للميتا-امينوفينول تحت الظروف المثلى للبار-امينوفينول

بناءً على الدراسة التي أجريت آنفاً فإنه يمكن تقدير ميتا-امينوفينول بوجود بار-امينوفينول دون حدوث تداخل عند الطول الموجي ٤٦٦ نانوميتر، ولكن لا يمكن تقدير بار-امينوفينول بوجود ميتا-امينوفينول لوجود حزمة امتصاصية أخرى لميتا-امينوفينول تتشابه مع الحزمة الامتصاصية للبار-امينوفينول عند الطول



شكل

(٥):

المنحنى القياسي لميتا-امينوفينول تحت ظروف البار-امينوفينول.

ميتا-امينوفينول لوحده تم قياس الامتصاص عند ٤٦٦ نانوميتر حيث وجد أن الكمية المسترجعة لميتا-امينوفينول (من المنحنى القياسي الخاص به) يساوي ٥,٩٧ مايكروغرام/مللتر (0.5427×10^{-4} مولاري) وباسترجاعية ٩٩,٥%.

محلول ب

يحتوي على نفس الكميات من الميتا-امينوفينول وبار-امينوفينول المذكورة في المحلول

الحسابات:

لغرض إيجاد تركيز كل من ميتا-امينوفينول وبار-امينوفينول في الخليط يمكن تطبيق المثال التالي:

محلول أ

يحتوي على (٦ مايكروغرام/مللتر) من ميتا-امينوفينول و(١٠ مايكروغرام/مللتر) من بار-امينوفينول وبإتباع طريقة العمل الخاصة بتقدير

(أ) وابتداع طريقة العمل الخاصة بالبارا-امينوفينول
 تم قياس الامتصاص عند الطول الموجي ٣٥٠ نانومتر الذي يشير إلى
 حاصل جمع امتصاص بارا-امينوفينول ذي
 الامتصاصية المولارية ٤٥٧٤ لتر.مول^{-١}.سم^{-١}
 وميتا-امينوفينول ذي الامتصاصية المولارية
 ٣٣٣٦ لتر.مول^{-١}.سم^{-١}. لقد أمكن إيجاد تركيز
 بارا-امينوفينول في الخليط وذلك بتطبيق معادلة بير
 التالية:

$$A_{350} = \epsilon_1 b_1 c_1 + \epsilon_2 b_2 c_2 \quad \dots\dots\dots (1)$$

حيث إن:

A= 0.595 الامتصاص الذي تم قياسه عند (٣٥٠) نانومتر
 $\epsilon_1 = 4574$ الامتصاصية المولارية لبارا-امينوفينول
 $\epsilon_2 = 3336$ الامتصاصية المولارية لميتا-امينوفينول
 عند (٣٥٠) نانومتر
 التركيز المولاري للبارا-امينوفينول $c_1 = ?$
 التركيز المولاري لميتا-امينوفينول $c_2 = 0.5427 \times 10^{-4}$
 عرض الخلية b= 1.0 cm

وبالتعويض في المعادلة (1) يمكن الحصول على تركيز بارا-امينوفينول في الخليط.

$$0.595 = 4574 \times 1 \times c_1 + 3336 \times 1 \times 0.547 \times 10^{-4}$$

$$c_1 = 0.90188 \times 10^{-4}$$

$$\mu\text{g/ml} = M \times M.Wt. \times 10^3$$

$$\mu\text{g/ml} = 0.90188 \times 10^{-4} \times 109 \times 1000 = 9.83$$

$$\% E = \frac{\text{found} - \text{taken}}{\text{taken}} \times 100 = \frac{9.83 - 10}{10} \times 100 = -1.7$$

$$\text{Recovery \%} = 98.32\%$$

يوضح الجدول (٦) النتائج التي تم
 الحصول عليها للمخاليط الأخرى والتي تشير إلى
 أن الطريقة ذات دقة وتوافقية تحليلية جيدتين.

Amount added (µg/ml)		Recovery* (%)		R.S.D* (%)	
p-aminophenol	m-aminophenol	p-aminophenol	m-aminophenol	p-aminophenol	m-aminophenol
10	6	98.32	99.34	0.85	0.24
8	20	101.23	100.50	0.95	0.35
20	14	99.50	101.85	1.64	0.55
16	10	99.60	100.37	0.73	1.21
		Av. = 99.66	Av. = 100.51		

*Average of three determinations.

جدول (٦): تقدير بارا وميتا-امينوفينول في الخليط

نانوميتر وقد تم تقدير الأخير عند ٣٥٠ نانوميتر بعد حل التداخل الطيفي باستخدام معادلة بير عن طريق جمع الامتصاصات. تراوح معدل نسبة الاسترجاع بين ٩٩,٦٦% للبارا-امينو فينول و ١٠٠,٥١% للميتا-امينو فينول، في حين كان الانحراف القياسي النسبي أقل من ١,٧% لكلا المركبين في المزيج. فقد كانت الطريقة سهلة كونها لا تحتاج سوى الكاشف (TCNE) والقاعدة هيدروكسيد الصوديوم.

6. N. A. Penner and P. N. Nesterenko, *Analyst.*; 2000, **125**, 1249.

7. M. Narita, K. Murakami and J. auffmann, *Anal. Chim. Acta.*; 2007, 588, 316.

8. B. H. Shao, X. Z. Xu, J. W. Yan and X. Y. Fu, *J. Liq. Chromatogr. & Related Technologies.*; 2001, **24**, 241.

9. Shu-Ping Wang and Tuen-Hwei Huang, *Anal. Chim. Acta.*; 2005, 534, 207.

10. J. Chrastil, *Analyst* .; 1976, **101**, 522.

11. W. Balasiewicz and D.E. Bellen, *Chemia. Analit.* ; 1969, **14**, 267.

12. R. A. L. Suffis and D.E. Dean, *Anal. Chem.*; 1964, **36**, 633.

13. F.H.Awad, "Development of selective spectrophotometric

الاستنتاج:

تم تطوير طريقة طيفية انتقائية وسهلة وسريعة لتقدير كميات مايكروغرامية من بارا وميتا-امينوفينول في خليطيهما في المحلول المائي اعتمادا على اختلاف الأطوال الموجية لنواتج تفاعلها مع الكاشف TCNE بوجود هيدروكسيد الصوديوم، حيث اظهر ناتج تفاعل ميتا-امينوفينول مع TCNE حزمتين امتصاصيتين عند ٤٦٦ و ٣٥٠ نانوميتر بينما اظهر ناتج تفاعل بارا-امينوفينول حزمة امتصاصية واحدة عند ٣٥٠

المصادر

1.K.Othmer, "Encyclopedia of Chemical Technology", 2ndEdn., John Wiley and Sons, Inc., New York, 1966.

2. M.S. Al-Enizzi, "Development of spectrophotometric method for the determination of paracetamol, histamine and some sulpha drugs" M.Sc. Thesis, Mosul University.; 2002, **39** .

3. K.Othmer, "Encyclopedia of Chemical Technology", 1968, **2**, 122-123, 213-214 .

4. M.A. Zeyed, H.K. El-Dien and F.A. Nour, *Microchem.J.*, 1986, **34**, 204.

5. O.Yasuhiko and M. Takhiko, *Bunseki Kagaku.*; 1988, **37**, 253.

- National Journal of Chemistry, 2007, Volume 28, 572-584
- المجلة القطرية للكيمياء-٢٠٠٧-المجد الثامن والعشرون
- the determination of some method for determination
primary amines using (TCNE) of some organic nitrogen
reagent and Its application to compounds in aqueous solution”,
cephalexin and some M.Sc., Thesis, University of
of Its pharmaceutical”, *M.Sc. Mosul, 1996.*
- Thesis*, Mosul University .; 14. T. N. Al-Sabha, “The use of charge
2001, 23-53. transfer complex in selective
spectrophotometric
16. S. M. Khopkar, “Concepts in determination of amines and
Analytical Chemistry”, Wiley application to pharmaceutical
Eastern Limited, New preparations”, *PhD. Thesis*, Mosul
Delhi.; 1984, 197. University, 1997.
15. M.T. Al-Obai, “ Development of
spectrophotometric method for