



Spectrophotometric Determination of Aminophenol Isomers Via Oxidative Coupling Reaction with 4-Aminoantipyrine

Reem A. Al-Luhaiby

Mohammed S. Al-Enizzi

Department of Chemistry

College of Education for Girls /University of Mosul

remawy92@gmail.com

mohammedsalim1977@yahoo.com

DOI: [10.33899/edusj.2020.126543.1041](https://doi.org/10.33899/edusj.2020.126543.1041)

Received
17/ 01 / 2020

Accepted
16 / 03 / 2020

Abstract

A spectrophotometric method has been developed for the determination of aminophenol isomers (o-aminophenol, m-aminophenol and p-aminophenol). The method is based on oxidative coupling reaction of these compounds with 4-aminoantipyrine (4-AAP) in the presence of copper sulphate as oxidizing agent in alkaline medium forming a reddish brown colour. The products show maximum absorption at 440 nm, 480 nm and 445 nm for o-aminophenol, m-aminophenol and p-aminophenol respectively. The molar absorptivities are 8.632×10^3 , 9.33×10^3 and 9.1449×10^3 $\text{l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ for concentrations obeyed Beer's law in the range 1-20, 1-24 and 1-7 $\mu\text{g.ml}^{-1}$ for the above compounds respectively. The average recovery was ranged between 98.38% and 101.01% with relative standard deviation < 1.6 for all the studied compounds. The 4-AAP products were formed in the ratio of 1:2 aminophenol isomers : 4-AAP. The stability constant of the products was 7.4×10^8 , 3.27×10^8 and 9.94×10^7 $\text{l}^2.\text{mol}^{-2}$ for o-aminophenol, m-aminophenol and p-aminophenol products respectively indicating the good stability of these products.

Key words: Oxidative coupling; Spectrophotometry; o-aminophenol; m-aminophenol; p-aminophenol, 4-aminoantipyrine

التقدير الطيفي لأيزومرات امينوفينول بواسطة تفاعل الاقتران التأكسدي مع 4-امينوانتي بايرين

محمد سالم العنزي

ريم عبد اللهبي

قسم الكيمياء

كلية التربية للنبات / جامعة الموصل

mohammedsalim1977@yahoo.com

remawy92@gmail.com

DOI: [10.33899/edusj.2020.126543.1041](https://doi.org/10.33899/edusj.2020.126543.1041)

القبول
2020/03/16

الاستلام
2020/01/17

الخلاصة

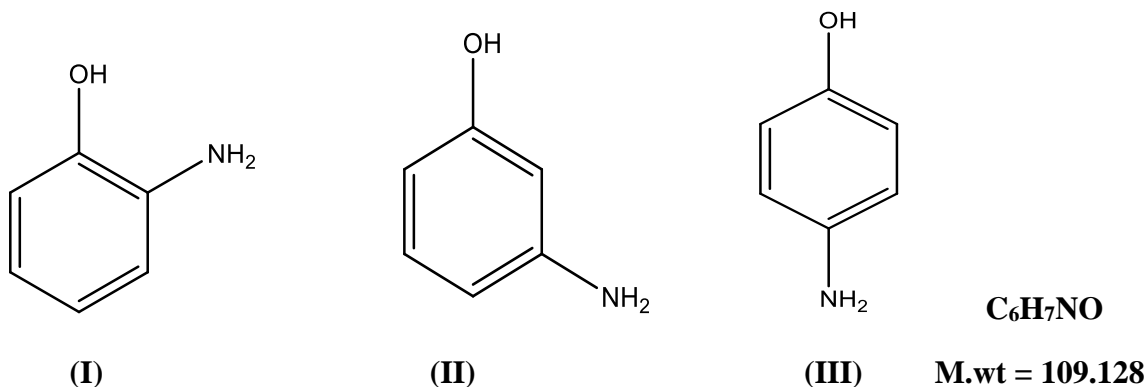
تم تطوير طريقة طيفية لتقدير ايزومرات امينوفينول (أورثو-امينوفينول، ميتا-امينوفينول وبارا-امينوفينول) تعتمد على تفاعل الاقتران التأكسدي لهذه المركبات مع 4-امينوانتي بايرين (4-AAP) بوجود كبريتات النحاس كعامل مؤكسد في وسط قاعدي مكوناً لوناً بني محمر. امتلكت تلك النواتج اقصى امتصاص عند الاطوال الموجية 440 و 480 و 445 نانوميتر لكل من أورثو-امينوفينول، ميتا-امينوفينول وبارا-امينوفينول على التوالي. وكانت الامتصاصية المولارية $10^3 \times 8.632$ و $10^3 \times 9.33$ و $10^3 \times 9.1449$ لتر/مول. سم لتراكيز اتبعت قانون بير بحدود 1-20 و 1-24 و 1-7 جزء لكل مليون للمركبات اعلاه على التوالي. اذ تراوحت دقة الطريقة بين 98.38% و 101.01% في حين كانت التوافقية اقل من 1.6 لجميع المركبات المدروسة. لقد وجد ان ايزومرات امينوفينول تكون نواتج مع 4-AAP بنسبة 1:2 (المركب : الكاشف). وكان معدل ثابت الاستقرار للمعقد المتكون $10^8 \times 7.4$ و $10^8 \times 3.27$ و $10^7 \times 9.94$ لتر².مول⁻² لكل من نواتج اورثو-امينوفينول، ميتا-امينوفينول وبارا-امينوفينول على التوالي مما يدل على الاستقرار الجيد لتلك النواتج.

الكلمات المفتاحية: الأقران التأكسدي، مطياف فوتومتري، اورثو-امينوفينول، ميتا-امينوفينول، بارا-امينوفينول، 4-امينوانتي بايرين

التقدير الطيفي لأيزومرات امينوفينول بواسطة تفاعل الاقتران التأكسدي مع 4-امينوانتي بايرين

المقدمة

يعد الاورثو-امينوفينول (I)، والميتا-امينوفينول (II) والبارا-امينوفينول (III) من اهم المركبات الفينولية التي تحتوي على مجموعة امين اولية وتعد مركبات امفوتيرية لها القدرة على تكوين املاح مع الحوامض والقواعد (1)، تستخدم بوصفها مؤشراً بايولوجياً عند تعرض الانسان للتلين في علم السموم ولا تعد من المركبات المسرطنة (2) ولكن التعرض لها لمدة طويلة قد يسبب تلف الكبد ويؤثر على الجهاز العصبي وتصل السمية الى 40 ملغم/كغم ويعد البارا-امينوفينول ناتج ايض من الباراسيتامول (3) لذلك تدخل الامينات الفينولية في صناعة الادوية (4) واهمها الفيناستين⁽¹⁾ وتم اثبات سمية الامينات الفينولية على انها شبيهة بالاستانليد ولكن سميتها تقل عند ما تدخل مجموعة حامضية على مجموعة الهيدروكسيل او مجموعة الامين، الا ان مشتقات الامينات الفينولية عامة خافضة للحمي (Antipyretic) ومسكنة للالم (Analgesics) (5).



تعد تفاعلات الاقتران التأكسدي من اهم التفاعلات العضوية ذات التطبيقات الواسعة خاصة في الكيمياء التحليلية، اذ يتضمن هذا التفاعل ازواج مادتين عضويتين بوجود عامل مؤكسد تحت ظروف تفاعل مناسبة. تحدث اكسدة لهذه المواد مما يؤدي الى تكوين مركبات وسطية تتفاعل مع بعضها وتعطي ناتج ملون يمكن قياسه طيفياً والاستفادة من التفاعل في التقدير الكمي للمركبات العضوية المختلفة (6).

تم استخدام طرق تحليلية متنوعة في تقدير ايزومرات امينوفينول منها الطرق الطيفية (7-16)، الكهربائية (17-19) والكروماتوغرافية (20-23).

في هذا البحث تم تقدير ايزومرات امينوفينول طيفياً عن طريق تفاعل الاقتران التأكسدي مع كاشف 4-امينوانتي بايرين بوجود كبريتات النحاس كعامل مؤكسد وفي وسط قاعدي.

الجزء العملي Experimental part

الأجهزة المستخدمة Apparatus used

تمت القياسات الطيفية بواسطة جهاز " المطياف الفوتومتري ثنائي الحزمة من نوع Shimadzu UV-1800 Double-beam spectrophotometry " واستخدمت خلايا زجاجية نوع glass ذات عرض 1 سم، وتم الوزن باستخدام " الميزان الحساس نوع (ae ADAM) " وأجرى التسخين باستخدام " الحمام المائي نوع (elektro.mag) "، وتم قياس حامضية المحاليل " بجهاز الدالة الحامضية من نوع (inolab pH 7110) ".

محاليل المواد الكيميائية

كانت جميع المواد الكيميائية المستخدمة على درجة عالية من النقاوة.

- ايزومرات امينوفينول (100 جزء لكل مليون) حضرت باذابة 0.010 غم من المادة النقية في الماء المقطر ثم نُقلت الى قنينة حجمية سعة 100 ملتر.
- 4-امينوانتي بايرين (1%) حضرت باذابة 1.0 غرام من المادة النقية في الماء المقطر ثم نُقلت الى قنينة حجمية سعة 100 ملتر.
- كبريتات النحاس المائية ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) (0.1%) حضرت باذابة 0.10 غرام من المادة النقية في الماء المقطر ثم نُقلت الى قنينة حجمية سعة 100 ملتر.
- هيدروكسيد الصوديوم (10×5.0 مولياري) حضرت باذابة 0.50 غرام من المادة النقية في الماء المقطر ثم نُقلت الى قنينة حجمية سعة 250 ملتر.
- هيدروكسيد الامونيوم (10×5.0 مولياري) حضرت بتخفيف 1.93 ملتر من الامونيا المركزة (6.45 مولياري) بالماء المقطر في قنينة حجمية سعة 250 ملتر.

النتائج والمناقشة

1- الأختبارات الأولية :

عند اضافة 1.0 ملتر من 4-امينوانتي بايرين بتركيز 1% الى 1.0 ملتر لكل من اورثو-امينوفينول، ميتا-امينوفينول وبارا-امينوفينول وبتركيز 100 جزء لكل مليون وبشكل منفصل، ثم اضافة 1.0 ملتر من العامل المؤكسد كبريتات النحاس المائية و 1.0 ملتر من هيدروكسيد الصوديوم لكل مركب على التوالي، وأكمل الحجم بالماء المقطر الى 25 ملتر وتركت المحاليل لمدة 10 دقائق في درجة حرارة الغرفة (30°م)، وتم قياس طيف الامتصاص للمحلول البني المحمر الناتج ووجد ان شدة الامتصاص التي تصل اليها المركبات المدروسة عند الطول الموجي 440 و 480 و 445 نانوميتر للمركبات اعلاه على التوالي.

2- دراسة ظروف التفاعل المثلى

أجريت الدراسات التالية باستخدام 4 اجزاء لكل مليون من اورثو-امينوفينول و 2 جزءان لكل مليون من ميتا-امينوفينول و 4 اجزاء لكل مليون من بارا-امينوفينول في حجم نهائي مقداره 25 ملتر.

التقدير الطيفي لأيزومرات امينوفينول بواسطة تفاعل الاقتران التأكسدي مع 4-امينوانتي بايرين

دراسة كمية كاشف الاقتران

تمت دراسة تأثير كمية الكاشف 4-امينوانتي بايرين على تكوين الناتج للمركبات المدروسة وذلك باضافة حجوم مختلفة من 4-امينوانتي بايرين تتراوح بين (0.25- 4.0) مللتر تركيزه 1% لأورثو-امينوفينول وميتا-امينوفينول وبارا-امينوفينول بشكل منفرد و 1.0 مللتر من كبريتات النحاس المائية تركيز (0.1%) و 1.0 مللتر من هيدروكسيد الصوديوم بتركيز 5×10^{-2} مولاري واكمل الحجم بالماء المقطر الى حد العلامة ثم تركت المحاليل لمدة 10 دقائق في درجة حرارة المختبر، وقيست الامتصاصات عند الأطوال الموجية 440 و 480 و 445 نانوميتر للمركبات اعلاه على التوالي، والجدول (1) يبين الحجم الافضل من الكاشف للمركبات المدروسة.

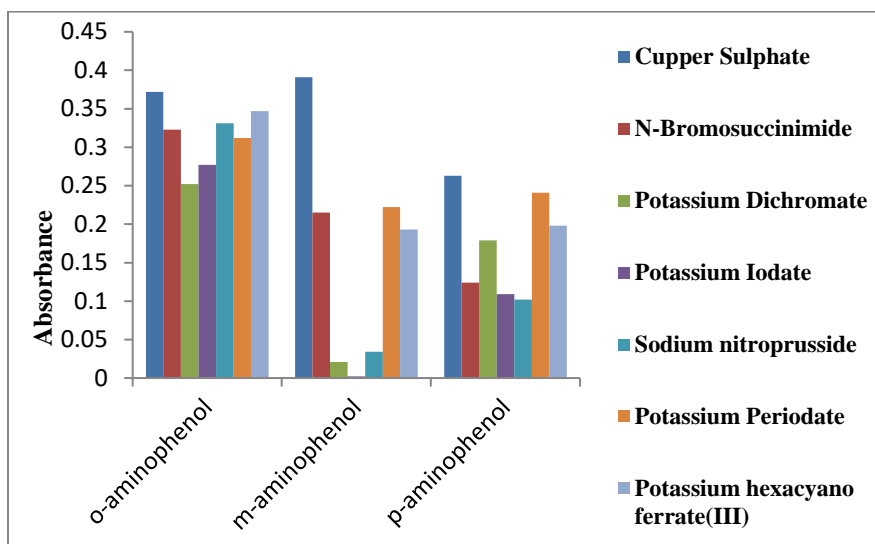
الجدول (1) دراسة كمية الكاشف

Ml of 4-AAP (1%)	Absorbance		
	o-amino phenol	m-amino phenol	p-amino phenol
Without	0.073	0.064	0.066
0.25	0.186	0.098	0.226
0.5	0.199	0.133	0.244
0.75	0.262	0.265	0.262
1.0	0.322	0.320	0.233
1.5	0.342	0.350	0.209
2.0	0.372	0.391	0.198
2.5	0.349	0.307	0.187
3.0	0.327	0.300	Turbid
4.0	Turbid	0.252	---

دراسة العامل المؤكسد

تم اجراء دراسة لمعرفة تأثير العامل المؤكسد المناسب الذي يعطي اعلى امتصاص للناتج وذلك باستخدام عدد من العوامل المؤكسدة ومنها كبريتات النحاس المائية ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) و -N- بروموسكسنيמיד (NBS) و ثنائي كرومات البوتاسيوم ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) و ايودات البوتاسيوم (KIO_3) و نايتروبروسيد الصوديوم $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$ وبيريودات البوتاسيوم (KIO_4) وسيانيد البوتاسيوم الحديد (III) $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ وبتركيز 0.1% لكل منها حيث اضيف 1.0 مللتر من محاليل هذه المواد الى سلسلة القناني والتي تحتوي على المركبات المدروسة والكمية المثلى من الكاشف لكل مركب على انفراد وجعل الوسط قاعدي باضافة 1.0 مللتر من هيدروكسيد الصوديوم ثم خففت المحاليل بالماء المقطر الى حد العلامة وقيس الامتصاص عند الاطوال الموجية المناسبة مقابل محاليلها الصورية، اظهرت الدراسة ان افضل عامل مؤكسد هو كبريتات النحاس المائية ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) المستعمل في التجارب السابقة وتم استعماله في التجارب اللاحقة.

التقدير الطيفي لأيزومرات امينوفينول بواسطة تفاعل الاقتران التأكسدي مع 4-امينوانتي بايرين



الشكل (1) دراسة نوع العامل المؤكسد

دراسة حجم العامل المؤكسد

تمت دراسة افضل حجم للعامل المؤكسد كبريتات النحاس المائية وذلك باستعمال حجوم متزايدة من العامل المؤكسد (0.25-2.0) مللتر، الجدول (2) يبين الحجم الامثل لكل مركب والذي تم اعتماده في التجارب اللاحقة.

جدول (2) دراسة حجم العامل المؤكسد

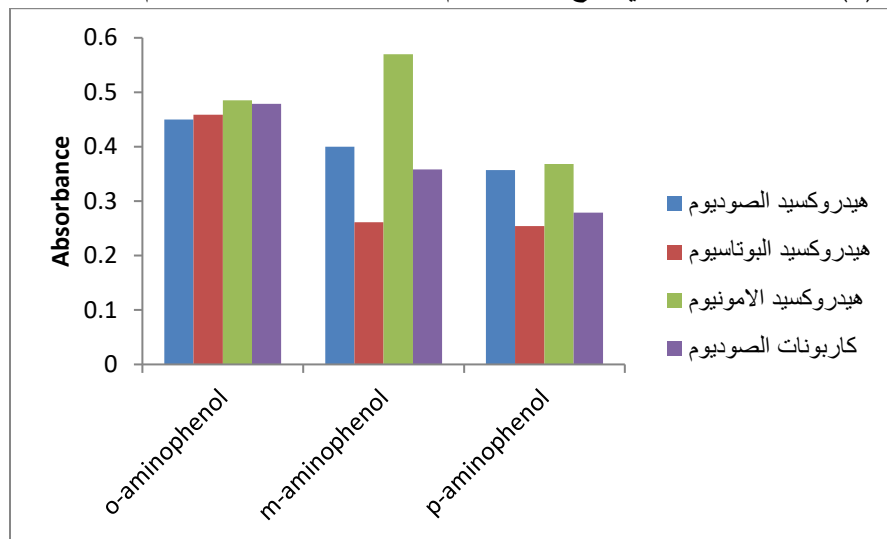
Ml of 0.1% CuSO ₄ .5H ₂ O	Absorbance		
	o-amino phenol	m-amino phenol	p-amino phenol
Without	0.274	0.023	0.102
0.25	0.447	0.265	0.238
0.5	0.450	0.383	0.326
0.75	0.422	0.400	0.357
1.0	0.372	0.391	0.262
1.5	0.324	0.385	Turbid
2.0	0.278	0.376	---

دراسة نوع القاعدة

من اجل اختيار نوع القاعدة المناسبة تم دراسة عدة قواعد مختلفة مثل هيدروكسيد الصوديوم (NaOH)، هيدروكسيد البوتاسيوم (KOH)، هيدروكسيد الامونيوم (NH₄OH) وكاربونات الصوديوم (Na₂CO₃)

التقدير الطيفي لأيزومرات امينوفينول بواسطة تفاعل الاقتران التأكسدي مع 4-امينوانتي بايرين

بتركيز (0.05 مولاري)، اذ تم اضافة حجوم متساوية من القواعد اعلاه (1 مللتر) الى سلسلة القناني الحجمية ويلاحظ من الشكل (2) ان الامتصاص الذي ينتج من استخدام NH_4OH هو الافضل لذا تم اعتماده



الشكل (2) دراسة نوع القاعدة

تأثير حجم القاعدة والذالة الحامضية

تمت دراسة افضل حجم لمحلول هيدروكسيد الامونيوم بتركيز (0.05 مولاري) وقياس pH المحاليل، ويبين الجدول (3) الحجم الامثل والذالة الحامضية المثلى في التقدير وتم استخدامه في التجارب اللاحقة.

جدول (3) دراسة كمية القاعدة

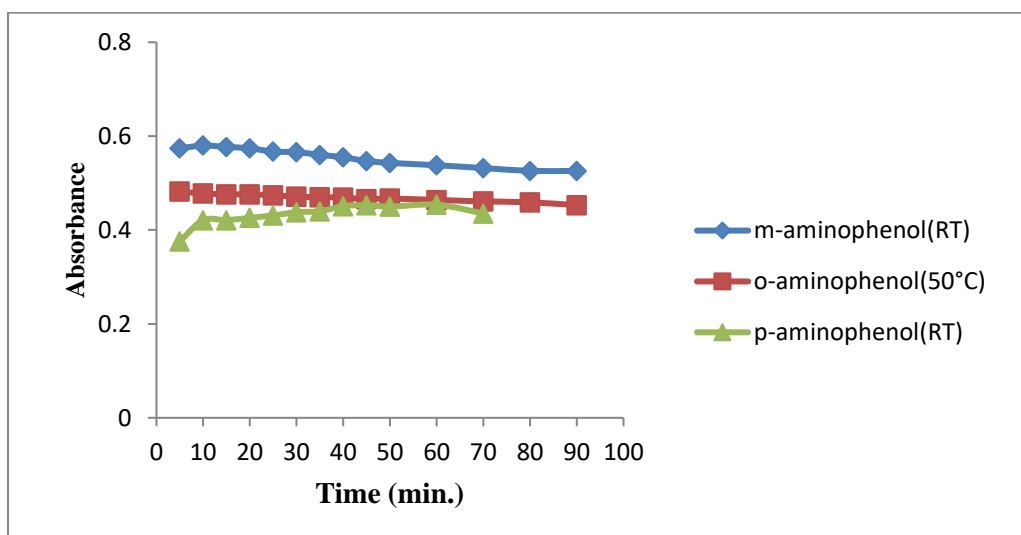
Volume of 0.05M NH_4OH (ml)	o-amino phenol		m-amino phenol		p-amino phenol	
	Absorbance	pH	Absorbance	pH	Absorbance	pH
Without	0.368	7.1	0.491	7.3	0.286	7.1
0.25	0.401	8.8	0.509	9.1	0.297	8.8
0.5	0.409	9.0	0.533	9.2	0.352	9.0
0.75	0.412	9.1	0.549	9.3	0.401	9.1
1.0	0.485	9.3	0.570	9.4	0.368	9.2
1.5	0.487	9.4	0.583	9.5	0.336	9.3
2.0	0.491	9.6	0.590	9.6	0.334	9.6
2.5	0.456	9.7	0.567	9.7	0.330	9.7
3.0	0.400	10.1	0.535	9.9	Turbid	9.9
3.5	0.393	11.0	0.500	10.1	---	---

تأثير الحامض والمحاليل المنظمة

تم دراسة تأثير الحامض HCl بتركيز (0.05 مولاري) وكذلك دراسة تأثير المحاليل ذات الدالة الحامضية pH = 9.1 (لمحلول p-aminophenol) و pH = 9.6 (لمحاليل o-aminophenol و m-aminophenol) فان الامتصاص يقل لذا فقد تم استبعاد اضافة أي حامض وأي محلول منظم.

تأثير درجة الحرارة والزمن على امتصاص الناتج المتكون

درس تأثير درجة الحرارة وزمن استقرار النواتج عند درجة حرارة (30-60°م) بوجود كمية ثابتة من المركبات المدروسة (4 اجزاء لكل مليون لكل من o-aminophenol و p-aminophenol و 2 جزءان لكل مليون من m-aminophenol) والكميات المثلى من الكاشف والعامل المؤكسد والقاعدة لكل مركب على انفراد ثم اكمال الحجم الى حد العلامة بالماء المقطر، تم قياس الامتصاص عند الاطوال الموجية 440 و 480 و 445 نانوميتر لأورثو-امينوفينول وميتا-امينوفينول وبارا-امينوفينول على التوالي، يشير الشكل (3) ان المعقدات تتكون بأعلى حساسية بعد 10 دقائق من الاضافات عند 30°م (درجة حرارة الغرفة) في حالة ميتا وبارا-امينوفينول وعند درجة حرارة 50°م في حالة أورثو-امينوفينول وتبقى المعقدات مستقرة لمدة اكثر من 60 دقيقة.



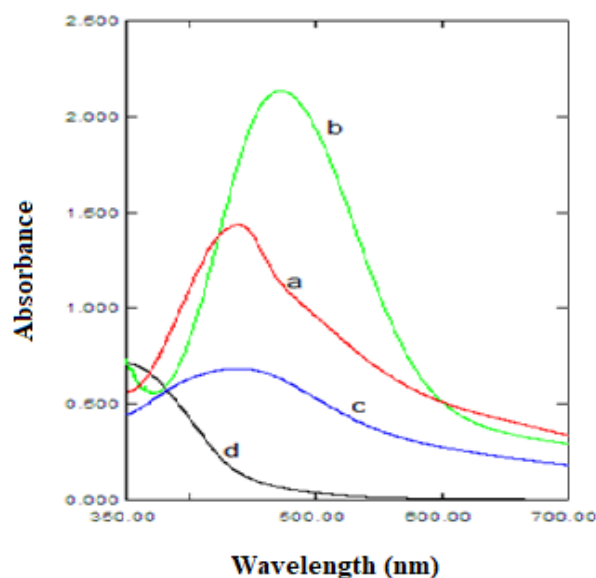
الشكل (3) دراسة درجة الحرارة وزمن الاستقرار

دراسة تأثير مواد الشد السطحي

لغرض زيادة الحساسية تمت دراسة عدد من مواد الشد السطحي الموجبة والسالبة والمتعادلة ووجد بان تأثيرها سلبي، اذ تعمل على تقليل قيمة الامتصاص لذلك أستبعدت من الدراسات اللاحقة.

الطيف النهائي

تم رسم الطيف النهائي لنواتج أورثو وميتا وبارا-امينوفينول مع الكاشف (4-AAP) عند اطوال موجية 350-700 نانوميتر. لقد وجد ان λ_{max} لتلك النواتج عند 440 و 480 و 445 نانوميتر للمركبات اعلاه على التوالي، الشكل (4) يوضح الرسم النهائي للمركبات المدروسة.



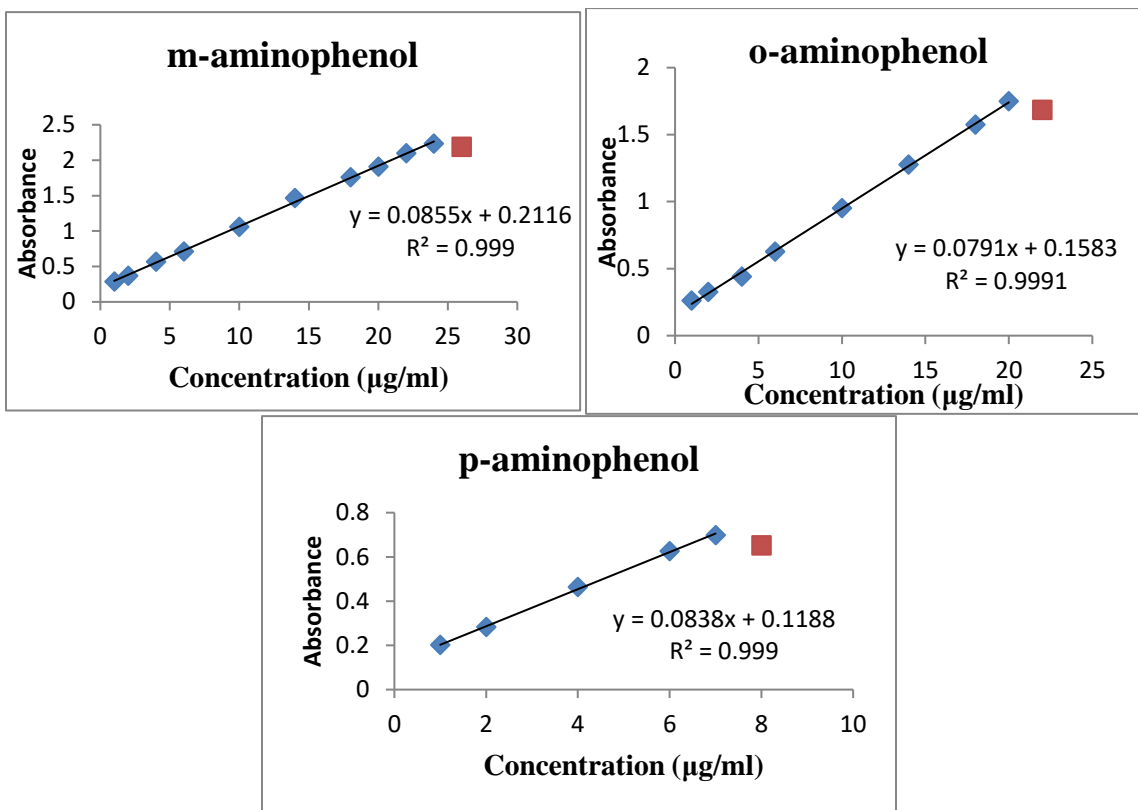
الشكل (4) الطيف النهائي

a: أورثو-امينوفينول (14 جزء لكل مليون) b: ميتا-امينوفينول (22 جزء لكل مليون)
c: بارا-امينوفينول (6 أجزاء لكل مليون) d: المحلول الصوري مقابل الماء المقطر

دراسة المنحنى القياسي

تم الحصول على منحنيات قياسية تطيع قانون بير ضمن التراكيز (1-20) و (1-24) و (1-7) جزء لكل مليون على التوالي، الشكل (5) لكل من أورثو-امينوفينول و ميتا-امينوفينول و بارا-امينوفينول والذي يدل على ان هناك انحرافا سلبيا بعد الحدود التقديرية العليا، لقد بلغت ϵ_{max} $10^3 \times 8.632$ و $10^3 \times 9.33$ و $10^3 \times 9.1449$ لتر. مول⁻¹ . سم⁻¹ على التوالي مما يدل على ان الطريقة حساسة في حين بلغ حد الكشف 0.03 و 0.094 و 0.096 جزء لكل مليون والحد الكمي 0.099 و 0.3123 و 0.322 جزء لكل مليون للمركبات اعلاه على التوالي.

التقدير الطيفي لأيزومرات امينوفينول بواسطة تفاعل الاقتران التأكسدي مع 4-امينوانتي بايرين



الشكل (5) المنحنيات القياسية لأيزومرات امينوفينول

الجدول (4) المواصفات الخطية والمدى التقديري والامتصاصية المولارية وحدود الكشف والتقدير الكمي في تقدير ايزومرات امينوفينول

Compound	Linearity range (ppm)	“Molar Absorptivity (l/mol.cm)”	“LOD* (ppm)”	“LOQ* (ppm)”	Slope	Intercept	“Correlation coefficient (R ²)”
o-aminophenol	1-20	8.632×10^3	0.03	0.099	0.0791	0.1583	0.9991
m-aminophenol	1-24	9.33×10^3	0.094	0.3123	0.0855	0.2116	0.999
p-aminophenol	1-7	9.1449×10^3	0.096	0.322	0.0838	0.1188	0.999

*Average of ten determination.

التقدير الطيفي لأيزومرات امينوفينول بواسطة تفاعل الاقتران التأكسدي مع 4-امينوانتي بايرين

دقة الطريقة وتوافقها

تم حساب دقة الطريقة وتوافقها من خلال احتساب Recovery و RSD باستخدام خمس قراءات لثلاث تراكيز مختلفة لكل مركب، وتوضح النتائج المدرجة ادناه الى ان الطريقة ذات دقة وتوافق جيدين اذ بلغت ال Recovery 99.35% و 101.01% و 98.38% لكل من اورثو وميتا وبارا-امينوفينول على التوالي. وال RSD أقل من 1.6% لأورثو-امينوفينول وأقل من 1.5% لميتا-امينوفينول وأقل من 1.4% لبارا-امينوفينول مما يدل على توافقية الطريقة

جدول (5) دقة الطريقة وتوافقها

Compound	"Amount added" (µg/ml)	"Recovery*" (%)	"Average recovery" (%)	"RSD*" (%)
o-amino phenol	2	103.31	99.35	0.71
	6	98.97		1.58
	18	95.79		0.42
m-amino phenol	2	102.82	101.01	1.16
	6	104.64		1.43
	18	95.59		0.16
p-amino phenol	2	97.65	98.38	1.35
	4	98.27		0.70
	6	99.23		0.20

*Average of Five Determination.

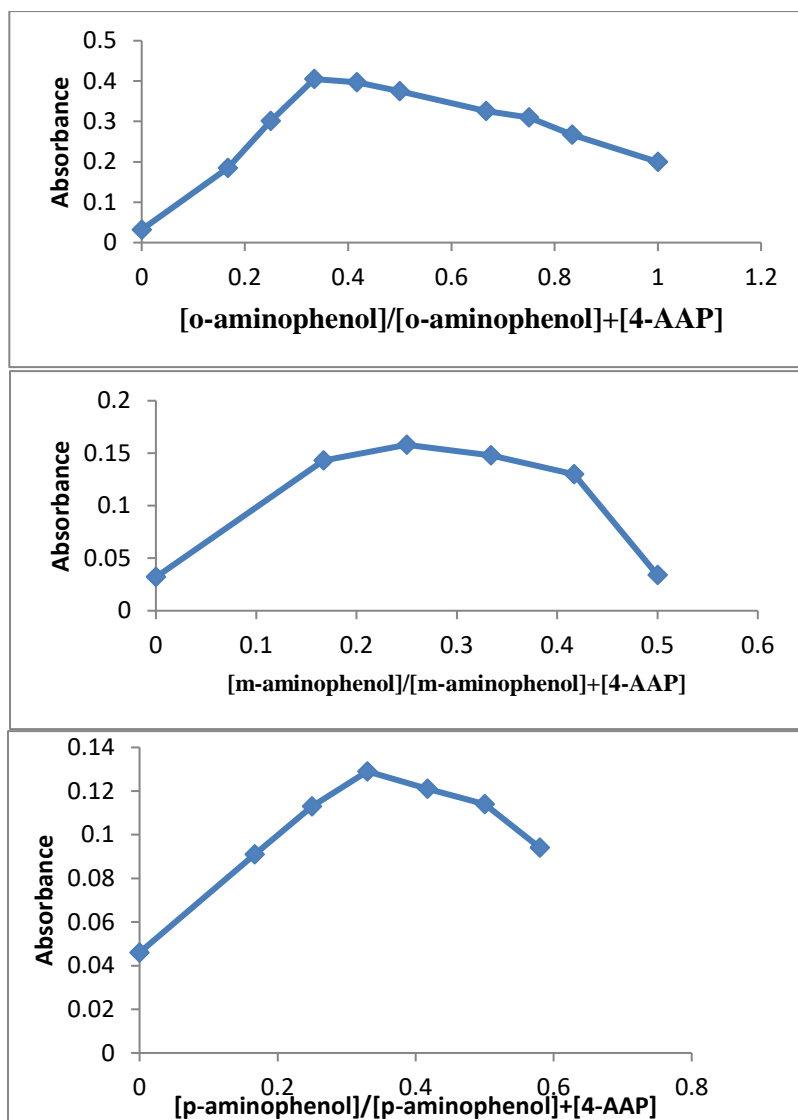
تأثير طبيعة المعقد وثابت استقراره

اتبعت " طريقة التغير المستمر طريقة جوب Job's Method " (24) و" النسب المولية Mole Ratio " (25) لمعرفة النسب التركيبية لنواتج 4-AAP مع ايزومرات امينوفينول باستخدام محاليل مخففة من الكاشف والمركبات المذكورة اعلاه وبتركيز $10^{-3} \times 1.0$ مولاري. النتائج التي تم الحصول عليها في الشكل (6) والشكل (7) تؤكد ان الناتج يتكون بنسبة 2:1 (ايزومر امينوفينول : 4-AAP) باستخدام كلتا الطريقتين. وتم احتساب ثابت استقرار النواتج المتكونة بنسبة 2:1 للمركبات اعلاه وبشكل منفصل وبتطبيق القانون التالي:

$$K_{st} = \frac{1-\alpha}{4\alpha^3 c^2}$$

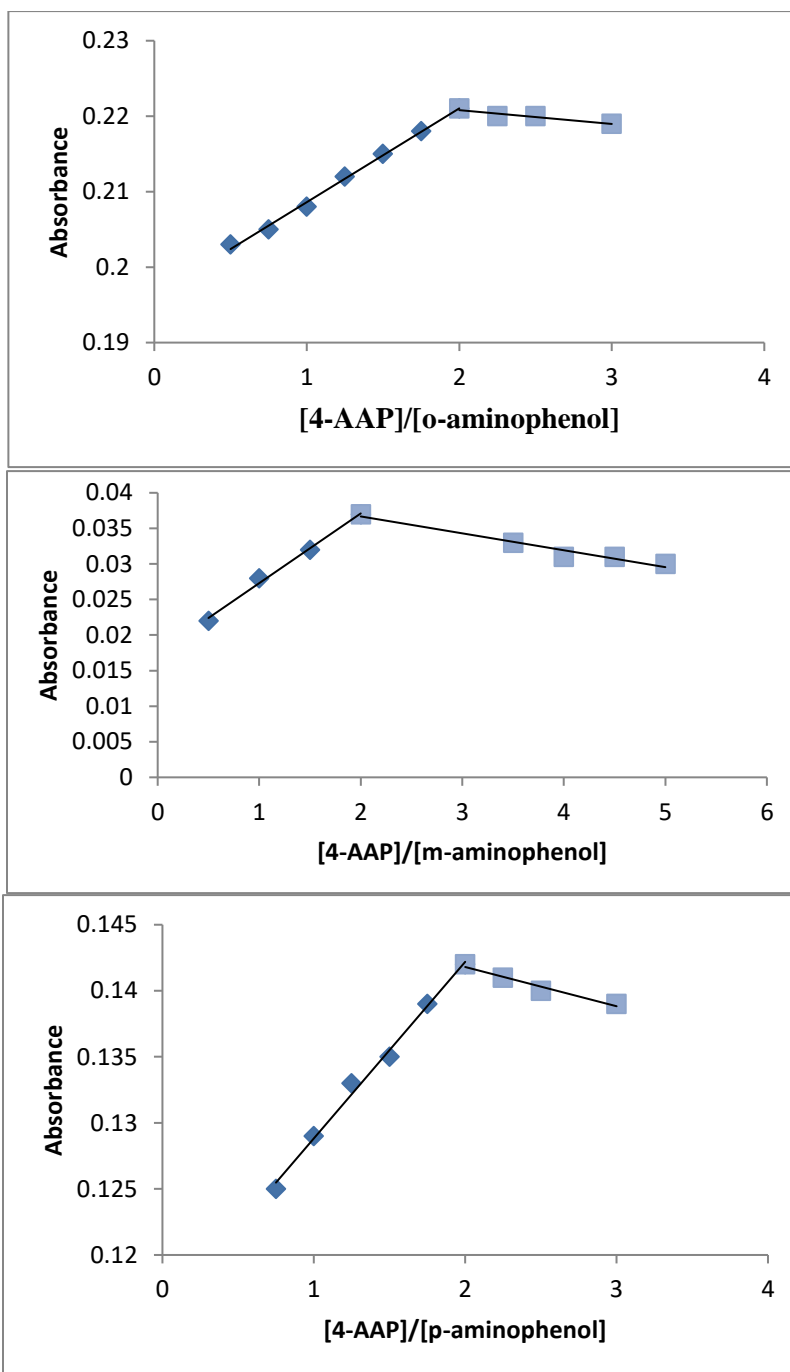
حيث C هي تركيز المعقد بوحدة (مول/ لتر)، و α هي درجة التفكك و K_{st} ثابت الاستقرار، بلغ معدل ثابت الاستقرار للمعقد المتكون $10^8 \times 7.4$ و $10^8 \times 3.27$ و $10^7 \times 9.94$ لكل من نواتج اورثو-امينوفينول وميتا-امينوفينول وبارا-امينوفينول على التوالي مما يدل على الاستقرار العالي لتلك النواتج، كما موضح في الجدول (6).

التقدير الطيفي لأيزومرات امينوفينول بواسطة تفاعل الاقتران التأكسدي مع 4-امينوانتي بايرين



الشكل (6) رسم التغيرات المستمرة لنواتج ايزومرات امينوفينول و4-امينوانتي بايرين

التقدير الطيفي لأيزومرات امينوفينول بواسطة تفاعل الاقتران التأكسدي مع 4-امينوانتي بايرين



الشكل (7) رسم النسبة المولية لأيزومات امينوفينول و 4-امينوانتي بايرين

التقدير الطيفي لأيزومرات امينوفينول بواسطة تفاعل الاقتران التأكسدي مع 4-امينوانتي بايرين

جدول (6) ثابت استقرار المعقدات مع الكاشف 4-امينوانتي بايرين

Compound	Conc. (mol.l ⁻¹)	Absorbance		α	Average K _{st} (l ² .mol ⁻²)
		As	Am		
o-aminophenol	2×10 ⁻⁵	0.161	0.391	0.588	7.4×10 ⁸
	4×10 ⁻⁵	0.257	0.506	0.492	
	6×10 ⁻⁵	0.359	0.712	0.496	
m-aminophenol	2×10 ⁻⁵	0.118	0.363	0.675	3.27×10 ⁸
	4×10 ⁻⁵	0.245	0.666	0.632	
	6×10 ⁻⁵	0.343	0.962	0.643	
p-aminophenol	2×10 ⁻⁵	0.044	0.227	0.806	9.94×10 ⁷
	4×10 ⁻⁵	0.064	0.374	0.829	
	6×10 ⁻⁵	0.086	0.520	0.835	

دراسة المتداخلات

تمت دراسة عدد من المتداخلات والمتمثلة بالكحولات الاليفاتية الاولية والثانوية والمركبات الامينية الاليفاتية ومركبات عضوية اخرى في امتصاص (4 اجزاء لكل مليون) من ايزومرات امينوفينول على انفراد، فقد اضيفت كميات مختلفة من المتداخلات الى المحاليل وتم قياس الامتصاص تحت الظروف المثلى لكل معقد عند الاطوال الموجية 440 و 480 و 445 نانوميتر لكل من اورتو-امينوفينول وميتا-امينوفينول وبارا-امينوفينول على التوالي. تشير النتائج ادناه الى انتقائية الطريقة لعدم وجود تداخل من قبل المواد السواغ المضافة.

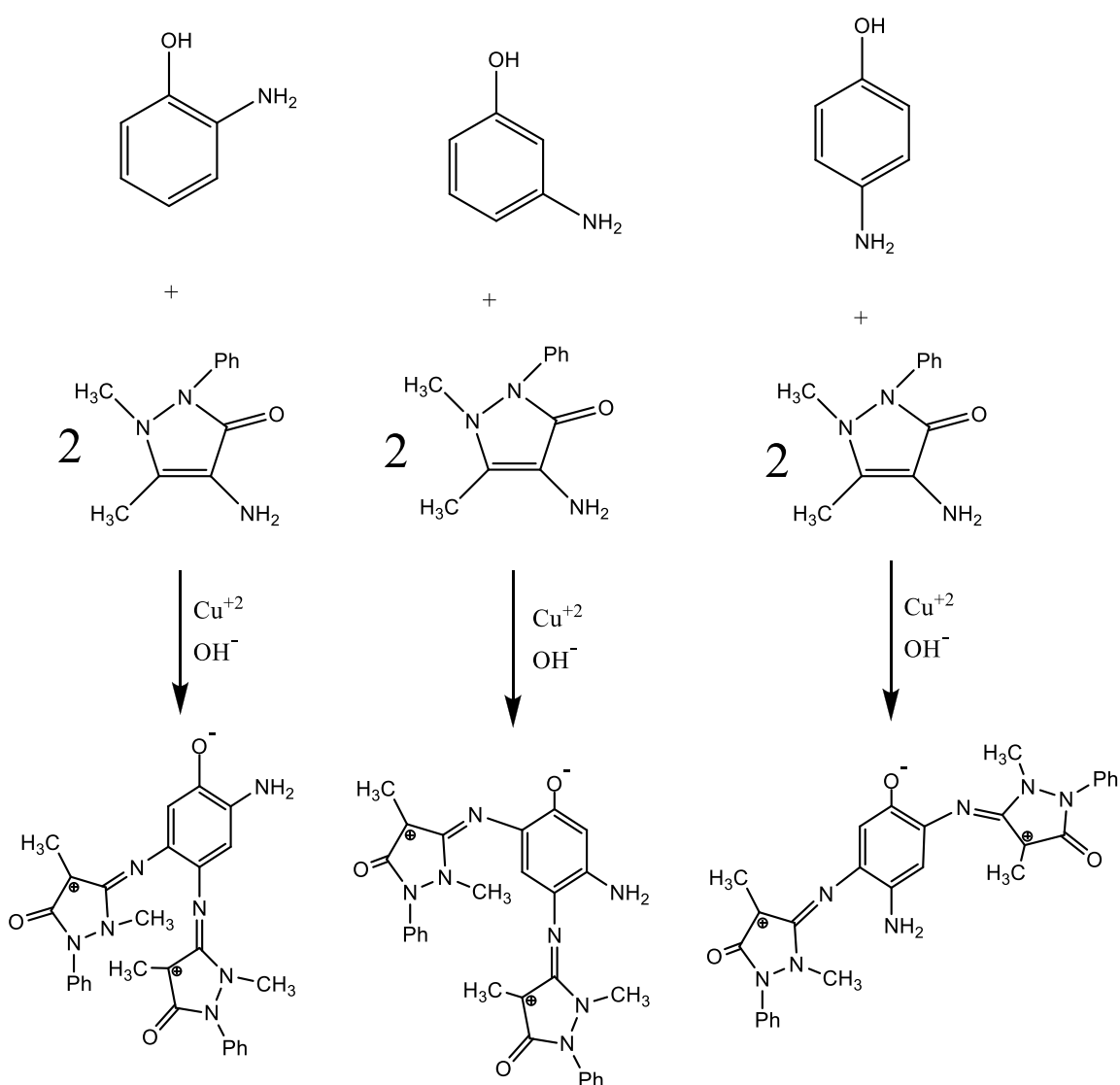
جدول (7) تأثير المتداخلات

Foreign compound	Recovery (%) of 4μg/ml of aminophenol isomer per μg/ml Foreign added											
	o-aminophenol				m-aminophenol				p-aminophenol			
	100	500	750	1000	100	500	750	1000	100	500	750	1000
Butanol	97	99.3	97.1	98.4	97	96.3	97.5	95.6	95.6	100.2	95.4	98.4
Isobutyl alcohol	98.2	98.2	98	97.7	99.3	96	96.3	95.6	95.4	96.3	97.4	95.4
Cyclohexanol	97.7	97	98.6	98.4	95.9	95.4	95.2	95.3	97.4	99.5	100.2	97.2
Glucose	95.8	96.6	97.4	95.6	100	101	103	104	99.7	100.5	98.6	98.5
Lactose	101	97.2	97.4	98.9	100.9	102.4	102	101.5	97.8	98.5	98.2	98.3
Sucrose	98.2	104	101	100.7	100.7	102	99.2	101.2	96.4	95.3	97.1	98.8
Ethylene diamine	95.6	95.8	96.2	96.9	95.3	95.8	96.8	97.1	95.1	96.6	98.3	98.4
Propylamine	99.3	104.3	104.8	99.5	95.4	96.1	97.2	98.8	103.2	101.9	101.2	99.8

التقدير الطيفي لأيزومرات امينوفينول بواسطة تفاعل الاقتران التأكسدي مع 4-امينوانتي بايرين

التفاعل الكيميائي المقترح

من خلال التركيب الكيميائي للمركبات العضوية (ايزومرات امينوفينول) بانها تحتوي على مجموعتي فعالة هما مجموعة الهيدروكسيل ومجموعة الأمين الاروماتية ومن خلال دراسة طبيعة الناتج المتكون بطريقتي جوب والنسبة المولية اثبتت النتيجة بان الارتباط يكون بنسبة 2:1 (مركب عضوي: 4-امينوانتي بايرين) بوجود العامل المؤكسد وفي وسط قاعدي وهذا يدل على ان الارتباط يكون بمجموعة بارا بالنسبة للمجاميع الفعالة لكل من اوثو وميتا امينوفينول اما المركب بارا امينوفينول فيكون الارتباط بموقع اورثو بالنسبة للمجاميع الفعالة والميكانيكية المقترحة ادناه توضح ذلك.



الاستنتاج

طورت طريقة طيفية سريعة وحساسة لتقدير ايزومرات امينوفينول بتطبيق تفاعل الاقتران التأكسدي بين ايزومرات امينوفينول والكاشف (4-AAP) وبوجود كبريتات النحاس عاملاً مؤكسداً في وسط قاعدي وقياس الناتج المتكون عند 440 و 480 و 445 نانوميتر لكل المركبات على التوالي، لقد أمكن تقدير كميات متناهية في الصغر بحدود 1-20 و 1-24 و 1-7 جزء لكل مليون من اورثو-امينوفينول وميتا-امينوفينول وبارا-امينوفينول على التوالي. وبدقة وتوافقية جيدين، كما وجد ان النسبة التركيبية لجميع المعقدات 2:1 المركب:4-امينوانتي بايرين، تميزت الطريقة المطورة بالحساسية وبسهولة وعدم الحاجة الى عملية استخلاص مسبق.

المصادر

1. J. B. Conant and A. H. Blatt, " The Chemistry of organic compounds " . 4th Ed. Macmillan Company, New York (1982).
2. J. N. Delgado and W. A. Remers, " Textbook of Organic Medicinal and Pharmaceutical Chemistry" . 10th Ed. Lippincott Williams and Wilkins, Philadelphia (1998).
3. H. Song and T.S. Chen, J. Biochem. Mol. Toxicol., 15, 34-40 (2001).
4. J. H. Gaddum, "Pharmacology" 7th Ed. Oxford University Press, London, (1975).
5. J. Crossland, "Lewis's Pharmacology". 4th Ed. Churchill Livingstone, Edinburgh and London (1971).
6. Grzybowski, M., Skonieczny, K., Butenschon, H. And Gryko, D. T., Comparison of Oxidative Aromatic Coupling (2013).
7. S. M. Al-Mtaiwti, "The use of charge transfer complex formation reaction in the spectrophotometric determination of some amines and drug compounds", Ph. D. Thesis, Mosul University, p. 30, (2004).
8. H. J. Mohammed , H. J. Mohammed and H. S. Hassen, J.Islamic University., 17, 25-35, (2009).
9. N. N. Dnbeel, "Development of Spectrophotometric Methods for Determination of *o*-, *m*- and *p*-Aminophenol and Their Binary Mixtures Using 1,2-Naphthoquinon-4-sulphonate-Application to Waters", M.Sc. Thesis, Mosul University, (2009).
10. T. Al-Sabha, T. Ismeal, S. Ismael and Ali, S., Eur. Chem. Bull, 3(2),195-199 (2014).
11. E. A. Al-Hamody, "Development of spectrophotometric method for the determination of some primary amines using DNFB reagent and its application to metoclopramide drug", M.Sc. Thesis, Mosul University, (2005).
12. F. M. Al-Esawati, "Development of spectrophotometric methods for determination of some phenolic compounds, and drugs via organic oxidative coupling reaction", M.Sc. Thesis, Mosul University p. 95, (2002).
13. H. Filik, M.Hayvali and E.Kilic, Anal.Chim.Acta, 535,177-182 (2005).

14. H. Filik and A. Tavman, Zh. Anal.Kh., 62,592-597 (2007).
15. N. M. L. Al-Karemy, "Development of spectrophotometric method for the determination of some amino acids and primary amines using TCNQ reagent " M.Sc. Thesis, Mosul University, p. 60, 64 (2006).
16. N. A. F. Al-Hemiry, "Spectrophotometric electrochemical and flow injection determination of some toxics and drugs-application to various sample",Ph.D. Thesis, Mosul University, p. 98 (2004).
17. X. Zhang, Sh. Wang and Q. Shen, Microchim.Acta, 149, 37-42 (2004).
18. Q. Chu , L. Jiang, X. Tian and J. Ye, Anal.Chim. Acta, 606,246-251 (2008).
19. W. Huang, W. Hu and J. Song, Talanta, 61, 411-416 (2003).
20. M. Narita , K. Murakami and J. Michel, Anal. Chim. Acta, 588, 316-320 (2007).
21. S. P. Wany and T. H. Huany, Anal. Chim. Acta, 534, 207-214 (2005).
22. M. S. Ali, S.Rafiuddin, M. Ghori and A. R. Kahtri, J. AOAC International (2007).
23. E. K. Wyseca, M. G. Warowna and Z. Fijalek, J.Pharm.Biomed.Anal., 32,1081-1086 (2003).
24. H. H. Willard, L. M. Merrit and J. A. Dean, "Instrumental methods of analysis", 5th ed., D. van Nostr and company NewYork, p.121 (1974).
25. L. G. Hargis, "Anaytical Chemistry" Prentice-Hall.Inc., New Jersey, p. 424-427 (1988).