

Химия

УДК 615.779.9+547.979+543.422

К. А. ГАЛОЯН

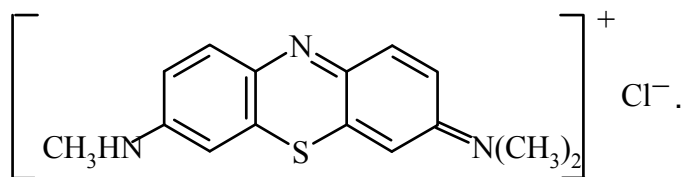
ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НОРСУЛЬФАЗОЛА ОСНОВНЫМ КРАСИТЕЛЕМ ТРИМЕТИЛТИОНИНОМ

Изучено взаимодействие натриевой соли норсульфазола с основным красителем триметилтионином (Азур II). Установлены оптимальные условия образования ионного ассоциата. Выявлено, что образующийся ионный ассоциат извлекается дихлорэтаном однократной экстракцией при равных объемах водной и органической фаз в интервале рН 8,5–9,5.

Подчиняемость закону Бугера наблюдается в интервале содержаний норсульфазола 3,75–40,0 *мкг/мл*, среднее значение молярного коэффициента поглощения $\varepsilon=20000\pm 300$ (*л·моль⁻¹·см⁻¹*) при длине волны 640 *нм*. Натриевая соль норсульфазола взаимодействует с триметилтионином в мольном соотношении 1: 1.

Ранее нами была показана возможность применения основного красителя метиленового голубого (тетраметилтионина) для определения норсульфазола экстракционно-фотометрическим методом [1].

Настоящая работа является продолжением этих исследований, в качестве реагента для экстракционно-фотометрического определения натриевой соли норсульфазола использован другой краситель тиазинового ряда – триметилтионин (ТМТ):



Методика эксперимента и результаты исследований. Исходный раствор натриевой соли норсульфазола готовили растворением точной навески медицинского препарата (производитель ЗАО ФП «Оболenskое», Россия) в дистиллированной воде. Каждый рабочий день готовили новые растворы.

Запасной раствор ТМТ ($1 \cdot 10^{-2}$ М) готовили растворением точной навески препарата квалификации ч.д.а. в дистиллированной воде с последующим фильтрованием. В работе использовали разбавленные растворы красителя ($1 \cdot 10^{-3}$ М).

Оптическую плотность (ОП) измеряли на спектрофотометре СФ–16, рН водной фазы определяли при помощи рН-метра милливольтметра рН–121. Экстракцию проводили в делительных воронках объемом 50 мл. Предварительными экспериментами было установлено, что наиболее подходящим экстрагентом является дихлорэтан и экстракция происходит в слабощелочной среде (рН~9).

Для приготовления образца в делительную воронку помещали 1 мл раствора препарата (норсульфазола) с концентрацией $5 \cdot 10^{-4}$ М, добавляли 1,5 мл раствора ТМТ с концентрацией $1 \cdot 10^{-3}$ М, корректировали кислотность до рН~9, после чего доводили объем до 5 мл дистиллированной водой, добавляли 5 мл дихлорэтана и тщательно встряхивали в течение 0,5 мин. Параллельно ставили «холостой» опыт. После разделения фаз снимали спектры светопоглощения дихлорэтановых экстрактов соединения и красителя («холостой» раствор) относительно чистого растворителя (рис. 1).

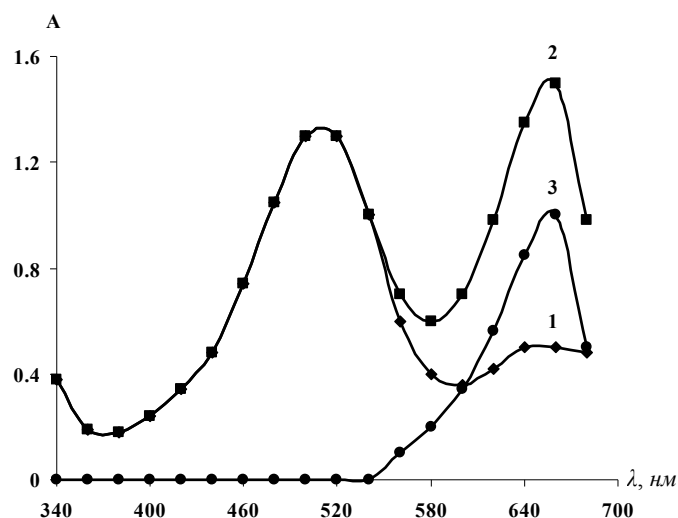


Рис. 1. Спектры светопоглощения дихлорэтановых экстрактов ($l=0,3$ см): 1) краситель, 2) норсульфазол+триметилтионин, 3) дифференциальная кривая.

Значения ОП, наблюдаемые при 640 нм и для красителя, и для образующегося соединения, существенно отличаются друг от друга, что свидетельствует об образовании соединения типа ионного ассоциата. Последующие измерения ОП были проведены при указанной длине волны.

Для определения оптимальной концентрации красителя готовили ряд растворов с постоянным содержанием норсульфазола (1 мл $5 \cdot 10^{-4}$ М раствора) и увеличивающейся концентрацией ТМТ до достижения максимальных неизменных значений ОП органических экстрактов (рис. 2). Измерения проводили относительно «холостых» растворов с соответствующими концентрациями ТМТ.

Из рис. 2 видно, что для количественного извлечения образовавшегося ионного ассоциата в органическую фазу достаточно двукратного избытка красителя.

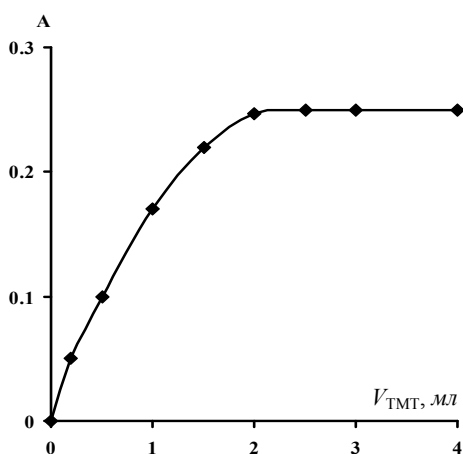


Рис. 2. Кривая «насыщения»: $C_{\text{норс.}} = 5 \cdot 10^{-4} \text{ M}$,
 $V_{\text{норс.}} = 1 \text{ мл}$, $C_{\text{TMT}} = 1 \cdot 10^{-3} \text{ M}$, $l = 0,3 \text{ см}$.

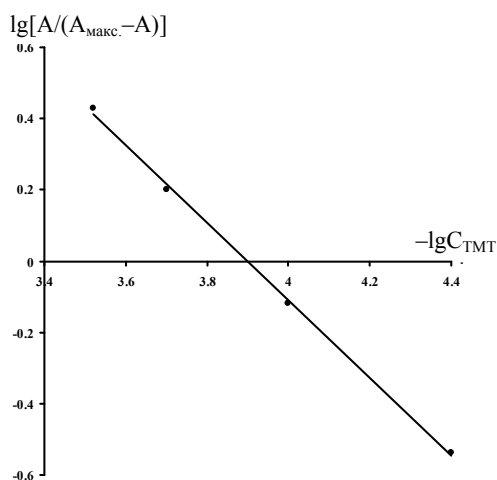


Рис. 3. Определение мольного соотношения реагирующих компонентов методом сдвига равновесия.

Максимальная разница в значениях ОП соединения и соответствующего «холостого» раствора наблюдается в слабощелочной среде, поэтому для определения оптимальных значений pH были приготовлены растворы с pH 8–11 добавлением разбавленного раствора гидроксида натрия. После экстракции измеряли значения ОП дихлорэтановых экстрактов соединения относительно «холостых» растворов с соответствующими pH. Оптимальной является область pH 8,5–9,5. При повышении pH начинают повышаться значения ОП «холостых» экстрактов. Равновесие экстракции устанавливается при встряхивании в течение 0,5 мин, для количественного перевода образующегося ионного ассоциата в органическую фазу достаточно однократной экстракции при равных объемах водной и дихлорэтановой фаз. Значения ОП дихлорэтановых экстрактов неизменны в течение 1 ч. Подчиняемость закону Бугера наблюдается в интервале содержаний норсульфазола 3,75–40,0 мкг/мл. Среднее значение молярного коэффициента поглощения, определенное по данным градуировочного графика, $\epsilon = 20000 \pm 300 \text{ (л} \cdot \text{моль}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}\text{)}$.

Методом сдвига равновесия [2] установлено, что натриевая соль норсульфазола взаимодействует с триметилтионином в мольном соотношении 1:1 (рис. 3).

Кафедра аналитической химии

Поступило 13.10.2008

ЛИТЕРАТУРА

1. Вартанян С.В., Галоян К.А., Хачатрян А.Г. Ученые записки ЕГУ, 2008, № 1, с. 85–89.
2. Булатов М.И., Калинин Н.П. Практическое руководство по фотометрическим методам анализа. Л.: Химия, 1986, с. 244–245.

Կ. Հ. ԳԱԼՈՅԱՆ

ՆՈՐՍՈՒԼՖԱԶՈԼԻ ԼՈՒԾԱՀԱՆՄԱՆ-ԼՈՒՄԱԶՈՓԱԿԱՆ ՈՐՈՇՈՒԹ
ՀԻՄՆԱՅԻՆ ՆԵՐԿԱՆՅՈՒԹ ՏՐԻՄԵԹԻԼԹԻՈՆԻՆՈՎ

Ա մ փ ո փ ու մ

Ուսումնասիրվել է նորսուլֆազոլի (Ազուր II) նատրիումական աղի փոխազդեցությունը հիմնային ներկանյութ տրիմեթիլթիոնինի հետ: Հաստատվել են իոնական ասոցիատի գոյացման համար օպտիմալ պայմանները: Պարզվել է, որ առաջացող իոնական ասոցիատը միանվագ լուծահանվում է դիքլորեթանով ջրային և օրգանական ֆազերի հավասար ծավալների դեպքում pH-ի 8,5–9,5 տիրույթում՝ կես բույե քափահարումով:

Նորսուլֆազոլի նատրիումական աղի 3,75–40,0 մկգ/մլ պարունակության սահմաններում ռեակցիան ընթանում է Բուգերի օրենքին համապատասխան, 640 նմ ալիքի դեպքում լուսակլանման մոլային գործակցի միջին արժեքը՝ $\varepsilon=20000\pm300$ (լ·մոլ⁻¹·սմ⁻¹): Նորսուլֆազոլի նատրիումական աղը փոխազդում է տրիմեթիլթիոնինի հետ 1:1 մոլային հարաբերակցությամբ:

K. H. GALOYAN

EXTRACTION-PHOTOMETRIC DETERMINATION OF NORSULFAZOLE
USING TRIMETHYLTHIONIN BASIC DYE

Summary

The interaction of the norsulfazole sodium salt with trimethylthionin (Azur II) basic dye has been studied. The optimal conditions for formation of ionic associate have been estimated. It has been revealed that the forming ionic associate may be isolated by means of onefold extraction during 0,5 min by chloroform in the 8,5–9,5 pH range under equal volumes of organic and aqueous phases.

The obeying to the photometry main law is observed within the 3,75–40,0 mcg/ml norsulfazole concentration range, the light adsorption molar coefficient average value at 640 nm wavelength $\varepsilon=20000\pm300$ (l·mol⁻¹·cm⁻¹). The norsulfazole sodium salt interacts with trimethylthionin in 1:1 molar ratio.