

В.І. Дорохов, Б.Т. Камінський, Г.В. Павлюк, Б.М. Фецишин

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ АНТИПІРИНУ

Як реагент для кількісного визначення антипірину фотометричним методом запропонований 10-метилакридинійодид. Як розчинник використано пропанол-2. Оптичну гуστину визначали на КФК-2 в області 490 нм з використанням кювети $l = 0,5$ см.

Антипірин (І-феніл-2,3-диметилпіразолон-5) – температуропонижуючий, протизапальний засіб. Використовується при невралгії, ревматизмі, простудних захворюваннях у вигляді таблеток від 0,03 г до 0,05 г і 20 % розчину як кровоспинний засіб [1]. Похідні антипірину широко використовуються в аналітичній хімії [2]. Виникає необхідність кількісного визначення антипірину в його похідних в лікарських речовинах, реактивах. Відомі методи контролю [3] не забезпечують необхідної швидкості, точності та надійності.

Нами розроблений спектрофотометричний експресний метод кількісного аналізу, заснований на його електронно-донорних властивостях. Ароматичні аміни як донори електронів, утворюють глибоко забарвлені комплекси з переносом заряду (КПЗ) з багатьма акцепторами [4, 5]. Як акцепторний компонент нами запропонований 10-метилакридинійодид, катіон якого має велику енергію спорідненості до електрону: $E_A = 5,86$ еВ [6]. Іонізуючий потенціал антипірину, обчислений [7] за положенням смуги переносу заряду, рівний 7,27 еВ, енергія переносу заряду – 2,61 еВ.

Антипірин – безбарвна речовина. 10-метилакридинійодид утворює розчин жовтого кольору, $\lambda_{max} = 420$ нм. Розчини комплексу антипірину з 10-метилакридинійодидом оранжевого кольору, $\lambda_{max} = 460$ нм в пропанолі (рис. 1).

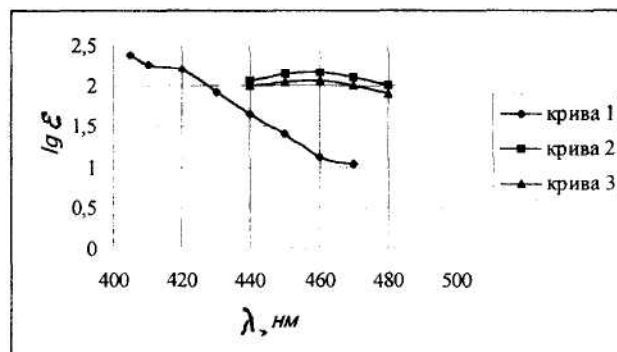


Рис. 1. УФ-спектри йодиду 10-метилакридинію ($C = 5 \cdot 10^{-4}$ моль/л – крива 1) та його комплексів з антипірином (3 мг/мл – крива 2; 4 мг/мл – крива 3)

Комплексоутворення спостерігається вже при концентрації розчину акцептора 10^{-5} моль/л. Константа рівноваги, знайдена за методом Бенеші–Хільдебранда [8], рівна 1,18 (рис. 2).

Спектри розчинів комплексів знімали на спектрофотометрі СФ-16. Досягнення рівноваги контролювали виміром оптичної густини на КФК-2 в області 490 нм. Для визначення константи K вимірювали оптичну гуστину при 22° С для серії розчинів з постійною концентрацією акцептора та різною концентрацією донора, який перебував у великому надлишку в порівнянні з акцептором. Як свідок використовувався розчин акцептора цієї ж концентрації, що і в розчині комплексу. Оптимальною концентрацією акцептора при аналізі антипірину є концентрація $5 \cdot 10^{-4}$ моль/л. При даній концентрації відкриваний мінімум рівний 30 мг, чутливість методу – 0,02 мг/мл.

Методика визначення антипірину. Наважку препарату масою 0,025–0,050 г переносять в мірну колбу на 25 мл, поступово при перемішуванні та нагріванні додають розчин йодиду 10-метилакридинію концентрацією $5 \cdot 10^{-4}$ моль/л. Приготований розчин фотометрують в області 460–490 нм. За знайденою оптичною густиною та калібрувальним графіком знаходять кількість антипірину в 1 мл розчину та всій навазці. Калібрувальний графік будується за даними фотометрії (рис. 3) розчинів комплексу, що вміщують різні кількості антипірину, наприклад, 12,5; 25; 37,5; 50; 62,5; 75; 87,5 мг і т. д. в 25 мл розчину йодиду 10-метилакридинію з концентра-

цією $5 \cdot 10^{-4}$ моль/л.

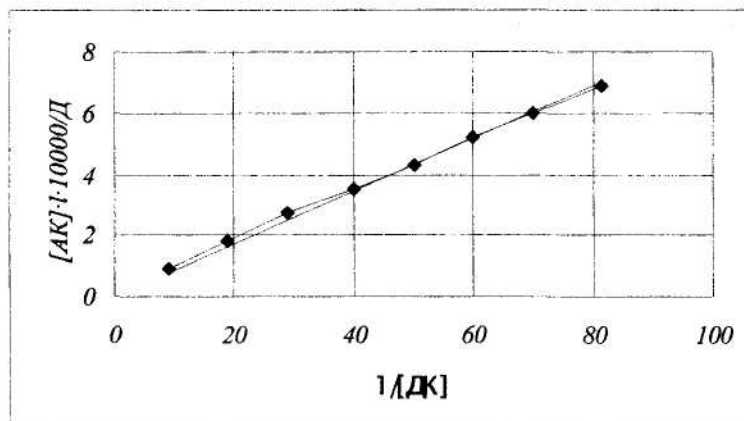


Рис. 2. Розв'язки рівняння Бенеші-Хільдебранда для комплексу йодиду 10-метилакридинію ($C = 5 \cdot 10^{-4}$ моль/л) з антипірином в пропанолі-2, $\lambda = 490$ нм, $l = 0,5$ см

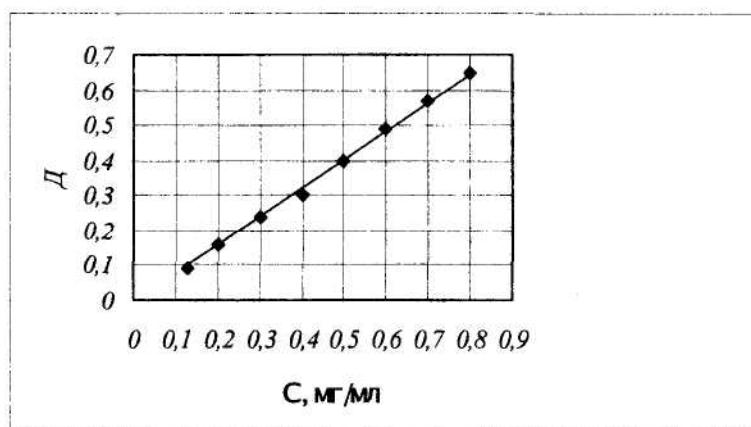


Рис. 3. Калібрувальний графік системи (йодид 10-метилакридинію (I) + антипірин) в пропанолі-2. $C = 1,2 \cdot 10^{-4}$ моль/л, $\lambda = 490$ нм, $l = 2$ см

Одержані розчини містять відповідно 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5 мг/мл і т. д. антипірину. Вміст антипірину в наважці визначають за формулою:

$$m(\%) = \frac{a \cdot 25}{b} \cdot 100,$$

де a – кількість антипірину за графіком; b – наважка речовини, що аналізується, г.

10-метилакридинійодид – червоні кристали з $t_{пл.} = 218-219^\circ \text{C}$ [9]. Пропанол-2 очищали перегонкою з відбором фракції в межах 1°C .

ЛІТЕРАТУРА:

1. Лекарственные препараты, разрешённые к применению в СССР / Под редакцией М.А. Ключева и Э.А. Бабаяна. – М.: Медицина, 1979. – 352 с.
2. Иванов Г.Е., Павлюк Г.В., Туров А.В. Синтез 4-гетерилпроизводных антипирина. – Укр. хим. журнал, 1983. – Т. 49. – № 12. – С. 1302–1303.
3. Государственная фармакология СССР. Изд. десятое. – М.: Медицина, 1968. – 1080 с.
4. Эндриус Л., Кифер Р. Молекулярные комплексы в органической химии. – М.: Мир, 1967. – 207 с.

5. *Иванов Г.Е., Павлюк Г.В.* Комплексы с переносом заряда солей акридиния и ксантиния. – Ж. орг. химии, 1992. – Т. 28. – № 5. – С. 1075–1078.
6. *Иванов Г.Е.* Влияние природы гетероатома на цвет и акцепторные свойства ониевых катионов. – Известия вузов. Химия и хим. технология, 1991. – Т. 34. – № 6. – С. 35–39.
7. *Кампар В.Э., Нейланд О.Я.* Комплексы с переносом заряда сильноокрашенных сопряжённых молекул и ионов. – Ж. орган. химии, 1973. – Т. 9. – № 11. – С. 2336–2341.
8. *Benesi H.A., Hildebrand J.H.* Spectrofotometric investigation of the interaction of iodine with Aromatic Hydrocarbons – J. Am. Chem. Soc., 1949. – Vol. 71. – № 8. – P. 2703–2708.
9. *Иванов Г.Е., Измаильский В.А.* Превращение 9-окси-10-метил-9,10-дигидроакридина в бис(10-метил-9,10-дигидроакридиниловый-9) эфир. – Химия гетероцикл. соедин., 1970. – № 8. – С. 1119–1121.

ДОРОХОВ Віктор Іванович – кандидат хімічних наук, доцент кафедри хімії Державної агроекологічної академії.

Наукові інтереси:

– синтез і властивості гетерокумуленових сполук та їх похідних (уретанів, амідів, сечовин, гетероциклів).

КАМІНСЬКИЙ Болеслав Теофілович – кандидат хімічних наук, доцент кафедри фізики і хімії Житомирського інженерно-технологічного інституту.

Наукові інтереси:

- хімічний синтез;
- хімічна термодинаміка.

ПАВЛЮК Григорій Васильович – кандидат хімічних наук, доцент кафедри хімії Державної агроекологічної академії.

Наукові інтереси:

- синтез і властивості біологічно активних речовин.

ФЕДИШИН Богдан Михайлович – кандидат технічних наук, доцент кафедри хімії Державної агроекологічної академії.

Наукові інтереси:

- адсорбція;
- каталіз;
- охорона навколишнього середовища.