

# IDENTIFICAREA BENZITURONULUI PRIN METODE OPTICE SPECTRALE

Iurie Tihon, Livia Uncu, Vladimir Valica, Liudmila Chirciu

Catedra Chimie farmaceutică și toxicologică

## Summary

### *Optical spectral methods of identification of benzituron*

The new chemical component from izotioureic derivative group is researched. The elaborated methods for identification will be included in normative analytical documents of quality of this substance.

## Rezumat

Este cercetat un nou compus chimic din grupul derivaților izotioureici. Metodele de identificare elaborate vor fi incluse în documentele analitice de normare a calității pentru această substanță.

## Introducere

În ultimii ani, s-au descoperit substanțe medicamentoase cu structură izotiureică nu numai cu acțiune hipertensivă (profetur, difetur, metiferon) dar și cu acțiune antihipertensivă.

Benzioturonul, ce posedă acțiune farmacologică vasodilatatoare, antihipertensivă pronunțată și de lungă durată, datorită influenței directe asupra musculaturii netede a peretelui vascular.

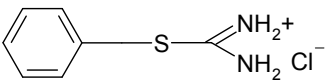
## Materiale și metode

Pentru analiza spectrală au fost utilizate spectrofotometre UV-VIS "Perkin Elmer" Lambda-40 și Agilent Technologies 9500. Spectrele IR au fost determinate la spectrofotometrul "FT/IR-4100 TypeA".

## Rezultate

Pentru identificarea *Benzituronului* au fost determinate spectrele UV a soluțiilor apoase în regiunea 190-320nm. *Benzioturonul* compuși ce aparțin grupului de compuși cu structura izotiureica. Din punct de vedere a structurii chimice substanța se prezintă ca sare de anion anorganic de clorura(benzioturon) și partea organică de benzoilizotiureic.

**Tabelul 1 Caracteristicile spectrale ale unor cromofori**

Substanța	Sisteme cromofore		Tranziția electronică	Lungimea de unda de absorpție
	-NH <sub>2</sub> -SH C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> -	Amina Tiol Fenil	n→σ* n→σ*	195-200 220 198, 255

Electronii atomului de sulf sunt mai puțin legați de nucleele lor proprii decât în cazul electronilor de azot, deaceia tranzițiile electronice (n→π\*) pe segmentul tiolic are loc în intervalul 220±2nm. Această valoare de absorbție este bine pronunțată pentru *Benzioturon* pe aceasta valoare a lungimei de undă se observă un punct de inflexiune care modifică curbura traiectoriei spectrului de absorbție. Acest punct de inflexiune este puțin observabil datorita moleculei de acid clorhidric care interfereaza și reacționeaza steric cu structura izotiureică.

În molecula de *Benzioturon* este prezentă structura aromatică fenilică care pe lângă influența manifestarea benzilor de absorbție din domeniul 200nm. Valoarea 200 nm nu poate fi considerată drept analitică din considerente că acest domeniu este favorabil și pentru molecula de apă.

Benzenul este formată din trei sisteme cu electroni  $\pi$  care condiționează apariția efectului inductiv negativ și deplasarea legăturilor duble aceasta calitativ fiind demonstrată prin apariția în diapazonul de lungime de undă lungă a transferului de benzi  ${}^1A_{1g} \rightarrow {}^1B_{2u}$  și  ${}^1A_{1g} \rightarrow {}^1B_{1u}$  și  ${}^1A_{1g} \rightarrow {}^1E_{1u}$ . Electronii  $\pi$  sunt mobili sunt implicați în tranziții  $\pi \rightarrow \pi^*$  care au loc în regiunea 180-200 nm. Tranziția electronică  $n \rightarrow \pi^*$  ce derivă din electronii neimplicați în legături chimice este prezentă în ambii compuși datorită trecerii unui electron dintr-un dublet "n" al atomilor de N (prezent în sistemul aminic) și S (prezent în sistemul tiolic) pe un nivel  $\pi^*$  de antilegătură. Intensitatea absorbției este influențată de conjugarea electronilor  $\pi$  a grupelor grupelor auxochrome cu electronii de legătură  $\sigma$  (C-S; C=N) și antilegătură  $\sigma^*$

Spectrele soluțiilor analizate au fost înregistrate în diapazonul 190-300 nm.

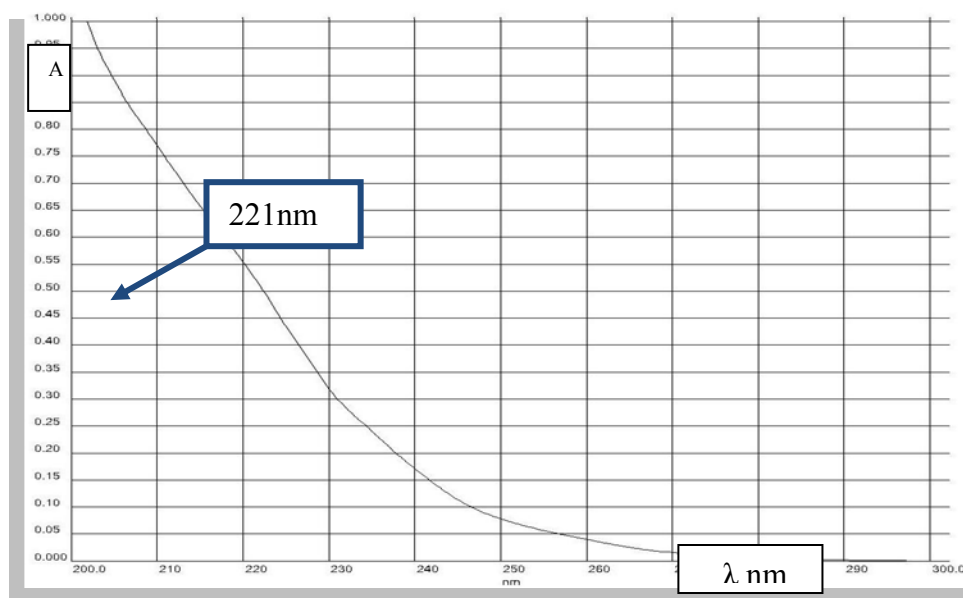


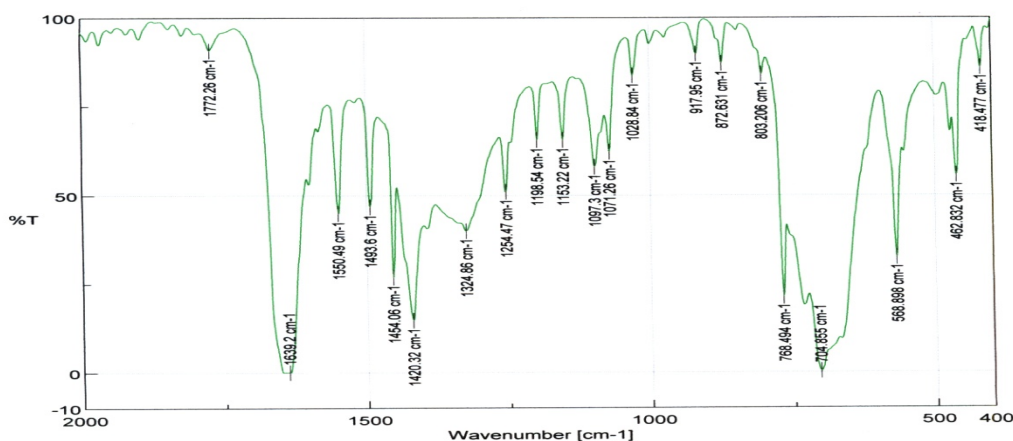
Figura 1. Spectrul UV de absorbție al soluției apoase Benzituron 20 µg/ml

Alegerea solventilor pentru pregătirea probei joacă un rol important în stabilirea texturii spectrului de absorbție care însumează o totalitate de benzi ce se absorb de către lumină la diferite lungimi de undă. Pentru excluderea apariției unor benzi inproprii analitului este necesară; utilizarea solventilor de o înaltă puritate; alegerea unui solvent mai puțin polar pentru a preveni interacțiunile intramoleculare.

Ne-am propus ca să vedem efectul solventilor organici asupra poziției, intensitatea și forma benzilor de absorbție în spectrele soluțiilor de Benzituron de aceeași concentrație 20 µg ml<sup>-1</sup>. În acest caz cel mai favorabil ar fi alcoolul etilic (95g/v) și apa care sunt accesibil costisitoare.

Spectrele IR pentru Benzituron au fost determinate la spectrofotometrul "FT/IR-4100TypeA" (Germania) în regiunea 400-4000 cm<sup>-1</sup> sub formă comprimat. Pentru aceasta 10 mg Benzituron se amestecă 1 g bromura de sodiu. Spectrul IR al Benzituronului este redat în figura 2. Pentru caracteristica benzilor de absorbție a fost aleasă regiunea 1700-400 cm<sup>-1</sup>, adică așa numita zona "amprentelor degetale". Aici caracterul spectrului se schimbă chiar și la devieri neînsemnate în structură. Benzituronul are o caracteristică spectrală individuală.

În regiunea 1400-1450 cm<sup>-1</sup> apare o absorbție puternică (1420.32-1454.06 cm<sup>-1</sup>), cauzată de devieri de valență -NH<sub>2</sub><sup>+</sup> și în regiunea 3300-3000 cm<sup>-1</sup> sunt devieri deformați a grupei -NH<sup>-</sup>. În segmentul 1640-1690 cm<sup>-1</sup> se văd clar devieri deformați a grupelor C = N mai bine pronunțate cu banda 1639.2 cm<sup>-1</sup>. Prezența benzii de absorbție la 568.89 cm<sup>-1</sup> este legată de devierile de valență ale grupei C-S. Benzile de intensitate medie de la 2200-2300 cm<sup>-1</sup>, se datorează vibrațiilor de deformare a grupei -CH<sub>2</sub>



**Figura 2** Spectrul IR de absorbție al *Benzituronului*

Poziția frecvențelor caracteristice în spectrul IR al *Benzituronului* este redată în tabelul 2

Sistemul aromatic este indicat pe spectru prin apariția benzilor de absorbție la 1550.49 și 1639.2  $\text{cm}^{-1}$ . Banda 704.85  $\text{cm}^{-1}$  confirmă sistemul benzenic monosubstituit. Rezultatele spectrelor IR ale *Benzituronului* demonstrează structura acestei substanțe, precum și utilizarea spectroscopiei IR pentru identificare.

*Tabelul 2 Frecvențele caracteristice a Benzituronului în spectrul IR*

Substanța	maxime, cauzate de grupele, $\text{cm}^{-1}$			
	Ciclu benzenic	$\text{NH}_2^+ ; \text{NH}$	- $\text{CH}_2$ - $\text{CH}_2$	C- S, C=N
Benzituron	1500-1600, 700	1400-1450, 3300-3000	1000-1100; 2200-2300	550-580; 1640-1690

### Concluzii

1. A fost cercetat spectrul UV de absorbție a *Benzituronului*, s-a arătat specificul lui și posibilitatea folosirii pentru identificare.
2. A fost cercetat spectrul IR de absorbție a *Benzituronului*, evidențiind benzi de absorbție, care deosebesc *Benzituronul* de alte substanțe și permit folosirea lor pentru demonstrarea structurii și identificarea substanței.

### Bibliografie

1. Liviu Roman, Marius Bojiță, Robert Săndulescu, Validarea metodelor de analiză și control, Editura medicală, 1998, 283p.
2. Uncu L., Valica V., Cheptanaru Z. Analiza spectrală a difeturului și profeturului // Realizările farmacologiei naționale în perioada anilor 1971-2001. - Chișinău.- 2001.- P. 208-210.
3. Douglas A.Skoog, F.James Holler, Timothy A.Nieman *Principles of Instrumental Analysis*, Saunders Golden Sunburst Series