



جامعة الموصل  
كلية التربية للعلوم الصرفة

التقدير الطيفي للميزالازين وكبريتات التربوتالين وكلوربرومازين  
هيدروكلوريد في المستحضرات الصيدلانية

احلام جاسم محمد الحديدي

رسالة ماجستير  
الكيمياء

بإشراف

الأستاذ المساعد

الدكتور صبحي محسن جارالله المتيوتي

## الخلاصة

تشمل هذه الرسالة على أربعة فصول :

تضمن الفصل الأول مراجعة للطرائق التحليلية المستخدمة في تقدير المركبات الدوائية المدروسة : الميزالازين وكبريتات التريبوتالين وكلوربرومازين وهيدروكلوريد .

وتناول الفصل الثاني تطوير طريقة طيفية لتقدير الميزالازين باستخدام الكاشف 4,2- ثنائي نيتروأنيلين المؤزوت ، إذ تعتمد الطريقة على تفاعل الميزالازين مع كاشف 4,2- ثنائي نيتروأنيلين المؤزوت في الوسط القاعدي ، تم التقدير بوجود عامل الشد السطحي Cetyltrimethyl ammoniumbromide (CTAB) ويعطي التفاعل ناتجاً برتقالي اللون يقاس طيفياً عند الطول الموجي 500 نانوميتر، وكانت حدود تطبيق قانون بير بكميات 1-8 مايكروغرام/مللتر وبامتصاصية مولارية  $1.1990 \times 10^4$  لتر. مول<sup>-1</sup>. سم<sup>-1</sup> ، وبلغ معدل نسبة الاسترجاعية 99.65% والانحراف القياسي النسبي أقل من 2% ، وطبقت الطريقة بنجاح في تقدير الميزالازين في المستحضرات الصيدلانية ، إذ كانت النتائج منققة مع المحتوى الأصلي للمستحضرات الصيدلانية والطريقة القياسية المعتمدة في دستور الأدوية البريطاني ، فضلاً عن ذلك فقد فحصت دقة الطريقة وصلاحيتها من خلال اختبري F و t عند مستوى ثقة 95% ، وقد وجد أن قيم F و t العملية أقل من القيم الجدولية مما يدل على أن الطريقة المطورة ذات دقة عالية وصلاحية تطبيق تحليلي جيدة .

ويشمل الفصل الثالث تطوير طريقة طيفية حساسة لتقدير كبريتات التريبوتالين بواسطة تفاعل تكوين معقد الشحنة المنقلة بمفاعلة كاشف البرومانيل بوصفه مستقبلاً للإلكترونات من نوع  $\pi$  مع كبريتات التريبوتالين بصفاتها مانحا من نوع n في وسط الكربونات المنظم دالته الحامضية I<sub>1</sub> ليعطي معقد شحنة منقلة له أقصى امتصاص عند 422 نانوميتر ، إذ أمكن تقدير كميات مايكروغرامية بمدى 2-24 مايكروغرام/مللتر من كبريتات التريبوتالين بدقة وتوافق جيدين إذ بلغ معدل نسبة الاسترجاع 99.67% والانحراف القياسي النسبي أقل من 2% . وكانت هذه الطريقة ذات حساسية عالية إذ كانت قيمة الامتصاصية المولارية  $1.3715 \times 10^4$  لتر. مول<sup>-1</sup>. سم<sup>-1</sup> . طبقت الطريقة بنجاح في تقدير

كبريتات التريبوتالين في المستحضرات الصيدلانية كما دُرست صلاحية التطبيق التحليلي للطريقة على المستحضرات الصيدلانية من خلال دراسة طريقة الاضافة القياسية التي تدل على أن الطريقة المطورة ذات تطبيق تحليلي جيد .

وتضمن الفصل الرابع تطوير طريقة طيفية بسيطة وحساسة لتقدير كلوربرومازين هيدروكلوريد وذلك بالاعتماد على أكسدته بزيادة محسوبة من العامل المؤكسد  $N-$  بروموسكسينميد في وسط حامض الكبريتيك وتقدير المتبقي من العامل المؤكسد بالتفاعل مع كمية ثابتة من محلول صبغة ازور A مؤديا الى قصر لونها وقياس امتصاص المتبقي من لون الصبغة عند 604 نانوميتر . إذ وجد أن امتصاص الصبغة يزداد خطيا بزيادة تركيز المركب الدوائي ضمن المدى 2-24 مايكروغرام/ملتر وبامتصاصية مولارية  $10 \times 1.7375$  لتر. مول<sup>-1</sup>. سم<sup>-1</sup> وبدقة وتوافق جيدين ، إذ كان معدل نسبة الاسترجاع 99.43% وانحراف قياسي نسبي اقل من 1.0% وطبقت الطريقة بنجاح في تقدير كلوربرومازين هيدروكلوريد في مستحضراته الصيدلانية على شكل اقراص ، إذ كانت النتائج متفقة على نحو جيد مع المحتوى الأصلي للمستحضرات الصيدلانية ومع الطريقة القياسية الواردة في دستور الأدوية البريطاني ، فضلا عن ذلك فقد فحصت دقة الطريقة وصلاحيتها من خلال اختباري F و t عند مستوى ثقة 95% ووجد ان قيمة F و t المحسوبة أقل من القيم الجدولية مما يدل إحصائيا أن الطريقة المقترحة ذات صلاحية تطبيق تحليلي جيدة .

---

---

## Summary

This thesis includes four chapters :

The **First chapter** included a review of the analytical methods used for the determination of the studied pharmaceutical compounds in du ding misalazine , terbutaline sulphate and chlorpromazine hydrochloride .

The **Second chapter** demonstrates the development of a spectrophotometric method for the determination of mesalazine in aqueous solution 2,4-diazidized dinitroaniline , the method is based on the coupling mesalazine with diazotized 2,4-DNA in basic medium in the presence of CTAB to form orange azo dye, which exhibits maximum absorption at 500 nm . Beer's law is obeyed over the concentration range of (1-8  $\mu\text{g/ml}$ ). The apparent molar absorptivity value is  $1.1990 \times 10^4 \text{ l. mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$  . The average recovery is 99.6% and a relative standard division (RSD) is less than 2% . The method has been applied successfully for the determination of the studied drug in its pharmaceutical preparations . The obtained results are in agreement with certified value of pharmaceutical preparations and with the British pharmacopoeia method . Moreover, the results are also compared statistically by student's t-test for accuracy and variance ratio F-test for precision at 95% confidence level. It was found that the calculated t and F values did not exceed the tabulated values , indicating that the proposed method has good accuracy and validity .

The **Third chapter** involves the development of sensitive spectrophotometric method to the determination of microgram amounts 2-24  $\mu\text{g/ml}$  of terbutaline sulphate . The method depends on the reaction terbutaline sulphate as n-donor with bromanil reagent as  $\pi$  - acceptor to form n- $\pi$  charge transfer complex in the carbonate buffer solution (pH11) with maximum absorption at 422 nm . The molar absorptivity is  $1.3769 \times 10^4 \text{ l. mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$  and the method accuracy (the average recovery) was 99.67% and the precision (relative standard division) was less than 2% . The method was successfully applied for the determination of terbutaline sulphate in pharmaceutical preparations and the results were in good agreement with standard addition procedure pharmaceutical preparations was studied by studying the standard

addition method indicating that the developed method has a good analytical application.

The **Fourth chapter** included the development of a simple and sensitive spectrophotometric method for the determination of chlorpromazine hydrochloride, (CPZ.HCl) based on its oxidation by excess amount of oxidant agent N-bromosuccinimide in acidic medium and the residual oxidant agent react with fixed amount of azure A dye which have a maximum absorbance at 604 nm . It was found that the absorbance of the dye increases with increasing the chlorpromazine hydrochloride within the range 4-24  $\mu\text{g/ml}$  . The molar absorptivity is  $1.7375 \times 10^4 \text{ l. mol}^{-1} . \text{cm}^{-1}$  with good accuracy and compatibility , with average recovery of 99.43% and the relative standard deviation of less 1% . The method was successfully applied in the estimation of chlorpromazine hydrochloride in its pharmaceutical preparations (tablets) as the results were well consistent with the original content of the pharmaceuticals and with the standardized method British Pharmacopoeia. Moreover, the accuracy of the method and its validity were tested by testing F and t at the level 95% confidence was found that the value of F and t calculated less than the values of the table, which indicates statistically that the proposed method has the validity of a good analytical application.

**University of Mosul  
College of Education  
for Pure Science**



# **Spectrophotometric Determination of Mesalazine, Terbutaline Sulphate and Chlorpromazine Hydrochloride in Pharmaceutical Preparations**

**Ahlan Jaseem Mohammed Al- Hadidi**

**M. Sc. Thesis  
Chemistry**

**Supervised by  
Assist. Prof.  
Dr. Subhi Mohsin Jaralah Al-Mtaiwti**

**1440 A.H**

**2019 A.D**