جمهورية العراق
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة الموصل / كلية التربية للبنات
قسم الكيمياء

التقدير الكمي لهيدروكلوريد الدوكسيسايكلين والتطبيق على مستحضراته الصيدلانية

كرم شامل شاكر محمود الساعاتي

رسالة ماجستير
علوم في الكيمياء

بإشراف
الأستاذ الدكتور
داود حبو محمد حبو

1446 هـ 2025 م

الخلاصة:

تتضمن هذه الرسالة أربعة فصول:

الفصل الأول: يتضمن مقدمة عامة عن تفاعلات الأزوتة والاقتران وتفاعلات الاقتران التأكسدي المتبعة في تقدير المركب الدوائي المدروس (الدوكسيسيكلين هايدروكلوريد)، ومقدمة عامة عن الدواء المراد تقديره في هذه الرسالة يتضّمن استعراضاً للطرائق الطيفية المتبعة في تقدير الدواء قيد الدراسة.

الفصل الثاني: يتضمن الفصل مبحثين **المبحث الأول** تطوير طريقة طيفية حساسة لتقدير الدوكسيسايكلين هيدروكلوريد إذ تعتمد الطريقة على تفاعل الأزوتة والاقتران باستخدام الكاشف أورثو أنيسيدين في الوسط القاعدي وتكون صبغة آزوية أعطت اعلى امتصاص عند الطول الموجي 437 نانومتر، إذ اتبعت الطريقة قانون بير مدى التراكيز يتراوح بين 1-60 مايكروغرام/مللتر وكانت الامتصاصية المولارية 10.72×10^3 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$وحساسية ساندل0.044 مايكروغرام.سم$^{-2}$، وقيمة معامل الارتباط (R^2=0.9998)، في حين بلغت دقة الطريقة (معدل نسبة الاسترجاع) 99.96 % بإنحراف قياسي نسبي أقل من 0.5 %وتمّ تطبيق الطريقة على المستحضرات الصيدلانية للمركب الدوائي المدروس.

واشتمل **المبحث الثاني** إقتراح طريقة طيفية إنتقائية لتقدير المركب الدوائي الدوكسيسيكلين هايدروكلوريد بواسطة تفاعل الاقتران التأكسدي إذ تعتمد الطريقة على اقتران المركب الدوائي مع الكاشف أورثو أنيسيدين بوجود ن- بروموسكسيناميد كعامل مؤكسد في وسط قاعدي وأعطى الناتج أعلى امتصاص عند 574 نانومتر ويتبع قانون بير ضمن مدى التركيز 0.5-24 مايكروغرام /مللتر وبامتصاصية مولارية 10×2.4^4 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ ، وبلغت دلالة ساندل 0.020 مايكروغرام.سم$^{-2}$، وقيمة معامل الارتباط (R^2=0.9994) في حين بلغت دقة الطريقة (معدل نسبة الاسترجاع) 99.8 % وانحراف قياسي نسبي أقل من0.6 % وتم تطبيق الطريقة بنجاح على المستحضرات الصيدلانية للمركب الدوائي المدروس.

الفصل الثالث: تطوير طريقة طيفية حساسة لتقدير كميات مايكروغرامية للدوكسيسيكلين هايدروكلوريد تعتمد الطريقة على تفاعل الأزوتة والاقتران وذلك بتفاعل الكاشف المؤزوت

6،4،2- ثلاثي برومو أنلين مع الدواء في وسط قاعدي أعطى ناتج ملون ذو أعلى امتصاص عند 500 نانومتر ورسم المنحنى القياسي للطريقة المقترحة اعطى علاقة خطية في مدى تراكيز تتراوح بين 0.5-20 مايكروغرام /مللتر إذ بلغت الامتصاصية المولارية 2.3×10^4 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-}$ وبلغت دلالة ساندل 0.0205 مايكروغرام. سم$^{-2}$، وقيمة معامل الارتباط ($R^2=0.9997$)، في حين بلغت دقة الطريقة (معدل نسبة الاسترجاع) 100.26% وبانحراف قياسي نسبي أقل من0.7% وتم تطبيق الطريقة على المستحضرات الصيدلانية للمركب الدوائي المدروس.

الفصل الرابع : تناول الفصل تطوير طريقة طيفية حساسة لتقدير الدوكسيسيكلين هايدروكلوريد بواسطة تفاعل الأزوتة والاقتران حيث تعتمد الطريقة على اقتران المركب الدوائي مع الكاشف المؤزوت 2-أمينو بيريميدين في وسط قاعدي أعطت الصبغة الناتجة أعلى امتصاص عند 420 نانومتر وأتبعت الطريقة المقترحة قانون بير ضمن مدى التراكيز يتراوح بين 0.5-14 نانومتر وبلغت الامتصاصية المولارية 5.4×10^4 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-}$ وبلغت دلالة ساندل 0.00881 مايكروغرام.سم$^{-2}$، وبلغت دقة الطريقة (معدل نسبة الاسترجاع) وبانحراف قياسي نسبي أقل من 0.3 %وطبقت الطريقة المقترحة على المستحضرات الصيدلانية للمركب الدوائي المدروس.

Republic of Iraq
Ministry of Higher Education
And Scientific Research
University of Mosul
College of Education for Girl
Department of Chemistry

Quantitative Determination of Doxycycline Hydrochloride and application to its pharmaceutical preparations

Karam Shamil shakir Mahmood Alsaati

Chemistry

Supervised By
Prof.
Dr. Dawood Habboo Mohammed Habboo

1446 A.H. **2025A.D.**

Summary

Thes thesis consists of four chapter

First chapter: includes a general introduction of diazotization and coupling reactions and oxidative coupling reactions used in the estimation of the studied drug compound (doxycycline hydrochloride), and a general introduction to the drug to be estimated in this thesis also includes a review of the spectroscopic methods used in the estimation of the drug under study.

Second chapter: includes tow section, **the First topic** developing a sensitive spectroscopic methods to estimate doxycycline hydrochloride is based on the reaction of diazotization and coupling reactions using the reagent Ortho-anisidine in the basic medium, from an azo dye gave the highest absorption at a wavelength of 437 nm, as the method followed beer's law, the concentration ranges from 1-60 μg /ml and the molar absorbance was$10.72x10^3$ $l.mol^{-1}.cm^{-1}$and the sensitivity of the sandal 0.044 $\mu g.cm^{-2}$, and the value of the correlation coefficient (R^2=0.9998), while the accuracy of the method (an average recovery Rate) reached 99.96% with a relative standard deviation of less than 0.5% and the method was applied to pharmaceutical preparations of the studied drug compound.

The **second topic** included the proposal of a selective spectroscopic method for estimating the drug compound doxycycline hydrochloride by the oxidative coupling reaction, as the method depends on the coupling of the drug compound with the reagent Ortho anisidine in the presence of N-bromosucinimide as an oxidizing agent in a base medium gave the product the highest absorption at 574 nm and follows beer's law within the concentration range 0.5-24 μg /ml and with a molar absorbance of $2.4x10^4$ $l.mol^{-1}.cm^{-1}$,the sandal indication amounted to 0. 020 $\mu g.cm^{-2}$, and the value of the correlation coefficient (R^2=0.9994), while the accuracy of the method (an average recovery Rate) reached 99.8% and a relative standard deviation of less than 0.6%. the method was successfully applied to pharmaceutical preparations of the studied drug compound**.**

Third chapter: Developing of a sensitive spectroscopic method for estimating microgram quantities of doxycycline hydrochloride the method is based on the reaction of diazotization and coupling by reacting the azoated reagent 2,4,6-tribromoanilin with the drug in a basic medium

gave a colored output with the highest absorption at 500 nm and drawing the standard curve of the proposed method to give a linear relationship in the range of concentrations ranging from 0.5-20 μg/ml, the molar absorption reached $2.3x10^4$ $l.mol^{-1}.cm^{-}$.Poison The sandal index amounted to 0.0205 μg $.cm^{-2}$, and the value of the correlation coefficient (R2=0.9997), while the accuracy of the method (an average recovery Rate) reached 100.26% with a relative standard deviation of less than 0.7%. the method was applied to pharmaceutical preparations of the studied drug compound.

Fourth chapter: dealt with the developing of a sensitive spectroscopic method for estimating doxycycline hydrochloride by the reaction of diazotization and coupling, where the method is based on the coupling of the drug compound with the azoated reagent 2-aminoprimidine in a basic medium gave the resulting dye the highest absorption at 420 nm. the proposed method followed beer's law within the range of concentrations ranging from 0.5-14 μg/ml and the molar absorption reached $5.4x10^4$ $l.mol^{-1}.cm^{-}$.the Sandel index amounted to 0.00881. μg $.cm^{-2}$, and the value of the correlation coefficient (R^2=0.9994), the accuracy of the method (an average recovery Rate) with a relative standard deviation was less than 0.3% and the proposed method was applied to pharmaceutical preparations of the studied drug compound.