



جامعة الموصل / كلية التربية للبنات  
قسم الكيمياء

# إستخدام تفاعلات الاقتران التأكسدي والأزوتة والاقتران لتقدير بعض المركبات الدوائية

مروة عبدالغني شيت الصفار

رسالة ماجستير  
علوم في الكيمياء

بإشراف

الأستاذ المساعد

الدكتور محمد سالم العنزي

## المستخلص بلغة الرسالة

اشتملت الرسالة على خمسة فصول:  
تضمن الفصل الأول مقدمة عامة عن تفاعلات الاقتران التأكسدي وتفاعلات الأزوتة والاقتران وإستعراضاً للطرائق الطيفية المتبعة في تقدير المركبات الدوائية المدروسة والمتمثلة بالساليبوتامول وسيفوتاكسيم والصوديوم والدايبون والميرالازين، فضلاً عن الاستخدامات التحليلية للكواشف (البنزدين، بارا-امينوفينول، البايروكاتيكول).  
وإشتمل الفصل الثاني على مبحثين تضمن المبحث A تطوير طريقة طيفية حساسة وبسيطة لتقدير كميات مايكروغرامية من الساليبوتامول (16-0.2) مايكروغرام.ملتر<sup>-1</sup>، تعتمد الطريقة على تفاعل الإقتران التأكسدي بين الساليبوتامول وكاشف البنزدين بوجود بيرويدات البوتاسيوم كعامل مؤكسد في الوسط القاعدي لتكوين معقد وردي يُعطي أقصى إمتصاص عند 333.5 و509 نانوميتر، إذ بلغت قيمة الإمتصاصية المولارية 26059.77 و2297.28 لتر.مول<sup>-1</sup>.سم<sup>-1</sup>، تم تطبيق الطريقة بنجاح لتقدير الساليبوتامول في مستحضراته الصيدلانية.

وتضمن المبحث B تطوير طريقة طيفية بسيطة ودقيقة لتقدير كميات مايكروغرامية (12-1) مايكروغرام. ملتر<sup>-1</sup> من الساليبوتامول، إتمدت الطريقة على تفاعل كاشف البنزدين المؤزوت أنياً مع الساليبوتامول في الوسط القاعدي بوجود سيتيل بريدينوم كلوريد لتكوين صبغة برتقالية أعطت إمتصاص عند 470 نانوميتر، بلغت الإمتصاصية المولارية للصبغة 21106.26 لتر.مول<sup>-1</sup>.سم<sup>-1</sup>.  
وتضمن الفصل الثالث إقتراح طريقة طيفية سريعة وانتقائية لتقدير المركب الدوائي سيفوتاكسيم الصوديوم، تعتمد الطريقة على إقتران سيفوتاكسيم الصوديوم مع الكاشف بارا-امينو فينول بوجود العامل المؤكسد بيرويدات البوتاسيوم في الوسط الحامضي لتكوين معقد بنفسجي اللون يُعطي أقصى إمتصاص عند 546 نانوميتر، ولتبعت الطريقة قانون بير ضمن مدى التراكيز (16-0.4) مايكروغرام. ملتر<sup>-1</sup>، بإمتصاصية مولارية قدرها 9167.242 لتر.مول<sup>-1</sup>.سم<sup>-1</sup>، وتم تطبيق الطريقة بنجاح على المستحضرات الصيدلانية للمركب الدوائي قيد الدراسة، إذ وجد أن نتائج الطريقة متفقة مع المحتوى الأصلي للمستحضرات الصيدلانية للمركب الدوائي ومع نتائج الإضافة القياسية لتقدير سيفوتاكسيم.

وإشتمل الفصل الرابع على تطوير طريقة طيفية بسيطة لتقدير كميات مايكروغرامية (12-1) مايكروغرام.ملتر<sup>-1</sup> من الدايبون بإستخدام تفاعل الأزوتة والإقتران، استندت الطريقة على إقتران الدايبون المؤزوت مع كاشف البايروكاتيكول في وسط قاعدي لتكوين صبغة ذات لون اصفر تعطي أقصى امتصاص عند الطول الموجي 400 نانوميتر  
وتناول الفصل الخامس تطوير طريقة طيفية حساسة وسريعة لتقدير الميرالازين بإستخدام تفاعل الأزوتة والاقتران الذي يعتمد على تفاعل الميرالازين المؤزوت مع كاشف الاموكسيسيلين في الوسط القاعدي الذي يعطي صبغة صفراء تقاس طيفياً عند الطول الموجي 440 نانوميتر، واتبع قانون بير ضمن المدى (70-2) مايكروغرام.ملتر<sup>-1</sup>، طُبقت طريقة بنجاح في المستحضرات الصيدلانية للميرالازين.

توقيع مسؤول الدراسات العليا

أ.م.د. محمد اسماعيل محمد

تأييد المشرف

أويد بان مستخلص الاستمارة مطابق للمستخلص في الرسالة

الاسم: أ.م.د. محمد سالم شيبث العنزي

## Abstract

---

This thesis consists of five chapters:

The **first chapter** includes a review of spectrophotometric methods used for the determination of the studied drug compounds of salbutamol, Sodium Cefotaxime, Dapsone and Mesalazine.

The **second chapter** comprises two section, just as follows:

The **section A** demonstrates the development of a rapid and simple spectrophotometric method for the determination of Salbutamol, The method is based on the oxidative coupling reaction of Salbutamol with reagent Benzidine in the presence of potassium periodate as oxidizing agent in alkaline medium forming a pink colour product. The product gave maximum absorption at 333.5 and 509 nm. The molar absorptivity is 26059.77 and 2297.28  $\text{l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$  at 333.5 and 509 respectively. For concentrations obeyed Beer's law in the range 0.2-16  $\mu\text{g.ml}^{-1}$ . The recovery was 101.97% and 102.33% with relative standard deviation < 2.5 % for Salbutamol. The suggested method was successfully applied to determine Salbutamol in pharmaceutical preparation (tablet).

The **section B** encompasses the use of Benzidine as a coupling reagent to develop a sensitivity spectrophotometric method for the determination of Salbutamol. The method is based on the diazotization coupling reaction of Salbutamol with Benzidine in alkaline medium in the presence CPC to form orange product gave maximum absorption at 470 nm. For concentrations obeyed Beer's law in the range 1-12  $\mu\text{g.ml}^{-1}$  The molar absorptivity is 21106.26  $\text{l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ . The recovery was 99.69% with relative standard deviation < 1.8 % for Salbutamol. The suggested method has been applied for the determination of Salbutamol in their pharmaceutical preparations, and the results are in good agreement with the British Pharmacopeia method.

The **Third chapter** includes the development a rapid and a selective spectrophotometric method for the estimation of sodium Cefotaxime. The

## Abstract

---

method is based on oxidative coupling reaction of sodium cefotaxime with P-aminophenol in the presence of potassium periodate in acidic medium to form violet product which absorbs at 546 nm. Beer's law is obeyed in the concentration range 0.4-16  $\mu\text{g.ml}^{-1}$ . The molar absorptivity is 9167.424  $\text{l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ . The recovery was 100.05 with relative standard deviation  $< 0.9 \%$ .

The method has been applied successfully to the assay of sodium Cefotaxime in pharmaceutical preparation (injection). The analytical results are compatible with certified values of pharmaceutical reparations and with standard addition procedure.

The **fourth chapter** involves a simple spectrophotometric determination of microgram amounts of Dapsone (1-12)  $\mu\text{g.ml}^{-1}$ . The method based depends on the diazotization coupling reaction of Dapsone with Pyrocatechol in alkaline medium produce an intense yellow colored which absorbs at 400 nm. The molar absorptivity is 14624.87  $\text{l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ . The recovery was 99.78 with relative standard deviation  $< 1.8 \%$ .

The method has been applied successfully to the assay of Dapsone in pharmaceutical preparation (tabtet). The analytical results are compatible with certified values of pharmaceutical reparations and with standard addition procedure.

The **fifth chapter** encompasses the use of Amoxicillin a new coupling reagent to develop a selective and rapid spectrophotometric method for the determination of Mesalazine via diazotization coupling reaction in alkaline medium. To form yellow product which show maximum absorption at 440 nm. The concentration of determination drug in the range 2-70  $\mu\text{g.ml}^{-1}$ . The molar absorptivity is 2863.62  $\text{l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ . The recovery was 99.99 with relative standard deviation  $< 0.6 \%$ .

## **Abstract**

---

The suggested method has been applied for the determination of Mesalazine in their pharmaceutical preparations, and the results are in good agreement with the British Pharmacopeia method.

**Republic of Iraq  
Ministry of Higher Education  
and Scientific Research  
University of Mosul  
College of Education for Girls  
Department of Chemistry**



**The Use of Oxidative Coupling and  
Diazotization Coupling Reaction for  
Determination of Some Drug Compounds**

**A Thesis Submitted By  
Marwa Abdul-Ghani Sheet Al-Safar**

**Master Thesis  
in Analytical Chemistry**

**Supervised by  
Assistant Professor  
Dr. Mohammed Salim Al-Enizzi**

---

**1443 A.H.**

**2021 A.D.**