جامعة الموصل
كلية العلوم

تطوير طرائق طيفية في تقدير السبروفلوكساسين هيدروكلوريد في حالته النقية وفي مستحضراته الصيدلانية

محاسن عبدالرحمن حسين علي

رسالة ماجستير

علوم الكيمياء / الكيمياء التحليلية

بإشراف

الأستاذ المساعد الدكتورة خالدة محمد عمر الطائي

1443 هـ **2022 م**

الخلاصة

تحتوي الرسالة على أربعة فصول:

الفصل الأول: يتضمن الفصل الأول مقدمة عامة عن المواضيع الآتية:

-السبروفلوركساسين هيدروكلوريد، صفاته واستخداماته الطبية

-الطرائق التحليلية المستعملة لتقدير السبروفلوكساسين هيدروكلوريد

-الهدف من البحث.

الفصل الثاني

يتضمن تطوير طريقة طيفية غير مباشرة لتقدير السبروفلوكساسين هيدروكلوريد في حالته النقية وفي المستحضرات الصيدلانية، تعتمد الطريقة على أكسدة السبروفلوكساسين هيدروكلوريد في الوسط الحامضي باستخدام زيادة معلومة من محلول ن_بروموسكسينميد ثم تقدير الفائض من العامل المؤكسد ن-بروموسكسينميد من خلال قصر لون صبغة الميثيلين الزرقاء وقياس المتبقي من الصبغة عند الطول الموجي 665 نانوميتر والذي يتناسب طردياً مع تركيز السبروفلوكساسين هيدروكلوريد. تراوحت حدود قانون بير في مدى التراكيز (0.5 -4.5) مايكروغرام/مللتر مع معامل تقدير 0.9993 وكانت الامتصاصية المولارية 8.6×10^4 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ ودلالة ساندل للحساسية 0.004276 مايكروغرام. سم$^{-2}$ وكانت قيم الانحراف القياسي النسبي ضمن المدى (±0.608 - ±0.745)% اعتماداً على مستوى التركيز وكانت قيمة حد الكشف (LOD) 0.0033 مايكروغرام/مللتر وحد التقدير الكمي (LOQ) 0.0111 مايكروغرام/مللتر ، تم تطبيق الطريقة بنجاح لتقدير السبروفلوكساسين هيدروكلوريد في مستحضراته الصيدلانية (أقراص وقطرات عين).

الفصل الثالث

يتضمن طريقة طيفية غير مباشرة لتقدير السبروفلوكساسين هيدروكلوريد في الوسط المائي باستخدام تفاعل الأكسدة والاختزال، اعتمدت الطريقة على أكسدة المركب الدوائي باستخدام زيادة من ن–بروموسكسينميد في محيط حامضي ثم تقدير المتبقي من NBS وذلك بإضافة يوديد البوتاسيوم الذي يعمل على اختزال NBS ويتحرر اليود المكافئ الذي يكون معقداً أزرقاً مستقراً عند إضافة النشأ بعد اكتمال عملية الأكسدة والاختزال، يعطي أقصى امتصاص عند الطول الموجي 590 نانوميتر، وكانت الطريقة تتبع قانون بير ضمن المدى (0.3 –5) مايكروغرام/مللتر مع معامل تقدير 0.9994 وقيمة الامتصاصية المولارية 3.659×10^4 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ ودلالة ساندل 0.01005 مايكروغرام.سم$^{-2}$ وكانت قيم الانحراف القياسي النسبي من ±0.492% إلى ±0.649% ، فيما بلغت قيمة حد الكشف (LOD) وحد التقدير الكمي (LOQ) تساوي 0.01756 و 0.05855 مايكروغرام/مللتر على التوالي . طبقت الطريقة بنجاح في تقدير السبروفلوكساسين هيدروكلوريد في مستحضراته الصيدلانية (أقراص وقطرات عين).

الفصل الرابع

يتضمن تطوير طريقة طيفية غير مباشرة لتقدير السبروفلوكساسين هيدروكلوريد في حالته النقية وفي المستحضرات الصيدلانية، حيث تعتمد الطريقة على أكسدة السبروفلوكساسين هيدروكلوريد باستخدام زيادة معلومة من كبريتات السيريوم الرباعي في وسط حامض الكبريتيك ثم يتم تقدير المتبقي من كبريتات السيريوم الرباعي بمفاعلته مع معقد الحديد(II)–باثوفينانثرولين اعتماداً على أكسدة الحديد الثنائي إلى الحديد الثلاثي، ثم يقاس امتصاص المعقد المتبقي عند الطول الموجي 534 نانوميتر والذي يتناسب مع كمية السبروفلوكساسين هيدروكلوريد، وتبين من المنحني القياسي أن الطريقة تتبع قانون بير ضمن المدى (0.4 –5) مايكروغرام/مللتر مع معامل تقدير 0.999 وكانت قيمة معامل الامتصاص المولاري 5.7×10^4 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ ودلالة ساندل للحساسية 0.00645 مايكروغرام.سم$^{-2}$ ، وتراوحت قيم الانحراف القياسي النسبي من ±0.218% إلى ±1.159% وبلغ حد الكشف (LOD) 0.00425 مايكروغرام/مللتر وحد التقدير (LOQ) 0.0141 مايكروغرام/مللتر، وطبقت الطريقة بنجاح في تقدير السبروفلوكساسين هيدروكلوريد في مستحضراته الصيدلانية (أقراص وقطرات عين).

Abstract

The thesis includes four chapters:

Chapter I

Includes:

-A general introduction to ciprofloxacin hydrochloride (CPFX)

-Analytical methods used for the determination of ciprofloxacin hydrochloride in its pure form and pharmaceutical preparations

-The aim of the research.

Chapter II

Includes the development of a simple, rapid, indirect spectrophotometric method for the determination of (CPFX) in its pure form and in pharmaceutical preparations. The method depends on the oxidation of (CPFX) in an acidic medium using a known excess of N-bromosuccinamide (NBS), then the excess of NBS is estimated by de colorization of the methylene blue dye and measuring the residual dye at the wavelength of 665 nm. The limits of Beer's law in the range of (0.5-4.5) µg/ml with a correlation coefficient of 0.9993, and the molar absorptivity was 8.6×10^{4} $L.mol^{-1}.cm^{-1}$ and Sandell's sensitivity index was 0.004276 µg. cm^{-2} and the relative standard deviation were within the range (0.608 -0.705) %, and the limit of detection (LOD) was 0.0033 µg/ml and quantification (LOQ) was 0.0111 µg/ml. The method was successfully applied to estimate (CPFX) in its pharmaceutical preparations (tablets and eye drops).

Chapter III

Includes an indirect spectrophotometric method characterized by simplicity and high sensitivity for the determination of (CPFX) in aqueous media. The method depends on the oxidation of (CPFX) in an acidic medium using a known excess of NBS, then the excess of NBS is reacted with potassium iodide to release equivalent iodine, which is give a stable blue complex when starch is added to it giving maximum absorption at the wavelength of 590 nm. The limits of Beer's law within the range (0.3-5) µg/ml with a correlation coefficient of 0.9994 and the molar absorptivity of 3.659 x 10^4 $L^{-1}.mol^{-1}.cm^{-1}$ and Sandell's index 0.01005 $\mu g.cm^{-2}$ and the relative standard deviation values were from 0.492% to 0.694%, while the values of the limit of detection (LOD) and the limit of quantification (LOQ) were 0.01756 and 0.05855 µg/ml, respectively. The method has been successfully applied for the determination of (CPFX) in its pharmaceutical preparations (tablets and eye drops).

Chapter IV

Includes the development of a simple, sensitive and new spectrophotometric method for the determination of (CPFX). The method depends on oxidation of (CPFX) hydrochloride in an acidic medium using a known excess of cerium(IV) sulfate, then the excess of cerium(IV) sulfate is estimated by reacted it with iron(II)-Bathophenathroline complex, then the absorption of the remaining complex was measured at the wavelength 534 nm. (R^2=0.999), the molar absorptivity was 5.7×10^4 $L.mol^{-1}.cm^{-1}$, and Sandel's index was 0.00645 $\mu g.cm^{-2}$. The relative standard deviation from 1.159% to 0.218%. The limit of detection (LOD) was 0.00425 µg/ml and the limit of quantification (LOQ) was 0.0141 µg/ml. The method was successfully applied to estimate (CPFX) in its pharmaceutical preparations (tablets and eye drops).

University of Mosul
College of Science

Development of Spectrophotometric Methods for Determination of Ciprofloxacin Hydrochloride in Pure Form and its Pharmaceutical Formulations

Mahasin Abdularahman Hussien Ali

M.Sc. Thesis

Chemistry / Analytical Chemistry

Supervised by
Assist. Prof. Dr. Khalida M. Omer Al-Taee

1443 A.H **2022 A.D**