



جامعة الموصل
كلية التربية للنبات

التقدير الطيفي لاملوديين بيسيلات والفورسيميد في مستحضراتها
الصيدلانية

سراب بشار عبدالرزاق طه

رسالة ماجستير

علوم في الكيمياء

بإشراف

الأستاذ الدكتور داؤد حبو محمد

الخلاصة

احتوت هذه الرسالة على الفصول الآتية:

الفصل الأول: اشتمل هذا الفصل على مقدمات تفصيلية عن الادوية التي ستقدّر في هذه الرسالة باستخدام الطرائق المقترحة وهي (الاملوديبين بيسيلات والفورسيميد) إذ تم الشرح حول التركيب والخصائص والاستخدامات الطبية مع ذكر عدد من الطرائق التحليلية التي تم تطويرها سابقاً لتقدير هذه الأدوية والتي تتضمن طرائق طيفية وكروماتوغرافية وكهربائية وغيرها.

الفصل الثاني: يتضمن هذا الفصل طريقة طيفية جديدة ومباشرة وانتقائية وذات كلفة بسيطة لتقدير الاملوديبين بيسيلات في المستحضرات الصيدلانية تعتمد على أكسدة الاملوديبين بيسيلات باستخدام العامل المؤكسد برومات-بروميد ثم بعد ذلك يقترن الاملوديبين بيسيلات المؤكسد مع الكاشف احمر الكونغو لتكوين ناتج ارجواني اللون يعطي اعلى قيمة للامتصاص عند الطول الموجي 579 نانومتر, وقد ثبتت الظروف المثلى للطريقة بأجراء عدد من التجارب وكانت هذه الطريقة تتبع قانون بير ضمن المدى (5 - 35) مايكروغرام/مللتر وقد تم حساب قيمة معامل الامتصاص المولاري من معادلة الخط المستقيم وكانت تساوي 2.37×10^4 لتر/مول.سم بينما كانت قيمة دلالة ساندل تساوي 0.00239 مايكروغرام/سم². طبقت الطريقة المقترحة بنجاح لتقدير الاملوديبين بيسيلات في المستحضرات الصيدلانية واستنتجنا أن الطريق المقترحة يمكن اعتمادها بوصفها طريقة مقبولة من ناحية الحساسية والاسترجاعية.

الفصل الثالث: في هذا الفصل طوّرت طريقة طيفية سهلة وسريعة وذات كلفة قليلة لتقدير الاملوديبين بيسيلات في المستحضرات الصيدلانية (الاقراص الدوائية) عن طريق تفاعل ازوتة الاملوديبين بيسيلات بواسطة كمية مكافئة من نترت الصوديوم في الوسط الحامضي ثم اقتران الاملوديبين بيسيلات المؤزوت مع الكاشف الـ 4-امينو انتيبايرين لتكوين صبغة آزوية صفراء تعطي أعلى قيمة للامتصاص عند الطول الموجي 414 نانومتر. تم رسم المنحني القياسي لطريقة العمل وكان يتبع قانون بير في مدى التراكيز 1.0-25 مايكروغرام/مللتر من الاملوديبين بيسيلات حيث كانت قيمة معامل التقدير تساوي 0.9991 ووجد أن قيمة الامتصاصية المولارية للصبغة الناتجة تساوي 2.540×10^4 لتر/مول.سم وقيمة دلالة ساندل تساوي 0.0223 مايكروغرام/سم². تم تطبيق الطريقة المقترحة بنجاح لتقدير الاملوديبين بيسيلات في المستحضرات الصيدلانية. وقد تمت مقارنة نتائج هذه الطريقة المقترحة بنتائج طريقة الإضافة القياسية، ووجدنا أن النتائج التي تم الحصول عليها كانت دقيقة بدرجة خطأ مقبولة.

الفصل الرابع: يشتمل هذا الفصل على طريقة طيفية بسيطة وذات انتقائية جيدة لتقدير الفورسيמיד في المستحضرات الصيدلانية وتتضمن هذه الطريقة خطوتين يتم في الخطوة الاولى اكسدة الفورسيמיד في وسط قاعدي باستخدام العامل المؤكسد ثاني كرومات البوتاسيوم ($K_2Cr_2O_7$) ثم اقتران الفورسيמיד المؤكسد مع الكاشف الرودامين لتكوين محلول ازرق يعطي اعلى قيمة للامتصاص عند الطول الموجي 560 نانوميتر، وقد تمت دراسة الظروف المثلى للطريقة وثبوتها ورسم منحنى المعايرة للطريقة المقترحة إذ كانت الطريقة تتبع قانون بير ضمن مدى التراكيز 3 - 30 مايكروغرام/مللتر وبمعامل تقدير قيمته تساوي 0.9995 وكانت قيمة معامل الامتصاص المولاري تساوي 1.081×10^4 لتر.مول.سم وكانت دلالة ساندل تساوي 0.0305 مايكروغرام/سم². وقد تم تطبيق الطريقة المقترحة بنجاح لتقدير الفورسيמיד في المستحضرات الصيدلانية وبدقة واسترجاعية مقبولة.

الفصل الخامس: في هذا الفصل تم تطوير طريقة طيفية بسيطة وسريعة وذات كلفة واطئة لتقدير الفورسيמיד في مستحضراته الصيدلانية (الاقراص الدوائية والحقن العلاجية) باستخدام تفاعل الازوتة للفورسيמיד بواسطة كمية مكافئة من نترات الصوديوم في وسط حامضي ثم اقتران الفورسيמיד المؤزوت مع الكاشف 8-HYQ في الوسط القاعدي لتكوين صبغة آزوية حمراء اعطت أعلى قيمة للامتصاص عند الطول الموجي 503 نانومتر. وقد تم رسم المنحنى القياسي للطريقة وكانت تتبع قانون بير لامبرت ضمن مدى خطي من التراكيز يتراوح بين 1 - 25 مايكروغرام/مللتر، إذ كان معامل التقدير يساوي 0.9992 وكانت قيمة معامل الامتصاص المولاري للصبغة الناتجة تساوي 8.466×10^4 لتر/مول.سم وقيمة دلالة ساندل تساوي 0.039 مايكروغرام/سم². وقد قورنت نتائج الطريقة المقترحة مع نتائج طريقة الإضافة القياسية، وقد طبقت الطريقة المقترحة بنجاح لتقدير الفورسيמיד في مستحضراته الصيدلانية. وجدنا أن النتائج التي تم الحصول عليها كانت دقيقة بدرجة مقبولة من خطأ.

Summary

This thesis contains five chapters:

Chapter one: This chapter included detailed introductions to the drugs that will be estimated in this thesis using the proposed methods (amlodipine and furosemide). The composition, properties, and medical uses were explained with a number of analytical methods that were previously developed for the estimation of these drugs, which include spectrophotometric, chromatographic, electric and others.

Chapter Two: This chapter includes a new, direct, selective and low-cost spectroscopic method for the determination of amlodipine besylate in pharmaceutical preparations. It depends on the oxidation of amlodipine besylate using the oxidizing agent bromide bromate and then the oxidized amlodipine besylate is coupled with the Congo red reagent to form a purple product that gives the highest value of absorption. At the wavelength of 579 nm, the optimal conditions for the method have been established by conducting a number of experiments. This method follows Beer's law within the range (5 - 35) $\mu\text{g/ml}$. The value of the molar absorption coefficient was calculated from the straight line equation and was equal to 2.37×10^4 L/mol.cm, while the Sandel significance value was $0.00239 \mu\text{g/cm}^2$. The proposed method was successfully applied for the determination of amlodipine besylate in pharmaceutical preparations, and we concluded that the proposed method can be adopted as an acceptable method in terms of sensitivity and recall.

Chapter Three: In this chapter, an easy, fast, and low-cost spectroscopic method was developed for the determination of amlodipine besylate in pharmaceutical preparations (drug tablets) by reacting the nitrosation of amlodipine besylate with an equivalent amount of sodium nitrite in an acidic medium, and then coupling the nitrogenous amlodipine besylate with the 4-amino Antipyrine reagent in the acidic media as well, to form Azo-yellow dye gives the highest value of absorption at the wavelength of 414 nm. The standard curve of the working method was drawn and it followed Beer's law in the range of concentrations 1.0-25 $\mu\text{g} / \text{ml}$ of amlodipine besylate, where the value of the correlation coefficient $R^2 = 0.9991$ and it was found that the value of the molar absorbance of the resulting dye was equal to 2.540×10^4 L/mol.cm and the value of Sandel's significance It is equal to $0.0223 \mu\text{g/cm}^2$. The proposed method was successfully applied for the determination of

amlodipine in pharmaceutical preparations. The results of this proposed method were compared with the results of the standard addition method, and we found that the obtained results were accurate with an acceptable degree of error.

Chapter Four: This chapter includes a simple spectrophotometric method with good selectivity for the determination of furosemide in pharmaceutical preparations. This method includes two steps. In the first step, furosemide is oxidized in a basic medium using the oxidizing agent potassium dichromate ($K_2Cr_2O_7$), and then the oxidized furosemide is coupled with the rhodamine reagent to form a purple solution that gives the highest value of absorption at a wavelength of 560 nm, the optimal conditions for the method were studied and fixed, and the calibration curve was drawn for the proposed method With a correlation coefficient of value equal to 0.9995, and the value of the molar absorption coefficient was equal to 1.081×10^4 L/mol.cm and Sandel's significance was $0.0305 \mu\text{g}/\text{cm}^2$. The proposed method has been successfully applied for the determination of furosemide in pharmaceutical preparations with acceptable accuracy and recall.

Chapter Five: In this chapter, a simple, rapid, and low-cost spectrophotometric method was developed for the determination of furosemide in its pharmaceutical preparations (tablets and therapeutic injections) using the nitrogenization reaction of furosemide with an equivalent amount of sodium nitrite in an acidic medium, and then coupling the nitrogenous furosemide with the reagent 8-HYQ in a basic medium to form a dye. Red corners gave the highest value of absorption at the wavelength of 503 nm. The standard curve of the method was drawn and it followed the law of Beer Lambert within a linear range of concentrations ranging: 1 – 25 $\mu\text{g}/\text{ml}$, as the estimation coefficient was equal to $R^2 = 0.9992$ and the value of the molar absorption coefficient of the resulting dye was 8.466×10^4 L/mol.cm. Sandel's significance value is $0.039 \mu\text{g}/\text{cm}^2$. The results of the proposed method were compared with the results of the standard addition method, and the proposed method was successfully applied to the determination of nifedipine in pharmaceutical preparations. We found that the results obtained were accurate with an acceptable degree of error.

**University of Mosul
College of Education for Girls**



**Spectrophotometric Determination of Amlodipine
Besylate and Furosemide in their
Pharmaceutical Preparations**

SARAB BASHAR ABDULRAZZAQ TAHA

M.Sc. Thesis

In

Chemistry

**Supervised by
Prof. Dr. Dawood H. ARhammed**

1445 A.H

2023 A.D