تطوير طرائق طيفية لتقدير الثايمول والدابسون والتتراسايكلين باستخدام تفاعل الاقتران الازوتي

رسالة تقدم بها

صالح طلال حسن الرمضاني

إلى
مجلس كلية التربية في جامعة الموصل

وهي جزء من متطلبات نيل شهادة الماجستير
في الكيمياء

بإشراف

الدكتور

محمد سليم سليم

أستاذ مساعد

1427 هـ 2007 م

الخلاصة

إشتملت هذه الرسالة على أربعة فصول :

يتضمن الفصل الاول إستعراضاً موجزاً للطرائق التحليلية المستخدمة في تقدير المركبات الدوائية الثايمول والدابسون والتتراسايكلين هيدروكلوريد.

وإشتمل الفصل الثاني وصف طريقة طيفية بسيطة وحساسة لتقدير الثايمول في المحلول المائي , تعتمد على إقتران الثايمول مع كاشف الدابسون المؤزوت في الوسط القاعدي القوي وبوجود المادة الفعالة سطحياً السيتافلون لاعطاء صبغة ازوية مستقرة ذات لون أحمر ذائبة في الماء ولها أقصى إمتصاص عند طول موجي 506 نانوميتر . وكانت حدود تطبيق قانون بير للطريقة 0.1 – 8 مايكروغرام .مللتر$^{-1}$, وبامتصاصية مولارية 10×57.2 ^{4} لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ ومعدل نسبة إسترجاع 98.93% وإنحراف قياسي نسبي أقل من 2% . وبلغ حد الكشف 0.02 مايكروغرام.مللتر$^{-1}$ وحد التقدير الكمي 0.067 مايكروغرام.مللتر$^{-1}$.وطبقت الطريقة بنجاح لتقدير الثايمول في المستحضرات الصيدلانية ,إذ وجد أن نتائج الطريقة متفقة مع المحتوى الاصيل للمستحضرات الصيدلانية ومع نتائج الطريقة القياسية (طريقة 4-أمينو أنتي بايرين).

وتناول الفصل الثالث تطوير طريقة طيفية بسيطة وحساسة لتقدير كميات مايكروغرامية 0.2 – 7 مايكروغرام.مللتر$^{-1}$ من الدابسون إعتماداً على تفاعل الازوتة والاقتران . إذ يؤزوت الدابسون باضافة نتريت الصوديوم في الوسط الحامضي يتبع ذلك إزالة النتريت الفائض باستخدام حامض السلفاميك , ومن ثم يتم الحصول على صبغة ازوية ذات لون بنفسجي مزرق باقتران الدابسون المؤزوت مع كاشف الفا- نفثول في الوسط القاعدي القوي وبوجود المادة الفعالة سطحياً السيتافلون , وتكون الصبغة الناتجة مستقرة وذائبة في الوسط المائي ولها أقصى إمتصاص عند طول موجي 592 نانوميتر , بلغت الامتصاصية المولارية 10×6.06^{4} لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ وبحدود كشف وتقدير كمي 0.054 , 0.182 مايكروغرام.مللتر$^{-1}$ على التوالي ,وكانت الطريقة ذات دقة وتوافق جيدين إذ بلغت نسبة الاسترجاعية 100.82 % وكان الانحراف القياسي النسبي اقل من 1.9% ، وتم

تطبيق الطريقة على المستحضر الصيدلاني للدابسون (بشكل مضغوطات) وكانت النتائج متفقة مع المحتوى الاصيل للمستحضر الصيدلاني ومع طريقة الاضافة القياسية .

وتضمن الفصل الرابع وصف طريقة طيفية حساسة لتقدير التتراسايكلين هيدروكلوريد بطريقة الازوتة والاقتران وباستخدام كاشف باراـ نتروانيلين المؤزوت ، اذ تتكون صبغة صفراء اللون في الوسط المائي المتعادل وبوجود المادة الفعالة سطحيا السيتافلون ، وبلغ المدى التقديري 4.0 – 32 مايكروغرام .مللتر$^{-1}$ وبامتصاصية مولارية 2.591×10^{4} لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ وباسترجاعية 101.98 % وانحراف قياسي نسبي اقل من 2.2% وكان حد الكشف 0.074 مايكروغرام.مللتر$^{-1}$ وحد التقدير الكمي 0.248 مايكروغرام.مللتر$^{-1}$. وبعد تطبيق الطريقة على المستحضرات الصيدلانية وجد ان النتائج متفقة مع المحتوى الاصيل للمستحضر الصيدلاني ومع طريقة SDI القياسية .

Summary

This thesis consists of four chapters :-

the ***first chapter*** includes a short notes on the diazonium salt and demonstrates a brief review for the analytical methods that have been used for the determination thymol, dapsone and tetracycline hydrochloride.

The ***second chapter*** comprises to describe a simple sensitive spectrophotometric method for the determination of microgram amounts of thymol in aqueous solution, based on the coupling of thymol with diazotized dapsone reagent in a strong alkaline medium in the presence of cetavlon to produce an intense red coloured ,water- soluble and stable azo-dye which exhibits maximum absorption at 506 nm. The determination limits of Beer's law were 0.1 – 8 $\mu g.ml^{-1}$, with a molar absorptivity 2.572×10^4 $l.mol^{-1}.cm^{-1}$,average recovery was 98.93%, and RSD was less than 2%, the LOD is 0.02 $\mu g.ml^{-1}$ and LOQ is 0.067$\mu g.ml^{-1}$. The method has been successfully applied for the determination of thymol in pharmaceutical preparations where the analytical results are compatible with certified value of pharmaceutical preparations and with a 4-amino antipyrene's standard method .

The ***third chapter*** demonstrates the development of simple sensitive spectrophotometric method for the determination of microgram amounts 0.2 – 7μg.ml^{-1} of dapsone, based on the formation of diazotized dapsone by adding sodium nitrite in acidic medium; followed by removing the excess of nitrite by sulphamic acid, the formed diazotized dapsone was then coupled with α-naphthol in strong alkaline medium in the presence of cetavlon to get a blue coloured azo dye

The produced dye is stable and soluble in aqueous medium and it has maximum absorption at a wave length of 592 nm. The molar absorptivity was 6.06×10^4 l.mol^{-1}.cm^{-1} with LOD and LOQ 0.054,0.182 μg.ml^{-1} respectively. The method had good accuracy and precision; where the recovery was 100.82% and RSD was less than 1.9%. The method was applied on the pharmaceutical preparation of dapsone (as tablets), the analytical results were in agreement with certified value of pharmaceutical preparation and with a standard addition procedure .

The ***fourth chapter*** comprises the description of a sensitive spectrophotometric method for the determination of tetracycline hydrochloride by diazotization reaction using a diazotized p- nitroaniline reagent to form yellow coloured dye in a neutral aqueous medium, in the presence of cetavlon measured at 430nm. The determination range was 0.4 – 32 μg.ml^{-1}, with amolar absorptibity of 2.591×10^4 l.mol^{-1}.cm^{-1}, average recovery 101.98%, RSD was less than 2.2%, LOD 0.074 μg.ml^{-1} and LOQ 0.248 μg.ml^{-1}. By the application of the proposed method on the pharmaceutical preparation it was found that the results were compatible with certified values and with S.D.I standard method.

Development of Spectrophotometric Methods for the Determination of Thymol,Dapsone and Tetracycline Using Diazotization Coupling Reaction

A Thesis Submitted

By

Salih Talal Hassan Al-Ramadani

To

The Council of the College of Education

University of Mosul

As a Partial Fulfillment of the Requirements

for the Master Degree of Science

In

Chemistry

Supervised By

Assistant Professor

Dr. Mohammed Saleem Saleem

2007 A.D. **1427A.H.**