جامعة الموصل
كلية التربية
للعلوم الصرفة

استخدام تفاعلات الأكسدة والأختزال في التقدير الطيفي لعدد من المركبات الدوائية وتطبيقاتها على المستحضرات الصيدلانية

لينا عادل صابر مجيد السالم

رسالة ماجستير
الكيمياء

بإشراف
الأستاذ المساعد
الدكتور مروان محمد عبد الله الشاروك

1440 هـ 2018 م

الخلاصة:

تشتمل هذه الرسالة على أربعة فصول:

يتضمن **الفصل الأول** مقدمة عامة عن المركبات الدوائية الآتية:

- الدايكلوفيناك والأيزوكسبرين والترامادول والسيبروفلوكساسين، وطرق تقديرها.
- الهدف من البحث.

تناول **الفصل الثاني** تطوير طريقة طيفية بسيطة وحساسة لتقدير الدايكلوفيناك والأيزوكسبرين بصورتهما النقية وفي مستحضراتهما الصيدلانية باستخدام تفاعلات الاكسدة والاختزال. اعتمدت الطريقة على مفاعلة الدايكلوفيناك والأيزوكسبرين مع زيادة محسوبة من العامل المؤكسد N–بروموسكسينمايد في الوسط الحامضي (حامض الهيدروكلوريك 0.1 مولاري) وتعيين الفائض من N–بروموسكسينمايد بقياس امتصاص اللون المتكون بين المتبقي من N–بروموسكسينمايد وصبغة أخضر الملاكيت عند الطول الموجي617 نانوميتر. كانت حدود تطبيق قانون بير ضمن المدى 0.5– 18 ،1–18 مايكروغرام/ مللتر لكلا الدوائيين وبدقة وتوافق جيدين إذ بلغ معدل الاسترجاعية بين 101.20% و 100.80% والانحراف القياسي النسبي أقل من 1.5% وبلغت الامتصاصية المولارية 5.1×10 ^{4} و4.6×10 ^{4} لتر. مول$^{-1}$. سم$^{-1}$ وبحد كشف (LOD) 0.038 و0.0314 مايكروغرام/ مللتر وتقدير كمي (LOQ) 0.126 و 0.104 مايكروغرام/ مللتر على التوالي. طُبقت الطريقة بنجاح لتقدير الدايكلوفيناك والأيزوكسبرين في مستحضراتهما الصيدلانية (اقراص ومسحوق وحقن)، فكانت الطريقة متفقة مع المحتوى الأصيل ومع طريقة الاضافة القياسية .

وتضمن **الفصل الثالث** تطوير طريقة طيفية غير مباشرة بسيطة وحساسة لتقدير الترامادول في المحلول المائي بصورته النقية ومستحضراته الصيدلانية اعتمادا على اكسدة الدواء بواسطة كمية ثابتة ومحسوبة من العامل المؤكسدة N– بروموسكسينمايد ومفاعلة المتبقي منه مع البروميثازين في وسط حامض الكبريتيك لتكوين صبغة حمراء لها اقصى امتصاص عند 515 نانوميتر، كانت حدود تطبيق قانون بير 0.5–16 مايكروغرام /مللتر، وأظهرت النتائج أن الطريقة ذات دقة وتوافق جيدين من خلال حساب نسبة الاسترجاع 99.67–101.21 % والانحراف القياسي النسبي أقل من 1.3% وكانت الطريقة ذات حساسية عالية اذا بلغت قيمة

معامل الامتصاصية المولارية 1.4×10^{4} لتر. مول$^{-1}$. سم$^{-1}$. كما تم تطبيق الطريقة بنجاح على المستحضرات الصيدلانية وكانت النتائج متفقة مع طريقة الاضافة القياسية.

أما **الفصل الرابع** فقد أشتمل على تطوير طريقة طيفية غير مباشرة في تقدير السيبروفلوكساسين بهيئته النقية ومستحضراته الصيدلانية. باستخدام تفاعلات الاكسدة والاختزال واعتمدت الطريقة على مفاعلة السيبروفلوكساسين مع زيادة محسوبة من برمنكنات البوتاسيوم في الوسط المائي وصبغة البلورة البنفسجية عند الطول الموجي 630 نانوميتر وكانت حدود تطبيق قانون بير بين 0.5– 14.5 مايكروغرام / مللتر وبدقة وتوافق جيدين إذ بلغ معدل الاسترجاعية 102.37% والانحراف القياسي النسبي أقل من 1.26% وبلغت الامتصاصية المولارية 1.8×10^{4} لتر. مول$^{-1}$. سم$^{-1}$ وبحد كشف مايكروغرام/ مللتر 0.123 وحد كمي 0.413 مايكروغرام/ مللتر طُبِقت الطريقة بنجاح لتقدير السيبروفلوكساسين في المستحضرات الصيدلانية فكانت الطريقة متفقة مع المحتوى الاصيل ومع نتائج طريقة الاضافة القياسية.

SUMMARY

This thesis consists of four chapters

The first chapter demonstrates informations about Diclofenac ,Isoxsuprine, Tramadol, ciprofloxacin and its importance, and a review of the analytical methods used for the determination of these drug .

The second chapter has devoted an indirect spectrophotometric determination method for Diclofenac, Isoxsuprine . The method is oxidation of Diclofenac, Isoxsuprine by depend on N-bromo succinimide in acidic medium (0.1M HCl) and the assay of the excess of N-bromosuccinimide by its reaction with malachite green at 617 nm, Beer's law is obeyed over the concentration range 0.5-18, 1-18 µg/ml. by using malachite green reagent. The molar absorptivity is 5.1 $\times 10^4$, $4.6\times10^4 L.mol^{-1}.cm^{-1}$ with accuracy (average of recovery) 100.80%101.20% and precision (RSD) was better than 1.5%. The limit of detection was 0.0314, 0.038 µg/ml. and the quantitation limit was 0.0126 ,0.0104 µg/ml. The method has been applied successfully to the assay of Diclofenac, Isoxsuprine in pharmaceutical preparations and the results agree with standard addition method .

The third chapter devoted for an indirect spectrophotometric determination method for tramadol. The method is based oxidation of the drugs by known amount of N-bromo succinimide and the residual of oxidizing agent is readed with promethzine in an acidic medium to produce red dye absorbs at 515 nm. Beer's law is obeyed over the concentration range 0.5-16, µg/ml. by using promethzine reagent, with accuracy (average of recovery) 99.67-101.21% and precision (RSD) was less than 1.3%.. The method has been applied successfully to the assay of tramadol in pharmaceutical preparations and the results agree with standard addition method .

The fourth chapter encompasses the development of indirect spectrophotometric method for the determination of ciprofloxacin using oxidation of ciprofloxacin with assay of the excess of potassium permangate in acidic medium in the presence of crystal violet dye at 630 nm, Beer's law is obeyed over the concentration range 0.5-14.5, µg/ml. of drug. The molar absorptivity is $1.8\times10^4 L.mol^{-1}.cm^{-1}$ with accuracy

(average of recovery) 102.37% and precision (RSD) was better than 1.26%. The limit of detection was 0.123µg/ml. and the quantitation limit was 0.413 µg/ml. The method has been applied successfully to the assay of Ciprofloxacin in pharmaceutical preparations and the results agree with standard addition method.

University of Mosul
College of Education
For pure Sciences

The Use of Oxidation and reduction Reactions for the Spectrophotometric Determination of a number of pharmaceutical compounds

Leena Adel Saber Mjeed Al-Salim

M.Sc. Thesis
Chemistry

Supervised by
Assist. Prof.
Dr. Marwan Mohammad Al- Sharook

2018 A.D. 1440A.H.