جامعة الموصل
كلية التربية للبنات
قسم الكيمياء

تطوير طرائق طيفية لتقدير عدد من المركبات العضوية ودوائي المثيل دوبا والسالبيوتامول

ضحى نوفل علي الغنام

رسالة ماجستير
علوم في الكيمياء

بإشراف
الأستاذ المساعد
الدكتور محمد سالم العنزي

1444هـ 2022م

الخلاصة:

اشتملت هذه الرسالة على خمسة فصول:

تضمّن **الفصل الأول** مقدمة عامة عن تفاعلات الأزوتة والاقتران وتفاعلات الاقتران التأكسدي وإستعراضاً للطرائق الطيفية المتبعة في تقدير المركبات الفينولية (الفينول،الكاتيكول، الريسورسينول،أورثو_أمينوفينول وميتا_أمينوفينول) والمركبات الدوائية المدروسة والمتمثلة بالمثيل دوبا والسالبيوتامول ، فضلاً عن الاستخدامات التحليلية للكواشف (البنزدين، 4,2–ثنائي نايترو فنيل هيدرازين ، الإنيلين).

واشتمل **الفصل الثاني** على تطوير طريقة طيفية حساسة وبسيطة لتقدير كميات مايكروغرامية من المركبات الفينولية، تعتمد الطريقة على تفاعل الأزوتة والاقتران بين المركبات العضوية المدروسة وكاشف البنزدين المؤزوت في الوسط القاعدي وأعطت أقصى امتصاص بين 359 و 500 نانوميتر ، وتراوح مدى قانون بير بين (0.05–5.3) و (2–50) مايكروغرام.مللتر$^{-1}$والامتصاصية المولارية بين 2968.336 و 37180.77 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ في حين بلغت دقة الطريقة (معدل نسبة الإسترجاع) بين 99.94% و 100.53% وقيمة الانحراف القياسي النسبي أقل من 0.5%

وتضمن **الفصل الثالث** اقتراح طريقة طيفية سريعة وانتقائية لتقدير المركب الدوائي مثيل دوبا، بواسطة تفاعلات الاقتران التاكسدي إذ تعتمد الطريقة على اقتران المثيل دوبا مع الكاشف 4,2–ثنائي نايترو فنيل هيدرازين بوجود العامل المؤكسد بيريودات البوتاسيوم في الوسط الحامضي لتكوين معقد أصفر اللون يُعطي أقصى امتصاص عند 428 نانوميتر، واتبعت الطريقة قانون بير ضمن مدى التراكيز (1–30) مايكروغرام.مللتر$^{-1}$، بامتصاصية مولارية قدرها 6589.908 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$، وكانت الطريقة ذات دقة وتوافق جيدين، إذ بلغ معدل نسبة الاسترجاع 99.60% والانحراف القياسي النسبي أقل من0.5 %، وتم تطبيق الطريقة بنجاح على المستحضر الصيدلاني (أقراص) للمركب الدوائي قيد الدراسة، إذ وجد أن نتائج

الطريقة متفقة مع المحتوى الأصلي للمستحضر الصيدلاني (أقراص) للمركب الدوائي ومع نتائج الإضافة القياسية لتقدير المثيل دوبا.

واشتمل **الفصل الرابع** على تطوير طريقة طيفية بسيطة لتقدير كميات مايكروغرامية (0.25–25) مايكروغرام.مللتر$^{-1}$ من كبريتات السالبيوتامول بإستخدام تفاعل الأزوتة والاقتران بين السالبيوتامول وكاشف الأنيلين المؤزوت في وسط قاعدي لتكوين ناتج أصفر اللون يعطي أقصى امتصاص عند الطول الموجي 434 نانوميتر، إذ بلغت الامتصاصية المولارية 33385.538 لتر. مول$^{-1}$. سم$^{-1}$، وكانت قيمة معدل نسبة الاسترجاع 101.54% وبإنحراف قياسي نسبي أقل من 0.4%، طُبقت الطريقة بنجاح على المستحضرات الصيدلانية للسالبيوتامول (أقراص وشراب)، وتم تقييم الطريقة مع الطريقة المعتمدة في دستور الادوية البريطاني بحساب قيمة t وF الجدولية عند مستوى ثقة 95% مما يدل على أن الطريقة موثوق بها وذات صلاحية تطبيق تحليلي جيدة على المستحضرات الصيدلانية.

واشتمل **الفصل الخامس** على مبحثين تضمن **المبحث A** تقدير الفينول والريسورسينول في الخليط من خلال تطبيق قانون بير عند الطولين الموجيين 456 و 497 نانوميتر للفينول والريسورسينول على التوالي باستخدام كاشف البنزدين المؤزوت ، إذ بلغ معدل نسبة الاسترجاع بين 102.13% و 100.98% للمركبين المذكورين على التوالي بينما كان الانحراف القياسي النسبي أقل من 3.5 % لكلا المركبين .

وتضمن **المبحث B** تقدير أورثو وميتا – أمينو فينول في الخليط من خلال تطبيق قانون بير عند الطولين الموجيين 412 و500 نانوميتر لأورثو–أمينو فينول وميتا–أمينو فينول على التوالي باستخدام كاشف البنزدين ، إذ بلغ معدل نسبة الاسترجاع بين 99.5% و 103.13% للمركبين المذكورين على التوالي بينما كان الانحراف القياسي النسبي أقل من 3.6% لكلا المركبين .

Abstract

This thesis contains **five chapters**:

The **first chapter** include a review of spectrophotometric methods used for the determination of the phenolic compounds (Phenol, catechol, resorcinol, ortho-aminophenol and meta-aminopheno) and studied drug compounds of methyldopa and salbutamol, as well as the analytical uses of the reagents (benzene, 4,2-dinitrophenylhydrazine, aniline).

The **second chapter** included the development of a sensitive and simple spectrophotometric method for the determination of microgram quantities of phenolic compounds. The method depends on the reaction of diazotization coupling between the studied organic compound and benzene reagent in the basic medium. It gave a maximum absorption between 359 and 500 nanometers, Beer's Law(0.05-3.5) and (2-50) µg/ml and the molar absorbance ranged between 2968.336 and 37180.77 $L.mol^{-1}.cm^{-1}$, while the accuracy of the method (recovery rate) was between 99.94% and 100.53% and the relative standard deviation value was less than 0.5%.

The **third chapter** included the proposal of a quick and selective spectrophotometric method for the determination of the drug compound methyldopa. The method depends on coupling methyldopa with the reagent 4,2-dinitrophenylhydrazine in the presence of the oxidizing agent potassium pyriodate in the acidic medium to form a yellow complex that gives a maximum absorption at 428 nm. Method Beer's Law Within the range of concentrations (1-30) µg/ml , with a molar absorbance of 6589,908 $L.mol^{-1}. cm^{-1}$, The method was with good accuracy and agreement, as the recovery rate was 99.60% and the relative standard deviation was less than 0.5%. The method was successfully appl ied to the pharmaceutical preparations for the medicinal compound under study, as it was found that the results of the method are in agreement with the original content of the pharmaceutical preparations for the medicinal

compound and with the results of Standard addition to methyl dopa instance estimation.

The **fourth chapter** included the development of a simple spectrophotometric method for the determination of microgram amounts (0.25-25) µg/ml of salbitamol using the reaction of nitrification and coupling between salbitamol and aniline reagent in an alkaline medium to form a yellow dye that gives the maximum absorption at the wavelength of 434 nm with an absorption rate of 434 nm. 33385,538 L. mol^{-1}. cm^{-1}, and the mean recovery rate was 101.54% and with a relative standard deviation of less than 0.4%, the method was successfu lly applied to salbitamol in the pharmaceutical preparation. The method has been successfully applied to pharmaceutical preparations of salbutamol. The method was evaluated with the method approved in the British Pharmacopoeia by calculating the tabular value of t and F at a confidence level of 95%, which indicates that the method is reliable and has good analytical validity for pharmaceutical preparations.

The **fifth chapter** included two sections. Section **A** included the determination of phenol and resorcinol in the mixture by applying Beer's law at wavelengths 456 and 497 nanometers for phenol and resorcinol, respectively, using benzidine reagent. The rate of recovery was between 102.13% and 100.98% for the two mentioned compounds, respectively. The relative standard deviation is less than 3.5% for both compounds.

Section **B** included the estimation of ortho- and meta-aminophenol in the mixture by applying Beer's law at the wavelengths 412 and 500 nm for ortho-aminophenol and meta-aminophenol, respectively, using benzidine reagent, as the recovery rate was between 99.5% and 103.13% for the two mentioned compounds, respectively, while The relative standard deviation was less than 3.6% for both compounds.

University of Mosul
College of Education for Girls
Department of Chemistry

Spectrophotometric Methods Development for the Determination of Some organic Compounds, Methyldopa and Salbutamol Drugs

Dhuha Nawfal Ali Al-Ghanam

Master Thesis
in Analytical Chemistry

Supervised by
Assistant Professor
Dr. Mohammed Salim Al-Enizzi

1444 A.H. **2022 A.D.**