جامعة الموصل
كلية التربية للعلوم الصرفة

تطوير طرائق تحليلية في تقدير بعض المركبات الدوائية

إنتصار عادل شهاب أحمد الحمودي

أطروحة دكتوراه

الكيمياء/ الكيمياء التحليلية

بإشراف

الأستاذ الدكتور

ضياء نجم الصبحة

1440 هـ 2019 م

الخـــــلاصـــــة

تشتمل الأُطروحة على ستة فصول:

يتضـــمن **الفصـــل الأول:** اســـتعراضـــا لطرائق تقدير المركبات المدروســـة المتمثلة بالايبوبروفين والنستاتين والاسبرين والبايريدوكسين هيدروكلوريد وكبريتات السالبيوتامول والمثيل دوبا والدايكلوفيناك صوديوم والبروبرانولول والدومبيريدون ماليت.

ويشمل **الفصل الثاني:** تطوير طريقة طيفية لتقدير كميات مايكروغرامية من الايبوبروفين والنستاتين تعتمد على تكوين معقدات التجمع الايوني مع الكاشف كروموتروب 2R عند الأطوال الموجية 562 و566 نانوميتر في المحلول المائي, وبلغ المدى التقديري10−90 و2 −40 مايكروغرام/مللتر لكلا الدوائين على التوالي في حين تراوحت الامتصاصية المولارية 1.36 x10^{3} لتر. مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ للايبوبروفين و 7.5 10X^{3} لتر. مول $^{-1}$. سم$^{-1}$ للنستاتين، وبلغت قيمة الاسترجاعية بين 99.773 %و 100.60% وانحراف قياسي ليس اكثر من 3% لكلا الدوائين على التوالي.

تناول **الفصل الثالث:** تطوير طريقة طيفية لتقدير المثيل دوبا وكبريتات السالبيوتامول في المحلول المائي، واعتمدت الطريقة على اســتخلاص النقطة الســحابية(Cloud point) للمزدوج الايوني الناتج من تفاعل صـبغة الايوسـين Y مع الادوية أعلاه بواسـطة عامل الشـد السـطحي ترايتون x−114 التي تم قياسها طيفيا عند الاطوال الموجية 558 و564 نانوميتر، إذ بلغ المدى التقديري 0.1-20 و0.3-10 مايكروغرام/ مللتر وبمعامل امتصـاص مولاري 10X5.1^{4} لتر. مول$^{-1}$. سم$^{-1}$ و10X5.5^{4} لتر. مول$^{-1}$. ســـم$^{-1}$ لكل من المثيل دوبا وكبريتات الســـالبيوتامول على التوالي، كما تم تقدير كميات مايكروغرامية وبدقة عالية اذ بلغت قيمة الاســـترجاعية بين 101.27 %و98.21 %على التوالي وبانحراف قياسي نسبي ليس اكثر من 2% لكلا الدوائين.

تضمن **الفصل الرابع:** تطوير طريقة طيفية حساسة لتقدير الاسبرين والبايريدوكسين إذ اعتمدت الطريقة على تفاعل التعويض النيوكلوفيلي وذلك بالتفاعل مع الكاشف 9- كلورواكريدين في الوسط المائي عند الأطوال الموجية 532 و534 نانوميتر، بلغ المدى التقديري 0.2 -18 و 0.4-24 مايكروغرام /مللتر في حين بلغت الامتصاصية المولارية $1.1x10^{4}$ لتر. مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ و$7 x10^{3}$ لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ وبلغت قيمة الاسترجاعية 99.87% و100.00 % لكلا الدوائينأعلاه على التوالي وانحراف قياسي نسبي ليس اكثر من 1.5% على التوالي.

كما تناول **الفصل الخامس:** استحداث طريقة فلورومترية لتقدير الدايكلوفيناك والبروبرانولول في الوسط المائي، اعتمدت الطريقة على زيادة شدة الفلورة لصبغة الفلوريسين عند إضافة الدايكلوفيناك صوديوم عند موجة إثارة 353 نانوميتر وإنبعاث 513 نانوميتر واخماد في شدة الفلورة لصبغة الفلوريسين صوديوم عند إضافة البروبرانولول عند موجة اثارة 353 نانوميتر وانبعاث 518 نانوميتر. بلغ المدى التقديري 2-18 و 0.2-7 مايكروغرام/ مللتر. وبلغت قيمة الاسترجاعية 100.25% و97.95 % لكلا الدوائين على التوالي وبانحراف قياسي نسبي اقل من 0.6%.

وتناول **الفصل السادس جزئين** : تضمن **الجزء الأول** تطوير طريقة طيفية لتقدير الدومبيريدون ماليت باستخدام كاشف رباعي ثايوسيانات الكوبلت تضمنت الطريقة تكون معقد التجمع الايوني بين الدواء والكاشف إذ تم القياس عند الطول الموجي 519 نانوميتر وبلغ المدى التقديري 0.5-15 مايكروغرام/ مللتر وبقيمة استرجاعية بلغت 100.5% وبقيمة انحراف قياسي نسبي ليس اكثر من 0.5% .

اما **الجزء الثاني** فتضمن تطوير طريقة غير مباشرة لتقدير الدومبيريدون ماليت بواسطة مطيافية الامتصاص الذري(AAS)، تعتمد الطريقة على تكوين معقد بين الدواء والكاشف رباعي ثايوسيانات الكوبلت الثنائي في الوسط الحامضي والذي تم استخلاصه بواسطة مذيب ثنائي اثيل ايثر إذ تم القياس عند الطول الموجي 204.7 نانوميتر وبمدى تقديري 2-9 مايكروغرام/ مللتر. في حين بلغت قيمة الاسترجاعية 100.22% وبانحراف قياسي نسبي ليس اكثر من 1.5%.

0.2-18 and 0.4-24 µg /ml and the molar absorptivities was $1.1x10^4$ $l.m^{-1}.cm^{-1}$ for Asprin and $7x10^3$ $l.m^{-1}.cm^{-1}$ for Pyridoxine . the recovery rate was 99.87% and 100.00% and the relative standard deviation less than 1.5%.

Chapter five has on innovating a Fluorometric method for the determination of Diclofenac Sodium and Propranolol in the aqueous medium. The method depends on increasing the intensity of fluorescence for fluorescein dye when adding diclofenac at excitation 353 nm and emission wavelength 513 nm. and the on quenching of the fluorescence of fouorescein dye when adding Propranolol at excitation 353 nm and emission wavelength 518 nm. The determination range was 2-18 and 0.2-7 µg / ml for Diclofenac Sodium and Propranolol. The average recoveries were 100.25% and 97.95% for both drugs with a relative standard deviation of less than 0.6%.

Chapter six handled two parts. The first part includes the development of spectrophotometric determination of Domperidone Maleate using the Tetrathiocyanate cobolt (II) as complex agent. The method involved the formation of the Ion –Pair between the drug and the reagent. The measurement was at the wavelength of 519 nm and the determination range was 0.5-15 µg / ml with average recovery 100.5% and a relative standard of less than 0.5%.

The second part involved the development of an indirect atomic absorption method for the determination of Domperidone. The method relies on a complex formation between the drug and the reagent in the acid medium, which was extracted by a diethyl ether solvent. The measurement was at wavelength 204.7 nm and at a determination range of 2-9 µg / ml. The average recovery was 100.22% and with a relative standard deviation is less than 1.5%.

Development of Analytical Methods for Determination of Some Drug Compounds

A Thesis Submitted

by

Intisar Adil Shehab Ahmed Al-Hammmoodi

to

The Council of the College of Education for Pure Sciences University of Mosul in Partial Fulfillment of the Requirements for the degree of Ph.D

in

Chemistry/ Analytical Chemistry

Supervised by

Prof.Dr.Theia"a N. Al-Sabha

2019 A.D 1440 A.H

University of Mosul

College of Education

for Pure Sciences

Development of Analytical Methods for Determination of Some Drug Compounds

Intisar Adil Shehab Ahmed Al-Hammmoodi

Doctorate Thesis

Chemistry/ Analytical Chemistry

Supervised by

Prof.Dr.Theia"a N. Al-Sabha

2019 A.D 1440 A.H