جمهورية العراق
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة الموصل/كلية التربية للبنات
قسم الكيمياء

تطوير طرائق طيفية لتقدير مركبات دوائية والتطبيق على مستحضرات صيدلانية

هديل مصطفى عبدالقادر حمادي الجحيشي

رسالة ماجستير

في الكيمياء التحليلية

بإشراف

الاستاذ المساعد الدكتور داود حبو محمد الحبو

1440هـ 2019 م

المستخلص بلغة الرسالة

تشتمل الرسالة على اربعة فصول

الفصل الأول: يحتوي هذا الفصل على مقدمة عامة عن المواضيع أدناه:

تتضمن المقدمة العامة نبذة عن مركبات السفالوسوبرين بشكل عام، وعن طرائق تقدير السفكسيم والسيفوتاكسيم بشكل خاص ، كما تتضمن مقدمة عن الثيامين وطرائق تقديره.

الفصل الثاني: : يتضمن ثلاثة مباحث:

المبحث الاول: يتضمن المبحث الاول طريقة طيفية لتقدير السفكسيم تعتمد على التقدير المباشر للسفكسيم، وذلك من خلال تفاعل الاقتران التأكسدي مع كاشف 4,2-ثنائي نايترو فنيل هيدرازين بوجود العامل المؤكسد بيريودات البوتاسوم في الوسط القاعدي، إذ يكون معقداً بني اللون ذائباً في المحلول المائي ومستقراً وتم قياسه طيفيا عند الطول الموجي 480 نانوميتر . كما أن الطريقة كانت ذات دقة وتوافق جيدين وطبقت الطريقة بنجاح في تقدير السفكسيم في كبسول (winex).

المبحث الثاني: يحتوي شرحاً مفصلاً لطريقة طيفية لتقدير السفكسيم، ، وذلك من خلال تفاعل الأزوتة لكاشف بارا نايترو أنيلين المأزوت ثم الإقتران مع السفكسيم في الوسط القاعدي إذ يتكون معقد بني اللون ذائب في المحلول المائي وتم قياسه طيفياً عند الطول الموجي 420 نانوميتر. وكانت قيمة معامل الإمتصاص المولاري 1.611×10^3 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$. وكانت الطريقة ذات دقة وتوافق جيدين وطبقت بنجاح في تقدير السفكسيم في كبسول (Cefix).

المبحث الثالث: يتضمن المبحث طريقة طيفية لتقدير السفكسيم، وذلك من خلال تفاعل الأزوتة لكاشف حامض السفانيليك، ثم الإقتران مع السفكسيم في الوسط القاعدي، حيث تتكون صبغة بنية اللون ذائبة في المحلول وتم قياسه طيفيا عند الطول الموجي 550 نانوميتر.و كانت قيمة معامل الإمتصاص المولاري 2.334×10^3 لتر.مول$^{-1}$ سم$^{-1}$.وكانت الطريقة ذات دقة وتوافق جيدين وطبقت بنجاح في تقدير السفكسيم في كبسول (suraxim).

الفصل الثالث: ويتضمن مبحثين

المبحث الاول : تطوير طريقة طيفية لتقدير السيفوتاكسيم وتعتمد على تفاعل الأزوتة لكاشف بارا-نايترو أنيلين ثم الإقتران مع السيفوتاكسيم في الوسط القاعدي، إذ يتكون صبغة بنية اللون ذائبة في المحلول المائي، تم قياسها طيفيا عند الطول الموجي 422 نانوميتر، وكانت قيمة معامل الامتصاص المولاري 2.322×10^3 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$.وهذه النتائج تبين أن الطريقة ذات دقة وتوافق جيدين. وطبقت الطريقة بنجاح في تقدير السيفوتاكسيم في حقنة (Sefagen).

المبحث الثاني : يتضمن هذا المبحث طريقة طيفية لتقدير السيفوتاكسيم، ، وذلك من خلال تفاعل الاقتران التأكسدي مع كاشف 4.2-داي نايترو فنيل هيدرازين بوجود العامل المؤكسد بيريودات البوتاسوم في الوسط القاعدي، اذ يكون معقداً بني اللون ذائب في المحلول المائي ومستقراً ، وتم قياسه طيفيا عند الطول الموجي 490 نانوميتر . وكانت قيمة معامل الإمتصاص المولاري 1.002×310 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$.وهذه النتائج تبين أن الطريقة ذات دقة وتوافق جيدين وطبقت الطريقة بنجاح في تقدير السيفوتاكسيم في حقنة (Sefagen) ونسبة استرجاعية لاتقل عن99.05% .

الفصل الرابع: ويتضمن مبحثين ايضاً

المبحث الأول: فقد اشتمل على تطوير طريقة طيفية لتقدير الثيامين، وذلك من خلال تفاعل الأزوتة لكاشف بارا-نايترو أنيلين، ثم الاقتران مع الثيامين في الوسط القاعدي، إذ تتكون صبغة بنية اللون ذائبة في المحلول المائي، وتم قياسه طيفيا عند الطول الموجي 450 نانوميتر وكانت قيمة معامل الإمتصاص المولاري2.259×310 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$. وطبقت الطريقة بنجاح في تقدير الثيامين في أقراص VitaminB1 .

المبحث الثاني: طريقة تعتمدعلى تفاعل الأزوتة لكاشف حامض السلفانيليك ثم الإقتران مع الثيامين في الوسط القاعدي، إذ تتكون صبغة أزوية ذات لون أصفر ذائبة في المحلول المائي، وتم قياسها طيفيا عند الطول الموجي405 نانوميتر .

توقيع مسؤول الدراسات العليا في الكلية

أ.د.محمد اسماعيل محمد المشهداني

Abstract

This thesis consists of four chapters:

Chapter One: The chapter contains a general introduction to the topics below:

1-Cephalosoprene drugs.

2-Methods used in the estimation of Cefixime.

3-Methods used in estimation of Cefatoxime.

4- Methods used in estimation of Thiamine.

Chapter two includes three sections

Section I The first section includes a spectral method for estimating the cefixime based on the direct estimation of cefixime and through the reaction of oxidative coupling with the 2,4-D-nitro phenyl hydrazine reagent with the oxidative agent Potassium Periodate, in basic medium to be complex coloured water-soluble and stable which exhibited maximum absorption at 480 nm. Beer's law is adhered to over the concentration range of (4-140) µg / ml , r^2 = 0.9981, with a molar absorptivity of 1.06×10^4 $l.mol^{-1}.cm^{-1}$. a relative error of (-0.6 to +0.8)% and a relative standard deviation of (±0.2 to ± 0.57)%, depending on the concentration level. The method has been applied successfully to determination of cefixime in winex capsules.

Section II a spectrophotometric method is based on is devoted a detailed investigation of the direct estimation of cifxime. The method is based on the preparation of the diazotaized p-nitro aniline reagent and then coupling with the cefixime. in basic medium to be complex coloured water-soluble and stable which exhibited maximum absorption at 420 nm. Beer's law is adhered to over the concentration range of (2 -

220) µg / ml , r ^{2}= 0.9969, with a molar absorptivity of 1.624× 10^{4} l.mol^{-1}.cm^{-1} . a relative error of (0.16 to 0.27)% and a relative standard deviation of (±0.240 to ± 1.04)%, depending on the concentration level. The method has been applied successfully to determination of cefixime in Cefix capsules .

Section III is devoted a spectrophotometric determnation of cefixime. The method is based on the reaction of the Sulfanilic acid reagent and then coupling with the cefixime. in basic medium to be complex coloured water-soluble and stable which exhibited maximum absorption at 550 nm. Beer's law is adhered to over the concentration range of (0.8 -120) µg / ml , r^2 = 0.9969, with a molar absorptivity of 2.334×10^3 l.mol-^{1}.cm^{-1} a relative error of (-0.428 to +1.5)% and a relative standard deviation of (±0.05 to ± 0.5)%, depending on the concentration level. The method has been applied successfully to determination of cefixime in Suraxim capsules.

Chapter three includes two sections:

Section I Has devoted a spectrophotometric determination method for cefatxime. The method is based on the reaction of the p-nitro aniline reagent and then coupling with the cefatoxime. in basic medium to be complex coloured water-soluble and stable which exhibited maximum absorption at 422 nm. Beer's law is adhered to over the concentration range of (2-160) µg / ml , r^2 = 0.9975, with a molar absorptivity of 2.322×10^3mol^{-1}.cm^{-1} a relative error of (-0.65to +0.1)% and a relative standard deviation of (±0.265to ± 1.1)%, depending on the concentration level. The method has been applied successfully to determination of cefatoxime in the Sefagen vaccine.

Section II The second section includes a spectral method for estimating the cefatoxime based on the direct estimation of cefatoxime and through the reaction of oxidative coupling with the 2,4-D-nitrophenylhydrazine reagent with the oxidative agent Potassium Periodate, in basic medium to be complex coloured water-soluble and stable which exhibited maximum absorption at 490 nm. Beer's law is adhered to over the concentration range of (1-160) µg / ml , r^2 = 0.9991, with a molar absorptivity of^{3}10×1.002.mol^{-1}.cm^{-1} a relative error of (0.6to +0. 75)% and a relative standard deviation of (±1.3to ± 0.14)%, depending on the concentration level. The method has been applied successfully to determination of cefatoxime in the Sfagen vaccine.

Chapter four includes two sections:

SectionI En compass the development of direct spectrophotometric method for the determination of thiamine. The method is based on the reaction of the p- nitro aniline reagent and then coupling with the thiamine. in base medium to be complex coloured water-soluble and stable which exhibited maximum absorption at 450 nm. Beer's law is adhered to over the concentration range of (1-140) µg / ml , r^2 = 0.9966, with a molar absorptivity of 2.259×10^3 l.mol^{-1}.cm^{-1} . a relative error of (-0.1 to +0.5)% and a relative standard deviation of (±0.3 to ± 0.445)%, depending on the concentration level. The method has been applied successfully to determination of thiamine in vitamin B1 tablets supplied by Samarra Pharmaceutical Industries.

Section II The method is based on the direct estimation of thiamine. The method is based on the reaction of the Sulfanic acid reagent and then coupling with the thiamine. in basic medium to br complex coloured water-soluble and stable which exhibited maximum absorption at 405 nm. Beer's law is adhered to over the concentration range of (2-26) µg / ml , $r^2 = 0.9969$, with a molar absorptivity of 1.0253×10^4 l.mol-^{1}.cm^{-1} a relative error of (-0.23 to +0.25)% and a relative standard deviation of (±0.078 to ±0.363)%, depending on the concentration level. The method has been applied successfully to determination of thiamine in vitamin B1 tablets supplied by Samarra Pharmaceutical Industries.

Republic of Iraq
Ministry of Higher Education
And Scientific Research
University of Mosul
College of Education for Girl
Department of Chemistry

Development Spectrophotometric Determination of Drugs with Application in Pharmaceutical Preparations

A Thesis Submitted By

Hadeel Mustafa Abdulqader Alguhashi

To

The Council of the College of Education for Girl University of Mosul in Partial Fulfillment for the Requirements for the Degree of Master Science

In

Analytical Chemistry

Supervised By

Assist.Prof.Dr

Dawood Habboo Mohammed Al habo

1440 A.H. **2019 A.D.**