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

تطوير طرائق طيفية لتقدير بعض المركبات الدوائية في مستحضراتها الصيدلانية

رشا زبار عبد الهادي يوسف العرسان

رسالة ماجستير

في الكيمياء التحليلية

بإشراف

الأستاذ الدكتور داود حبو محمد الحبو

1444هـ ———————————— 2022 م

المستخلص بلغة الرسالة

تطوير طرائق طيفية لتقدير بعض المركبات الدوائية في مستحضراتها الصيدلانية

الفصل الأول: سلط هذا الفصل الضوء على مقدمات تعريفية عن الادوية التي تم تقديرها في الرسالة وهي الميبندازول ، السيفيكسيم ، الهيدرالازين بصورة شاملة من حيث التركيب والخصائص والاستخدامات الطبية والطرائق التحليلية الطيفية التي تم تطويرها سابقاً في تقدير هذه الأدوية .

الفصل الثاني : يتضمن الفصل الثاني اعتماد طريقة طيفية غير مباشرة لتقدير الميبندازول تضمنت الطريقة المقترحة أكسدة الميبندازول MBZL بزيادة من العامل المؤكسد المعتمد N – بروموسكسنامايد وبعد إضافة صبغة المثيل البرتقالي MO قصر جزء من الصبغة بالكمية المتبقية من العامل المؤكسد إذ أن الجزء المقصور من الصبغة يتناسب مع الكمية المتبقية من العامل المؤكسد الذي يتناسب بدوره مع الميبندازول ،تم قياس طيف امتصاصية صبغة المثيل البرتقالي المتبقية عند طول 508 نانومتر إذ يتبع قانون بير في مدى التراكيز (2.5 –25) مايكروغرام/مللتر وكان هناك انحرافاً سالباً في التراكيز الأعلى من 25 مايكروغرام/مللتر ومن معادلة الخط المستقيم تم حساب قيمة معامل الامتصاصية المولاري وكانت تساوي 1.505×10^4 لتر.امول.سم وقيمة دلالة ساندل كانت 0.019607 مايكروغرام/^{2}سم. استنتجنا أن الطريقة المقترحة يمكن اعتمادها بوصفها طريقة ذات جدوى مقبولة من ناحية الحساسية والاسترجاعية لتقدير الميبندازول بهيئته النقية وبهيئة مستحضره الصيدلاني.

الفصل الثالث: تضمن المبدأ العام للطريقة المقترحة أكسدة مجموعة الامين الأولي الموجودة في الميبندازول بالعامل المؤكسد N– بروموسكسنمايد في وسط حامضي ثم إضافة كاشف الرودامين لينتج عن ذلك محلول بلون وردي مائل الى الارجواني وقيست الامتصاصية عند الطول الموجي 570 نانوميتر الذي يتبع قانون بير في مدى التراكيز (2.5 – 30) مايكروغرام/مللتر. وكانت قيمة معامل الامتصاصية المولاري قد بلغت 1.476×10^4 لتر/ مول.سم وقيمة دلالة ساندل كانت 0.02 مايكروغرام/^{2}سم .

الفصل الرابع: كان مضمون هذا الجزء استحداث طريقة طيفية جديدة لتقدير السيفيكسيم تعتمد على أزوتة المجموعة الأمينية للسيفكسيم مع نتريت الصوديوم في وسط حامضي لتكوين ملح الديازونيوم المقابل الذي بدوره يقترن في الوسط القاعدي مع كاشف حامض الكروموتروبيكChromotropic Acid ليعطي ناتجاً مستقراً سجل أعلى امتصاصية له عند الطول الموجي 514 نانوميتر ويتبع قانون بير لامبرت في مدى تراكيز يتراوح بين (5–300) مايكروغرام من السيفيكسيم/10مللتر (أي ما يعادل 0.5–30 مايكروغرام/مللتر) وبلغت قيمة معامل الامتصاصية المولاري للصبغة المتكونة 2.892×10^4 لتر/مول.سم وقيمة دلالة ساندل تساوي 0.0175 مايكروغرام/^{2}سم.

الفصل **الخامس:** تضمن المبدأ العام للطريقة المقترحة في هذا الفصل على أكسدة مجموعة الامين الموجودة في الهيدرالازين عن طريق العامل المؤكسد N–بروموسكسنمايد ثم اقتران هذا المركب المؤكسد مع كاشف احمر الكونغو Congo red لينتج عن ذلك محلول بلون ارجواني اعطى اعلى قيمة للامتصاصية عند الطول الموجي 590 نانومتر وعلاقة خطية ضمن مدى تراكيز بين (5– 300) مايكروغرام من السيفيكسيم/10مللتر (0.5–30 مايكروغرام/مللتر) وقد تم حساب قيمة معامل الامتصاصية المولاري من معادلة الخط المستقيم وبلغت 0.464×10^4لتر/ مول.سم وقيمة دلالة ساندل كانت 0.0344 مايكروغرام/ ^{2}سم.

توقيع مسؤول الدراسات العليا

د. محمد اسماعيل

Abstract

The thesis contains five chapters:

Chapter One

This chapter sheds light on introductory introductions to the drugs that were evaluated in this work, which are (mebendazole, cefixime, hydralazine) in a comprehensive manner in terms of composition, properties, medical uses and the various analytical methods that were previously developed in the estimation of these drugs and included spectroscopic, chromatographic methods, electric and others.

Chapter Tow

The second chapter includes the adoption of an indirect spectrophotometric method for the determination of mebendazole. The proposed method included the oxidation of mebendazole (MBZ) by an increase of the approved oxidizing agent (N-bromosoxenamide) and after adding a dye methyl orange, (MO), bleaching part of the dye with the remaining amount of the oxidizing agent. So that the restricted part of the dye is proportional to the remaining amount of the oxidizing agent, which is proportional to mebendazole concentration , the absorbance of the remaining methyl orange dye was measured at a length of 508 nm which it follows Beer's law in the range of concentrations (2.5-25) µg/ml, and from the straight line equation, the value of the molar absorption coefficient was calculated and it was equal to 1.505×10^4 L/mol.cm and the Sandells significance value was 0.019607 µg/cm^2.We concluded that the proposed method can be adopted as an acceptable feasibility method in terms of sensitivity and susceptibility to the determination of

mebendazole in its pure form and in the form of its pharmaceutical preparation.

Chapter Three

The general principle of the proposed method in this chapter included the oxidation of the primary amine group present in mebendazole with the oxidizing agent (N-bromosoxenamide) (NBS), then this oxidized compound was combined with the reagent rhodamine-B to from a pink-colored solution. The absorption was measured at wavelength 570 nanometer, which follows Beer's law in the range of concentrations (2.5-30) µg/ml, and the value of the molar absorption coefficient was 1.476×10^4 L/mol.cm and Sandell's significance value was 0.02 µg/cm^2.

Chapter Four

The content of this part was the development of a new spectrophotometric method for the determination of cefixime based on the diazotization of the amino group of cefixime with sodium nitrite in an acidic medium to form the corresponding diazonium salt, which in turn is combined in the base medium with chromotropic acid reagent to give a stable product, a higher record its absorption at the wavelength 514 nm and it follows the Beer-Lambert law in the range of concentrations ranging between 5–300 µg of cefixime/10 ml (equivalent to 0.5–30 µg/ml) and the value of the molar absorption coefficient of the formed dye is 2.892×10^4 L/mol.cm Sandell's significance value is 0.0175 µg/cm^2.

Chapter Five

The general principle of the proposed method in this chapter included the oxidation of the amine group present in hydralazine by the oxidizing agent N-bromosuccinimide (NBS), and then this oxidizing compound was combined with the Congo red reagent to result in a purple-colored solution that gave higher Absorption value at wavelength 590 nm and linear relationship 5-300 µg/10 ml (0.5–30 µg / ml) and the value of the molar absorption coefficient was calculated from the linear equation 0.464×10^4 L / mol. cm and the significance value: 0.0344 µg /cm^2

Republic of Iraq
Ministry of Higher Education &
Scientific Research
University of Mosul
College of Education for Girls

Development of Spectrophotometric Methods for the Determination of Some Drug Compounds in their Pharmaceutical Preparations

Rasha Zbar Abdulhadi Yousif

M.Sc. Thesis

Analytical Chemistry

Supervised by
Prof. Dr. Dawood H. Mohammed

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