جامعـة الموصـل
كلـــية العلـــــوم

التقدير الطيفي للميترونيدازول

ولادة حميد ابراهيم منصور

رسالة ماجستير
في الكيمياء التحليلية

بإشـــراف
الأستاذ الدكتور وعدالله عبد العزيز بشير المختار

1433هـ 2012م

الخــلاصــة

تشتمل الرسالة على ثلاثة فصول:-

الفصل الأول يحتوي هذا الفصل على مقدمة عامة عن الموضوعات التالية:

- الميترونيدازول .
- طرائق تقدير الميترونيدازول .
- الهدف من البحث.

الفصل الثاني

يتضمن **الفصل الثاني** طريقة طيفية لتقدير الميترونيدازول في الوسط المائي تعتمد على تفاعل الازوتة والاقتران وذلك بعد اختزال مجموعة النايترو ($-NO_2$) الموجودة في الميترونيدازول إلى مجموعة أمين ($-NH_2$) وذلك باستخدام الخارصين بالوسط الحامضي والتبريد في حمام ثلجي لمدة 30 دقيقة ثم ازوتة الأمين الناتج بمفاعلته مع زيادة من نتريت الصوديوم في وسط حامضي لتكوين ملح الدايازونيوم المقابل وبعد إزالة الزيادة من النتريت باستخدام حامض السلفاميك يتم اقتران ملح الدايازونيوم للميترونيدازول المختزل والمؤزوت مع كاشف الثايمول في وسط قاعدي ليعطي صبغة آزوية ذات لون اصفر – برتقالي مستقرة وذائبة في الماء وتعطي أعلى شدة امتصاص عند الطول الموجي 465 نانوميتر.

وكانت حدود قانون بير في مدى التركيز من 5 – 600 مايكروغرام من الميترونيدازول في حجم نهائي 25 مللتر أي من 0.2 إلى 24 جزء / مليون بحدود كشف 0.0087 مايكروغرام / مللتر وتقدير كمي 0.0159 مايكروغرام / مللتر وكانت الامتصاصية المولارية 5.922×10^3 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ ودلالة ساندل 0.0289 مايكروغرام.سم$^{-2}$, الخطأ النسبي من – 3.63 إلى –0.90 % والانحراف القياسي النسبي مابين ± 0.34 إلى ±1.33 % اعتمادا على مستوى التركيز وتم تطبيق الطريقة المقترحة بنجاح لتقدير الميترونيدازول في المستحضرات الصيدلانية.

الفصل الثالث

يتضمن **الفصل الثالث** طريقة طيفية لتقدير الميترونيدازول في الوسط المائي تعتمد على تفاعل الازوتة والاقتران وذلك بعد اختزال مجموعة النايترو ($-NO_2$) الموجودة في الميترونيدازول إلى مجموعة أمين ($-NH_2$) وذلك باستخدام الحديد بالوسط الحامضي والتبريد في حمام ثلجي لمدة 30 دقيقة ثم ازوتة الأمين الناتج بمفاعلته مع زيادة من نتريت الصوديوم في وسط حامضي لتكوين ملح الدايازونيوم المقابل وبعد إزالة الزيادة من النتريت باستخدام حامض السلفاميك يتم اقتران ملح الدايازونيوم للميترونيدازول المختزل والمؤزوت مع كاشف ن- (1- نفثيل) اثيلين ثنائي امين في وسط حامضي ليعطي صبغة آزوية ذات لون وردي محمر مستقرة وذائبة في الماء وتعطي أعلى شدة امتصاص عند الطول الموجي 503 نانوميتر.

وكانت حدود قانون بير في مدى التركيز من 5 - 500 مايكروغرام من الميترونيدازول في حجم نهائي 25 مللتر أي من 0.2 إلى 20 جزء / مليون بحدود كشف 0.0196 مايكروغرام / مللتر وتقدير كمي 0.0256 مايكروغرام / مللتر وكانت الامتصاصية المولارية 4.673×10^{3} لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ ودلالة ساندل 0.0366 مايكروغرام.سم$^{-2}$, الخطأ النسبي من – 1.26 إلى + 0.36 % والانحراف القياسي النسبي مابين ± 0.36 إلى ± 1.42 % اعتمادا على مستوى التركيز وتم تطبيق الطريقة المقترحة بنجاح لتقدير الميترونيدازول في المستحضرات الصيدلانية.

University of Mosul
College of Science

Spectrophotometric Determination of Metronidazole

Wallada H. Ibrahim Mansoor

M.Sc. /Thesis

In Analytical Chemistry

Supervised by

Prof. Dr. Wadala A.Bashir Al-Mukhtar

2012 A.D. **1433A.H.**

Summary

This thesis consists of three chapters:

Chapter One

This chapter contains a general introduction to the subjects below:

- Metronidazole.
- Methods for the determination of metronidazole.
- Aim of the research.

Chapter Two

Deals with the development of a spectrophotometric method for the determination of metronidazole in aqueous solution . The method is based on the reduction of the nitro group in metronidazole to the amino group by cooling a mixture of metronidazole solution with zinc powder and dilute hydrochloric acid for 30 minutes in a ice bath. Then the reaction of reduced metronidazole with excess nitrite, in an acidic medium to produce the corresponding diazonium salt. After the removal of residual nitrite with sulphamic acid, the diazonium salt is coupled with thymol reagent in basic medium to produce, an intense yellow-orange coloured, water-soluble and stable azo dye which exhibits maximum absorption at 465nm.

Beer's law is obeyed over the concentration range from 5-600 μg of metronidazole in a final volume of 25 ml i.e., 0.2-24 ppm and limit of detection (LOD) 0.0087 μg / ml , limit of quantitation (LOQ) 0.0159 μg/ ml with a molar absorptivity of 5.922×10^{3} $l.mol^{-1}.cm^{-1}$ and Sandell's sensitivity index of 0.0289 $\mu g.cm^{-2}$, a relative error of-3.63 to - 0.90% and a relative standard deviation of better than ±0.34 to ± 1.33 % depending on the concentration level. The method has been applied to the determination of metronidazole in pharmaceutical preparations.

Chapter three

Deals with spectrophotometric method for the determination of metronidazole in aqueous solution . The method is based on the reduction of the nitro group in metronidazole to the amino group by cooling a mixture of metronidazole solution with iron powder and dilute hydrochloric acid for 30 minutes in a ice bath. Then the reaction of reduced metronidazole with excess nitrite, in an acidic medium to produce the corresponding diazonium salt. After the removal of residual nitrite with sulphamic acid, the diazonium salt is coupled with N-(1-naphthyl) ethylenediamine reagent in acidic medium to produce, an intense pinkish-red coloured, water-soluble and stable azo dye which exhibits maximum absorption at 503nm.

Beer's law is obeyed over range from 5-500 µg of metronidazole in a final volume of 25 ml , i.e., 0.2 - 20 ppm and limit of detection (LOD) 0.0196 µg / ml, limit of quantitation (LOQ) 0.0256 µg/ ml with a molar absorptivity of 4.673×10^{3} $l.mol^{-1}.cm^{-1}$ and Sandell's sensitivity index of 0.0366 $\mu g.cm^{-2}$, a relative error of -1.26 to + 0.36% and a relative standard deviation was better than ±0.36 to ±1.42 % depending on the concentration level. The method has been applied to the determination of metronidazole in pharmaceutical preparations.