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

تطوير طرائق طيفية لتقدير دوائي السيفوتاكسيم والفوروسيميد في المستحضرات الصيدلانية

روعة يوسف إسماعيل حسن الحيالي

رسالة ماجستير
علوم في الكيمياء

بإشراف
الأستاذ المساعد
الدكتورة فرحة خلف عمر أحمد الجبوري

1441هـ 2020 م

المستخلص بلغة الرسالة

تتضمن الرسالة خمسة فصول:

الفصل الأول: يتضمن مراجعة لبعض أنواع التفاعلات المستخدمة في تقدير المركبات الدوائية السيفوتاكسيم والفوروسيميد، ويحتوي أيضاً على الطرائق التحليلية المستخدمة في تقدير هذه المركبات.

الفصل الثاني: يتضمن تطوير طريقة طيفية لتقدير السيفوتاكسيم باستخدام تفاعل الأكسدة، إذ تعتمد هذه الطريقة على أكسدة السيفوتاكسيم بواسطة هيبوكلوريت الصوديوم في الوسط الحامضي بوجود صبغة المثيل البرتقالي، حيث يظهر لون الصبغة بعد نفاذ العامل المؤكسد مع الدواء ، وقيست امتصاصية الصبغة عند الطول الموجي(505 نانوميتر)، فوجد أن الامتصاص يزداد خطياً ويتبع قانون بير في المدى(0.4-4 مايكروغرام/مللتر) ، وبلغت قيمة معامل الامتصاص المولاري (7.0556×10^4 لتر.مول.$^{-1}$.سم$^{-1}$)، وحساسية ساندل (0.0064 مايكروغرام/سم^2) ، كما بلغ حد الكشف (0.105 مايكروغرام/مللتر) ومعدل نسبة الاسترجاعية (99.48%) والانحراف القياسي النسبي أقل من 0.64% وطبقت الطريقة بنجاح على المستحضرات الصيدلانية التي أخذت عيناتها من الحقن.

الفصل الثالث: يتضمن عرضاً مفصلاً لطريقة تقدير الفوروسيميد، إذ تعتمد هذه الطريقة على تفاعل الاقتران التأكسدي للفوروسيميد مع 4,2- ثنائي نايتروفنيل هيدرازين بوجود العامل المؤكسد بيريودات البوتاسوم في الوسط القاعدي،لإعطاء معقد بني اللون يقاس طيفياً عند 467 نانوميتر، إذ أمكن تقدير تراكيز تراوحت بين (0.4-14 مايكروغرام/مللتر)، ومعامل الامتصاص المولاري (1.184×10^4 لتر.مول.$^{-1}$.سم$^{-1}$)، وبلغت حساسية ساندل (0.0279 مايكروغرام/سم^2)، وبحد كشف (0.119 مايكروغرام/مللتر)، وبلغ معدل نسبة الاسترجاع (99.88%) وقيمة الانحراف القياسي النسبي أقل من 1.52% ، وطبقت الطريقة بنجاح على المستحضرات الصيدلانية التي أخذت عيناتها من الأقراص والحقن.

الفصل الرابع: تناول تطوير طريقة طيفية حساسة لتقدير الفوروسيميد، من خلال تفاعل الأزوتة والاقتران بمدى تركيز (0.4-6 مايكروغرام/مللتر) من الفوروسيميد، إذ تعتمد هذه الطريقة على أزوتة الفوروسيميد المحلل مائياً مع نتريت الصوديوم في الوسط الحامضي ثم أقترانه مع كاشف ميتا-أمينوفينول في الوسط القاعدي ، فيعطي التفاعل صبغة ازوية ذات لون أحمر غامق- ارجواني تقاس طيفياً عند الطول الموجي 605 نانوميتر بمعامل امتصاص مولاري بلغ (1.0302×10^5 لتر.مول.$^{-1}$.سم$^{-1}$) ومعدل نسبة الاسترجاع (99.75%) ، والانحراف القياسي النسبي أقل من 0.43%، أمّا حساسية ساندل فبلغت (0.00321 مايكروغرام/سم^2)، وحد الكشف (0.02277 مايكروغرام/مللتر) وطبقت الطريقة بنجاح على المستحضرات الصيدلانية التي أخذت عيناتها من الأقراص والحقن.

الفصل الخامس: يحتوي شرحاً مفصلاً لطريقة تقدير الفوروسيميد، من خلال تفاعل الأزوتة والاقتران بمدى التركيز(0.8–8 مايكروغرام/مللتر)، إذ تعتمد هذه الطريقة على أزوتة الفوروسيميد المحلل مائياً ثم اقترانه مع كاشف البايروكالول في الوسط القاعدي، فتتكون صبغة ذات لون برتقالي فاتح ذائبة ومستقرة في المحلول المائي تقاس طيفياً عند الطول الموجي 396 نانوميتر، وبلغت قيمة معامل الامتصاص المولاري (4.8851×10^4 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$)،وحساسية ساندل (0.00677 مايكروغرام/سم^2)، وقيمة معدل نسبة الاسترجاع (101.39%) والانحراف القياسي النسبي أقل من 1.15%، وبحد كشف (0.03883 مايكروغرام/مللتر) ، وطبقت الطريقة بنجاح على المستحضرات الصيدلانية التي أخذت عيناتها من الأقراص والحقن.

توقيع مسؤول الدراسات العليا

أ.د.محمد اسماعيل محمد المشهداني

Summary:

This thesis consists of five chapters:

The first chapter: includes a review of some of the types of reactions used to estimation Pharmaceutical compounds, Cefotaxime and furosemide also contain the analytical methods used to estimation these compounds.

The second chapter: includes developing a spectrophotometric method for determination cefotaxime using the oxidation reaction, this method depend on the oxidation of cefotaxime by sodium hypochlorite in the acidic medium in the presence of an methyl orange dye, Where the dye color appears after the oxidizing agent has run out with the drug, the absorbance of the dye is measured at the wavelength(505 nm), it was found that the absorption increases linearly and follows the Beer's law in the range (0.4-4 µg/ ml), and the molar absorptivity value is (7.0556×10^4 $l.mol^{-1}.Cm^{-1}$), and Sandell's sensitivity (0.00064µg/cm^2), with a detection limit of (0.105 µg/ml), and the average recovery is (99.48%),with arelative standard deviation is less than 0.64%, and the method was successfully applied to pharmaceutical preparations that were in injection form.

The third chapter : includes a detailed presentation of Furosemide estimation, as this method depends on the reaction of oxidative coupling of Furosemide with 2,4-di-nitrophenyl hydrazine in the presence of the oxidizing agent potassium Periodate in the in basic medium, to give a brown-colored complex measured spectrally at 467 nm, it was possible to determination concentrations ranging from(0.4-14µg/ml),the molar absorbance value ($1.184x10^4$ $l.mol^{-1}.cm^{-1}$), sandall's sensitivity (0.0279 µg/cm^2), with a detection limit (0.119 µg/ml), the average recovery (99.88%) ,and the relative standard deviation was less than 1.52%,

The method is successfully applied to pharmaceutical preparations in the form of tablets and injections.

The fourth chapter: includes the development of a sensitive spectrophotometric method for estimating furosemide, through the diazocoupling reaction in a concentration range of (0.4-6 μg/ml) of furosemide, this method depend on diazodization of hydrolyzed furosemide with sodium nitrite in acidic medium ,then coupled with a meta-aminophenol reagent in the basic medium, the reaction gives a dark red-purple azo dye measured spectrally at the wavelength of 605nm and molar absorptivity (1.0302×10^5 $l.mol^{-1}.cm^{-1}$), the average recovery is (99.75%) ,the relative standard deviation was less than 0.43%, and the sandell's sensitivity was (0.00321μg/cm^2), detection limit (0.02277μg/ml) and the method was successfully applied to pharmaceutical preparations in the form of tablets and injections.

The five chapter: contains adetailed explanation of Furosemide determination, through the diazocoupling reaction in a concentration range of (0.8-8μg/ml)of furosemide, this method depend on diazodization of hydrolyzed furosemide with sodium nitrite in acidic medium ,then coupled with a pyrogallol reagent in the basic medium, the reaction gives dissolved and stable orange dye in aqueous solution, measured spectrally at 396nm,and the molar absorbance value is(4.8851×10^4 $l.mol^{-1}.Cm^{-1}$), sandall's sensitivity (0.00677μg/cm^2), the average recovery (101.39%) the relative standard deviation value is less than 1.15%, and with a detection limit (0.03883 μg/ml) the method was successfully applied to pharmaceutical preparations in the form of tablets and injections.

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

Development of Spectrophotometric Methods for Determination of Drugs Cefotaxime and Furosemide in Pharmaceutical Preparations

Rawah Yousif Ismael Hasan Al-Hayali

Chemistry

Supervised By

Assist.Prof.

Dr.Farha Khalaf Omar Ahmed Al-jubouri

1441 A.H. **2020 A.D.**