



جامعة الموصل / كلية التربية للبنات

قسم الكيمياء

تحضير بعض الكواشف العضوية الجديدة واستخدامها في التقدير الطيبي لعقاري الميزالازين وسيفوتاكسيم الصوديوم

نور نائر ياسين الثقفي

رسالة ماجستير

علوم

في الكيمياء

بإشراف

أ.م.د مهند يقظان العلاف

أ.م.د محمد سالم العنزي

المستخلص بلغة الرسالة

اشتملت هذه الرسالة على جزئين:

- ❖ **الجزء الأول:** هو الجانب العضوي الذي تضمن تحضير وتشخيص عدد من المركبات العضوية الجديدة وكما يأتي:
- ❖ تحضير الاستيناتلايد (1) من خلال تفاعل بارا- فنيلين ثنائي الأمين مع انهيريد حامض الخليك.
- ❖ تحضير الكاشف الالديهائيدي 2،6- ثنائي كلوروبايرادو كوبوليين-3،7- ثنائي كاربالديهائيدي (2) المشتق من الاستيناتلايد المحضر (1).
- ❖ تحضير مركبات قواعد شف (3-8) من تفاعل الامينات الأروماتية الاولى مع الكاشف الالديهائيدي 2،6- ثنائي كلوروبايرادو كوبوليين-3،7- ثنائي كاربالديهائيدي (2)
- ❖ تحضير مركبات الثايول (9-14) من خلال تفاعل مركبات قواعد شف المحضرة (3-8) مع كبريتيد الصوديوم (Na₂S).
- ❖ تحضير مركبات الثايول الكيل (15-20) القسم الاول من خلال تفاعل مركبات قواعد شف المحضرة (3-8) مع يوديد الاثيل الثاني (21-26) فتم فيه تحضير مركبات الثايول الكيل من خلال تفاعل مركبات قواعد شف (3-8) مع Na₂S و يوديد الاثيل
- ❖ تحضير مركبات الحلقة الرباعية (27 - 32) من خلال تفاعل مركبات قواعد شف السنة (3-8) مع ثلاثي اثيل امين و كلورو كلوريد الاستيل.
- ❖ تحضير مركبات الجالكون (33-34) المشتقة من 2،6- ثنائي كلوروبايرادو كوبوليين-3،7- ثنائي كاربالديهائيدي (2) المحضر مرة مع الفا- تترالون و مرة أخرى مع 2- استيبايل نفتالين والتي تم استخدامها ككاشف في الجانب التحليلي

أما الجزء الثاني : فهو الجانب التحليلي تناول تطوير طريقة طيفية بسيطة لتقدير الميز الازين باستخدام تفاعل الازوتة والاقتران، اعتمدت الطريقة على اقتران الميز الازين المؤزوت مع كاشف الجالكون المحضر (33) في وسط قاعدي لتكوين صبغة الازو الملونة التي تعطي أعلى امتصاص عند الطول الموجي 450 نانومتر، وبلغت الامتصاصية المولارية (9494.68 لتر.مول⁻¹.سم⁻¹) وكانت حدود قانون بير في مدى من التركيز (0.5 - 27.5) مايكروغرام/ ملتر، بلغ معدل نسبة الاسترجاع (101.22 %)، والانحراف القياسي النسبي اقل من (3.3 %) ، وقد تم تطبيق هذه الطريقة بنجاح على المستحضرات الصيدلانية (أقراص).

وكذلك اشتمل على تطوير طريقة طيفية بسيطة وحساسة لتقدير سيفوتاكسيم الصوديوم باستخدام تفاعل الازوتة والاقتران الذي يعتمد على تفاعل سيفوتاكسيم الصوديوم المؤزوت مع كاشف الجالكون المحضر (34) في الوسط القاعدي لتكوين صبغة برتقالية اللون التي لها أعلى امتصاص عند الطول الموجي 406 نانومتر، واتبعت الطريقة قانون بير ضمن مدى التراكميز (0.5 - 30) مايكرومتر/ ملتر، بلغت الامتصاصية المولارية (18381.44) لتر. مول⁻¹.سم⁻¹ وكان معدل نسبة الاسترجاع (100.48%) والانحراف القياسي النسبي اقل من (0.9%) وقد تم تطبيق الطريقة على المستحضرات الصيدلانية (حقن).

تأييد المشرف

أويد المستخلص في الاستثمارة مطابق لمستخلص الرسالة

أ.م.د. محمد اسماعيل محمد

أ.م.د. محمد سالم شيت

أ.م.د. مهدي يقظان صالح

Abstract:

This thesis consisted of five chapters and consisted of two parts:

The **first part**: is The organic side, which include the preparation of new organic reagents (quinoline compounds, Schiff bases, thiol compounds, alkyl thiol, and azetidine-2-one compounds and chalcone compounds).

the **second part**: is the analytical side, which deals with the use of chalcone compounds as organic reagents in the spectrophotometric determination of mesalazine and cefotaxime sodium by diazotization and coupling reaction.

The **first chapter** includes a general introduction to heterocyclic compounds and some methods of their preparation and schiff bases and some methods of preparation, Azetidine-2-one compounds and some methods of preparation, The unsaturated alpha-beta carbonyl compounds (chalcones) and some methods of their preparation. Besides, it includes diazotization and coupling reactions in analytical chemistry and a review of the spectrophotometric methods used in determination the studied drug compounds represented by mesalazine and cefotaxime sodium.

The **second chapter** comprises the preparation of a number of new organic compounds, as follows:

- ❖ Preparation of acetanilide (**1**) from the reaction of p-phenylene diamine with acetic acid anhydride.
- ❖ Preparation of the aldehyde reagent 2,7-dichloropyrido[2,3-g]quinoline-3,8-dicarbaldehyde (**2**), which is derived from the prepared acetanilide (**1**).
- ❖ Preparation of Schiff base compounds (**3-8**) from the reaction of primary amines with aldehyde reagent 2,7-dichloropyrido[2,3-g]quinoline-3,8-dicarbaldehyde (**2**)
- ❖ Preparation of thiol compounds (**9-14**) through the interaction of prepared Schiff bases compounds (**3-8**) with sodium sulfide (Na_2S).
- ❖ Preparation of alkyl thiol compounds (**15-20**) from the prepared the first part through the reaction of the prepared Schiff bases compounds (**3-8**) with sodium sulfide and

benzyl chloride. and the second part (21-26) alkyl thiol compounds were prepared through the interaction of Schiff bases compounds. (3-8) with Na₂S with ethyl iodide

- ❖ Preparation of the tetracyclic compounds (27-32) through the reaction of the six Schiff base compounds (3-8) with triethylamine and Chloroacetyl chloride
- ❖ Preparation of chalcone compounds (33-34) derived from 2,7-dichloropyrido[2,3-g]quinoline-3,8-dicarbaldehyde reagent prepared once with alpha-tetralone and again with 2-acetylnaphthalene.

The **Third chapter** included the characterization for the prepared compounds that were presented in the second chapter, by spectral methods, including infrared spectroscopy (FTIR), and some of them using nuclear magnetic resonance (¹H NMR), the results confirmed the validity of the proposed chemical compositions of the prepared compounds.

The **fourth chapter** encompasses a simple spectrophotometric method for the determination of mesalazine using by diazotized and coupling reaction. Method depends on the mesalazine diazotized with the prepared chalcone reagent in a basic medium to form colored azo dye. Which has the highest absorption at 450 nm. The molar absorptivity (9494.68) l.mol⁻¹.cm⁻¹, Beer's law is obeyed in the concentration range (0.5 - 27.5) µg/ml, The recovery was (101.22%), with relative standard deviation is less than (3.3%). This method has been applied successfully in pharmaceutical preparations (tablets).

The **fifth chapter** included a simple and a sensitive the development of a quick and simple spectrophotometric method for the determination of cefotaxime sodium using by diazotized and coupling reaction. Method depends on the cefotaxime sodium diazotized with the prepared chalcone reagent in a basic medium to form orange product. Which shows maximum absorption at 406 nm. the concentrations of determination drug in the range (0.5-30) µg/ml. the molar absorptivity was (18381.44) l. mol⁻¹. cm⁻¹ and the recovery was (100.48%) with relative standard deviation is less than (0.9%). This method has been applied successfully in pharmaceutical preparations (injections).

University of Mosul
College of Education for Girls
Department of Chemistry



**Preparation of some new organic reagents and their
use in the spectrophotometric determination of
mesalazine and cefotaxime sodium**

A Thesis Submitted By
Noor Thaer Yassin Al-Thakafy

Master Thesis
Science in Chemistry

Supervised By
Assistant Professor

Dr. Mohammed Salim Al-Enizzi Dr. Mohanad Yakdhan alallaf