جامعةالموصل

كلية العلوم

التقدير الطيفي للاوكسيميتازولين هيدروكلوريد في المستحضرات الصيدلانية

ايمان بهجت بشير

رسالة ماجستير

في الكيمياء التحليلية

بإشراف

الاستاذ الدكتور

سالم علي محمد

1438هـ 2017م

الخـلاصـــة

تشتمل الرسالة على ثلاثة فصول:

الفصل الأول

يحتوي على مقدمة عامة عن الموضوعات الآتية:

-الاوكسيميتازولين هيدروكلوريد .

-طرائق تقدير الاوكسيميتازولين هيدروكلوريد .

-الهدف من البحث.

الفصل الثاني

يتضمن تطوير طريقة طيفية غير مباشرة لتقدير الاوكسيميتازولين هيدروكلوريد في المحلول المائي ، تعتمد الطريقة المقترحة على أكسدة الاوكسيميتازولين هيدروكلوريد بواسطة ايونات الحديد الثلاثي في الوسط الحامضي(pH =3.8) ثم مفاعلة ايونات الحديد الثنائي الناتجة من التفاعل مع الكاشف 2،2′- ثنائي البريديل لتكوين معقد ذي لون احمر مستقر وذائب في الماء ويعطي أعلى امتصاص عند الطول الموجي 523 نانوميتر . وكانت حدود قانون بير في مدى التركيز 10- 450 مايكروغرام من الاوكسيميتازولين هيدروكلوريد في حجم نهائي 20 مللتر اي(0.5- 22.5 مايكروغرام.مللتر$^{-1}$) وكانت قيمة الامتصاصية المولارية4.3×10^{4} لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ ودلالة ساندل0.0072 مايكروغرام.سم$^{-2}$ ، وكانت قيم حد الكشف (LOD)وحد التقدير الكمي(LOQ)0.458و1.527مايكروغرام.مللتر$^{-1}$على التوالي , وقد تراوح الخطأ النسبي من -0.27% إلى 1.5-% و الانحراف القياسي النسبي بين ±0.76%و±1.12% اعتماداً على مستوى التركيز ، وتم تطبيق الطريقة المقترحة بنجاح لتقدير الاوكسيميتازولين هيدروكلوريد في المستحضرات الصيدلانية(القطرات والبخاخ).

الفصل الثالث : ويشمل جزئين :

الجزء الأول

يتضمن تطوير طريقة طيفية غير مباشرة لتقدير الاوكسيميتازولين هيدروكلوريدفي المحلول المائي , تعتمد الطريقة على أكسدة الاوكسيميتازولين هيدروكلوريد بواسطة برمنغنات البوتاسيوم في الوسط الحامضي بوجود حامض الكبريتيكثم قياس الامتصاص لمحلول البرمنكناتغير المتفاعل عند الطول الموجي 545 نانوميتر. وكانت حدود قانون بير في مدى التركيز 10- 300 مايكروغرام من الاوكسيميتازولين هيدروكلوريد في حجم نهائي 10 مللتر أي (1-30مايكروغرام.مللتر$^{-1}$) وكانت قيمة الامتصاصية المولارية0.65×10^{4} لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ودلالة ساندل 0.0454 مايكروغرام.سم$^{-2}$ ، وكانت قيم حد الكشف (LOD) وحد التقدير الكمي(LOQ)0.162و0.542 مايكروغرام.مللتر$^{-1}$على التوالي , وقد تراوحت قيم الخطأ النسبي من 0.7-% إلى 0.8% والانحراف القياسي النسبي بين ±0.176%و±0.38% اعتماداً على مستوى التركيز ، وتم تطبيق الطريقة المقترحة بنجاح لتقدير الاوكسيميتازولين هيدروكلوريد في المستحضرات الصيدلانية (القطرات والبخاخ) .

الجزء الثاني

يتضمن تطوير طريقة طيفية غيرمباشرة لتقدير الاوكسيميتازولين هيدروكلوريد في المحلول المائي , تعتمد الطريقة على أكسدة الاوكسيميتازولين هيدروكلوريد بواسطة برمنغنات البوتاسيوم في الوسط القاعدي من هيدروكسيد الصوديوم لتكوين ايونات المنغنات ذات لون اخضر مزرق وذائبة في الماء تعطي اعلى امتصاص عند الطول الموجي 610 نانوميتر. وكانت حدود قانون بير في مدى التركيز 10-70 مايكروغرام من الاوكسيميتازولين هيدروكلوريد في حجم نهائي 20 مللتر أي (0.5-3.5مايكروغرام.مللتر$^{-1}$) وكانت قيمة الامتصاصية المولارية3.26×10^{4} لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ ودلالة ساندل 0.0090 مايكروغرام.سم$^{-2}$مايكروغرام.مللتر$^{-1}$, وقد تراوحت قيم الخطأ النسبي من-2.68% إلى 0.614%وقيم الانحراف القياسي النسبي بين ±0.455%و±0.929% اعتماداً على مستوى التركيز، وتم تطبيق الطريقة المقترحة بنجاح لتقدير الاوكسيميتازولين هيدروكلوريد في مستحضر صيدلاني(القطرات).

University of Mosul
College of Science

Spectrophotometric Assay of Oxymetazoline Hydrochloride in Pharmaceutical Preparations

EmanBahjatBasheer

M.Sc. Thesis
In Analytical Chemistry

Supervised by

Prof.Dr. Salim Ali Mohammed

2017 A.C. **1438 A.H.**

Abstract

This thesis consists of three chapters

Chapter one

This chapter contains a general introduction to the subjects below:

- Oxymetazoline hydrochloride
- Methods for determination of oxymetazoline hydrochloride.
- Aim of the research.

Chapter two

This chapter deals with spectrophotometric method for the determination of oxymetazoline hydrochloride in aqueous solution . The proposed method is based on the oxidation of oxymetazoline hydrochloride by iron (III) in acidic medium and reaction of produced iron (II) with 2,2′-bipyridyl reagent to form a colored complex which is water – soluble , stable and has a maximum absorption at 523 nm .All the experimental variables affecting the development of the colour of complex are investigated and the conditions are optimized. Beer's law is linear in the concentration range of 0.5-22.5 $\mu g.ml^{-1}$ with an excellent regression coefficient (R^2 = 0.9955). The apparent molar absorptivity and Sandell's sensitivity values are calculated to be 4.3×10^4 1 . mol^{-1} . cm^{-1}. and 0.0072 $\mu g.cm^{-2}$, respectively. The Limit of detection is 0.458 μg/ml and the limit of quantification is 1.527 μg/ml The relative error and a relative standard deviations are found to be in the range -1.5% to -0.27% and ±0.76% to ±1.12% , respectively depending on the concentration level. The method has been applied successfully for the determination of oxymetazoline hydrochloride in pharmaceutical preparation (drops and spray) .

Chapter three

Includes two parts **:**

Part One

This part deals with indirect spectrophotometric method for the determination of oxymetazoline hydrochloride in aqueous solution . The proposed method is based on the oxidation of oxymetazoline hydrochloride by potassium permanganate in acidic medium (H_2SO_4), and after a specified time, the unreacted permanganate is measured at 545 nm . The calibration graph is linear in the range of 1-30 $\mu g.ml^{-1}$with an excellent regression coefficient (R^2 = 0.9987). The apparent molar absorptivity and Sandell's sensitivity values are calculated to be 0.65 × 10^4 $l.mol^{-1}.cm^{-1}$ and 0.0454 $\mu g.cm^{-2}$, respectively. The Limit of detection is 0.162 µg/ml and the limit of quantification is 0.542 µg/ml . The relative error and a relative standard deviations are found to be in the range -0.7 % to 0.8% and ±0.176% to ±0.38% , respectively depending on the concentration level . The method has been applied successfully for the determination of oxymetazoline hydrochloride in pharmaceutical preparation (drops and spray) .

Part two

This part deals with indirect spectrophotometric method for the determination of oxymetazoline hydrochloride in aqueous solution . The method is based on the oxidation of oxymetazoline hydrochloride with alkaline potassium permanganate at room temperature. The absorbance of the green colored manganate ions produced is measured at 610 nm. The experimental variables affecting the development of the manganate ions are investigated and the conditions are optimized. The calibration graph is linear in the range of 0.5-3.5 $\mu g.ml^{-1}$with an excellent regression coefficient (R^2 = 0.9938). The apparent molar absorptivity and Sandell's sensitivity values are calculated to be 3.26 × 10^4 $l.mol^{-1}.cm^{-1}$ and 0.0090 $\mu g.cm^{-2}$, respectively. The relative error and a relative standard deviations are found to be in the range -2.68% to 0.614% and ±0.455% to ±0.929% , respectively depending on the concentration level . The method has been applied successfully for the determination of oxymetazoline hydrochloride in pharmaceutical preparation (nazordin drops).