جامعة الموصل

كلية التربية للبنات

قسم الكيمياء

استخدام تفاعلات الأكسدة والاقتران وقصر الصبغة لتقدير بعض المركبات الدوائية بطرائق طيفية

فيحاء حسن علي أحمد خليل آغا الطائي

رسالة ماجستير

علوم كيمياء

بإشراف

الأستاذ الدكتور

داؤد حبو محمد

1444هـ

2022م

الخلاصة

تتكون الرسالة من خمسة فصول :

الفصل الاول :يحتوي الفصل الاول على مقدمة عامة للمركبات الدوائية الاتية

-الميزالازين

-السيفيكسيم

-الثيامين

-الهيدرلازين

-اهداف البحث

الفصل الثاني : يتضمن هذا الفصل تقدير المركب الدوائي الميزالازين بطريقة مباشرة ، وسهلة ودقيقة من خلال تفاعله مع الهيدرلازين ككاشف باستعمال بيريودات البوتاسيوم (KIO_4) كعامل مؤكسد ليتكون محلول بني اللون ذائب ومستقر في محلوله المائي ، حيث يظهر أعلى امتصاص عند الطول الموجي عند 380 نانوميتر ، ومعامل الامتصاص المولاري 1147.5 لتر /مول .سم ، والحدود الخطية لقانون بير (2.5-47.5) مايكروغرام /مل وحساسية ساندل بلغت (0.1333) مايكرو غرام /سم^2 ومعدل نسبة الاسترجاع (99.544%) وقيمة الانحراف القياسي كانت (1.512%) أي أنّ الطريقة المتبعة كانت ذات دقة وتوافقية جيدتان ، وقد تَمَّ تطبيق الطريقة لتقدير الميزالازين بهيئته الحرة وفي المستحُضَرَات الصيدلانية بشكل أقراص وكبسول

الفصل الثالث: يتضمن هذا الفصل تقدير السيفيكسيم بطريقة مباشرة أيضا ، وسهلة ، وسريعة وحساسة من خلال تفاعل المركب الدوائي السيفيكسيم مع الكاشف الهيدرلازين بوجود ن-برومو سكسينمايد (NBS) كعامل مؤكسد لينتج معقَّد ذو لون بني له أقصى امتصاص عند الطول الموجي 360 نانوميتر ومعامل الامتصاص المولاري بلغت 2038.5 لتر /مول. سم واتبعت الطريقة قانون بير ضمن المدى الخطي (25-250) ميكروغرام /مل وحساسية ساندل كانت (0.222) مايكرو غرام /سم^2 وقد بلغت قيمة معدل نسبة الاسترجاع (99.33%) والانحراف القياسي النسبي بلغ (1.586%) ، تَمَّ تطبيق الطريقة لتقدير السيفيكسيم بصورته الحرة وفي مستحُضَرَه الصيدلاني بشكل كبسول

الفصل الرابع : تضمن الفصل الرابع من هذه الرسالة تقدير الثيامين (فيتامين B1) بطريقة مباشرة ،ودقيقة ، وسهلة ، وسريعة من خلال تفاعله مع كاشف الرودامين B وباستخدام ن-برومو سكسينمايد (NBS) كعامل مؤكسد ليتكون معقَّد ذو لون وردي له أعلى امتصاص

عند الطول الموجي 555 نانوميتر وبلغ معامل الامتصاص المولاري للمعقَّد المتكون 10×18.258 ^{3} لتر /مول. سم والحدود الخطية لقانون بير (25–400) مايكروغرام /مل ودلالة حساسية ساندل كانت (0.0145) مايكروغرام /سم^{2} بمعدل نسبة استرجاع (99.038%) والانحراف القياسي يبلغ (1.086%) ، تَمَّ تطبيق الطريقة بنجاح في تقدير الثيامين بصورته النقية وفي مستحُضَرَاته الصيدلانية

الفصل الخامس: تضمّن الفصل الأخير من هذه الرسالة تقدير المركب الدوائي الهيدرالازين بطريقة غير مباشرة حيث اشتَمَّلت الطريقة المقترحة على أكسدة الهيدرلازين بكميات وافرة من مزيج برومات –بروميد كعامل مؤكسد في وسط حامضي باستخدام حامض الهيدروكلوريك يلي ذلك تفاعل الفائض من العامل المؤكسد مع صبغة المثيل البرتقالي وتكوين معقد ملون له أقصى امتصاص عند الطول الموجي 508 نانوميتر حيث ظهرت علاقة خطية عند زيادة تركيز الهيدرلازين وتتبع الطريقة المقترحة حدود قانون بير عند التراكيز المايكرو غرامية (2.5–27) مايكروغرام /مل ومعامل الامتصاص المولاري بلغت (10×12.362 ^{3}) لتر /مول .سم ودلالة ساندل (0.02145) مايكروغرام /سم^{2} والانحراف القياسي لا يتجاوز (0.5678%) وقيمة معدل نسبة الاسترجاع (99.86%) حيث طُبقَتْ الطريقة المقترحة بنجاح على المستحُضَرَات الصيدلانية بشكل أقراص وتَمَّت موافقة الطريقة مع المحتوى الأصيل للمركب الدوائي

Abstract

The thesis consists of five chapters:

Chapter One: Contains a general introduction to the following medicinal compounds:

- Mesalazine
- Cefixime
- Thiamine
- Hydralazine
- Research aims

Chapter Two: Includes the determination of the medicinal compound mesalazine in a direct, easy and accurate method through its interaction with hydralazine as a reagent using potassium periodate (KIO_4) as an oxidizing agent to form a brown solution that is soluble and stable in its aqueous solution, which shows the highest absorbance at the wavelength at 380 nm, and the molar absorbance is 1147.5 L/mol.cm, and the linear limits of Beer's law were (2.5-47.5) µg/ml, Sandel's sensitivity was (0,1333) µg/cm^2, the recovery rate was (99.544%) and the standard deviation was (1.334%). That is, the method used was of good accuracy and compatibility, and the method was applied to determine mesalazine in its free form and in pharmaceutical preparations in the form of tablets and capsules.

Chapter Three: includes the determination of cefixime in a direct, easy, fast and sensitive way through the reaction of the medicinal compound cefixime with the reagent hydralazine in the presence of N-Bromosuccinimide (NBS) as an oxidizing agent to produce a complex of brown color with a maximum absorption of 360 nm and a molar absorbance of 2038,5 L/mol.cm, the method followed Beer's

law within the linear range (25-250) µg/ml and Sandel's sensitivity was 0.222 µg/cm^2, and the average recovery rate was (99.33%) and the standard deviation was (2.662%). The method was applied for the determination of cefixime in its free form and in its pharmaceutical preparation in the form of capsules.

Chapter Four: The fourth chapter of this thesis included the determination of thiamine (vitamin B1) in a direct, accurate, easy and fast method through its interaction with the rhodamine B reagent and using

N-Bromosuccinimide (NBS) as an oxidizing agent to form a pink-colored complex with the highest absorption at 555 nm and the molar absorbance reached 159.18 L/mol.cm and the linear limits of Beer's law

(25-400) µg/ml and the Sandel's sensitivity was (1.666) µg/cm^2 with a recovery rate of (99.038%) and a standard deviation of (2.118%), the method has been successfully applied for the determination of thiamine in its pure form and in its pharmaceutical preparations.

Chapter Five: The last chapter of this thesis included the determination of the medicinal compound hydralazine indirectly, the proposed method included the oxidation of hydralazine in large quantities from a mixture of bromate-bromide as an oxidizing agent in an acidic medium using hydrochloric acid, followed by the reaction of the excess of the oxidizing agent with methyl orange dye and the formation of a colored product with a maximum absorbance at the wavelength of 508 nm where a linear relationship appeared when the concentration of hydralazine was increased, the proposed method follows the limits of Beer's law at microgram concentrations (2.5-27) µg/ml and the molar absorbance reached (12362,98) L/mol.cm, the

Sandel's sensitivity was (0.02145) μg/cm^2 and the standard deviation does not exceed (1,1487%) and the value of the recovery rate is (99.86%). The proposed method was successfully applied to pharmaceutical preparations in the form of tablets, and the method was approved with the original content of the medicinal compound.

University of Mosul
College of Education for Girls

Using oxidative , coupling and dye bleaching reactions for spectrophotometric determination some of pharmaceutical compounds

Fayhaa Hassan Ali Khalil Agha Al-Taee

Chemistry / Analytical Chemistry

Supervised by:
Prof. Dr. Dawood Habbo Mohammed

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