جامعة الموصل
كلية التربية للعلوم الصرفة

التقدير الطيفي والفلورومتري للميزالازين والتتراسايكلين

غيث لقمان صديق يونس الرمضاني

رسالة ماجستير

الكيمياء

بإشراف

الأستاذ المساعد

الدكتور صبحي محسن جارالله المتيوتي

١٤٤٠هـ ٢٠١٩م

الخلاصة

تشتمل هذه الرسالة على أربعة فصول:

يتضمن **الفصل الاول** المقدمة التي تم فيها استعراض طرائق تقدير كل من الميزالازين والتتراسايكلين هيدروكلوريد، فضلاً عن الهدف من البحث.

وتضمن **الفصل الثاني** تطوير طريقة سريعة وحساسة لتقدير الميزالازين بشكله النقي وفي المستحضرات الصيدلانية بالاعتماد على تفاعل تكوين معقد الشحنة المنتقلة بين المركب الدوائي بوصفه مانحاً نوع n وكاشف البارا- برومانيل بوصفه مستقبلاً نوع π في وسط من محلول البورات المنظم عند (pH 9) إذ اعطى المعقد اعلى امتصاص عند طول موجي 346 نانوميتر. كانت العلاقة خطية ضمن مدى التركيز 0.48-12 مايكروغرام/ مللتر بامتصاصية مولارية قدرها 6.5×10^{3} لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$، وبمعدل نسبة استرجاع 98.04% وبانحراف قياسي نسبي أقل من 1.62%. نجحت الطريقة في تقدير المركب الدوائي في مستحضراته الصيدلانية (أقراص وكبسول) وكانت نتائجها متوافقة مع المحتوى الأصيل لهذه المستحضرات. وتم تقييم نتائج الطريقة المقترحة احصائياً بالمقارنة مع الطريقة القياسية المعتمدة من خلال احتساب قيم اختباري t و F التي كانت أقل من القيم الجدولية عند مستوى ثقة 95% مما يدل على أن الطريقة موثوق بها وذات صلاحية تطبيق تحليلي جيدة على المستحضرات الصيدلانية.

وتناول **الفصل الثالث** تطوير طريقة طيفية غير مباشرة يسيرة وحساسة ودقيقة لتقدير التتراسايكلين هيدروكلوريد بشكله النقي وفي المستحضر الصيدلاني (كبسول)، استندت الطريقة على أكسدة المركب الدوائي بزيادة معلومة من N–بروموسكسينميد في الوسط الحامضي وتقدير غير المتفاعل من العامل المؤكسد بتفاعله مع كمية ثابتة من محلول صبغة آزور A مؤدياً الى قصر لونها فيقاس امتصاص المتبقي منها عند طول موجي 600 نانوميتر، إذ وُجد أن امتصاص الصبغة يزداد خطياً بزيادة تراكيز المركب الدوائي ضمن المدى 2-10 مايكروغرام/ مللتر بامتصاصية مولارية 4.4×10^{4} لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$، بمعدل نسبة استرجاع 98.97 % وانحراف قياسي نسبي أقل من 1.1%. طُبقت الطريقة بنجاح على المستحضر الصيدلاني للتتراسايكلين هيدروكلوريد إذ وجد ان نتائج الطريقة تتوافق مع المحتوى الاصيل للمستحضر الصيدلاني.

الخلاصة

واشتمل **الفصل الرابع** على استحداث طريقة فلورومترية غير مباشرة، حساسة وانتقائية لتقدير التتراسايكلين هيدروكلوريد بشكله النقي وفي المستحضر الصيدلاني (كبسول)، تستند الطريقة على تحويل صبغة الملاكيت الأخضر غير متفلورة الى صبغة متفلورة في وسط حامض الخليك وبوجود عامل الشد السطحي SDS 0.1% إذ يتم إخماد تفلور الصبغة بوجود كميات مايكروغرامية من المركب الدوائي وقياس شدة تفلور المتبقي من الصبغة عند 704 نانوميتر بطول موجة إثارة 350 نانوميتر، فوُجد أن النقصان في شدة تفلور الصبغة يعطي دالة خطية ضمن مدى التركيز 1-20 مايكروغرام/ مللتر من المركب الدوائي بمعدل نسبة استرجاع قدرها 100.99% وانحراف قياسي نسبي أقل من 2.3%. أمكن تطبيق الطريقة بنجاح على المستحضر الصيدلاني ووجد ان نتائج الطريقة تتوافق مع المحتوى الاصيل للمستحضر. وتم تقييم نتائج الطريقة المقترحة بالمقارنة مع الطريقة القياسية المعتمدة من خلال حساب قيم اختباري t و F التي كانت اقل من القيم الجدولية عند مستوى ثقة 95% مما يدل على ان الطريقة ذات دقة وصلاحية تطبيق تحليلي جيدة.

Summary

Summary

This thesis contains of four chapters

The **first chapter** includes the introduction in which the methods of determination of mesalazine and tetracycline hydrochloride, in addition to the aim of the research.

The **second chapter** involves a simple, direct, sensitive and selective spectrophotometric method for the determination of mesalazine in pure and dosage formulations. The method is based on the formation of charge transfer complex between mesalazine (as n donor) and p-bromanil (as π acceptor) in borate buffer solution (pH 9). The complex shows maximum absorbance at 346 nm. The method obeys Beer's law in the concentration range of 0.48-12 $\mu g.ml^{-1}$ with a molar absorptivity of 6.5×10^{3} $l.mol^{-1}.cm^{-1}$ and recovery of 98.04% with a relative standard deviation (RSD) of less than 1.62%.

The proposed method was applied successfully for the determination of studied compound in its pharmaceutical preparations (tablets and capsules). The results obtained are in agreement with the certified values of pharmaceutical preparations and also with British Pharmacopoeia. Moreover, the accuracy and validity of the method was evaluated against pharmacopoeia method using t and F-test. It was found that the experimental values of t and F-test less than the tabulated values at 95% confidence level, indicating that the method is reliable and has a good validity.

The **third chapter** demonstrates the suggestion of a simple, accurate and indirect spectrophotometric method for the determination of tetracycline hydrochloride in bulk and pharmaceutical formulations. The proposed method is based on the oxidation of studied drug in acidic medium with known excess of N-bromosuccinimide followed by determination of the unreacted oxidant by decolorization of Azur A dye and measure the absorbance of residual dye at 600 nm. The Absorbance-concentration plot was rectilinear over the range of 2-10 $\mu g.ml^{-1}$ with molar absorptivity 4.4×10^{4} $l.mol^{-1}.cm^{-1}$ and recovery of 98.97 % with RSD of less than 1.2 %.

The suggested method has been applied successfully for the determination of studied compounds in their pharmaceutical preparation, and the results are in a good agreement with the certified values of pharmaceutical preparation.

Summary

The **fourth chapter** describes a new, sensitive, selective and indirect spectrofluorimetric method for the determination of tetracycline hydrochloride in pure and dosage formulations. The proposed method is based on the conversion of malachite green dye to fluorescent form in acetic acid medium and in the presence of sodium dodecyl sulfate (SDS). The fluorescence of the dye has been quenched in the presence micrograms of studied drug at 704 nm with excitation wavelength of 350 nm. The decrease of fluorescence intensity is proportional with drug concentration in the range of 1-20 $\mu g.ml^{-1}$ with limit of detection of 0.673 $\mu g.ml^{-1}$ and recovery of 100.99% with RSD of less than 2.3%.

The proposed method was successfully applied for the determination of studied drug in pharmaceutical preparation. The obtained results were in good agreement with those that obtained by using British Pharmacopoeia method.

University of Mosul
College of Education
for Pure Science

Spectrophotometric and Fluorometric Determination of Mesalazine and Tetracycline

Ghaith Luqman Sadeeq Al-Ramadhani

M.Sc. Thesis
Chemistry

Supervised by

Assist. Prof.

***Dr.* Subhi Mohsin Jarallah Al-Mtaiwti**

2019 A.D **1440 A.H**