دراسة اطياف المشتقة للاشعة فوق البنفسجية لعدد من المركبات الدوائية – تطبيقات لتقدير كميات ضئيلة

رسالة تقدمت بها

إسراء عبد الجبار حمادي العبيدي

الى

مجلس كلية العلوم في جامعة الموصل

وهي جزء من متطلبات نيل شهادة ماجستير

علوم في الكيمياء

بإشراف

الاستاذ المساعد الدكتور

عصام جمال الدين النوري

١٤٢٨هـ ٢٠٠٧م

ملخص البحث

يتضمن البحث مقدمة للتعريف بمفهوم تقنية طيف المشتقة للاشعة فوق البنفسجية والغرض منها حيث انها تعتبر طريقة للتغلب على عدد من المعضلات التي تواجه الباحثين والمعنيين باطياف الاشعة فوق البنفسجية وكذلك التطرق الى كيفية استخدام اطياف المشتقة في العديد من الدراسات والتقدير الكمي للمواد المختلفة حيث اثبتت الدراسات انه بطيف المشتقة امكن تحسين مديات التقدير بالاضافة الى الدقة والحساسية الاكبر مقارنة بالتقدير بطريقة طيف الاشعة فوق البنفسجية الاعتيادي (zero-order) وكذلك مقارنة بالطرق الاخرى المستخدمة للتقدير حيث ان ما يميز تقنية طيف مشتقة الاشعة فوق البنفسجية انها رخيصة , مناسبة , سريعة وسهلة الأتمته.

وتضمن الجزء العملي من البحث محاولة التقدير الكمي لخمس من المواد الدوائية المختارة والتي تم تقديرها بطرق اخرى غير الطريقة الطيفية او باستخدام الطريقة الطيفية لكن بمرتبات اخرى لطيف المشتقة , وكانت النتائج على النحو الاتي :

أولاً : الثيوفيلين (Theophylline) والامينوفيلين (Aminophylline) , حيث تم تسجيل الاطياف الاعتيادية وطيف المشتقة الاولى والثانية لهذه المواد بحالتها النقية وتم تثبيت مديات تقدير كل منها بالطرق الثلاث وضمن مديات التركيز ($10^{-6}\times1$-$10^{-4}\times2$) مولاري وكانت مديات الكشف للتقدير بالطريقة الاعتيادية للطيف (0.54-32.4) مايكروغرام/مللتر , (0.42-42.4) مايكروغرام/مللتر للثيوفيلين النقي والامينوفيلين النقيين على التوالي عند R^2=0.9994,0.9998 على التوالي , RSD=1.64%,1.35% على التوالي في حين كان المدى التقديري حسب طريقة المشتقة الاولى (0.36-30.6) , (0.42-75.6) مايكروغرام/ مللتر للثيوفيلين والاميينوفيلين على التوالي عند R^2=0.9991,0.9996 على التوالي ,

RSD=0.71%,1.21% على التوالي اما حسب طريقة طيف المشتقة الثانية فكان مدى الكشف لتقدير الثيوفيلين و الامينوفيلين هو (0.36-36) , (0.42-67.26) مايكروغرام/مللتر على التوالي R^2=0.9992,0.9997 على التوالي , RSD=0.05%,1.19% على التوالي . بعد ذلك تم تطبيق الطريقة على المستحضرات الدوائية وكانت النتائج مرضية وبنسب استرجاع جيدة مما يدل على دقة الطريقة وسهولتها

ثانياً : سلفاسيتاميد الصوديوم (Sulfacetamide Sodium) , تم تقدير السلفاسيتاميد النقي بالطرق الثلاث وضمن مدى التركيز ($1\times10^{-}$ 2×10^{-4}-^{6}) مولاري وكانت النتائج دقيقة مقارنةً مع الطرق المعروفة لتقدير الدواء , وكان مدى الكشف للتقدير حسب الطريقة الاعتيادية من (25.4-0.25) مايكروغرام/ مللتر , وكان باستخدام طريقة المشتقة الاولى (0.25-50.80) مايكروغرام/ مللتر اما حسب طريقة المشتقة الثانية فكان مدى الكشف (0.254-50.800) مايكروغرام/ مللتر , R^2=0.9999,0.9982,0.9995على التوالي , و RSD=1.25,1.60,2.40 على التوالي ,باستخدام الطرق الثلاث (الطريقة الاعتيادية وطريقة طيف المشتقة الاولى وطريقة طيف المشتقة الثانية على التوالي) .

بعد ذلك تم تطبيق الطريقة على المستحضر الدوائي (قطرة العين ساماسيتاميد) وكنت النتائج جيدة وبنسب استرجاع جيدة ودقة عالية مقارنة بنتائج الطرق الاخرى .

ثالثاً : السلفاميثوكسازول (Sulfamethoxazole) , حيث تم تقدير السلفاميثوكسازول النقي ضمن مدى التركيز (1×10^{-6}-2×10^{-4})بالطرق الثلاث وكانت مديات الكشف للتقدير (0.5-36.5) , (0.5-27.9) , (0.25-48.13) مايكروغرام/مللتر بالطرق الاعتيادية وطريقة المشتقة الاولى وطريقة المشتقة الثانية على التوالي وبدقة عالية ,

R^2=0.9999,0.9998,1.0 على التوالي , RSD=0.69%,1.66%,1.86% على التوالي ثم تم تطبيق هذه الطريقة بتقدير السلفاميثوكسازول بالمستحضرات الدوائية التي تحوي بالاضافة الى السلفاميثوكسازول الترايميثوبرايم (Trimethoprim) والذي لم يتم تقديره بالمستحضرات الدوائية نفسها لعدم تمكننا من الحصول عليه بالحالة النقية والذي من الضروري توفره لكي يتم تقديره في المستحضرات الدوائية وكانت النتائج ذات دقة عالية وبنسب استرجاع جيدة في الطريقة الاعتيادية وطيف المشتقة الثانية وبنتائج متواضعة في طيف المشتقة الاولى .

رابعاً : الاميلورايد هيدروكلورايد (Amiloride Hydrochloride): تم تقدير الاميلورايد النقي ضمن مدى التركيز (2×10^{-4}-4×10^{-7}) مولاري بالطرق الثلاثة الطريقة الاعتيادية وطريقة المشتقة الاولى وطريقة المشتقة الثانية وكانت مديات الكشف (0.24–31.9), (0.12–39.9), (0.27–39.9) مايكروغرام/مللتر على التوالي وكانت R2 =0.9999,0.9999,0.9998 على التوالي وكانت قيمة RSD=2.86%,1.65%,1.95% على التوالي وتدل هذه النتائج على حساسية ودقة النتائج ولم يتم تطبيقها على المستحضرات الدوائية وذلك لوجوده مع مواد اخرى مثل الهايدروكلوروثايازايد (Hydrochlorothazide) والتي لم نتمكن من الحصول عليه بالحالة النقية .

تدل نتائج الطرق المستخدمة على ان طريقة طيف المشتقة الاولى و طريقة طيف المشتقة الثانية هي الافضل للاستخدام في التقدير من الطريقة الاعتيادية وذلك لكون طريقة المشتقة توفر حساسية اكبر وتقلل من تاثيرات التداخل مع المواد الاخرى ان وجدت , وهي بحساسية ودقة عاليتين بالاضافة الى انها سهلة وسريعة.

Derivative UV Spectra Studies of Some Drugs, Application for Trace Determination

A Thesis Submitted

By

Israa' Abdul-Jabbar Himmadi Al-Obaydi

To

The council of the College of Science

University of Mosul

As a Partial Fulfillment of

The Requirements

For the Degree of Master of Science

In

Chemistry

Supervised by

Dr. Isam Jamal-Aldeen Al-Nuri

2007 A.D. *1428 A.H.*

The present work involves an introduction about the derivative spectra and their importance .The practical work involves the quantitative determination of five selected pharmaceutical compounds in their pure state and as drugs, **Part I:** Theophylline and Aminophylline **:**The quantification by the zero-order spectra at λ = 272 nm,for both. The determination limits for pure theophylline and pure aminophylline by the zero-order spectra method were (0.54-32.40) µg/ml and (0.42- 42.04) µg/ml, with R^2 = 0.9994, 1.0, and RSD = 1.64, 1.35 %, respectively. The quantification of pure theophylline and aminophylline by the first-order derivative spectra was accomplished by the integrated area under the positive peak at λ = (240-272) nm, the determination limits were (0.36-30.60) µg/ml and (0.42-75.6٠) µg/ml, with R^2 = 0.9991, 0.9996, and RSD = 0.71, 1.21 %, respectively.The quantification of pure theophylline and aminophylline by the second-order derivative spectra was accomplished by the integrated area under the negative peak at λ = (258-284) nm. The determination limits were (0.36-36.0) µg/ml and (0.42-67.26) µg/ml, with R^2 = 0.9992, 0.9997 and RSD = 0.05, 1.19 %, respectively . These methods were repeated in the quantification of the drugs Asmasam tablets for theophylline and CIDOPHYLLINE ampoule, Phyllocontain and Euphyllin tablets for aminophylline. The recovery percent was estimated and derivative spectrophotometry proved to be reliable, rapid and accurate for the quantification of theophylline and aminophylline. **Part II:** Sulfacetamide Sodium:The quantification of pure sulfacetamide by the zero-order spectra method was accomplished at λ = 258 nm, with ε = 14900 lit. mol^{-1}. cm^{-1}. The estimated determination limit was (0.25-25.4) µg/ml with R^2 =0.9999 and RSD =1.25 %. The quantification of pure sulfacetamide by the first-order derivative spectra was carried out by measuring the integrated area under the positive peak at λ = (230- 258) nm. The determination limit was (0.25- 50.8) µg/ml, with R^2 = 0.9982, and RSD = 1.60 %. The quantification of pure sulfacetamide by the second-order derivative spectra was carried out by measuring the integrated area under the negative peak at λ = (242- 274) nm. The determination limit was (0.25- 50.80) µg/ml with R^2 = 0.9995 and RSD = 2.40 %,The three methods were repeated for the drug SAMACETAMIDE eye drop, and the results for first and second-order derivative was good as compared with zero-order method.**Part III**: Sulfamethoxazole: The quantification of pure sulfamethoxazole by the zero-order spectra was accomplished at λ = 262 nm, the estimated determination limit was (0.50-36.50) µg/ml with R^2 = 0.9999 and RSD = 0.69 %. According to the first-order derivative spectra the quantification of pure sulfamethoxazole was carried out by measuring the integrated area under the positive peak at λ = (240-262) nm. The estimated determination limit was (0.50-27.9) µg/ml, with R^2 = 0.9998, and RSD = 1.66 %. The quantification of pure sulfamethoxazole by the second-order derivative spectra was carried out by measuring the integrated area under the negative peak at λ = (253-281) nm. The estimated determination limit was (0.25-48.13) µg/ml with R^2 = 1.0 and RSD = 1.86 %. These methods were repeated in the quantification of the drugs SAFAPRIM and Cotrim, the estimated recoveries percent were proved to be accuracy and sensitivity of the methods. The low recovery percent in the first-order derivative method may be attributed to the interaction of trimethoprim spectrum .**Part IV**: Amiloride hydrochloride The quantification of pure amiloride by the zero-order spectra was accomplished at λ = 286 nm,The estimated determination limit was (0.24-31.9) µg/ml, with R^2 = 0.9999, and RSD = 2.860 %.The quantification of pure amiloride by the first-order derivative spectra

was accomplished by measuring the integrated area under the positive peak at λ = (282-286) nm. The estimated determination limit was (0.12-39.9) µg\ml with R^2 = 0.9999, and RSD = 1.650 %.The quantification of pure amiloride by the second-order derivative spectra was accomplished by measuring the integrated area under the negative peak at λ= (274-296) nm. The estimated determination limit was (0.27-39.9) µg/ml, with R^2 = 0.9998, and RSD =1.95 %.