جمهورية العراق
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة الموصل/ كلية العلوم
قسم الكيمياء

التقدير الطيفي للبيريدوكسين هيدروكلوريد في مستحضراته الصيدلانية

نعم حازم احمد يونس الطائي

رسالة ماجستير

علوم الكيمياء/ الكيمياء التحليلية

بإشراف

الأستاذ المساعد الدكتور سعد حساني سلطان جرجيس علاوي

١٤٤٥هـ ٢٠٢٣ م

الخلاصة

تتضمن هذه الرسالة أربعة فصول

الفصل الأول

الفصل الأول يتضمن مقدمة عن البيريدوكسين هيدروكلوريد (PXH) او(فيتامين B_6) تواجده واهميته العلاجية و أعراض نقصه في الجسم، والطرائق المستخدمة في تقدير البيريدوكسين هيدروكلوريد في شكله النقي ومستحضراته الصيدلانية وكما يتضمن الهدف من البحث.

الفصل الثاني

يتضمن الفصل الثاني اقتراح طريقة طيفية دقيقة، سريعة وبسيطة لتقدير البيريدوكسين هيدروكلوريد. تعتمد الطريقة على اقتران البيريدوكسين هيدروكلوريد مع الكاشف بنزوكائين المؤزوت في وسط قاعدي وبوجود عامل الشد السطحي Triton X-100 لتكوين صبغة آزوية ذائبة في الماء ومستقرة و تعطي اعلى امتصاصية عند الطول الموجي ٤٤٠ نانوميتر، وتتبع قانون بير في مدى التراكيز ٠.٢٥-١٠ مايكروغرام /مللتر، وبإمتصاص مولاري مقداره ٢.٥٩×١٠^{٤} لتر.مول$^{-١}$.سم$^{-١}$ ودلالة ساندل ٠.٠٠٧٩١ مايكروغرام.سم$^{-٢}$. تراوح الخطأ النسبي ما بين -١.٢٤ الى ٠.٢٤٪ والانحراف القياسي النسبي ما بين ٠.٩٨ و٢.٨٣ % اعتماداً على مستوى التركيز، وقد طبقت الطريقة بنجاح لتقدير البيريدوكسين هيدروكلوريد في مستحضراته الصيدلانية بشكل حبوب وحقن.

الفصل الثالث

يتضمن الفصل الثالث اقتراح طريقة طيفية غير مباشرة لتقدير البيريدوكسين هيدروكلوريد. تعتمد الطريقة المقترحة على خطوتين تتضمن الأولى أكسدة البيريدوكسين باستخدام زيادة من العامل المؤكسد N – بروموسكسينميد في وسط حامض الخليك وفي الخطوة الثانية يتم مفاعلة المتبقي من العامل المؤكسد مع صبغة المثيل الحمراء في نفس الوسط حيث يؤكسد الصبغة الى ناتج عديم اللون، وقياس امتصاص المتبقي من الصبغة عند الطول الموجي ٥١٨ نانوميتر والذي يتناسب طردياً مع تركيز البيريدوكسين هيدروكلوريد. كانت حدود قانون بير

للطريقة المقترحة ٠.١٢٥– ٢.٥ مايكروغرام/مللتر. وكانت قيمة الامتصاص المولاري ١.٠٧×١٠^{٥} لتر.مول$^{-١}$.سم$^{-١}$، ودلالة ساندل ٠.٠٠١٩ مايكروغرام.سم$^{-٢}$ تراوح الخطأ النسبي مابين –٣.٢٧ و –٠.١٦ % و الانحراف القياسي النسبي ٠.٩٤ و ٣.٣٢ %.اعتمادا على مستوى التركيز. تم تطبيق الطريقة المقترحة بنجاح لتقدير البيريدوكسين هيدروكلوريد في مستحضراته الدوائية بشكل حبوب وحقن.

الفصل الرابع

يتضمن الفصل الرابع اقتراح طريقة طيفية غير مباشرة لتقدير البيريدوكسين هيدروكلوريد. تعتمد الطريقة على اكسدة المركب الدوائي بواسطة محلول برمنغنات البوتاسيوم في وسط قاعدي من هيدروكسيد الصوديوم لتكوين ايونات المنغنات ذات اللون الأخضر والتي لها أعلى امتصاص عند الطول الموجي ٦٠٧ نانوميتر والذي يتناسب طردياً مع تركيز البيريدوكسين هيدروكلوريد. كانت حدود قانون بير للطريقة المقترحة ٠.٥ – ١٢.٥ مايكروغرام /مللتر، وكانت قيمة معامل الامتصاص المولاري ١.٦١×١٠^{٤} لتر.مول$^{-١}$.سم$^{-١}$ ودلالة ساندل ٠.٠١٢٧ مايكروغرام.سم$^{-٢}$.تراوح الخطأ النسبي مابين –٢.٦ و –٠.٣٨ % والانحراف القياسي النسبي ١.٤٨٪ الى ٢.٩٥ %. اعتمادا على مستوى التركيز. تم تطبيق الطريقة المقترحة بنجاح في تقدير البيريدوكسين هيدروكلوريد في مستحضراته الدوائية بشكل حبوب وحقن.

Abstract

This thesis consists of four chapters:

Chapter one:

The first chapter includes an introduction to pyridoxine hydrochloride (PXH) or vitamin(B6), its therapeutic importance, symptoms of its deficiency in the body, and the methods used for the determination of pyridoxine hydrochloride in its pure form and its pharmaceutical preparations. It also includes the aim of the present research.

Chapter two:

The second chapter proposes an accurate, rapid and simple spectrophotometric method for the determination of pyridoxine hydrochloride. The method is based on the coupling of pyridoxine hydrochloride with a diazotized benzocaine reagent in a basic medium and in the presence of Triton X-100 to form a water-soluble and stable azo dye that gives the highest absorbance at the wavelength of 440 nm, and follows Beer's law in the concentration range 0.25-10 µg / mL. with a molar absorptivity of 2.5×10^4 $l.mol^{-1}.cm^{-1}$ and Sandell's sensitivity of 0.00791 $\mu g.cm^{-2}$. The relative error ranged between -1.24 to 0.24% and the relative standard deviation ranged from 0.98 to 2.83% depending on the concentration level. The method has been successfully applied for the determination of PXH in its pharmaceutical preparations as tablet and injection.

Chapter three:

The third chapter describes an indirect spectrophotometric method for the determination of PXH. The method is based on two steps, the first includes the oxidation of PXH using an excess of the oxidizing agent N-bromosuccinimide (NBS) in acetic acid medium, and the second step, the unreacted NBS is reacted with methyl red dye in the same medium, where the dye is oxidized to a colorless product, and the absorption of the remaining dye is measured at the

wavelength of 518 nm, which is directly proportional to the concentration of PXH. The limits of Beer's law for the proposed method is found to be 0.125-2.5 µg/mL. The value of molar absorptivity is 1.07×10^5 $l.mol^{-1}.cm^{-1}$, Sandell's sensitivity is 0.0019 $\mu g.cm^{-2}$. The relative error ranged between -3.27 and -0.16%, and the relative standard deviation are found to be in the range of 0.94% to 3.32%, depending on the concentration level. The proposed method has been applied successfully in the determination of PXH in its pharmaceutical preparations in the form of tablets and injections.

Chapter four:

The fourth chapter includes a proposed indirect spectrophotometric method for the determination of PXH. The method depends on the oxidation of the PXH by a solution of potassium permanganate in a basic medium of sodium hydroxide to form a green-colored manganate ions which gives the highest absorption at the wavelength of 607 nm, and proportional directly with the concentration of PXH. The limits of Beer's law in the range of 0.5-12.5 µg/mL. The value of the molar absorptivity is $1.61\times10^4 l.mol^{-1}.cm^{-1}$ and the Sandell's sensitivity is 0.0127 $\mu g.cm^{-2}$. The relative error ranged between -2.6 and -0.38% and the relative standard deviation was between 1.48 and 2.95% depending on the level of concentration. The method has been applied successfully in the determination of PXH in its pharmaceutical preparations as tablets and injections.

The Republic of Iraq
Ministry of Higher Education
and Scientific Research
Mosul University/ College of Science
Department of Chemistry

Spectrophotometric Determination of Pyridoxine Hydrochloride in its Pharmaceutical Preparations

Neam Hazim Ahmed Younes Al-Taie

M.Sc. Thesis

Chemistry / Analytical Chemistry

Supervised By

Assist. Prof. Dr. Saad Hasani Sultan Jerjees Allawy

2023 A.D **1445 A.H.**