



جامعة الموصل

كلية العلوم

التقدير الطيفي للميزالازين في بعض مستحضراته الصيدلانية

آلاء طه عزيز مطر الجواري

رسالة ماجستير
في الكيمياء التحليلية

بإشراف

الدكتور سعد حساني سلطان علاوي

الخلاصة

تشتمل هذه الرسالة على ثلاثة فصول:-

الفصل الأول: يحتوي على مقدمة عامة عن المركب الدوائي الميزالازين واستخداماته العلاجية ومواصفاته الفيزيائية والكيميائية ومراجعة الطرائق التحليلية المستخدمة في تقديره بالإضافة إلى الهدف من البحث.

الفصل الثاني: ويتكون من جزئين:

يتضمن هذا الجزء طريقة طيفية لتقدير الميزالازين في المحلول المائي بالاعتماد على أزوتة الميزالازين بوساطة نترت الصوديوم في الوسط الحامضي لتكوين ملح الدايازونيوم المقابل الذي يقترب في الوسط القاعدي مع الكاشف 2،6-ثنائي هيدروكسي تولوين وتكوين صبغة أزوية برتقالية اللون مستقرة وذائبة في الماء ولها أعلى امتصاص عند الطول الموجي 453 نانوميتر. كانت حدود قانون بير في مدى التركيز من 0.25 إلى 10 مايكروغرام/ملتر وبمعامل امتصاص مولاري 4.6×10^4 لتر.مول⁻¹.سم⁻¹، وقيمة دلالة ساندل تساوي 0.00332 مايكروغرام.سم⁻² وتراوح الخطأ النسبي من -4.80 إلى -0.48% والانحراف القياسي النسبي ما بين $0.01 \pm$ و $0.17 \pm$ % اعتماداً على مستوى التركيز. وتم تطبيق الطريقة بنجاح لتقدير الميزالازين في مستحضراته الصيدلانية بشكل أقراص وتحاميل.

الجزء الثاني:

يصف الجزء الثاني من هذا الفصل طريقة طيفية حساسة لتقدير الميزالازين في المحلول المائي. تعتمد الطريقة المقترحة على أزوتة الميزالازين بوساطة نترت الصوديوم في الوسط الحامضي لتكوين ملح الدايازونيوم المقابل للميزالازين الذي يقترب مع الكاشف 2،6-ثنائي هيدروكسي حامض البنزويك في الوسط القاعدي وتكوين صبغة أزوية ذات لون برتقالي مستقرة وذائبة في الماء وتعطي أعلى امتصاص عند الطول الموجي 485 نانوميتر وكانت حدود قانون بير في مدى التركيز من 0.1 إلى 12.5 مايكروغرام/ملتر وبمعامل امتصاص مولاري 2.8×10^4 لتر.مول⁻¹.سم⁻¹، وقيمة دلالة ساندل تساوي 0.00533 مايكروغرام.سم⁻² وتراوح الخطأ النسبي من -3.84 إلى -1.96% والانحراف القياسي النسبي ما بين $0.01 \pm$ إلى $0.13 \pm$ % اعتماداً على مستوى التركيز. وتم تطبيق الطريقة المقترحة بنجاح لتقدير الميزالازين في مستحضراته الصيدلانية بشكل أقراص وتحاميل.

الفصل الثالث: ويتكون من جزئين:

الجزء الاول:

يتضمن هذا الجزء طريقة طيفية سريعة وحساسة لتقدير الميزالازين في المحلول المائي. تعتمد الطريقة على تفاعلات الاقتران التأكسدي مع الكاشف 2،6-ثنائي هيدروكسي حامض البنزويك بوجود العامل المؤكسد بيريدونات الصوديوم في الوسط القاعدي لتكوين ناتج ذي لون أحمر - خمري ذائب ومستقر في الماء ويعطي أعلى امتصاص عند الطول الموجي 515 نانوميتر. كانت حدود قانون بير ضمن مدى التراكيز من 0.5 الى 12.5 مايكروغرام/مللتر وبمعامل امتصاص مولاري 10×0.77 لتر.مول⁻¹.سم⁻¹، وقيمة دلالة ساندل تساوي 0.019841 مايكروغرام.سم⁻² وتراوح الخطأ النسبي من -4.86 الى -3.11% والانحراف القياسي النسبي ما بين $0.05 \pm$ و $0.33 \pm$ % اعتماداً على مستوى التركيز. وتم تطبيق الطريقة بنجاح لتقدير الميزالازين في الأقراص الدوائية والتحاميل.

الجزء الثاني:

يتضمن هذا الجزء اقتراح طريقة طيفية سهلة وسريعة لتقدير الميزالازين في المحلول المائي بالاعتماد على تفاعلات الاقتران التأكسدي مع الكاشف ميتا-امينو فينول بوجود العامل المؤكسد N-بروموسكسيناميد في الوسط القاعدي لتكوين صبغة الاندوفينول الزرقاء المستقرة والذائبة في الماء والتي تعطي أعلى امتصاص عند الطول الموجي 640 نانوميتر. كانت حدود قانون بير في مدى التراكيز من 1.25 الى 30 مايكروغرام/مللتر وبمعامل امتصاص مولاري 10×0.36 لتر.مول⁻¹.سم⁻¹، وقيمة دلالة ساندل تساوي 0.04166 مايكروغرام.سم⁻² وتراوح الخطأ النسبي من -4.38 الى -0.70% والانحراف القياسي النسبي ما بين $0.10 \pm$ و $0.57 \pm$ % اعتماداً على مستوى التركيز. وتم تطبيق الطريقة المقترحة بنجاح لتقدير الميزالازين في مستحضراته الصيدلانية بشكل أقراص وتحاميل.

**University of Mosul
College of Science**



Spectrophotometric Determination of Mesalazine in Some of its Pharmaceutical Preparations

Alaa Taha Aziz M.Al-jwary

M.Sc. Thesis in
Analytical Chemistry

Supervised by
Dr. Saad Hasani Sultan Alawy

2018 A.D.

1440 A.H.

depends on the diazotization of mesalazine by sodium nitrite in acidic medium to produce the corresponding diazonium salts, which is coupled with 2,6-dihydroxybenzoic acid reagent in basic medium to produce an intense orange colored, water-soluble and stable azo dye which exhibits maximum absorbance at 485 nm. Beer's law is obeyed over the concentration range from 0.1–12.5 µg/ml with a molar absorptivity of $2.8 \times 10^4 \text{ l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$, Sandell's sensitivity index of $0.00533 \text{ µg.cm}^{-2}$, a relative error of -3.84 to -1.96% and a relative standard deviation of ± 0.01 to $\pm 0.13\%$, depending on the concentration level. The method has been applied successfully to the determination of mesalazine in pharmaceutical preparations as tablets and suppositories.

Chapter three: include two parts:

Part one:

This part contains a description of rapid and sensitive spectrophotometric method for the determination of mesalazine in aqueous solution. The method depends on the oxidative coupling reactions with 2,6-dihydroxybenzoic acid reagent in the presence of sodium periodate in basic medium to form an intense wine-red colored, water-soluble and stable product which exhibits maximum absorbance at 515 nm. Beer's law is obeyed over the concentration range from 0.5–12.5 µg/ml. The apparent molar absorptivity value is $0.77 \times 10^4 \text{ l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$, Sandell's sensitivity index of $0.019841 \text{ µg.cm}^{-2}$, a relative error of -4.86 to -3.11% and a relative standard deviation of ± 0.05 to $\pm 0.33\%$, depending on the concentration level. The method has been applied successfully to the determination of mesalazine in tablets and suppositories.

Part two:

This part deals with the suggestion of a simple and rapid spectrophotometric method for the determination of mesalazine in aqueous solution depending on the oxidative coupling reactions with m-aminophenol reagent in the presence of N-bromosuccinamide in basic medium to form a blue indophenol dye, which is water-soluble, stable and exhibits maximum absorbance at 640 nm. Beer's law is obeyed over the concentration range from 1.25–30 $\mu\text{g/ml}$ with a molar absorptivity of $0.36 \times 10^4 \text{ l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$, Sandell's sensitivity index of $0.04166 \mu\text{g.cm}^{-2}$, a relative error of -4.38 to -0.70% and a relative standard deviation of ± 0.10 to $\pm 0.57\%$, depending on the concentration level. The method has been applied successfully to the determination of mesalazine in pharmaceutical preparations as tablets and suppositories.