جامعة الموصل

كلية التربية للبنات

قسم الكيمياء

تطوير طرائق طيفية لتقدير السيفكسيم والتطبيق على المستحضرات الصيدلانية

دينا مازن عبدالجواد حميد الصائغ

رسالة ماجستير

علوم في الكيمياء

بإشراف

الأستاذ المساعد الدكتورة

فرحة خلف عمر أحمد الجبوري

1443هـ 2021م

المستخلص بلغة الرسالة

تتضمن هذه الرسالة خمسة فصول:

الفصل الأول: يتضمن مقدمة بسيطة لعائلة السيفكسيم وهي السيفالوسوبرينات، وكذلك مراجعة لبعض أنواع الطرائق التحليلية ومنها الطيفية والكروماتوغرافية وطرائق اخرى المستخدمة لتقدير المركب الدوائي السيفكسيم.

الفصل الثاني: يتضمن تطوير طريقة طيفية لتقدير السيفكسيم بأستخدام تفاعل الأكسدة، إذ تعتمد هذه الطريقة على أكسدة السيفكسيم بواسطة هيبوكلوريت الصوديوم في الوسط الحامضي بوجود صبغة المثيل الاحمر، إذ يظهر لون الصبغة بعد نفاذ العامل المؤكسد مع الدواء ، وقيست امتصاصية الصبغة عند الطول الموجي(524 نانوميتر)، فوجد أن الأمتصاص يزداد خطياً ويتبع قانون بير في المدى(0.5-7 مايكروغرام/مللتر) ، وبلغت قيمة معامل الأمتصاص المولاري (104.49425×10^3 لتر.مول.$^{-1}$.سم$^{-1}$)، وحساسية ساندل (0.00485 مايكروغرام /سم^2)، كما بلغ حد الكشف (0.0430مايكروغرام/مللتر) ومعدل نسبة الاسترجاعية (99.6%) والانحراف القياسي النسبي أقل من 0.49% وطبقت الطريقة بنجاح على المستحضرات الصيدلانية التي أخذت عيناتها من الكبسول والاقراص.

الفصل الثالث: تم في هذا الفصل تطوير طريقة لتقدير السيفكسيم، و تعتمد هذه الطريقة على تفاعل الاقتران التأكسدي للسفكسيم مع 2,1- فنيلين ثنائي امين بوجود العامل المؤكسد بيريودات البوتاسوم ،وتم الحصول على معقد ذو لون برتقالي غامق يقاس طيفياً عند 475 نانوميتر، إذ أمكن تقدير تراكيز تراوحت بين (0.4-12 مايكروغرام/مللتر)، ومعامل الأمتصاص المولاري (64.401×10^3 لتر.مول.$^{-1}$.سم$^{-1}$)، وبلغت حساسية ساندل (0.0078 مايكروغرام/ سم^2)، وبحد كشف (0.0451مايكروغرام/مللتر)، وبلغ معدل نسبة الأسترجاع (100.7%) وقيمة الإنحراف القياسي النسبي أقل من 0.49% ، وطبقت الطريقة بنجاح على المستحضرات الصيدلانية التي أخذت عيناتها من الكبسول والأقراص.

الفصل الرابع: يتضمن تطوير طريقة طيفية حساسة لتقدير السفكسيم، من خلال تفاعل الأقتران التأكسدي للسفكسيم مع بارا أمينو ثنائي فنيل أمين بوجود العامل المؤكسد داي كرومات البوتاسيوم ، فيعطي التفاعل ناتج ذو لون بني محمر يقاس طيفياً عند الطول الموجي 493 نانوميتر، إذ أمكن تقدير تراكيز تراوحت بين(0.4−7 مايكروغرام/مللتر) بمعامل امتصاص مولاري بلغ(36.083×10^3 لتر.مول.$^{-1}$.سم$^{-1}$) ومعدل نسبة الاسترجاع(100.5%) ، ومعدلالانحراف القياسي النسبي 0.74%،وكانت حساسية ساندل (0.014 مايكروغرام/سم^2)، وحد الكشف (0.114 مايكروغرام/مللتر) وطبقت الطريقة بنجاح على المستحضرات الصيدلانية التي أخذت عيناتها من الكبسول والأقراص.

الفصل الخامس: يتضمن تطوير طريقة طيفية لتقدير السفكسيم، من خلال تفاعل الأزوتة والأقتران مع كاشف البايروكالول بمدى التركيز(0.4-7 مايكروغرام/مللتر)، إذ تعتمد الطريقة على اقتران السيفكسيم المؤزوت مع كاشف البايروكالول في الوسط القاعدي، فتتكون صبغة ذات لون برتقالي فاتح ومستقرة في المحلول المائي تقاس طيفياً عند الطول الموجي 402 نانوميتر، وبلغت قيمة معامل الامتصاص المولاري(34.510×10^3 لتر.مول.$^{-1}$.سم$^{-1}$)،وحساسية ساندل (0.01470 مايكروغرام/سم^2)، وقيمة معدل نسبة الاسترجاع (99.36%) ومعدل الإنحراف القياسي النسبي أقل من 1.2%، وبحد كشف (0.114 مايكروغرام/مللتر) ، وطبقت الطريقة بنجاح على المستحضرات الصيدلانية التي أخذت عيناتها من الكبسول والأقراص.

تأييد المشرف

أؤيد بان مستخلص الاستمارة مطابق للمستخلص في الرسالة

الاسم: أ.م.د. فرحة خلف عمر

توقيع مسؤول الدراسات العليا

أ.م.د. محمد اسماعيل محمد

Summary:

This thesis consists of five chapters:

The first chapter: Includy asimple introduction to cefixime family cephalosporins,as well as areview of some analytical methods, including, spectrophotometric, chromotography and other method for estimating of cefixime

The second chapter: includes developing a spectrophotometric method for determination cefixime using the oxidation reaction, this method depend on the oxidation of cefixime by sodium hypochlorite in the acidic medium in the presence of an methyl red dye, Where the dye color appears after the oxidizing agent has run out with the drug, the absorbance of the dye is measured at the wavelength(524 nm), it was found that the absorption increases linearly and follows the Beer's law in the range (0.5-7µg/ml), and the molar absorptivity value is (104.49425×10^3 $l.mol^{-1}.Cm^{-1}$), and Sandell's sensitivity (0.00485µg/cm^2), with a detection limit of (0.0430µg/ml), and the average recovery is (99.6%),with arelative standard deviation is less than 0. 4%, and the method was successfully applied to pharmaceutical preparations in the form of tablets and capsules.

The third chapter : includes a detailed presentation of cefixime estimation, as this method depends on the reaction of oxidative coupling of cefixime with 1,2 Phenylene di amine in the presence of the oxidizing agent potassium Periodate, to give a orange-colored complex measured spectrally at 475 nm, it was possible to determination concentrations ranging from(0.4-12µg/ml),the molar absorbance value ($64.101x10^3$ $l.mol^{-1}.cm^{-1}$), sandall's sensitivity (0.0078µg/cm^2), with a detection limit (0.045 µg/ml), the average recovery (100.7%) ,and the relative standard deviation was0.49%,The method is successfully applied to pharmaceutical preparations in the form of tablets and capsules.

The fourth chapter: : includes a detailed presentation of cefixime estimation, as this method depends on the reaction of oxidative coupling of cefixime with p-aminodiphenyl amine in the presence of the oxidizing agent potassium dicromate, to give a brown red-colored complex measured spectrally at 493 nm, it was possible to determination

concentrations ranging from(0.4-7µg/ml),the molar absorbance value ($36.083x10^3$ $l.mol^{-1}.cm^{-1}$), sandall's sensitivity (0.014 µg/cm^2), with a detection limit (0.114 µg/ml), the average recovery (100.5%) ,and the relative standard deviation was0.74%, The method is successfully applied to pharmaceutical preparations in the form of tablets and. Capsules.

The five chapter: contains adetailed explanation of cefixime determination, through the diazocoupling reaction in a concentration range of (0.4-7µg/ml)of cefixime, this method depend on diazodization of cefixmie with sodium nitrite in acidic medium ,then coupled with a pyrogallol reagent in the basic medium, the reaction gives dissolved and stable orange dye in aqueous solution, measured spectrally at 402nm,and the molar absorbance value is(34.510×10^3 $l.mol^{-1}.Cm^{-1}$), sandall's sensitivity (0.01470µg/cm^2), the average recovery (99.36%) the relative standard deviation value is less than 1.2%, and with a detection limit (0.114µg/ml) the method was successfully applied to pharmaceutical preparations in the form of tablets and capsules.

University of Mosul
College of Education for Girl
Department of Chemistry

Development of Spectrophotometric Methods for Determination of Cefixime and Application in Pharmaceutical Preparations

Dina Mazin AbdulJawad Al-Saigh

Master Thesis
in Analytical Chemistry

Supervised by
Assistant Professor
Dr.Farha Khalaf Omar Ahmed Al-jubouri

1443A.H. **2021A.D.**