



جامعة الموصل
كلية التربية للنبات
قسم الكيمياء

**تطوير طرائق طيفية لتقدير السيفترياكسون
والكارفيديلول والتطبيق على المستحضرات
الصيدلانية**

علياء بهاء الدين محي الدين علي

رسالة ماجستير
علوم في الكيمياء

بإشراف
الأستاذ المساعد

الدكتور داود حبو محمد

المستخلص بلغة الرسالة

أُشتملت الرسالة على خمسة فصول:
تضمن الفصل الأول مقدمة عامة لأهمية المركبين الدوائيين المدروسين في هذه الرسالة (السيقترياكسون و الكارفيدول) وتضمن الفصل أيضاً مراجعة للطرائق الطيفية والطرائق الأخرى المستخدمة في تقدير المركبين الدوائيين المدروسين.

وأشتمل الفصل الثاني على تطوير طريقة دقيقة وبسيطة غير مباشرة لتقدير السيقترياكسون، إتمدت الطريقة على أكسدة السيقترياكسون بزيادة من العامل المؤكسد N -بروموسكسنامايد وجعل الوسط حامضي بإستخدام حامض الكبريتيك ثم يتفاعل الفائض من العامل المؤكسد مع كمية محددة من الكريستال البنفسجية وقصر لونها ومتابعة الناتج المتكون من الصبغة المتبقية الذي أعطى أقصى إمتصاص عند الطول الموجي 627 نانوميتر، اتبعت الطريقة قانون بير من 0.4 الى 14 مايكروغرام.ملتر $^{-1}$ ، وبلغت الامتصاصية المولارية 1.1812×10^4 لتر.مول $^{-1}$.سم $^{-1}$ ، وكانت دلالة ساندل 0.0469 مايكروغرام/سم 2 ، إذ كانت قيمة الانحراف القياسي النسبي 3.655 %، وتم تطبيق الطريقة بنجاح على المستحضرات الصيدلانية التي كانت بشكل حقة وتدل النتائج المستحصلة بأن الطريقة المقترحة متوافقة وعلى نحو جيد مع كل من المحتوى الأصلي للحقنة الدوائية ونتائج الإضافة القياسية.

وتضمن الفصل الثالث تطوير طريقة بسيطة وإتقانية لتقدير السيقترياكسون بإستخدام تفاعل الأروثة والإقتران، إذ إستندت الطريقة على مفاعلة المركب الدوائي السيقترياكسون مع الكاشف بارا-نايترو انلين المؤزوت وتتم جعل الوسط قاعدي بإستخدام هيدروكسيد الصوديوم إذ تم تكوين صبغة آزوية بنفسجية اللون ذاتية ومستقرة في المحلول المائي، إذ أعطت الصبغة أقصى إمتصاص عند الطول الموجي 559 نانوميتر، وإتبعتم الطريقة قانون بير ضمن مدى التراكيز من 4 الى 100 مايكروغرام.ملتر $^{-1}$ ، وبلغت الإمتصاصية المولارية 1.386×10^3 لتر.مول $^{-1}$.سم $^{-1}$ ، وبلغت قيمة دلالة ساندل 0.4 مايكروغرام/سم 2 ، في حين بلغ معدل نسبة الإسترجاع 100.30 %، وكان توافق الطريقة (الانحراف القياسي النسبي) أقل من 3.3 %، مما يشير إلى الدقة والتوافق الجيدين للطريقة، وتم تطبيق الطريقة المقترحة بنجاح في تقدير السيقترياكسون في المستحضرات الصيدلانية بشكل حقة، وتم دراسة صلاحية التطبيق التحليلي للطريقة على المستحضر الصيدلاني من خلال دراسة طريقة الإضافة القياسية التي تدل على أن الطريقة المطورة ذات صلاحية تطبيق تحليلي جيدة.

وتناول الفصل الرابع تطوير طريقة طيفية بسيطة وسريعة لتقدير السيقترياكسون في المحلول المائي، إذ إستندت الطريقة على تفاعل الأروثة والإقتران وذلك من خلال ازوتة المركب الدوائي السيقترياكسون بنترت الصوديوم وحامض الهيدروكلوريك لتكوين ملح الدايازونيوم وتم إزالة النترت الفائض بإستخدام حامض السلفاميك ثم إقتران ملح الدايازونيوم للسيقترياكسون مع الكاشف 8 - هيدروكسي كوينولين في الوسط القاعدي إذ تم تكوين صبغة برتقالية اللون مستقرة وذائبة في الماء أعطت أقصى إمتصاص عند الطول الموجي 451 نانوميتر، وكانت حدود بير ضمن المدى 0.4 الى 22 مايكروغرام.ملتر $^{-1}$ ، وإمتصاصية المولارية 5.7676×10^3 لتر.مول $^{-1}$.سم $^{-1}$ ، ودلالة ساندل 0.09615 مايكروغرام/سم 2 ، تم تطبيق الطريقة بنجاح في تقدير السيقترياكسون في الحقنة الدوائية، وتدل النتائج المستحصلة أن الطريقة تتفق مع المحتوى الأصلي للمستحضر الصيدلاني ومع نتائج طريقة الإضافة القياسية.

وتضمن الفصل الخامس تطوير طريقة طيفية بسيطة لتقدير الكارفيدول بواسطة تفاعل الأكسدة والإقتران، إذ تمت أكسدة المركب الدوائي بواسطة أيون الحديد الثلاثي في وسط حامضي ثم يتفاعل أيون الحديد الثنائي مع الكاشف $1,10$ - فينانثرولين ليعطي ناتجاً برتقالي اللون ذائب في الماء، وأعطى الناتج أقصى إمتصاص عند الطول الموجي 509 نانوميتر، وكانت العلاقة خطية بين الامتصاص والتراكيز ضمن المدى من 0.4 الى 16 مايكروغرام.ملتر $^{-1}$ ، وكانت الإمتصاصية المولارية 1.08942×10^4 لتر.مول $^{-1}$.سم $^{-1}$ ، ودلالة ساندل 0.03731 مايكروغرام/سم 2 ، في حين بلغ معدل نسبة الإسترجاع 98.88 % وإل انحراف القياسي النسبي لم يتجاوز 2.345 %، وتم تطبيق الطريقة بنجاح في تقدير الكارفيدول في المستحضرات الصيدلانية، ووجد أن نتائج الطريقة تتفق مع نتائج طريقة الإضافة القياسية لتقدير الكارفيدول مما يدل على أن الطريقة موثوق بها وذو صلاحية تطبيق جيدة على المستحضرات الصيدلانية.

توقيع مسؤول الدراسات العليا

أ.م.د. محمد اسماعيل محمد

تأييد المشرف

أويد بان مستخلص الاستمارة مطبق للمستخلص في الرسالة

الاسم: أ.م.د. داود جبو محمد

Abstract

This thesis consists of five chapters

The first chapter: includes a review of the analytical methods used for the determination of the studied drug: Ceftriaxone and Carvedilol and their therapeutic importance.

The second chapter: a rapid, sensitive and indirect spectral method was developed to estimate the Ceftriaxone in the aqueous solution, as the method relied on the oxidation and reduction reaction of the Ceftriaxone oxidation with an increase from the oxidizing agent of N-bromo succinimide in medium sulfuric acid. The remaining concentration then reacts. With a constant amount of crystal violet dye leads to color bleaching. The residual dye was followed at 627 nm. The absorbance was found to increase linearly with increasing concentration of the range 0.4 to 14 $\mu\text{g/ml}$. The molar absorptivity values ranged from $1.1812 \times 10^4 \text{ l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ and Sandell's sensitivity index $0.04695 \mu\text{g/cm}^2$. A relative standard deviation whose value does not exceed 3.655% and the recovery value not less than 100.33%. The method was successfully applied to the pharmaceutical preparation as injection and it was compatible with the original content of the pharmaceuticals and with the results of the standard addition method.

The third chapter: a simple, fast and direct spectroscopy method for estimating Ceftriaxone. The method is based on the reaction of diazotization and coupling Para-nitro aniline was reacted in the acid medium with sodium nitrite to form the corresponding diazonium salt, then the diazonium salt was combined with Ceftriaxone in the base medium to form a stable azo dye in the aqueous solution. The highest absorption at 559 nm gave the wavelength. The limits of the Beer law were in the range of concentrations from 4 to 100 $\mu\text{g/ml}$. and with molar absorption value of $1.38645 \times 10^3 \text{ l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$, and Sandell's sensitivity index $0.4 \mu\text{g/cm}^2$. A relative standard deviation whose value does not exceed 3.3% and the recovery value not less than 100.30%. The method

Abstract

has been successfully applied to the pharmaceutical preparation as injection. As the results of the method are consistent with the original content of the pharmaceuticals and with the of the standard addition method.

The fourth chapter: deals with spectrophotometric method for the determination of Ceftriaxone in aqueous solution. The based on the reaction of Ceftriaxone with excess of nitrite in an acidic medium to produce the corresponding diazonium salt. After the removed of residual nitrite with sulphamic acid, The diazonium salt is coupling with 8-hydroxy quinoline reagent in basic medium to produce, an intense orange colored water-soluble and stable azo-day which exhibits maximum absorption at 451 nm. Beer's law is obeyed over range from 0.4 to 22 $\mu\text{g/ml}$, and the molar absorption value of $5.7676 \times 10^3 \text{ l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$, and Sandell's sensitivity index $0.09615 \mu\text{g/cm}^2$. The method was successfully applied to the pharmaceutical preparation as injection and it was compatible with the original content of the pharmaceuticals and with the results of the standard addition method.

The fifth chapter: this chapter includes a development simple and sensitive spectrophotometric method for determination Carvedilol via the oxidation reduction reaction. Its oxidation Carvedilol by iron (III) after that the iron (II) reacts with reagent 1,10-phenanthroline which gives a soluble colored complex and gave the highest absorption at wavelength 509 nm. The method obeys Beer's law in the over range from 0.4 to 16 $\mu\text{g/ml}$, and the molar absorption value of $1.08942 \times 10^4 \text{ l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$, and Sandell's sensitivity index $0.03731 \mu\text{g/cm}^2$ and the relative standard deviation whose value does not exceed 2.345% and the recovery value not less than 98.88%. The method was successfully applied in determination Carvedilol in pharmaceutical preparation as tablets, and it was found that he results of this method are consistent with the results of the standard addition method.

University of Mosul
College of Education for Girls
Department of Chemistry



**Development of Spectrophotometric
Methods for the Determination of
Ceftriaxone and Carvedilol : Application in
Pharmaceutical Preparations**

Alya Bahaa Al-Deen Mohe Al-Deen Ali

**Master Thesis
in Analytical Chemistry**

**Supervised by
Assistant Professor
Dr.Dawood Habboo Mohammed Habboo**

1443 A.H.

2021 A.D.