جامعـة الموصـل
كلــية العلوم

التقدير الطيفي غير المباشر للباراسيتامول – تطبيقات في مستحضرات صيدلانية

محمد سعدالله يونس

رسالة ماجستير

في الكيمياء التحليلية

بإشــراف

الاستاذ الدكتور نبيل صبيح عثمان

1439هـ 2018م

الخلاصة

تحتوي الرسالة على اربعة فصول:

الفصل الاول: يحتوي هذا الفصل على المواضيع ادناه:

1- الباراسيتامول.

2- طرائق تحليلية مختلفة لتقدير الباراستامول.

3- الهدف من البحث.

الفصل الثاني: يتضمن طريقة طيفية غير مباشرة لتقدير الباراسيتامول .الطريقة تتضمن تفاعل بارا- امينوفينول الناتج من التحلل الحامضي للباراسيتامول مع زيادة من نتريت الصوديوم بوجود حامض الهيدروكلوريك وبعد ازالة نتريت الصوديوم غير المتفاعل وذلك باضافة حامض السلفاميك. يقترن ملح الدايازونيوم الناتج مع 2,7-Dihydroxynaphthalene في الوسط القاعدي لتكوين صبغة ازوية برتقالية اللون والتي تكون ذائبة ومستقرة في الماء وتعطي اعلى امتصاص عند الطول الموجي 481 نانوميتر.كانت العلاقة الخطية والتي تتبع قانون بير ضمن التراكيز من 10 – 140 مايكروغرام باراسيتامول في 10 مل والتي تكافئ 1-14 مايكروغرام باراسيتامول.مل$^{-1}$.قيمة معامل الامتصاص المولاري 1.102×10^{4} لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$.ودلالة ساندل0.0137 مايكروغرام.سم^{2} . مما يدل على ان الطريقة المقترحة ذات حساسية جيدة. طبقت الطريقة المقترحة بنجاح في تقدير الباراسيتامول في المستحضرات الصيدلانية المختلفة .

الفصل الثالث: يتضمن طريقة طيفية غير مباشرة لتقدير الباراسيتامول. تعتمد الطريقة على اقتران الباراسيتامول المحلل حامضيا مع الكاشف 2,5-Dihydroxybenzaldehyde بوجود العامل المؤكسد KIO_4 ليعطي ناتجا مستقراً وذائباً في الماء ويعطي أعلى امتصاص عند الطول الموجي 534 نانوميتر، كانت حدود قانون بير في مدى التركيز من 2.5 إلى 30 مايكروغرام باراسيتامول في حجم نهائي 10 مللتر أي من 0.25 إلى 3.0 مايكروغرام.مل$^{-1}$ وكانت الامتصاصية المولارية ودلالة ساندل للمعقد الناتج 0.359×10^{4} لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ و 0.0420

مايكروغرام.سم$^{-2}$ على التوالي، امتازت الطريقة المقترحة بالدقة والضبط العاليين في تقدير الباراسيتامول في مستحضراته الصيدلانية.

الفصل الرابع: يتضمن طريقة طيفية غير مباشرة لتقدير الباراسيتامول تعتمد الطريقة مفاعلة ناتج التحلل الحامضي للباراسيتامول مع زيادة من ن–بروموسكسيناميد في الوسط الحامضي. تم تقدير الكمية الفائضة من العامل المؤكسد بالاستفادة من قصر لون صبغة الريفامبسين وتم قياس امتصاص الصبغة المتبقية عند الطول الموجي 475 نانوميتر لاعلى امتصاص للصبغة. النتائج المستحصل عليها تدل ان كمية ن–بروموسكسناميد تتفاعل نسبيا الى تركيز الباراسيتامول في المحلول.العلاقة الخطية كانت ضمن التراكيز من 25 – 150 مايكروغرام .10 مل$^{-1}$. وكانت قيمة الامتصاصية المولارية 0.54×10^4 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ ودلالة ساندل للحساسية 0.0277 مايكروغرام.سم$^{-2}$ على التوالي، وتم تطبيق الطريقة بنجاح لتقدير الباراسيتامول في مستحضراته الصيدلانية.

University of Mosul
College of Sciences

Indirect Spectrophotometric Determination of Paracetamol-Application to Pharmaceutical Preparations

M.Sc Thesis Submitted By

Mohammed Saadallah Younis

M.Sc. Thesis in
Analytical Chemistry

Supervised by

Prof. Dr. Nabeel S. Othman

2018 A.D. **1439 A.H.**

Abstract

This thesis contains four chapters:

Chapter one: This chapter contains an introduction about the followings below:

1- Paracetamol.

2- Analytical methods for determination of paracetamol.

3- The aim of the research.

Chapter two: Deals with an indirect spectrophotometric method for determination of paracetamol. The method is based on the reaction of p-aminophenol which results from acidic hydrolysis of paracetamol with excess of sodium nitrite in presence of hydrochloric acid , and after removing the unreacted of sodium nitrite by using sulphamic acid ,the resulting diazonium salt coupled with 2,7-DHN in alkaline medium . The resulting orange azo dye is stable and water soluble and exhibits maximum absorption at 481 nm. Beer's law is obeyed over the range from 10-140 µg of paracetamol in 10 ml which equivalent to 1-14 µg .ml^{-1}.The molar absorptivity 1.102×10^4 l.mol^{-1}.cm^{-1} and Sandell's sensitivity index 0.0137 µg.cm^{-2} indicated that the suggested method has good sensitivity. , The method has been successfully applied to estimation of paracetamol in its pharmaceutical preparations.

Chapter three: Deals with an indirect spectrophotometric method for the determination of paracetamol .The method based on oxidative-coupling reaction of the p-aminophenol which resulted from acid hydrolysis of paracetamol with 2,5-DHB in presence of KIO_4 as an oxidizing agent to produce colored and stable in water product which exhibits maximum absorption at 534 nm. Beer's law is obeyed over the range from 2.5 to 30 µg paracetamol in 10 ml. , (0.25-3.0 µg.ml^{-1}).The molar absorptivity and Sandell's sensitivity index values were equal to 0.359×10^4 l.mol^{-1}.cm^{-1}. and 0.042 µg.cm^{-2} respectively. The suggested method has a good accuracy in determination of paracetamol in its pharmaceutical preparations.

Chapter four: Deals with an indirect spectrophotometric method for determination of paracetamol . The method based on oxidation of HPAR

with a known excess of N-bromosuccinamide in an acidic medium , then the unreacted N-bromosccinamide determined by bleaching the color of rifampicin .then measuring the absorbance of residual dye at 475 nm. The results indicated that the amount of N-bromosuccinamide react corresponding to the paracetamol concentration in sample solution. Linear relationship was from 25 to 150 µg.10ml^{-1}.(i.e 2.5-15 µg.ml^{-1} paracetamol) with good molar absorptivity of 0.54×10^{4} l.mol^{-1}.cm^{-1} and Sandell's sensitivity index 0.0277 µg.cm^{-2} , The method has been successfully applied to estimation of paracetamol in its pharmaceutical preparations.