جمهورية العراق

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

جامعة الموصل / كلية العلوم

قسم الكيمياء

# التقدير الطيفي للبروميثازين هيدروكلوريد في مستحضراته الصيدلانية

نور طارق متعب احمد

رسالة ماجستير

الكيمياء –الكيمياء التحليلية

بإشراف

الأستاذ المساعد الدكتور سعد حساني سلطان جرجيس

1445هـ 2024 م

# الخلاصة

تتضمن الرسالة أربعة فصول:

**الفصل الأول**

يتضمن مقدمة عامة عن المركب الدوائي بروميثازين هيدروكلوريد (PMZH) واستعمالاته العلاجية وصفاته الفيزيائية والكيميائية وعرض لعدد من الطرائق التحليلية المستخدمة في تقديره بالإضافة الى الهدف من البحث.

**الفصل الثاني**

يتضمن تطوير طريقة طيفية بسيطة وسريعة وحساسة لتقديركميات مايكروغرامية من البروميثازين هيدروكلوريد بشكله النقي، وفي المستحضرات الصيدلانية، تعتمد هذه الطريقة على استخدام تفاعلات الاقتران التأكسدي مع الكاشف سلفاسيتاميد صوديوم في الوسط الحامضي بوجود بيريودات الصوديوم كعامل مؤكسد لتكوين ناتج ذي لون أزرق–مخضرذائب ومستقر في الماء ويعطي أعلى امتصاص عند الطول الموجي 601 نانوميتر، اتبعت الطريقة المقترحة قانون بير ضمن مدى التركيز 0.5 – 15 مايكروغرام .مللتر$^{-1}$ بمعامل تقدير مقداره 0.9971، ومعامل امتصاص مولاري 1.32 × $10^4$ لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$، اذ بلغت قيمة دلالة ساندل 0.024277 مايكروغرام.سم $^{-2}$،وكانت قيمة حد الكشف (LOD) 0.0184 مايكروغرام.لتر$^{-1}$ وقيمة حد التقدير (LOQ) 0.06133 مايكروغرام.مللتر$^{-1}$. طبقت الطريقة المقترحة بنجاح لتقدير البروميثازين هيدروكلوريد في مستحضراته الصيدلانية بشكل أقراص وحقن.

**الفصل الثالث**

تضمن اقتراح طريقة طيفية سهلة وسريعة وحساسة لتقدير البروميثازين هيدروكلوريد في محلوله المائي.أعتمدت الطريقة المقترحة على استخدام تفاعلات الاقتران التأكسدي للبروميثازين مع الكاشف بارا–امينو حامض البنزويك بوجود العامل المؤكسد بيريودات الصوديوم في الوسط الحامضي لتكوين ناتج اخضر مزرق ذائب ومستقر في الماء في درجة حرارة المختبر ، ويعطي أعلى امتصاص عند الطول الموجي 601 نانوميتر، ويتبع قانون بير لمدى التركيز 0.5–30 مايكروغرام.مللتر$^{-1}$، بمعامل تقدير 0.9936 ومعامل امتصاص مولاري 1.2×$10^4$ لتر. مول$^{-1}$. سم$^{-1}$، وقيمة دلالة ساندل0.02666 مايكروغرام.سم$^{-2}$، وكانت قيمة حد الكشف (LOD) 0.00658 مايكروغرام .مللتر$^{-1}$ وقيمة حد

التقدير (LOQ) 0.02194 مايكروغرام .مللتر $^{-1}$ وقد طبقت الطريقة المقترحة بنجاح في تقدير عقار بروميثازين هيدروكلوريد في مستحضراته الصيدلانية بشكل أقراص وحقن.

**الفصل الرابع**

يتضمن تطوير طريقة طيفية غير مباشرة لتقدير البروميثازين هيدروكلوريد في محلوله المائي باستعمال تفاعل الاكسدة والاختزال. بالاعتماد على أكسدة البروميثازين هيدروكلوريد بأيون الحديد الثلاثي ثم مفاعلة ايون الحديد الثنائي المتحرر مع الكاشف باثوفينانثرولين لتكوين معقد ذي لون أحمر مستقر وذائب في الماء له اعلى امتصاص عند الطول الموجي 534 نانوميتر والذي يتناسب طرديا مع تركيز البروميثازين هيدروكلوريد. اتبعت هذه الطريقة قانون بير ضمن مديات التراكيز 0.625−3.125 مايكروغرام.مللتر$^{-1}$ بمعامل تقدير للمنحني القياسي 0.9964 ومعامل امتصاص مولاري مقداره $3.9\times10^4$ لتر. مول $^{-1}$.سم$^{-1}$وبلغت قيم حد الكشف وحد التقدير الكمي 0.16976 و0.56588 مايكروغرام /مللتر على التوالي وقيمة دلالة ساندل 0.0080 مايكروغرام/سم$^2$. طبقت الطريقة بنجاح لتقدير البروميثازين هيدروكلوريد في مستحضراته الصيدلانية بشكل أقراص وحقن .

## Abstract

This thesis contains of four chapters as follows:

**Chapter one:**

Includes a general introduction to the medicinal compound Promethazine hydrochloride, its importance in the treatment of many diseases, its physical and chemical properties, with a general review of the analytical methods used in its determination, in addition to the objective of the research.

**Chapter two**:

This chapter includes the development of An easy, rapid and selective spectrophotometric method for the determination of promethazine hydrochloride (PMZH) in aqueous medium. The principle of the proposed method is rely on oxidative coupling reactions with sulphacetamide sodium salt (SAS) in an acidic medium in the presence of sodium periodate as oxidizing agent to form a bluish-green product which has the highest absorption at the wavelength of 601 nm, and follows Beer's law in the concentration range between 0.5 and 15 µg/mL of promethazine hydrochloride, with correlation coefficient value of 0.9971. The molar absorptivity was $1.32\times10^{4}$ $L.mol^{-1}cm^{-1}$, the value of Sandell's index was 0.024277 $\mu g.cm^{-1}$. The detection limit was 0.0184 µg/mL and the limit of quantitation (LOQ) 0.06133 µg/mL. The proposed method was successfully applied in the determination of PMZH in its pharmaceutical preparations as tablets and ampule.

**Chapter three:**

Includes the development of a rapid, easy and sensitive spectrophotometric method for the determination of trace amounts of promethazine hydrochloride (PMZH) in aqueous solution is described. The method depends on oxidative coupling reactions of promethazine hydrochloride with p-aminobenzoic acid in the presence of sodium periodate in acidic medium to produce a bluish-green

product, water - soluble and stable which exhibits highest absorption at 601 nm, and follows Beer's law in concentrations extent of 0.5-30 µg/mL, with a determination coefficient value of 0.9936 and molar absorptivity of $1.2\times10^4$ $L.mol^{-1}.cm^{-1}$, The Limit of detection (LOD), and limit of quantitation (LOQ) were respectively 0.00658 and 0.02194 µg/ml. Sandell's index of 0.02666 $\mu g.cm^{-2}$.The suggested method has been applied successfully to the assay of PMZH in its pharmaceutical preparations as tablets & injections.

**Chapter four:**

This chapter include indirect spectrophotometric determination method to determination pure promethazine hydrochloride. It includes a simple indirect spectrophotometric method for the determination of promethazine hydrochloride in aqueous medium depending on an oxidation-reduction reaction between $Fe^{+3}$ ion and PMZH, The liberated $Fe^{+2}$ was then reacted with 4,7-diphenyl-1,10-phenanthroline at room temperature to produce a red-colored complex with a maximum absorbance at 534 nm, and the limits of Beer's law were in the concentration range from 0.625 to 3.125 µg / mL, and the value of the determination coefficient for the standard curve was 0.9964, which statistically indicates that it has good linear characteristics. The molar absorptivity value was calculated and found to be $3.9\times 10^4$ L/mol.cm. Sandell's sensitivity index value is 0.0080 $\mu g/cm^2$. The Limit of detection (LOD), and limit of quantitation (LOQ) were respectively 0.16976 and 0.56588 µg/mL. The method was successfully applied for the determination of promethazine hydrochloride in its pure form and its pharmaceutical preparation tablets and injections.

**The Republic of Iraq**

**Ministry of Higher Education**

**and Scientific Research**

**University of Mosul / College of Science**

**Department of Chemistry**

# Spectrophotometric Determination of Promethazine Hydrochloride in its Pharmaceutical Preparations

**Noor Tariq Miteb Ahmed**

M.Sc. Thesis

**Chemistry / Analytical Chemistry**

**Supervised By**

**Assist.Prof. Dr.Saad Hasani Sultan Jerjees**

**1445 A.H.** **2024 A.D.**