جامعة الموصل
كلية التربية للبنات
قسم الكيمياء

التقدير الكمي لهيدروكلوريد الدوكسيسايكلين والتطبيق على مستحضراته الصيدلانية

كرم شامل شاكر محمود الساعاتي

رسالة ماجستير
علوم في الكيمياء

بإشراف
الأستاذ الدكتور
داود حبو محمد حبو

1447 هـ

2025 م

الخلاصة:

اشتملت هذه الرسالة على أربعة فصول:

الفصل الأول: يتضمن مقدمة عامة عن تفاعلات الأزوتة والاقتران وتفاعلات الاقتران التأكسدي المتبعة في تقدير المركب الدوائي المدروس (الدوكسيسايكلين هيدروكلوريد)، ومقدمة عامة عن الدواء المراد تقديره في هذه الرسالة يتضّمن استعراضاً للطرائق الطيفية المتبعة في تقدير الدواء قيد الدراسة.

الفصل الثاني: يتضمن الفصل مبحثين : **المبحث الأول** تناول تطوير طريقة طيفية حساسة لتقدير الدوكسيسايكلين هيدروكلوريد إذ تعتمد الطريقة على تفاعل الأزوتة والاقتران باستخدام الكاشف أورثو أنيسيدين في الوسط القاعدي وتكون صبغة آزوية أعطت اعلى امتصاص عند الطول الموجي 437 نانومتر، إذ اتبعت الطريقة قانون بير مدى التراكيز يتراوح بين 1-60 مايكروغرام/مللتر وكانت الامتصاصية المولارية $10x8.992^3$ لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ وحساسية ساندل0.044 مايكروغرام.سم$^{-2}$، وقيمة معامل الارتباط (R^2=0.9998)، في حين بلغت دقة الطريقة (معدل نسبة الاسترجاع) 100.006% بإنحراف قياسي نسبي أقل من 0.5 %وتمّ تطبيق الطريقة بنجاح على المستحضرات الصيدلانية للمركب الدوائي المدروس.

واشتمل **المبحث الثاني** إقتراح طريقة طيفية إنتقائية لتقدير المركب الدوائي الدوكسيسايكلين هيدروكلوريد بواسطة تفاعل الاقتران التأكسدي إذ تعتمد الطريقة على اقتران المركب الدوائي مع الكاشف أورثو أنيسيدين بوجود ن- بروموسكسيناميد كعامل مؤكسد في وسط قاعدي وأعطى الناتج أعلى امتصاص عند 574 نانومتر ويتبع قانون بير ضمن مدى التركيز 0.5-20 مايكروغرام /مللتر وبامتصاصية مولارية $10x2.4^4$ لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ ، وبلغت دلالة ساندل 0.020 مايكروغرام.سم$^{-2}$، وقيمة معامل الارتباط (R^2=0.9994) في حين بلغت دقة الطريقة (معدل نسبة الاسترجاع) 100.04 % وانحراف قياسي نسبي أقل من 1.8 % وتم تطبيق الطريقة بنجاح على المستحضرات الصيدلانية للمركب الدوائي المدروس.

الفصل الثالث: تطوير طريقة طيفية حساسة لتقدير كميات مايكروغرامية للدوكسيسايكلين هيدروكلوريد تعتمد الطريقة على تفاعل الأزوتة والاقتران وذلك بتفاعل الكاشف المؤزوت

6،4،2- ثلاثي برومو أنلين مع الدواء في وسط قاعدي أعطى ناتج ملون ذو أعلى امتصاص عند 500 نانومتر ورسم المنحنى القياسي للطريقة المقترحة اعطى علاقة خطية في مدى تراكيز يتراوح بين 0.5-24 مايكروغرام /مللتر إذ بلغت الامتصاصية المولارية $2.3x10^4$ لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-}$ وبلغت دلالة ساندل 0.0205 مايكروغرام. سم$^{-2}$، وقيمة معامل الارتباط (R^2=0.9997)، في حين بلغت دقة الطريقة (معدل نسبة الاسترجاع) 100.45% وبانحراف قياسي نسبي أقل من0.8% وتم تطبيق الطريقة على المستحضرات الصيدلانية للمركب الدوائي المدروس.

الفصل الرابع : تناول الفصل تطوير طريقة طيفية حساسة لتقدير الدوكسيسايكلين هيدروكلوريد بواسطة تفاعل الأزوتة والاقتران حيث تعتمد الطريقة على اقتران المركب الدوائي مع الكاشف المؤزوت 2-أمينو بيريميدين في وسط قاعدي أعطت الصبغة الناتجة أعلى امتصاص عند 420 نانومتر وأتبعت الطريقة المقترحة قانون بير ضمن مدى التراكيز الذي يتراوح بين 0.5-14 نانومتر وبلغت الامتصاصية المولارية $5.4x10^4$ لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-}$ وبلغت دلالة ساندل 0.0089 مايكروغرام.سم$^{-2}$، وبلغت دقة الطريقة (معدل نسبة الاسترجاع) 98.33% وبانحراف قياسي نسبي أقل من 0.33%وطبقت الطريقة المقترحة على المستحضرات الصيدلانية للمركب الدوائي المدروس.

University of Mosul
College of Education for Girl
Department of Chemistry

Quantitative Determination of Doxycycline Hydrochloride and application to its pharmaceutical preparations

A Thesis Submitted By
Karam Shamil shakir Mahmood Alsaati
To

The Council of College of Education for Girl University of Mosul
In Partial Fulfillment of Requirements for the
Degree of Master Science
In
Chemistry

Supervised By
Prof
Dr. Dawood Habboo Mohammed Habboo

1447 A.H. **2025A.D.**

Summary

Thes thesis consists of four chapter

First chapter: includes a general introduction of diazotization and coupling reactions and oxidative coupling reactions used in the estimation of the studied drug compound (doxycycline hydrochloride), Forthermor,it also includes a review of spectroscopic methods used for the estimation of doxycycline .

Second chapter: includes tow section, **the First section** developing a sensitive spectroscopic method to estimate doxycycline hydrochloride it is based on the reaction of diazotization and coupling reactions by use Ortho-anisidine reagent in the basic medium, to from an azo dye which gave the highest absorbance at a wavelength of 437 nm, the method was followed beer's law in the ranges of 1-60 μg /ml and the molar absorptivity was$10.72x10^3$ $l.mol^{-1}.cm^{-1}$and the sensitivity of the sandal 0.044 $\mu g.cm^{-2}$, with correlation coefficient (R^2=0.9998), while the recovery of the method was 99.96% with a relative standard deviation of less than 0.5% and the method was successfully applied on pharmaceutical preparations as tablets and capsuls.

The **second section** suggests a selective and sensitive spectroscopic method for determination of doxycycline hydrochloride by using oxidative coupling reaction, the method depends on the coupling of the drug compound with Ortho anisidine reagent in the presence of N-bromosucinimide as an oxidizing agent in alkaline medium to give colored product wich has highest absorption at 574 nm the colored product follows beer's law within the concentration range 0.5-24 μg /ml with molar absorptivity of $2.4x10^4$ $l.mol^{-1}.cm^{-1}$,the sandal indication amounted to 0. 020 $\mu g.cm^{-2}$, and the value of the correlation coefficient of (R^2=0.9994), while the average recovery 99.8% and a relative standard deviation of less than 0.6%. the method was successfully applied to pharmaceutical preparations as tablets and capsuls.

Third chapter: Describes a sensitive spectroscopic method for estimating microgram quantities of doxycycline hydrochloride the method is based on the reaction of diazotization and coupling of doxycycline hydrochloride reacting with azoated 2,4,6-tribromoanilin reagent in alkaline medium to give a colored product wich has a max absorbance at 500 nm and drawing the standard curve of the proposed method was a linear in the range of 0.5-20 μg/ml, the molar absorptivity

$2.3x10^4$ l.mol^{-1}.cm$^-$.Poison The sandal index amounted to 0.0205 μg .cm^{-2}, and the value of the correlation coefficient (R2=0.9997), while an average recovery 100.26% with a relative standard deviation of less than 0.7%. the method was succesfually applied to pharmaceutical preparations as tablets and capsuls.

Fourth chapter: suggested of a sensitive spectroscopic method for detarmination doxycycline hydrochloride by the reaction of diazotization and coupling, the method is based on the coupling of the drug compound with the azoated of 2-aminoprimidine reagent in a basic medium to give the resulting dye the highest absorbance at 420 nm. the proposed method followed beer's law within the concentrations range of 0.5-14 μg/ml and the molar absorptivity of suggested $5.4x10^4$ l.mol^{-1}.cm$^-$.the Sandel index amounted to 0.00881. μg .cm^{-2}, and the value of the correlation coefficient (R^2=0.9994), the method gives a average recovery of 98.33 relative standard deviation was less than 0.3% and the proposed method was applied to pharmaceutical preparations of tablets and capsuls.