جمهورية العراق
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة الموصل / كلية العلوم
قسم الكيمياء

التقدير الطيفي لصوديوم سلفاسيتاميد احادي الماء في مستحضراته الصيدلانية

ذكاء محي الدين عبد الرزاق عبد القادر الحافظ

رسالة ماجستير

علوم الكيمياء/ الكيمياءالتحليلية

بإشراف

الأستاذ المساعد الدكتور سعد حساني سلطان

١٤٤٤ هـ

٢٠٢٣ م

الخلاصة

تتضمن الرسالة أربعة فصول :

الفصل الأول :

يتضمن الفصل الأول مقدمة عامة عن عقار صوديوم سلفاسيتاميد وأهميته في علاج العديد من الأمراض بالاضافة إلى وصف العديد من الطرائق التحليلية لتقدير صوديوم سلفاسيتاميد في المستحضرات الصيدلانية وكذلك الهدف من البحث .

الفصل الثاني :

يشمل هذا الفصل على وصف طريقة طيفية سهلة وسريعة وانتقائية لتقدير صوديوم سلفاسيتاميد في الوسط المائي باستخدام تفاعل الأزوتة والأقتران, اعتمدت الطريقة على أزوتة صوديوم سلفاسيتاميد في الوسط الحامضي ثم اقترانه مع كاشف الثايمول في وسط قاعدي لتكوين صبغة آزوية ذات لون برتقالي مستقرة وذائبة في الماء وتعطي أعلى امتصاص عند الطول الموجي 474 نانومتر وكانت حدود قانون بير في مدى التراكيز (2.5-400) مايكروغرام/٢٠ مللتر من السلفاسيتاميد وبمعامل تقدير (R^2=0.9994) وكان هناك إنحرافاًسلبياً عند التراكيز الأعلى من 400 مايكروغراو/٢٠ مللتر . وبلغت قيمة الامتصاصية المولارية للصبغة الناتجة($3,41\times10^4$) لتر/مول.سم وقيمة دلالة ساندل 0.00732 مايكروغرام/سم^{2}وكانت قيمة حد الكشف(LOD) 0.00605 مايكروغرام/مللتر وحد التقدير (LOQ) 0.02018 مايكروغرام/مللتر . وطبقت الطريقة المقترحة بنجاح في تقدير صوديوم سلفاسيتاميد في مستحضراته الصيدلانية بشكل قطرة ومرهم العين .

الفصل الثالث :

يتضمن هذا الفصل تطوير طريقة طيفية سريعة وحساسة وبسيطة لتقدير صوديوم سلفاسيتاميد في الوسط المائي, اعتمدت الطريقة المقترحةعلى تفاعل الاقتران التأكسدي بين السلفاسيتاميد والكاشف N,N–ثنائي اثيل–بارا–فنيلين ثنائي الامين في وسط حامضي من حامض الكبريتيك وبوجود العامل المؤكسد دايكرومات البوتاسيوم لتكوين ناتج ذو لون ارجواني يعطي أعلى امتصاص عند الطول الموجي 546 نانومتر , وكانت حدود قانون بير في مدى من التراكيز (١,٢٥-٧٥) مايكروغرام/مللتر وإن هناك إنحرافاً سلبياً عند التراكيز الأعلى من ٧٥ مايكروغرام/مللتر وبمعامل تقدير (R^2=0.9985) وبلغت قيمة الامتصاصية المولارية(0.76×10^4) لتر/مول.سم, أما قيمة دلالة ساندل فقد بلغت 0.03344 مايكروغرام/سم^2, وكانت قيمة حد الكشف(LOD)٠,٢٤٣٢٢مايكروغرام/مللتر وحد التقدير الكمي(LOQ)

0.81078 مايكروغرام/مللتر , طبقت الطريقة المقترحة بنجاح لتقدير صوديوم سلفاسيتاميد في مستحضراته الصيدلانية قطرة ومرهم العين.

الفصل الرابع :

يشتمل هذا الفصل على تطوير طريقة طيفية سريعة وبسيطة وحساسة لتقدير صوديوم سلفاسيتاميد في الوسط المائي, اعتمدت الطريقة المقترحة على استخدام تفاعل الاقتران التأكسدي مابين السلفاسيتاميد والكاشف –٤,٢ثنائي نايتروفينيل هيدرازين بوجود العامل المؤكسد بيريودات البوتاسيوم لتكوين ناتج ذو لون برتقالي مستقر وذائب في الماء ويعطي أعلى امتصاص عند الطول الموجي 484 نانومتر. كانت حدود قانون بير في مدى التراكيز(٢,٥-٧٥) مايكروغرام/مللتر وكان هناك إنحرافاً سلبياً عند التراكيز الأعلى من ٧٥ مايكروغرام/مللتر وبمعامل تقدير(R^2= 0.9966) وبلغت قيمة الامتصاصية المولارية ٠,٣٢×١٠^{٤} لتر/مول.سم وقيمة دلالة ساندل بلغت ٠,٠٧٩٣٦ مايكروغرام/سم^{٢}, أما قيمة حد الكشف (LOD) ٠,٥٠٤٧٦ مايكروغرام/مللتر وحد التقدير(LOQ) ١,٦٨٢٥٣ مايكروغرام/مللتر, طبقت الطريقة بنجاح لتقدير صوديوم سلفاستاميد في مستحضراته الصيدلانية قطرة ومرهم العين.

Summary

The thesis contains four chapters:

Chapter One:

The first chapter includes a general introduction to sulphacetamide sodium and its importance in the treatment of many diseases This chapter also includes a description of several analytical methods for the determination of sulfacetamide sodium in pharmaceutical preparations and the objective of the research.

Chapter II

This chapter includes an easy, fast, simple and selective spectrophotometric method for the determination of sodium sulphacetamide in aqueous media using the diazotization and coupling reaction The method is based on the diazotization of sodium sulphacetamide in an acidic medium and then coupling it with thymol reagent in an alkaline medium to form a stable, water-soluble, orange-coloured dye that gives the highest absorption at the wavelength 474 nm. The limits of Beer'slaw were in the range of concentrations (2.5-400)µg/mL of sulphacetamide and with an estimation factor (R^2 = 0.9994), and there was a negative deviation at concentrations higher than 400 µg/mL. The molar absorptivity value of the resulting dye was (3.41×10^4) L/ mole.cm and Sandel significance value 0.00732 The value of the limit of detection (LOD) was 0.00605 µg/ml, and the limit of detection (LOQ) was0.02018 µg/ml. The proposed method has been successfully applied for the determination of sulphacetamide sodium in its pharmaceutical preparations (eye drops and eye ointment).

Chapter III

This chapter includes the development of a fast, sensitive and simple spectrophotometric method for the determination of sodium sulphacetamide in aqueous media, , where the method depends on the oxidative coupling reaction

between sulphacetamide and the reagent N,N-diethyl-p-phenylendiamine in an acidic medium of sulfuric acid and in the presence of the oxidizing agent potassium dichromate.The solutions are left for half an hour until the reaction is complete to form a violet-colored product that gives the highest absorption at the wavelength 546 nm, and the limits of Beer's law were in the range of Concentrations(1.25-75)µg/mL, and thereis a negative deviationat concentrations higher than 75µg/mL, with an estimation factor (R^2 = 0.9985), and the molar absorptivity value was (0.76×10^4) L/mol.cm. Sandel's significance value was 0.03344 µg /cm^2, the value of the detection limit (LOD) was 0.24322 µg/mL and the limit of determination (LOQ) was 0.81073 µg/mL, and the proposed method was successfully applied for the determination of sodium sulphacetamide in its pharmaceutical preparations (eye drops and eye ointment).

Chapter IV:

This chapter includes the development of a quick, simple, sensitive and easy spectrophotometric method for the determination of sulphacetamide sodium in aqueous media, Where the method depends on the oxidation of sulphacetamide by potassium pyriodate as an oxidizing agent and then coupling the product with 2,4-dinitrophenylhydrazine in an alkaline medium to form a product with a stable orange color and soluble in water that gives the highest absorption at the wavelength 484 nm, and the limits of Beer's law were in a range of concentrations(2.5-75)µg/ml, and there was a negative deviationat concentrations higher than75 µg /ml with an estimation factor (R^2= 0.9966) and the molar absorptivity value٣٢٠٢,٩٢ was L/mol.cm, and Sandel’s significance value reached 0.07936 µg/cm^2, while the limit of detection (LOD) value 0.50476 µg/ml was and the estimation limit (LOQ) was 1.68253 µg/ml, and the method was successfully applied For the determination of sulphacetamide sodium in its pharmaceutical preparations (eye drops and eye ointment).

The Republic of Iraq

Ministry of Higher Education and Scientific Research

Mosul University / College of Science

Department of Chemistry Sciences

Spectrophotometric determination of sulphacetamide sodium monohydrate in its pharmaceutical preparations

Thukaa Mohee Aldeen Abd Alrazaq Abd Alqader

M.Sc. Thesis

Chemistry Science / Analytical Chemistry

Supervised by

Assistant Professor Dr. Saad Hassani Sultan

1444 A.H **2023 A.D**