جامعـة الموصـل
كلـية العلـــوم

التقدير الطيفي للكلورامفينيكول

سؤدد رائق جمال ناصح الغضنفري

رسالة ماجستير
في الكيمياء التحليلية

بإشــراف
الأستاذ الدكتور نبيل صبيح عثمان

1440هـ 2018 م

الخلاصة

تشتمل الرسالة على أربعة أفصل :

الفصل الأول: يشمل هذا الفصل على الموضوعات المدرجة في أدناه:

- مقدمة عامة عن الكلورامفينيكول.

- عرض للطرائق المستعملة في تقدير الكلورامفينيكول.

- الهدف من البحث.

الفصل الثاني:

يتضمن الفصل الثاني اقتراح طريقة طيفية غير مباشرة دقيقة وحساسة لتقدير الكلورامفينيكول في مستحضراته الدوائية باستعمال تفاعل الأزوته للكلورامفينيكول المختزل, ومن ثم الاقتران مع كاشف الثايمول وفي وسط قاعدي من هيدروكسيد الصوديوم(pH=12.5) لتكوين صبغة آزوية ذات لون أصفر مستقرة وذائبة في الماء وتعطي أعلى امتصاص عند الطول الموجي 459 نانوميتر, وكانت حدود قانون بيير في مدى التركيز 1–12.5 مايكروغرام.مللتر$^{-1}$ من الكلورامفينيكول المختزل و المؤزوت, و كانت الامتصاصية المولارية تساوي 2.268×10^4 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ ودلالة ساندل 0.0142 مايكروغرام.سم$^{-2}$ مما يدل على الحساسية العالية للطريقة، وطُبِّقت الطريقة المقترحة بنجاح لتقدير الكلورامفينيكول في المستحضرات الدوائية وبخطأ نسبي تراوح من 3.2 –إلى+0.16 % في حين تراوح الانحراف القياسي النسبي من ±0.03إلى ±0.09 % .

الفصل الثالث:

يتضمن هذا الفصل طريقة طيفية غير مباشرةَ لتقدير الكلورامفينيكول تعتمد على أكسدته في الوسط الحامضي، ثم قصر لون صبغة ليشمان بالعامل المؤكسد الفائض، بعدها تتم قراءة امتصاص لون صبغة ليشمان المتبقية عند الطول الموجي 662 نانوميتر, وكانت حدود قانون بيير للطريقة المقترحة في مدى التراكيز 10–250 مايكروغرام من الكلورامفينيكول النقي في حجم 10 مللتر (1–25 مايكروغرام.مللتر$^{-1}$) ، وكانت قيمة الامتصاصية المولارية 0.58×10^{4} لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$، وقيمة دلالة ساندل 0.055 مايكروغرام.سم$^{-2}$، وقد وطُبِّقت الطريقة بنجاح لتقدير الكلورامفينيكول في المستحضرات الدوائية وبخطأ نسبي تراوح من 2.9– إلى 0.6 + %, في حين تراوح الانحراف القياسي النسبي بين ± 0.53 و ± 1.52 % .

الفصل الرابع:

يتضمن هذا الفصل طريقة طيفية غير مباشرة لتقدير الكلورامفينيكول تعتمد الطريقة على تفاعل الاقتران التأكسدي بين الكلورامفينيكول المختزل والكاشف 7,2–ثنائي هيدروكسيل النفثالين بوجود العامل المؤكسد ثنائي كرومات البوتاسيوم لتكوين ناتج ملون ذي لون بني الذي يكون مستقراً ويعطي أعلى امتصاص عند الطول الموجي 544 نانوميتر, وكانت حدود قانون بير في مدى التركيز من 0.5 إلى 7.5 مايكروغرام.مللتر$^{-1}$ من الكلورامفينيكول المختزل, وكانت الامتصاصية المولارية 1.069×10^{5} لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$، ودلالة ساندل للحساسية 0.0030 مايكروغرام.سم$^{-2}$، وطُبِّقت الطريقة المقترحة بنجاح لتقدير الكلورامفينيكول في المستحضرات الدوائية وبخطأ نسبي تراوح من – 0.4 إلى 0.1 + %، في حين تراوح الانحراف القياسي النسبي من ±0.02 إلى ±0.18 % .

University of Mosul
College of Science

Spectrophotometric Determination of Chloramphenicol

Sudad Raiek Jamal Naseh AL-Ghadanfary

M.Sc. Thesis in
Analytical Chemistry

Supervised by

Prof. Dr. Nabeel Sabeeh Othman

1440 A.H. **2018 A.D.**

Abstract

This thesis consists of four chapters:

Chapter One:

This chapter contains the subjects below:

- A general introduction about chloramphenicol.
- A review of methods used for the determination of chloramphenicol.
- The aim of the present research.

Chapter Two:

A simple, accurate and sensitive indirect spectrophotometric method for the determination of chloramphenicol (CAP) in various formulations has been suggested. The method is based on the coupling of the diazodized of reduced CAP (DR-CAP) with thymol in alkaline medium to yield a colored product showed maximum absorbance at 459 nm. . Beer's law is obeyed in the concentration range of 1 – 12.5 $\mu g.ml^{-1}$. The molar absorptivity and Sandell's sensitivity index of the colored azo dye were $2.268x10^4$ $l.mol^{-1}.cm^{-1}$ and 0.0142 $\mu g.cm^{-2}$ respectively. The method was successfully applied to the determination of CAP in its drug formulations with a relative error ranged from 0.16 to -3.2 % and a relative standard deviation from ±0.03 to ±0.09 %..

Chapter Three:

This part describes an indirect spectrophotometric method for the determination of CAP involving oxidation of CAP in acidic medium, then bleaching the color of the lishman dye by the residual oxidant reagent and measure the absorbance at 662 nm the wavelength of

maximum absorbance of lishman dye, Beer's law is obeyed over a range from 10 to 250 μg of CAP in 10 ml (1-25 $\mu g.ml^{-1}$) with a molar absorptivity of 0.58×10^{4} $l.mol^{-1}.cm^{-1}$ and Sandell's sensitivity index of 0.055 $\mu g.cm^{-2}$. The method has been applied successfully to the determination of CAP in drug formulations with a relative error of -2.9 to 0.6 % and a relative standard deviation of ±0.53 to ±1.52 %.

Chapter Four :

Deals with an indirect spectrophotometric method for the determination of chloramphenicol . The method is based on the oxidative coupling reaction of reduced chloramphenicol with 2,7-dihydroxynaphthalene reagent in the presence of potassium dichromate as oxidizing agent to produce brown colored, stable and soluble product, which shows maximum absorption at 544 nm. Beer's law is obeyed over the range 0.5-7.5.$\mu g.ml^{-1}$of R - CAP, a molar absorptivity of 1.069×10^{5} $l.mol^{-1}.cm^{-1}$ and Sandell's sensitivity index of 0.0030 $\mu g.cm^{-2}$. The method has been successfully applied to the determination of CAP in drug formulations with a relative error of - 0.4 to + 0.1 % and a relative standard deviation of ±0.02 to ±0.18%.