



جامعة الموصل
كلية العلوم

تقدير فيتامين C وفيتامين B₆
باستخدام تقنية كروماتوغرافيا السائل عالي الاداء
وتطبيقاتها

رباح رياض احمد

رسالة ماجستير
في الكيمياء التحليلية

بإشراف

الدكتورة

هناء شكر محمود

أستاذ مساعد

الخلاصة

تشتمل هذه الرسالة على ثلاثة فصول:-

الفصل الأول يحتوي على مقدمة عامة عن الموضوعات الآتية:

الفيتامينات الذائبة في الماء

- فيتامين C

-فيتامين B₆

- طرائق تقدير فيتامين C.

- طرائق تقدير فيتامين B₆.

- الهدف من البحث.

الفصل الثاني

يتضمن طريقة بسيطة وسريعة لتقدير حامض الاسكوريك بواسطة تقنية كروماتوغرافيا السائل عالي الأداء، إذ تحقن العينة خلال عمود (Cosmosil C₁₈-MS-II(5µm,250x4.6 mm i.d.) وباستخدام الطور المتحرك المتكون من الأسيتونتريل :ثنائي كلوروميثان: فوسفات ثنائي البوتاسيوم الهيدروجينية (0.25% K₂HPO₄) (5:5:90) (V:V:V) وبمعدل سرعة جريان للطور المتحرك مقداره 1 مللتر.دقيقة⁻¹ بإزاحة ايزوكراتية وبدرجة حرارة الغرفة، وقد كان المنحني القياسي خطيا لمدى من التراكيز من 0.05-30 مايكروغرام.مللتر⁻¹ من حامض الاسكوريك باستخدام مكشاف UV عند طول موجي 246 نانوميتر، إذ كان زمن الاحتجاز 2.54 دقيقة، ومقدار الانحراف القياسي النسبي أفضل من ±1.25% ونسبة الخطأ 0.12% ومعدل نسبة الاسترجاع 99.88%، وان الحد الأدنى للكشف (LOD) باستخدام الطريقة المقترحة هو 0.071 مايكروغرام.مللتر⁻¹، وحد التقدير الكمي (LOQ) هو 0.236 مايكروغرام.مللتر⁻¹، وتم تطبيق الطريقة المقترحة بنجاح لتقدير حامض الاسكوريك في المستحضرات الصيدلانية وعدد من عصائر الفاكهة وفي مصل دم الإنسان.

الفصل الثالث

يتضمن تطوير طريقة سريعة وحساسة لتقدير هيدروكلوريد البيريدوكسين بتقنية كروماتوغرافيا السائل عالي الأداء باستخدام عمود من نوع Cosmosil C₁₈-MS-II (5µm, 250 mm x 4.6 mm i.d.) ومكشاف UV عند طول موجي 282 نانوميتر،

واستخدام الطور المتحرك المتكون من الاسيتونتريل: والمحلول المنظم حامض الستريك، فوسفات ثنائي الصوديوم الهيدروجينية Na_2HPO_4 Citric acid, (pH 4) كطور متحرك بنسبة (30:70) (V:V)، وبمعدل سرعة جريان 1.25 مللتر.دقيقة⁻¹، وكان زمن الاحتجاز 1.82 دقيقة بازاحة ايزوكراتية وبدرجة حرارة الغرفة، وكان المنحني القياسي خطيا لمدى من التراكيز 0.2-22 مايكروغرام.مللتر⁻¹، وكان معدل نسبة الاسترجاع 100.05%، والانحراف القياسي النسبي أفضل من $\pm 1.05\%$ ونسبة الخطأ 0.05%، وان الحد الادنى للكشف هو 0.044 مايكروغرام.مللتر⁻¹، وحد التقدير الكمي هو 0.1468 مايكروغرام.مللتر⁻¹، تم تطبيق الطريقة المقترحة بنجاح لتقدير هيدروكلوريد البايروودوكسين في المستحضرات الصيدلانية.

**University of Mosul
College of Science**



**Determination of Vitamin C and Vitamin B₆
by High Performance Liquid Chromatography
and Applications**

Rabah Rayadh Ahmid

M.Sc. Thesis
in Chemistry

Supervised by

Dr. Hana Shuker Mahmood
Prof.assistant

2015 A.C.

1436 A.H.

Abstract

This thesis consists of three chapters, they are as follows :

Chapter one

This chapter includes a general introduction to the subjects below :

Water soluble vitamins

- Vitamin C
- Vitamin B₆
- Methods for the determination of vitamine C
- Methods for the determination of vitamine B₆
- Aim of the work

Chapter two:

Determination of ascorbic acid was described in this chapter using high performance liquid chromatographic method. The analysis was achieved by cosmosil C₁₈-MS-II column (250 mm x 4.6 mm i.d., 5 μm particle size) at room temperature. The mobile phase used was acetonitrile (ACN), dichloromethane (DCM), and 0.25% K₂HPO₄ solution in the ratio (90:5:5)(V:V:V) The flow rate was set to 1.0 ml.min⁻¹ and the retention time 2.54 min with UV-detection at 246 nm. Beer's law is obeyed over the concentration range 0.05-30 μg.ml⁻¹. The method was relative error less than -0.12%, precise (RSD better than ±1.25%), recovery 99.88%, with 0.071 μg.ml⁻¹ and 0.236 μg.ml⁻¹ LOD and LOQ respectively. The method was successfully applied to the determination of ascorbic acid in its pharmaceutical preparations, fruit juices, and human serum.

Chapter three

Determination of vitamin B₆ was described in this chapter using high performance liquid chromatographic method. The analysis was