جامعة الموصل
كلية التربية للعلوم الصرفة

التقدير الطيفي والفلورومتري للأموكسيسيلين والميبندازول والسيفكسيم في المستحضرات الصيدلانية

هشام أمين طاهر الهركي

رسالة ماجستير
الكيمياء

بإشراف
الأستاذ المساعد

الدكتور صبحي محسن جارالله المتيوتي

1443 هـ

2021 م

الخلاصة

تتضمن هذه الرسالة أربعة فصول:

تضمن **الفصل الاول:** استعراضاً لطرائق تقدير المركبات الدوائية المدروسة المتمثلة بالاموكسيسيلين ثلاثي الماء والميبندازول والسيفكسيم ثلاثي الماء.

وتضمن **الفصل الثاني:** تطوير طريقة طيفية لتقدير الاموكسيسيلين ثلاثي الماء عن طريق تفاعلات الاقتران الآزوتي باستخدام الكاشف المؤزوت 4،2–ثنائي نيتروأنيلين واقترانه مع الدواء في الوسط القاعدي بوجود المادة الفعالة سطحياً(توين–20) وعند درجة حرارة 20°م لتتكون صبغة الازو حمراء اللون ذائبة في الماء ومستقرة يقاس امتصاصها عند أقصى طول موجي 555 نانوميتر، إذ أمكن تقدير 3–16 مايكروغرام/مللتر من المركب الدوائي وبامتصاصية مولارية 1.1×10^4 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ وبمعدل نسبة الاسترجاع 100.43% ومعدل انحراف قياسي نسبي أقل من 1.4%. طبقت الطريقة على المستحضرات الصيدلانية (الكبسول) وكانت النتائج متفقة على نحو جيد مع المحتوى الأصيل لتلك المستحضرات الصيدلانية، كذلك طبقت طريقة الإضافة القياسية لتقدير المركب الدوائي وكانت النتائج جيدة.

تناول **الفصل الثالث:** استحداث طريقة طيفية غير مباشرة لتقدير الميبندازول اعتماداً على أكسدة المركب الدوائي باستخدام زيادة معلومة من العامل المؤكسد N–بروموسكسينميد في الوسط الحامضي ومفاعلة المتبقي من العامل المؤكسد مع صبغة الازور–A مؤدياً إلى قصر لونها وقياس المتبقي من الصبغة عند الطول الموجي 608 نانوميتر. إذ أمكن تقدير 1–7 مايكروغرام/مللتر من الميبندازول وبامتصاصية مولارية 1.905×10^4 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ وبمعدل نسبة استرجاع 100.03% ومعدل انحراف قياسي نسبي أقل من 1%، وطبقت الطريقة بنجاح على المستحضرات الصيدلانية للميبندازول وكانت النتائج متفقة على نحو جيد مع المحتوى الأصيل لتلك المستحضرات الصيدلانية، كما طبقت طريقة الإضافة القياسية لتقدير الميبندازول وكانت النتائج جيدة.

كما تناول **الفصل الرابع:** تطوير طريقة فلورومترية غير مباشرة بسيطة وانتقائية لتقدير السيفكسيم ثلاثي الماء بشكله النقي وفي المستحضرات الصيدلانية واعتمدت الطريقة على إخماد شدة الفلورة لصبغة ثنائي بروموفلورسين عند طول موجة انبعاث 535 نانوميتر وبطول موجة اثارة 335 نانوميتر من خلال تكوين معقد المزدوج الأيوني بين المركب الدوائي وصبغة ثنائي بروموفلورسين في وسط من محلول الخلات المنظم (pH 5) وأعطت الطريقة علاقة خطية بين التغير في شدة التفلور ΔF وتركيز المركب الدوائي ضمن مدى التراكيز 1–10 مايكروغرام/مللتر وبمعدل نسبة استرجاع 99.47% ومعدل انحراف قياسي نسبي أقل من 2.2%. إذ أمكن تطبيق الطريقة على المستحضرات الصيدلانية من دون حدوث تداخل من قبل مواد السواغ وكانت النتائج متفقة على نحو جيد مع المحتوى الأصيل لتلك المستحضرات الصيدلانية، كما طبقت طريقة الإضافة القياسية لتقدير السيفكسيم ثلاثي الماء في مستحضراته الصيدلانية وكانت النتائج جيدة.

Abstract

This thesis consists of four chapters

The **First chapter** comprises a review of analytical methods used for the determination of the studied drug compounds including; amoxicillin trihydrate, mebendazole and cefixime trihydrate.

The **second chapter** involves the development of spectrophotometric method for determination of amoxicillin trihydrate, the method based on the coupling reaction of drug with diazotized 2, 4-dinitroaniline reagent with the presence of a surfactant (Tween-20) in an alkaline medium at 20 ºC to produce an intense red, water-soluble dyes that are have stable and have a maximum absorption at 555 nm. Beer's law was obeyed over the concentration range 3-16µg/ml with molar absorptivity of 1.1 x 10^4L.mol^{-1}.cm^{-1}. The method shows high accuracy (average recovery 100.43%) and precision (relative standard division (RSD) is less than 1.4%. The developed method was successfully applied for the determination of studied drug in pharmaceutical formulations (capsules), and the results are in a good agreement with the certified values of pharmaceutical preparation and standard addition procedure.

The **third chapter** describes a new indirect spectrophotometric method for determination of mebendazole. The proposed method is based on the oxidation of the drug with a known excess of N-bromosuccinmide in acidic medium followed by the of the unreacted oxidant with a known amount of Azur-A dye and measure the absorbance of residual dye at 608 nm. Beer's law was obeyed over the concentration range 1-7µg/ml with molar absorptivity of 1.905 x 10^4L.mol^{-1}.cm^{-1} and recovery 100.03% with RSD of less than 1%. The developed method was successfully applied for the determination of studied drug in pharmaceutical formulations, and the results are in a good agreement with the certified values of pharmaceutical preparation and standard addition procedure.

University of Mosul
College of Education
For Pure Science

Spectrophotometric and Fluorometric Determination of Amoxicillin, Mebendazole, and Cefixime in Pharmaceutical Preparations

Hisham Amin Taher Al-Herki

M.Sc. Thesis
Chemistry

Supervised by
Assist. Prof.

Dr. Subhi Mohsin Jarullah Al-Mtaiwti

2021 A.D. 1443 A.H.