



جامعة الموصل
كلية العلوم

تقدير الباراسيتامول والترامادول في المستحضرات الصيدلانية باستخدام
تقنيات مختلفة

نغم طه داؤد البكر

رسالة ماجستير

في الكيمياء التحليلية

الى

مجلس كلية العلوم في جامعة الموصل وهي جزء من متطلبات

درجة الماجستير في علوم الكيمياء

بأشرف

الاستاذ المساعد الدكتورة

هناء شكر محمود

الخلاصة

تشتمل الرسالة على أربعة فصول

الفصل الاول : يحتوي هذا الفصل على مقدمة عامة عن الموضوعات الأتية :

- الباراسيتامول

- الترامادول

- الباراسيتامول والترامادول

- طرائق تقدير الباراسيتامول وهيدروكلوريد الترامادول

الفصل الثاني : يتضمن الفصل الثاني تطوير طريقة طيفية لتقدير الباراسيتامول بوجود

الترامادول ,تعتمد الطريقة على اكسدة الباراسيتامول بواسطة العامل المؤكسد بوتاسيوم سداسي

سيانو الحديد $K_3Fe(CN)_6$ بتركيز $(1 \times 10^{-2}M)$ في الوسط القاعدي (هيدروكسيد البوتاسيوم

2M) ثم اقتران الناتج مع كاشف الاورثوكريسول (1%) لينتج معقد بلون اخضر يظهر له اعلى

امتصاص عند طول موجي 630 نانوميتر وكانت حدود قانون بير في مدى التراكيز من 125

الى 450 مايكروغرام من الباراسيتامول في حجم نهائي مقداره 10 مللتر (45-1.25

مايكروغرام.مللتر⁻¹) وكانت قيمة معامل الامتصاص المولاري للمعقد الناتج $10^4 \times 0.66$

لتر.مول⁻¹.سم⁻¹ وكانت قيمة الانحراف النسبي افضل من $1.166 \pm$ وطبقت الطريقة بنجاح لتقدير

الباراسيتامول في المستحضرات الصيدلانية بوجود وعدم وجود الترامادول حيث طبقت الطريقة

على 19 نموذج صيدلاني.

الفصل الثالث: يتضمن الفصل الثالث تطوير طريقة كروماتوغرافيا السائل عالي

الاداء (HPLC) لتقدير الترامادول بوجود الباراسيتامول. تعتمد الطريقة على استخدام محاليل

ميثانول : فوسفات البوتاسيوم ثنائية الهيدروجين (1%) بنسبة (V:V 10:90) كطور متحرك

يضح بطريقة تدرجية (Gradient) الى عمود نوع (phenomenex C₁₈) بدرجة حرارة

الغرفة وبدون الحاجة الى ضبط الدالة الحامضية للمحاليل حيث تم قياس الترامادول عند طول

موجي مقداره 272 نانوميتر وكانت حدود قانون بير لمدى التراكيز (1-12 مايكروغرام.مللتر⁻¹)

وكانت قيمة الانحراف القياسي النسبي افضل من $0.0296 \pm$ وطبقت الطريقة بنجاح على

المستحضرات الصيدلانية الحاوية على الترامادول لوحده والترامادول بوجود الباراسيتامول.

الفصل الرابع: يتضمن الفصل الرابع تطوير طريقة طيفية لتقدير الباراسيتامول والترامادول في المستحضرات الصيدلانية بدون الحاجة الى خطوات فصل. تمتاز الطريقة بكونها طيفية آمنة للبيئة إذ تستخدم الماء كمذيب كما أنها ألغت دور الكاشف العضوي والعوامل المؤكسدة. وكانت حدود قانون بير بالنسبة للباراسيتامول لوحده المقاس عند طول موجي 242 نانوميتر (8- 25) مايكروغرام.ملتر⁻¹ وبالنسبة للباراسيتامول المقاس عند طول موجي 227 نانوميتر (4-16) مايكروغرام.ملتر⁻¹ وللترامادول المقاس عند طول موجي 277 نانوميتر (2-14) مايكروغرام.ملتر⁻¹، وكانت قيمة معامل الامتصاص المولاري للباراسيتامول عند الطول الموجي 242 نانوميتر 7.20×10^3 لتر.مول⁻¹.سم⁻¹، وقيمة معامل الامتصاص المولاري للباراسيتامول عند الطول الموجي 227 نانوميتر 5.391×10^3 لتر.مول⁻¹.سم⁻¹، اما قيمة معامل الامتصاص المولاري عند الطول الموجي 227 نانوميتر 6.115×10^3 لتر.مول⁻¹.سم⁻¹. وكان معدل الانحراف القياسي النسبي للباراسيتامول عند الطول الموجي 242 نانوميتر هي ± 0.646 قيمة معدل الانحراف النسبي للباراسيتامول عند الطول الموجي 227 نانوميتر هي ± 0.505 واما قيمة معدل الانحراف النسبي للترامادول عند الطول الموجي 227 نانوميتر فهي ± 0.011 . طبقت الطريقة بنجاح لتقدير الباراسيتامول والترامادول في مستحضراتها الصيدلانية .

**University of Mosul
College of Science**



**Determination of Paracetamol and Tramadol in
Pharmaceutical Preparations Using Different
Technique**

M.Sc. Thesis

In Analytical Chemistry

Nagham Taha Daood AL-Baker

To

Council of the College of Science University of Mosul in Partial Fulfillment of
the Requirements For the Degree of Master's Degree

In

Analytical Chemistry

Supervised By

Assist Prof. Dr. Hana Shuker Mahmood

1435 A.H

2014 A.D

Summary

This thesis consists of four chapters :

Chapter One : this chapter contains a general introduction of the subjects below:-

- Paracetamol
- Tramadol
- Paracetamol –Tramadol Combination
- Methods for the Determination of Paracetamol and Tramadol

Chapter Two : this chapter includes a spectrophotometric method for the determination of paracetamol in the presence of tramadol using potassium ferricyanide($1 \times 10^{-2} \text{M}$) as an oxidizing agent in alkaline medium (potassium hydroxide 2 M) ,then coupling with o-cresol reagent (1%) .The former green color product exhibits a maximum absorption intensity at 630 nm. Beer's law was obeyed over the concentration range from 12.5 to 450 μg in a final volume of 10 ml ($1.25\text{-}45 \mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$) with a molar absorptivity of $0.604 \times 10^4 \text{ l} \cdot \text{mole}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ and the relative standard deviation is better than ± 1.166 .The method has been applied successfully to the determination of paracetamol in pharmaceutical preparations in presence and absence of tramadol (the method has been applied for 19 pharmaceutical preparations).

Chapter Three : this chapter involves a high performance liquid chromatographic technique (HPLC) for the determination of tramadol in the presence of paracetamol using 0.1 % $\text{KH}_2\text{Phosphate}$: methanol (10:90)(v:v) as a mobile phase with gradient elution to a C_{18} phenomenex column at room temperature without adjustment of pH. Tramadol was measured at 272 nm. Beer's law was obeyed over the concentration range (1-12 ppm) and a relative standard deviation was better than ± 0.0296 .The method has been applied successfully to the determination of tramadol hydrochloride in its pharmaceutical preparations and in its combined preparation with paracetamol.

Chapter Four : this chapter involves a spectrophotometric method for determination of paracetamol and tramadol in pharmaceutical preparations without prior separation steps .The method is health and environment safe using water as a solvent for dissolution, eliminate the role of organic reagent , and a save UV technique . Beer's law was obeyed over the concentration range for paracetamol alone at 242 nm (8-25 ppm) ,for paracetamol at 227 nm (4-16 ppm) and for tramadol at 227 nm (2-14 ppm) .The molar absorptivity of paracetamol at 242 nm was $7.20 \times 10^3 \text{ l.mole}^{-1}.\text{cm}^{-1}$,while the molar absorptivity for paracetamol and tramadol at 227 nm were $5.39 \times 10^3 \text{ l.mole}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ and $6.115 \times 10^3 \text{ l.mole}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ respectively. The average relative standard deviation for paracetamol at 242 nm was ± 0.646 ,while the average relative standard deviation for paracetamol and tramadol at 227 nm were ± 0.505 and ± 0.011 respectively .The method has been applied successfully to the determination of paracetamol and tramadol in their pharmaceutical preparations .