

# تقدير النيكوتين اميد (NA) بطريقة تكوين المزدوج الايوني مع المعقد

## اللاعضوي $[BiI_4]^-$

أسماء أحمد محمد

قسم الكيمياء، كلية التربية، جامعة تكريت، تكريت، جمهورية العراق

### الخلاصة

تم في هذا البحث تقدير المركب الدوائي نيكوتين اميد (NA) بطريقة جديدة باستخدام تقنية الامتصاص الطيفي الجزيئي بتكوين زوج ترابط ايوني مع المعقد اللاعضوي  $[BiI_4]^-$  بعد استخلاص المزدوج الايوني الناتج الذي يكون ذا لون أصفر - برتقالي مع المذيب العضوي او ٢- ثنائي كلورو ايثان و يمتص عند الطولين الموجبين ٢٩٠ و ٣٨٢ نانوميتر . وكان التفاعل سريع والدالة الحامضية (٢) مع نسبة (٣,٧/٤) مل من الطور العضوي /مل من الطور المائي ( ودرجة حرارة (٢٥) درجة مئوية ويزمن رج مقداره (٣) دقائق وكانت النسبة المئوية للاستخلاص (٩٨,٨٨ و ٩٨,٨٥ % E) بالاستخلاص كدفعة واحدة عند الطولين الموجبين ٢٩٠ و ٣٨٢ نانوميتر . أما النتائج الاحصائية والتحليلية للمزدوج الناتج لمدى من التراكيز يتراوح بين  $(3.24 \times 10^{-5} - 1.63 \times 10^{-6})$  مولاري فكانت كما يلي : حد الكشف  $1.94 \times 10^{-9}$  و  $1.66 \times 10^{-9}$  ، معامل الارتباط 0.9961 و  $r = 0.9960$  ، معامل الامتصاص المولاري  $63435$  و  $35496$  لتر /مول. سم وحساسية ساندل  $0.0019$  و  $0.0034$  ، معامل الارتباط 0.9961 و  $r = 0.9960$  ، معامل الامتصاص المولاري  $63435$  و  $35496$  لترايح أن المزدوج مستقر لمدة ٧٢ ساعة على الأقل حيث بلغت الاستردادية المئوية ٩٧,١٧% و ٩٥,٧٤% عند الطولين الموجبين وتم تطبيق الطريقة الجديدة على مستحضر شراب البي بلكس (B-PLEX) ، وجد ان الاستردادية المئوية هي ١٠١,٦٩ و ١٠٢,٨٤ أما الخطأ النسبي المئوي فقد كان ١,٦٩ و ٢,٨٤ عند الطولين الموجبين على التوالي .

### المقدمة:

الجزيئي وكان عند الطول الموجي ٤٤٠ نانوميتر وبمدى ٠,٠٠٠,٧١٠-١,٢ مايكرومول<sup>(٧)</sup>، كما قدر العقار في المستحضرات الصيدلانية ومصل الدم والإدرار عند ٤٤٠ نانوميتر بالاستعانة بتقنية الحقن الجرياني FIS المقترن بكمبيوتراتوغرافيا الغاز GC<sup>(٨)</sup>. في هذا البحث تم تقدير عقار النيكوتين اميد عن طريق قياس الامتصاص الجزيئي للمزدوج الايوني المتكون مع المعقد اللاعضوي  $[BiI_4]^-$  بعد استخلاصه بالمذيب العضوي ١,٢- ثنائي كلورو ايثان .

### الجزء العملي

#### ١- الاحهزة المستخدمة

مطياف الاشعة فوق البنفسجية - المرئية SHIMADZU UV-1650 PC visible spectrophotometer واستخدمت خلايا كوارتز ذات طول مسار اسم .

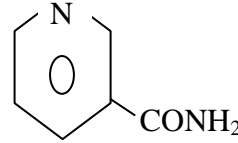
مطياف الأشعة فوق البنفسجية - المرئية أحادي الحزمة Thermo Electron Corporation ، مقياس الرقم الهيدروجيني pH meter JENWAY 3310 ، مقياس الرقم الهيدروجيني ، مسخن ومحرك مغناطيسي Heidolph MR3001 ، ميزان حساس بأربعة مراتب عشرية Sartorius.

#### ٢- المحاليل المستخدمة: جميع المواد السائلة والصلبة المستخدمة في

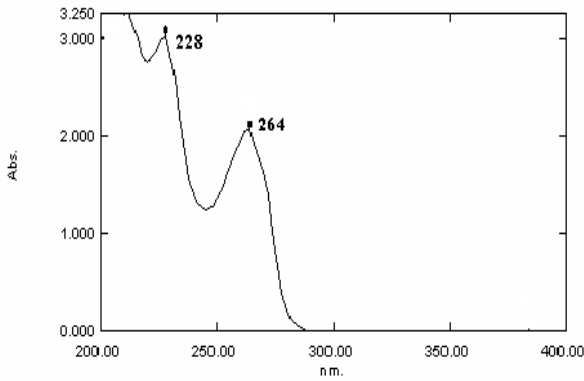
هذا البحث هي مواد نقية :

١- المحلول القياسي الام للبرموث ذي تركيز ٠,٠٤٤٥ مولاري :حضر من اذابة ١,٠غم من نترات البرموث المائية  $Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$  (Fluka) في كمية من الماء المقطر مع قليل من حامض النتريك حتى الاذابة التامة ثم نقل الى قنينة حجمية سعة ٢٠ مل واكمل الحجم بالماء المقطر الى العلامة .

النيكوتين اميد (NA) أو 3-Carbonyl pyridine) Nicotinamide (IUPAC) يمتلك الصيغة التركيبية أدناه :-



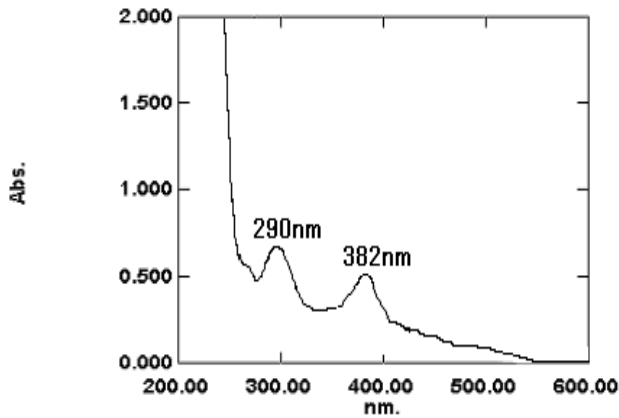
صيغته الجزيئية  $C_6H_6N_2O$  ، وزنه الجزيئي ١٢٢,٢غم/مول ، درجة انصهاره ١٢٨-١٣١ درجة مئوية ، يمتلك النيكوتين اميد عدة تسميات منها Nicotinic acid amide , Niacinamide<sup>(2)</sup> , Vitamin B<sub>3</sub><sup>(3)</sup> . يتميز مسحق النيكوتين اميد بلون أبيض ، ويكون سريع الذوبان في الماء والايثانول ، يوجد هذا العقار في المستحضرات الصيدلانية التي على هيئة كبسول أو شراب ويصنع منه حقن فيتامين B,C. يستعمل كعوامل وقائية من الامراض وعلاج من داء الحصف (خشونة الجلد) وهو مرض مزمن غير معدي ينشأ من نقص التغذية ، وكمثبط لتخليق الكوليسترول والكليسيريد الثلاثي<sup>(٢)</sup> ، وعلاج لامتصاص غير الكفاءة للامعاء بسبب السكر الشديد والتسمم بفعل التلوث الشديد اثناء العمليات الجراحية ، وعلاج سريع للذهبان وكذلك الغيبوبة والتوتر النفسي أو الانهيار المصحوب بالخدر<sup>(٤)</sup> وفي علاج التبول السكري<sup>(٥)</sup>. أما الاعراض الناجمة عن الافراط في تناول جرعات من العقار فهي الصداع<sup>(٥)</sup> ، استئصال داء النقرص (داء المفاصل ) ، زيادة حساسية الجسم لبعض المواد ، ويعتبر من العوامل الخطرة للنساء الحوامل اذا تناولنه بجرعات اكثر من الموصوفة من قبل الطبيب كما ان نقص حامض النيكوتينك في الغذاء يؤدي الى اعراض مرض بيلاكرا واللسان الاسود<sup>(٦)</sup> . ولأهمية هذا العقار فقد ابتكرت عدة طرق لتقديره حيث قدر بطريقة طيفية بتفاعله مع كاشف N-cyteyl pyridinium chloride وتحويله الى مشتق العقار ودراسة امتصاصه



شكل - ٢ - طيف الامتصاص الجزئي لعقار النيكوتين امايد

### ٣- دراسة طيف الامتصاص الجزئي لزوج الترابط الايوني المتكون بين المعقد اللاعضوي $[BiI_4]^{-1}$ والعقار نيكوتين امايد (NA)

لوحظ انه بعد قياس طيف الامتصاص للطبقة العضوية الناتجة من مزج ٠,٥ مل من محلول المعقد ذي تركيز  $0.4 \times 10^{-3}$  مولاري مع ٠,٥ مل من محلول العقار ذي تركيز  $0.18 \times 10^{-3}$  مولاري في قنينة حجمية سعة ٥ مل واكمل الحجم الى العلامة بالماء المقطر واستخلص المحلول الناتج مع مذيب ثنائي كلورو ايثان ظهور قمتي امتصاص جديدتين عند الطولين الموجيين ٢٩٠ و ٣٨٢ نانوميتر على التوالي ومن الجدير بالذكر ان محلول المرجع (المذيب العضوي) لم يظهر أي امتصاص عندهما كما في الشكل رقم (٣).



شكل - ٣ - طيف الامتصاص الجزئي لزوج الترابط الايوني بين عقار النيكوتين امايد والمعقد اللاعضوي  $[BiI_4]^{-1}$

وهذا يعتبر دليلاً على تكون معقد لزوج الترابط الايوني بين المعقد اللاعضوي  $[BiI_4]^{-1}$  والعقار نيكوتين امايد (NA) ناتج عن ارتباط كهربائي مستقر (الكتروستاتيكي) عن طريق تجاذب الشحنات المختلفة بين المركبين<sup>(١) (٤)</sup>. وقد اجريت دراسة لظروف التفاعل بين المعقد اللاعضوي  $[BiI_4]^{-1}$  والعقار نيكوتين امايد (NA) وهي: التركيز الامثل لكل من المعقد والعقار، الدالة الحامضية، زمن التفاعل، درجة الحرارة، نسبة الطور المائي الى العضوي، زمن الرج وعدد مرات الاستخلاص للوصول الى أفضل الظروف في تقدير العقار نيكوتين امايد (NA).

ثانياً: دراسة ظروف التفاعل :

٢- المحلول القياسي للعقار: حضر محلول خزين بتركيز  $0.18 \times 10^{-2}$  مولاري<sup>(١)</sup> من اذابة ٠,١ غم من عقار النيكوتين امايد (NA) المجهزم (SDI/Iraq) في اقل كمية من الماء المقطر ثم نقل الى قنينة حجمية سعة ١٠٠ مل واكمل الحجم بالماء المقطر الى العلامة ومنه حضر محلول آخر بتركيز  $0.18 \times 10^{-3}$  مولاري.

٣- محاليل الكواشف: محلول ٥٠% من يوديد البوتاسيوم KI (BDH) محلول ٠,١ مولاري من حامض الهيدروكلوريك HCl (Riedel-dehen) محلول ٠,١ مولاري من هيدروكسيد الصوديوم NaOH (Fluka).

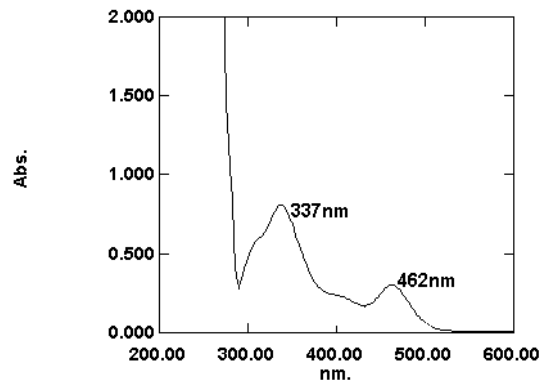
٤- محلول معقد الترابط الأيوني اللاعضوي رباعي ايوديد البزموت  $[BiI_4]^{-1}$  ذي تركيز  $0.4 \times 10^{-3}$  مولاري: حضر المعقد  $[BiI_4]^{-1}$  وذلك بنقل ١,٠ مل من المحلول القياسي الام للبزموت (١) الى ورق مخروطي ثم تم اضافة ١٢,٥ مل من محلول ٥٠% يوديد البوتاسيوم بعد ذلك اضيفت كمية من الماء المقطر تساوي ٩٧,٥ مل وبعد المزج الجيد تم الحصول على محلول ذي لون برتقالي فاتح .

### النتائج والمناقشة

#### أولاً: الدراسات الطيفية

##### ١- دراسة طيف الامتصاص الجزئي للمعقد $[BiI_4]^{-1}$

نقل ٠,٥ مل من محلول المعقد  $[BiI_4]^{-1}$  ذي تركيز  $0.4 \times 10^{-3}$  مولاري الى قنينة حجمية سعة ١٠ مل ثم اكمل الحجم الى العلامة بالماء المقطر وبعد تسجيل طيف الامتصاص مقابل الماء المقطر كمرجع ظهرت قمتا امتصاص للمحلول عند الطولين الموجيين ٣٣٧،٤٦٢ نانوميتر على التوالي ومن الجدير بالذكر انها جاءت مطابقة لما في الأدبيات<sup>(٤)</sup>. كما موضح في الشكل رقم (١) .



شكل - ١ - طيف الامتصاص الجزئي للمعقد اللاعضوي  $[BiI_4]^{-1}$

##### ٢- دراسة طيف الامتصاص الجزئي لعقار النيكوتين امايد (NA)

تم نقل ٠,٥ مل من محلول العقار ذي تركيز  $0.18 \times 10^{-3}$  مولاري الى قنينة حجمية سعة ١٠ مل ثم سجل طيف الامتصاص بعد اكمال الحجم للقنينة بالماء المقطر الى العلامة مقابل الماء المقطر كمرجع فظهرت قمتا امتصاص للمحلول عند الطولين الموجيين ٢٢٨، ٢٦٤ نانوميتر كما في الشكل رقم (٢).

١- دراسة أفضل تركيز لكل من المعقد والعقار :  
 تم دراسة أفضل حجم للمعقد اللاعضوي  $[BiI_4]^{-1}$  باخذ حجوم ثابتة من  
 محلول العقار تراوحت تراكيهها بين  $(1.62 \times 10^{-5} - 6.48 \times 10^{-5})$  مولاري  
 مع اضافات متعاقبة من محلول المعقد  $[BiI_4]^{-1}$  ذي تركيز  $0.4 \times 10^{-3}$  مولاري في قنينة حجمية سعة ٥,٠ مل كما موضح في الجدولين رقم ٢ او ١  
 اللذان يبينان حجم المعقد المضاف مقابل الامتصاصية لمدى من التراكيز  
 المولارية للعقار عند الطولين الموجيين ٢٩٠ و ٣٨٢ نانوميتر على التوالي .

جدول (١) دراسة لأفضل حجم للمعقد وأفضل تركيز للعقار عند الطول الموجي ٢٩٠ نانوميتر

شدة الامتصاص للمزدوج الايوني الناتج من تراكيز مولارية مختلفة للعقار (NA) عند الطول الموجي ٢٩٠ نانوميتر				حجم المعقد
$6.48 \times 10^{-5} M$	$4.86 \times 10^{-5} M$	$3.24 \times 10^{-5} M$	$1.62 \times 10^{-5} M$	-
٠,١٥٣	٠,١٩٠	٠,٠٦٢	٠,١٧١	٠,١ مل
٠,٥٥٩	٠,٣٥٩	٠,٢٥٤	٠,٢٨٩	٠,٣ مل
٠,٨١٤	٠,٢١٨	٠,٦٣٥	٠,٤٥٥	٠,٥ مل
٠,٥٦٧	٠,٥٨٧	٠,٣٧١	٠,٥٠٢	٠,٧ مل
٠,٥٦٧	٠,٤٩١	٠,٤٥٩	٠,٩٨٥	٠,٩ مل
٠,٢٧٠	٠,٩٨٧	٠,٦٥٤	٠,١٠٠	١,٠ مل
٠,٢٣٩	٠,٦٤٥	٠,٤٣٥	٠,١٠٢	١,١ مل

جدول (٢) دراسة لأفضل حجم للمعقد وأفضل تركيز للعقار عند الطول الموجي ٣٨٢ نانوميتر

شدة الامتصاص للمزدوج الايوني الناتج من تراكيز مولارية مختلفة للعقار (NA) عند الطول الموجي ٣٨٢ نانوميتر				حجم المعقد
$6.48 \times 10^{-5} M$	$4.86 \times 10^{-5} M$	$3.24 \times 10^{-5} M$	$1.62 \times 10^{-5} M$	-
٠,١١٥	٠,١٣٦	٠,٠٤٨	٠,١٠٢	٠,١ مل
٠,٥٢١	٠,٣١٨	٠,١٧٨	٠,٢١٥	٠,٣ مل
٠,٤٠٨	٠,١٠٧	٠,٤٤٠	٠,٣٢٦	٠,٥ مل
٠,٣٥١	٠,٥٠٢	٠,٣٣٢	٠,٣٩٣	٠,٧ مل
٠,٣٥٨	٠,٣٢٢	٠,٢٨١	٠,٧٣٧	٠,٩ مل
٠,٢٠٨	٠,٨١٠	٠,٤٠٥	٠,١٤٤	١,٠ مل
٠,١٨٩	٠,٥٧٢	٠,٢٨٩	٠,١٣٢	١,١ مل

شدة الامتصاص عند الطول الموجي ٣٨٢	شدة الامتصاص عند الطول الموجي ٢٩٠	الدلة الحامضية
٠,٥٠٩	٠,٥٩٥	١
٠,٨٠٩	٠,٨٣٤	٢
٠,٣١٣	٠,٥٠٤	٣
٠,٢٨٢	٠,٣٦٣	٤
٠,١٢١	٠,٣١٤	٥
٠,٢٧١	٠,٣١٨	٦
٠,١٠٥	٠,٤٦٣	٧

جدول (٤) دراسة زمن التفاعل

شدة الامتصاص عند الطول الموجي ٣٨٢	شدة الامتصاص عند الطول الموجي ٢٩٠	زمن التفاعل بالدقيقة
٠,٥٠٩	٠,٥٩٥	١
٠,٨٠٩	٠,٨٣٤	٢
٠,٣١٣	٠,٥٠٤	٣
٠,٢٨٢	٠,٣٦٣	٤
٠,١٢١	٠,٣١٤	٥
٠,٢٧١	٠,٣١٨	٦
٠,١٠٥	٠,٤٦٣	٧

حيث وجد ان افضل حجم للمعقد هو ١,٠ مل وافضل تركيز للعقار  $4.86 \times 10^{-5} M$  (٠,٣ مل) في قنينة حجمية سعة ٥,٠ مل وقد اعتمد هذان الحجمان لدراسة الظروف الاخرى .

٢- دراسة الظروف الاخرى

تبين النتائج في الجداول الاتية (٣-٧) آلية اختيار الظروف الاخرى المدروسة لتقدير العقار حيث تم دراسة التغير في الدالة الحامضية للمزيج اعلاه من ١-٧ وقد وجد ان افضل رقم للدالة الحامضية هو ٢ وكان افضل زمن للتفاعل هو لحظة التحضير لأن المزيج المتكون ناتج عن تفاعل للشحنات <sup>(١٠)</sup> لذا قد يتفكك بمرور الزمن كما ظهر ان افضل درجة حرارة هي درجة حرارة المختبر ٢٥ م اما نسبة حجم الطورين المائي/العضوي (٤/٣,٧) وكان افضل زمن للرج هو ٣ دقائق .

جدول (٣) دراسة الدالة الحامضية

شدة الامتصاص عند الطول الموجي ٣٨٢	شدة الامتصاص عند الطول الموجي ٢٩٠	ئ
٠,٣٩٧	٠,٢٦٥	١
٠,٤١٦	٠,٤٨١	١,٥
٠,٥٣٢	٠,٧٤٥	٢
٠,٣٥٢	٠,٥٥٠	٢,٥
٠,٦١١	٠,٩٩٠	٣
٠,٤٢٦	٠,٥٤٤	٤

### ٣- دراسة كفاءة الاستخلاص

ويتم ذلك بسحب الطبقة المائية الناتجة عن عملية الاستخلاص الى قمع فصل نظيف وجاف وإضافة الحجم الامثل للمذيب العضوي وبزمن الرج ذاته وبعد قياس الامتصاصية للطبقة العضوية الناتجة وحساب النسبة المئوية للاستخلاص ظهر انها ذات قيمة عالية نسبياً مما لايلزم اجراء الاستخلاص مرة ثانية أي ان الاستخلاص لمرة واحدة كاف لتكوين مزدوج الترابط الايوني بين المعقد والعقار ويمكن ملاحظة ذلك من الجدول رقم (٩)

### جدول (٩) دراسة كفاءة الاستخلاص

تركيز العقار (NA)	تركيز المعقد [BiI <sub>4</sub> ] <sup>-1</sup>	الطول الموجي nm	شدة الامتصاص عند الاستخلاص الأول	شدة الامتصاص عند الاستخلاص الثاني	النسبة المئوية للاستخلاص
4.86X10 <sup>-5</sup> M	0.8X10 <sup>-4</sup> M	٢٩٠	٠,٩٩٠	٠,٠١١	%٩٨,٨٨
4.86X10 <sup>-5</sup> M	0.8X10 <sup>-4</sup> M	٣٨٢	٠,٦١١	٠,٠٠٧	%٩٨,٨٥

### جدول (١٠) ملخص للظروف المختارة في تكوين مزدوج الترابط الايوني

#### بين المعقد [BiI<sub>4</sub>]<sup>-1</sup> والعقار (NA)

ت	الظروف المدروسة	النتائج المثلى
١	التركيز الامثل للعقار	4.86X10 <sup>-5</sup> M
٢	التركيز الامثل للمعقد	0.8X10 <sup>-4</sup> M
٣	الدالة الحامضية	٢
٤	زمن التفاعل	لحظة التحضير
٥	درجة الحرارة	٢٥ م
٦	حجم الطور المائي	٣,٧ مل
٧	حجم الطور العضوي	٤,٠ مل
٨	زمن الرج	٣,٠ دقائق
٩	عدد مرات الاستخلاص	مرة واحدة

ثالثاً: منحني المعايرة لتقدير عقار نيكوتين اميد(NA) في معقد زوج

الترابط الايوني مع المعقد اللاعضوي [BiI<sub>4</sub>]<sup>-1</sup>

يتبين من الشكلين رقم(٤) ورقم (٥) منحني المعايرة المباشرة لمعقد زوج

الترابط الايوني المتكون بين العقار (NA) والمعقد اللاعضوي [BiI<sub>4</sub>]<sup>-1</sup>

لمدى من التراكيز يتراوح (1.63X10<sup>-6</sup> - 3.24X10<sup>-5</sup>) مولاري عند

الطولين الموجيين ٢٩٠ و ٣٨٢ نانوميتر على التوالي .

لحظة التحضير	٠,٨٣٤	٠,٨٠٩
٥	٠,٣٣٦	٠,١٨٩
١٠	٠,٢٤٧	٠,١٣٢
١٥	٠,٣٥٤	٠,٢١٧
٢٠	٠,٣٥٩	٠,٢١٣
٢٥	٠,٤٠٢	٠,٣٧١
٣٠	٠,٥٢٤	٠,٣٣٥

### جدول (٥) دراسة التغير في درجة الحرارة

درجة الحرارة	شدة الامتصاص عند الطول الموجي ٢٩٠	شدة الامتصاص عند الطول الموجي ٣٨٢
٢٥	٠,٨٣٤	٠,٨٠٩
٣٠	٠,٧٣٤	٠,٥٢١
٤٠	٠,٣٤٦	٠,٢١٠
٥٠	٠,٢٢٩	٠,١٠١

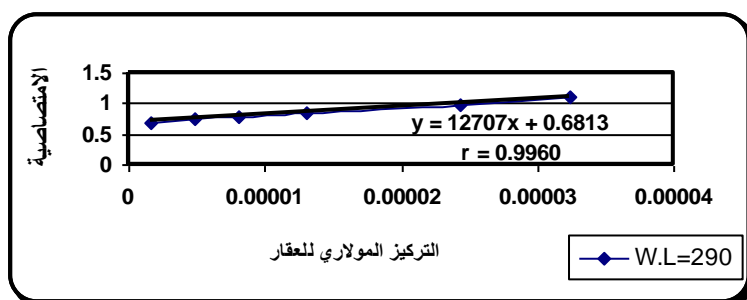
### جدول (٦) دراسة لحجم الطور المائي

حجم الطور المائي	شدة الامتصاص عند الطول الموجي ٢٩٠	شدة الامتصاص عند الطول الموجي ٣٨٢
١ مل	٠,٧٥٢	٠,٣٦١
٢ مل	٠,٧٣٤	٠,٣٩٢
٣,٧ مل	٠,٨٣٤	٠,٨٠٩
٤,٧ مل	٠,٧٢٣	٠,٣٥١

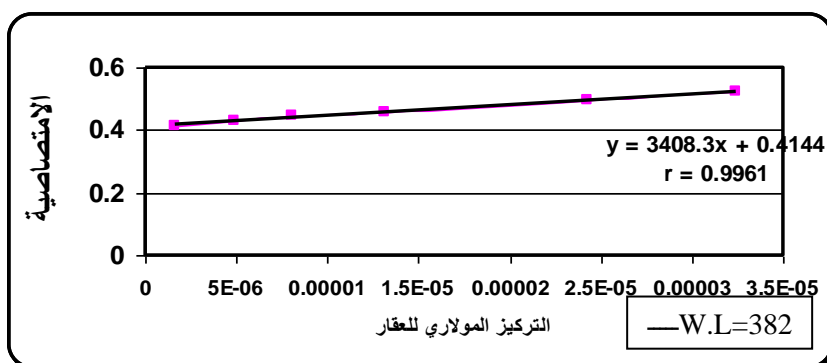
### جدول (٧) دراسة لحجم الطور العضوي

حجم الطور العضوي	شدة الامتصاص عند الطول الموجي ٢٩٠	شدة الامتصاص عند الطول الموجي ٣٨٢
١ مل	٠,٦١٤	٠,٦٨١
٢ مل	٠,٠٩٨	٠,٠٦٤
٣ مل	٠,٣١٢	٠,١٤٢
٤ مل	٠,٨٣٤	٠,٨٠٩
٥ مل	٠,٢٤٦	٠,٢٧٧

### جدول (٨) دراسة لزمن الرج



شكل ٤- - منحنى المعايرة لتقدير عقار النيكوتين امايد عند الطول الموجي ٢٩٠ نانوميتر



شكل ٥- - منحنى المعايرة لتقدير عقار النيكوتين امايد عند الطول الموجي ٣٨٢ نانوميتر

المولاري (E) وحساسية ساندل (S) لتقدير عقار نيكوتين امايد (NA) يتكون معقد زوج الترابط الأيوني مع المعقد  $[BiL_4]^{-1}$  عند الطولين الموجيين ٢٩٠ و ٣٨٢ نانوميتر اما الجدول رقم (١٢) فيبين معادلتى الخط المستقيم (Y)، معامل الارتباط (r)، معامل الخطية ( $r^2$ )، وقيمة اختبار t.

رابعاً: المعطيات التحليلية والاحصائية  
يتبين من الجدول رقم (١١) المدى الخطي للتركيز (LDR)، الانحراف القياسي النسبي المئوي (RSD%)، حد الكشف (D.L)، الخطأ النسبي المئوي ( $E_{rel}$ %)، الاسترداد المئوية (Rec%)، معامل الامتصاص

جدول (١١) مدى خطية التركيز، الانحراف القياسي النسبي المئوي، حد الكشف، الخطأ النسبي المئوي، الاسترداد المئوية، معامل الامتصاص المولاري وحساسية ساندل

S ( $\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-1}$ )	E (L/Mol.cm)	Rec%	$E_{rel}$ %	D.L (Molar)	RSD	LDR (Molar)	$\lambda_{Max}$
٠,٠٠١٩	١٢٧٠٧,٠	١٠٣,٤٤	٣,٤	$1,9٤ \times 10^{-9}$	١٧٠,٦٣	( $3.24 \times 10^{-5} - 1.63 \times 10^{-6}$ )	٢٩٠
٠,٠٠٣٤	٣٤٠٨,٣	١٠٣,٥٩	٣,٥	$1,٦٦ \times 10^{-9}$	١٥٣,٢٠	( $3.24 \times 10^{-5} - 1.63 \times 10^{-6}$ )	٣٨٢

، ومن حيث الحساسية المتمثلة بمعامل الامتصاص المولاري العالي، بالإضافة الى حساسية ساندل الواطنة<sup>(١١)</sup>، كما يلاحظ من الجدول خطية منحنى المعايرة الجيدة التي تشير الى امكانية التحليل لمدى واسع من التراكيز .

يتضح من الجدول (١١) ان تعيين عقار (NA) عند الطول الموجي ٢٩٠ نانوميتر مفضل على الطول الموجي ٣٨٢ نانوميتر ويمكن ملاحظة ذلك من قيم (RSD%) وكذلك من حد الكشف (D.L).

جدول (١٢) معادلتا الخط المسقيم، معامل الارتباط، معامل الخطية، وقيمة اختبار t المحسوب والجدولي ٩٥% لمعقد زوج الترابط الأيوني المتكون .

t 95%	t test	$r^2$	r	Y=a+bx (n=3)	$\lambda_{Max}$
٣,١٨	٢٢,٥٥	0.9922	0.9960	Y=12707x+ 0.6813	٢٩٠
٣,١٨	٢٢,٧١	0.9923	0.9961	Y=3408.3x +0.414	٣٨٢

### خامساً: دراسة ثباتية معقد زوج الترابط الايوني المتكون بين عقار نيكوتين اميد (NA) والمعقد اللاعضوي $[BiL_4]^{-1}$

جرت دراسة لمعرفة ثباتية المعقد المستخلص الناتج باعتماد الظروف المثلى مع الزمن حيث سجلت الامتصاصية للمعقد بعد ٢٤، ٤٨، ٧٢ ساعة من التحضير وكانت نتائج القياسات كما في الجدول (١٣)

جدول (١٣) نتائج دراسة ثباتية الزوج الايوني المستخلص مع الزمن .

$\lambda_{Max}$	A بعد استخلاص المعقد الناتج	A بعد ساعة واحدة من الاستخلاص	A بعد ٢٤ ساعة من الاستخلاص	A بعد ٤٨ ساعة من الاستخلاص	A بعد ٧٢ ساعة من الاستخلاص	الاستردادية المنوية ل A بعد ٧٢ ساعة
٢٩٠	٠,٩٩٠	٠,٩٨٩	٠,٩٨٢	٠,٩٧٧	٠,٩٦٢	٩٧,١٧
٣٨٢	٠,٦١١	٠,٦٠٩	٠,٦٠١	٠,٥٩٢	٠,٥٨٥	٩٥,٧٤

جدول رقم (١٤) يوضح قيم الاستردادية المنوية والخطأ النسبي المنوي لتطبيقات عقار النيكوتين اميد (NA) على المستحضر الصيدلاني بي بلكس بشكل شراب مجهز من (SDI/Iraq) يحتوي على ٢٠ ملغم من العقار نيكوتين اميد .

يظهر من الجدول (١٣) ان ثباتية المزدوج الايوني المتكون جيدة ومايدعم ذلك القيم العالية للاستردادية المنوية للامتصاصية المقاسة بعد ٧٢ ساعة حيث كانت ٩٧,١٧% و ٩٥,٧٤% للطولين الموجبين ٢٩٠ و ٣٨٢ نانوميتر على التوالي .

سادساً: تطبيقات على عقار النيكوتين اميد في المستحضرات الصيدلانية

جدول (١٤) قيم الاستردادية المنوية والخطأ النسبي المنوي لتطبيقات الطريقة المقترحة في تقدير

#### عقار (NA) في المستحضر بي بلكس

الطول الموجي $\lambda_{Max}$	التركيز المولاري المدروس	التركيز المولاري الملاحظ	الاستردادية المنوية (Rec%)	الخطأ النسبي المنوي (E <sub>rel</sub> %)
٢٩٠	0.473 X10 <sup>-5</sup>	0.481 X10 <sup>-5</sup>	١٠١,٦٩	١,٦٩١
٣٨٣	0.176 X10 <sup>-5</sup>	0.181 X10 <sup>-5</sup>	١٠٢,٨٤	٢,٨٤٠

طيفية لتقدير العقار (NA) وقد أظهرت النتائج التحليلية لها نجاحاً من حيث الدقة والحساسية وحدود الكشف ومن حيث تطبيقها على المستحضر الصيدلاني حيث كانت الاستردادية المنوية ١٠١,٦٩ و ١٠٢,٨٤ لكلا الطولين الموجبين ٢٩٠ و ٣٨٢ نانوميتر .

من خلال الاستردادية المنوية العالية المدرجة في الجدول لكلا الطولين الموجبين ٢٩٠، ٣٨٢ نانوميتر وقيمة الخطأ النسبي المنوي الواضحة يتبين أنه يمكن تبني هذه الطريقة .

#### الاستنتاجات:

أظهر عقار النيكوتين اميد القابلية العالية لتكوين مزدوج الترابط الايوني مع المعقد اللاعضوي  $[BiL_4]^{-1}$  وعلى هذا الأساس تم تطوير طريقة تحليلية

#### Reference

- "British pharmacopoeia CD- Rom", 3<sup>rd</sup>Edn., System Simulation Ltd .the stationary offices London ,2000.
- NCO new sorg ,Drug data &news ,Internet 2005
- N.Delgad, Jaim & A.Remers William, Text book of organic medicinal & pharmaceutical chemistry . 10<sup>th</sup> Edn . Lippincott William & Wilkins Awolters , Klwer com . pheladelphia .1998.
- Thomas ,Grath , "Chemistry for Pharmacy the life science "prentice Hall . London .1996.
- A.Fuller , Matthew & S .Martha , "Drug information Hand book Psychiatry". 2nd . Lexi- com.Inc.All .2000.
- ٦ . د.خولة آل فليح "مدخل الى الكيمياء الحياتية " .جامعة الموصل .٢٠٠٠.
7. China Great vista chemical /chemical manufacturer &Supplier ,Nicotine amide (vitamin B3) .Inernat .2007.
8. Cristian Nerin &Agustin Garnica , Analytical chemistry .58(13) (1986).
9. A.J. Dean, "Chimical Separation Methodes " , Yan Nostrand, D. Co .Ltd . 1969.
- ١٠ . زيد مؤيد صادق ، اطروحة ماجستير ، جامعة بغداد ، (٢٠٠٠).
- ١١ . د.مؤيد قاسم العبايجي ، د.ثابت سعيد الغيشة ؛ "اسس الكيمياء التحليلية " جامعة الموصل ١٩٨٣.

## Determination of Nicotinamid (NA) drug by Formation Ion-Pair

# with Complex $[\text{BiI}_4]^{-1}$

Asmaa Ahmed Mohammed

*Department of chemistry , college of Education , University of Tikrit ,Iraq*

## Abstract

In this research the drug nicotinamied (NA) is determined with new method using spectrophotometer by forming ion-pair with  $[\text{BiI}_4]^{-1}$  complex after extraction with 1,2-dichloro ethane spectrum at 290 and 382 nm wave length. Was the quick reaction and pH=2, 3, 4/5 ml aqua phase / organic phase ratio, at temperature 25 °C with 3 minute mixing time and at 98.85, 98.88 percent extraction ratio in one at the 290, 382 nm respectively. The statistical and analytical rustle for formed ion-pair complex for concentration rang between  $1.63 \times 10^{-6}$ - $3.24 \times 10^{-5}$  M are as follow: D.L= $1.94 \times 10^{-9}$ ,  $1.66 \times 10^{-9}$  M, r = 0.9960, 0.9961, molar absorption coefficient 63530, 30496 Sandl's sensitivity= 0.019, 0.034  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$  at 290 and 382 nm respectively, it was found that the complex stable for 72 hour at least with Rec 95.74 ,97.17% at the wave length of determination .Using P-BLEX syrp as practical application it was found that Rec 102.84, 101.69 and Eerl% 2.85 , 1.69 at the both length 290,382 nm respectively.