تكوين واستخلاص المزدوج الايوني لعقاري الايزونيازايد وكبريتات الكلوروكوين مع المعقد $[PdI_4]^{-2}$ والتقدير الطيفي بتقنية الامتصاص الجزيئي

سهام توفيق أمين[1] وعلي إبراهيم خليل[2] وأسماء احمد محمد [3] وأسيل شاكر محمد[1]

[1] *قسم الكيمياء ، كلية العلوم ، جامعة تكريت ، تكريت ، العراق*

[2] *كلية الصيدلة ،جامعة تكريت، تكريت ، العراق*

[3] *قسم الكيمياء ، كلية التربية ، جامعة تكريت ، تكريت ، العراق*

(تاريخ الاستلام: ٤ / ٢ / 2008 ، تاريخ القبول: ٥ / ٥ / 2008)

الملخص

يتضمن البحث تقدير عقاري الايزونيازايد(Isoniazid, INH) وكبريتات الكلوروكوين (Chloroquine sulphate, CqS) بطريقة طيفية وذلك بتكوين أزواج ترابط أيونية مع معقد$[PdI_4]^{-2}$ ويتم استخلاص المحلول الناتج بمذيب ثنائي كلورو إيثان ، حيث يتكون محلول ذو لون بني محمر يعطي أعلى شدة امتصاص جزيئي عند الطولين الموجيين 284 و362 نانوميتر بالنسبة لعقار INH و294 و360 نانوميتر بالنسبة لعقار CqS عند تفاعلها مع المعقد $[PdI_4]^{-2}$ وكانت النتائج كالآتي :

١- قُدر عقار INH طيفياً باستخلاص زوج الترابط الأيوني عند pH 1.5 وبزمن تفاعل ١٥ دقيقة باستخدام ٤ مل من الطور العضوي و٥ مل من الطور المائي وبزمن رج٤ دقائق وباستخلاص لمرة واحدة وقد وجد أن أفضل مذيب عضوي هو١، ٢ - ثنائي كلوروايثان .

أما النتائج الإحصائية والتحليلية لمدى من تركيز العقار يتراوح بين 1.0 – 17.5 جزء /مليون فكانت كما يأتي :

معامل الارتباط r =0.9990 و0.9995 = r وحد الكشف 0.0151 و0.0227 جزء / مليون ومعامل الامتصاص المولاري 9226.83 و 10104.27 لتر/ مول. سم، وحساسية ساندل 0.0149 و0.0136 مايكرو غرام / سم^2 والانحراف القياسي النسبي 0.0761**%** و 0.1692**%** عند الطولين الموجيين 284 و362 نانوميتر على التوالي، كما وجد ان لزوج الترابط الأيوني استقرارية جيدة مع الزمن .

طبقت الطريقة على المستحضر الصيدلاني Isoniazid ووجد أن الاسترادادية بطريقة المعايرة المباشرة هي 100.45% وبطريقة الإضافات القياسية هي 96.67% .

٢- أُجري تقدير طيفي لعقار CqS باستخلاصه بتكوين زوج ترابط ايوني مع المعقد $[PdI_4]^{-2}$ عند pH = 3 بتفاعل سريع باستخدام ٤ مل من الطور العضوي و ٥ مل من الطور المائي وبزمن رج دقيقة واحدة وباستخلاص لمرة واحدة وقد وجد أن أفضل مذيب عضوي هو ١، ٢ - ثنائي كلوروايثان .

أما النتائج الإحصائية والتحليلية لمدى من تركيز العقار يتراوح بين 0.5 – 12.5 جزء /مليون فكانت ما يأتي :

معامل الارتباط r=0.9995 و٠.٩٩٤ = r وحد الكشف0.0173 و0.0131 جزء من المليون ومعامل الامتصاص المولاري 51709.6 و26508.8 لتر/ مول. سم، وحساسية ساندل0.0084 و 0.0164 مايكرو غرام/سم^2 والانحراف القياسي النسبي0.0847**%** و0.8837**%** عند الطولين الموجيين 294 و360 نانوميتر على التوالي، كما وجد ان لزوج الترابط الأيوني استقرارية جيدة مع الزمن .

الكلمات الدالة: الايزونيازايد، كبريتات الكلوروكوين، $[PdI_4]^{-2}$، الامتصاص الجزيئي

المقدمة:

تعتمد طريقة التحليل الطيفية على العلاقة بين الإشعاع الممتص وتركيز الدقائق في المحلول[1] .واستخدم عنصر البلاديوم [2] في الدراسة لتكوين المعقد اللاعضوي وتقديره طيفياً.

وفيما يلي استعراض لبعض البحوث الحديثة التي كان للبلاديوم دور في تقدير بعض المستحضرات الصيدلانية:-

تم تعيين طيف واسع لعقار فلوروكوينولون (Fluoroquinolone) بنوعية Norfloxacin, Ciprofloxacin من قبل El-Walily و Belal [3]، حيث استخدما الطريقة الفوتومترية والفلورومترية، وقدر العقار بصورته النقية ومستحضراته الصيدلانية (حبوب) من خلال تكون هيئة ثلاثية للمعقد بين البلاديوم والايوسين والعقار بوجود مثيل السليلوز كمادة فعالة سطحية، حيث اعطى المعقد أعلى شدة إمتصاص عند الطول الموجي 545nm ، أما الامتصاصية المولارية فهي تساوي3.4×10^4 و2.7×10^4 لتر/ مول. سم وحساسية ساندل1.0×10^{-2} و 1.12×10^2 مايكرو غرام/ سم^2 لكل من Ciprofloxacin و Norfloxacin على التوالي ومدى التقدير حسب قانون بير من٣ الى ١٠ مايكرو غرام / مل للمادتين.

قام كلّ من El-Walily و Gazy [4] بتقدير خمسة عقاقير من مشتقات Cephalosporins والتي هي: Cephpodoxim و Cephtriaxone و Cephtazidime و Ciphtizoxine و Cephixime بطريقة طيفية بسيطة وحساسة من خلال تكون معقدات صفراء اللون مائلة إلى البني والناتجة من تفاعل مشتقات العقار مع كلوريد البلاديوم بوجود كبريتات لأريل الصوديوم .

قدرت الراشدي [5]عقاري الكودين (Codeine Phosphate, Cp) وهيدروكلوريد ثلاثي فلوبيرازين (Trifluoperazine, HCl,TFPH) باستخدام تقنية الامتصاص الطيفي الجزيئي بتكوين ازواج ترابط ايونية مع المعقد $[PdI_4]^{-2}$ وقيست شدة الامتصاص للناتج عند الطولين الموجيين عند 299 و362 نانوميتر بالنسبة لعقار Cp و297 و 363 نانوميتر

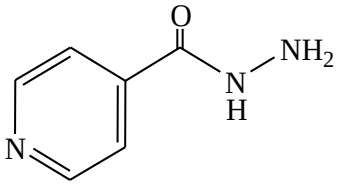
بالنسبة لعقار TFPH مع المعقد $[PdI_4]^{-2}$ وكانت النتائج الإحصائية والتحليلية لمدى من تراكيز عقار Cp تتراوح بين 0.4 - 8 جزء /مليون إذ كانت كما يلي :

حد الكشف 0.08 و 0.0302 جزء /مليون وحساسية ساندل 0.0058 و 0.0068 مايكروغرام/سم^2 عند الطولين الموجبين أعلاه على التوالي .

أما النتائج الإحصائية والتحليلية لمدى تراكيز العقار TFPH يتراوح بين 6 - 40 جزء /مليون فكانت كمايلي :

حد الكشف 0.0228 و 0.181 جزء / مليون وحساسية ساندل 0.0218 و 0.0373 مايكرو غرام / سم^2 عند الطولين الموجبين أعلاه على التوالي .

هنك عدة تسميات لعقار الايزونيازايد منها 4-pyridinecarboxylic acid hydrazid [6]، INH, [7] INH (Nydrazid)، [8] ويمتلك الصيغة التركيبية أدناه[9]:



ويتميز بأنه مادة بلورية عديمة اللون أو مسحوق ابيض سريع الذوبان في الماء وضئيل الذوبان في الكحول وشحيح الذوبان جداً في الايثر[9] ، يعتبر الايزونيازايد أفضل عقار مضاد لداء السل ويستعمل بشكل واسع حالياً مع عقار Rifampicin وعقار Streptomycin للمعالجة الكيميائية في حالة التدرن الرئوي[7].

ولأهمية العقارمن الناحية الطبية تم تقديره بالعديد من الطرائق التحليلية المختلفة ومنها :

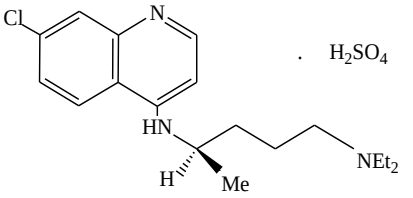
الطرائق التسحيحية الأيودومترية [11,10] والطرائق الفلورومترية [14,13,12] وتقنية كروماتوغرافيا السائل ذات الاداء العالي HPLC [17,16,15] وطريقة البريق الكيميائي المرتبط بنظام الحقن الجرياني [19,18]

ولعقار كبريتات الكلوروكوين تسميات عدة منها :

N^4-(7-chloro-4-quinolinyl)N^1,N^1–diethyl-1,4 pentanedimine

[8,6]7-chloro-4-(4-diethylamino-1-methylbutylamino) quinoline

ويمتلك هذا العقار الصيغة التركيبية التالية [9]:-



. H_2SO_4

الصيغة الجزيئية : $C_{18}H_{26}ClN_3. H_2SO_4. H_2O$

الوزن الجزيئي: 436.0

درجة الانصهار : 208 م° [6] .

ويستعمل العقار بشكل واسع كدواء وعلاج الملاريا [21,20] وهذا الدواء يؤثر على أشكال طفيلي الملاريا في كريات الدم الحمراء وبجميع انواعها ماعدا السلالة المقاومة للطفيلي والموجودة في أمريكا الجنوبية وجنوب شرق آسيا[22].

ولاهمية العقارين طبيا تم تقديرهما بطرائق تحليلية اخرى كالطريقة الطيفية [23].

الجزء العملي

الأجهزة المستخدمة

١- مطياف الأشعة فوق البنفسجية – المرئية Shimadzu (UV-Visible) Spectrophotometer UV-1650PC

وتم القياس بخلايا كوارتز بعرض 1 سم

٢- جهاز قياس الدالة الحامضية JENWAY pH Meter 3310 ٣- ميزان حساس (بأربعة مراتب عشرية) Sartorius BL 210S ٤- فرن تجفيف Drying Oven /Soyokaze Isuzu Seisakusho Com Ltd.

٥- مسخن حراري JENWAY Hot Plate 1001 ٦ – مسخن حراري ذو محرك مغناطيسي Magnetic Stirrer with Hot Plate, Heidolph MR 3001 .

المحاليل المستخدمة

جميع المواد السائلة والصلبة التي استخدمت في هذه الدراسة هي مواد نقية ومجهزة من قبل شركة Fluka أو BDH أو Reidl-dehen

المحلول القياسي الاحتياطي للبلاديوم 1000 جزء /مليون

تم تحضير محلول البلاديوم القياسي بتركيز 1000 جزء /مليون من إذابة 0.100غم من مسحوق عنصر البلاديوم النقي (Fluka) في مزيج الماء الملكي المكون من (3 مل من Conc. HCl + 1 مل من Conc. HNO_3)ثم بُخر المزيج باستخدام مسخن حراري إلى ما قبل الجفاف ، بعد ذلك أُضيف 3 مل من حامض الهيدروكلوريك المركز إلى المزيج وتُرك على مسخن حراري إلى أن وصل إلى نصف الحجم المُضاف بعد ذلك خُفف بالماء المقطر في قنينة حجمية سعة 100 مل فكان الناتج محلولاً ذا لون برتقالي وبتركيز 1000 جزء /مليون بلاديوم [1] .

محلول قياسي لعقار الايزونيازايد

حضر محلول الايزونيازايد وذلك بوزن 0.010 غم من مسحوق العقار النقي الذي جهز من (SDI-Iraq) ثم اذيب في كمية من الماء المقطر ونقل إلى قنينة حجمية سعة 100 مل بعد ذلك اكمل الحجم بالماء المقطر إلى حد العلامة وبذلك تم الحصول على محلول رائق للعقار بتركيز 100 جزء /مليون .

محلول قياسي لعقار كبريتات الكلوروكوين

حضر محلول كبريتات الكلوروكوين وذلك بوزن 0.010 غم من مسحوق العقار النقي الذي جهز من (SDI-Iraq) ثم أذيب في كمية من الماء المقطر ونقل إلى قنينة حجمية سعة 100 مل بعد ذلك أكمل الحجم بالماء المقطر إلى حد العلامة وبذلك حُصل على محلول رائق للعقار بتركيز 100 جزء /مليون

محاليل الكواشف

- محلول يوديد البوتاسيوم 40% (BDH)
- محلول هيدروكسيد الصوديوم تركيز تقريبي 0.1 مولاري (Fluka)
- محلول حامض الاسكوربيك 1% (BDH)
- محلول حامض الهيدروكلوريك تركيز تقريبي 0.1 مولاري(Reidl-dehen)

- محلول المعقد رابع يوديد البلاديوم $[PdI_4]^{-2}$

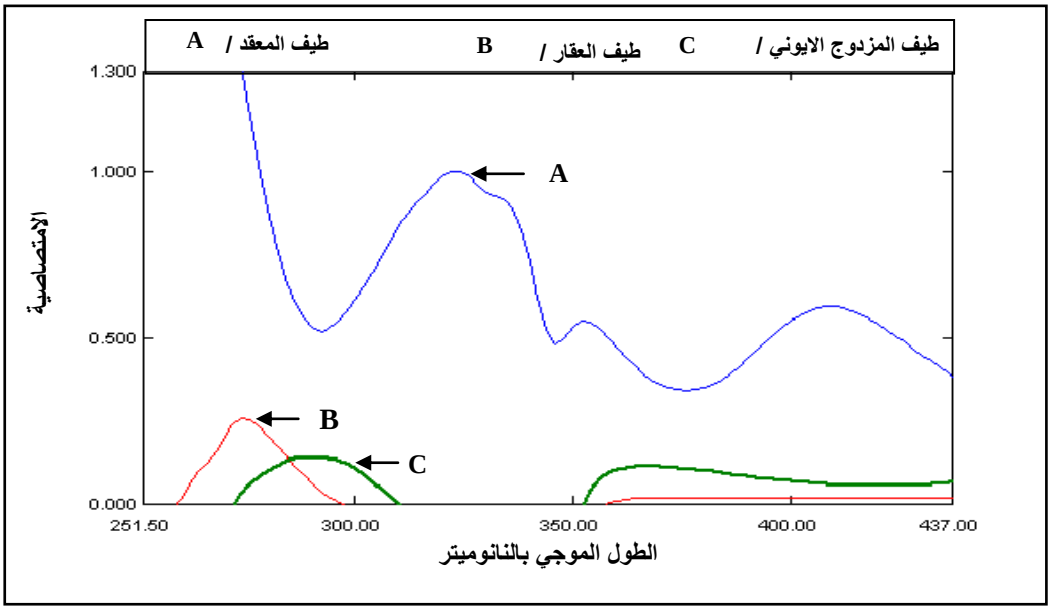
حضر المعقد $[PdI_4]^{-2}$ بنقل 2.5 مل من المحلول القياسي ألأُم للبلاديوم 1000 جزء /مليون إلى قنينة حجمية سعة 25 مل وأضيف إليه 5 مل من حامض الهيدروكلوريك 1:1 ، 5 مل من محلول يوديد البوتاسيوم 40%، 1.0 مل من حامض الاسكوربيك 1% ثم أكمل الحجم بالماء المقطر إلى حد العلامة [1] وكان الناتج محلولاً ذا لون بني – محمر غامق بتركيز 100 جزء /مليون نسبة للبلاديوم .

النتائج والمناقشة :

اولا – استخدام المعقد $[PdI_4]^{-2}$ في تقدير عقار الايزونيازايد بطريقة الامتصاص الجزيئي

الدراسات الطيفية

اظهر المعقد $[PdI_4]^{-2}$ امتصاصا بقمتي امتصاص عند الطولين الموجيين 322 و407 نانوميترمقابل الماء المقطر وهي قريبة لما جاء في الأدبيات [1] . بينما اظهر العقار INH قمتي الامتصاص عند الطولين الموجيين 274 و374 نانوميتر مقابل الماء المقطر. وقد مُزج 0.5 مل من محلول العقار ذي تركيز 100 جزء /مليون مع 0.5 مل من محلول المعقد $[PdI_4]^{-2}$ ذي تركيز 100 جزء /مليون فتكون معقد ذو لون بني محمر ثم أُستخلص بـ 4 مل من المذيب العضوي باستخدام قمع فصل ، ورسم الطيف واظهر أعلى امتصاصية عند الطولين الموجيين 284 و 362 نانوميتر ، حيث لم يُظهر محلول المرجع 2,1 – ثنائي كلورويثان أي امتصاص في هذهِ المنطقة والطيف الناتج موضح في شكل (١) .

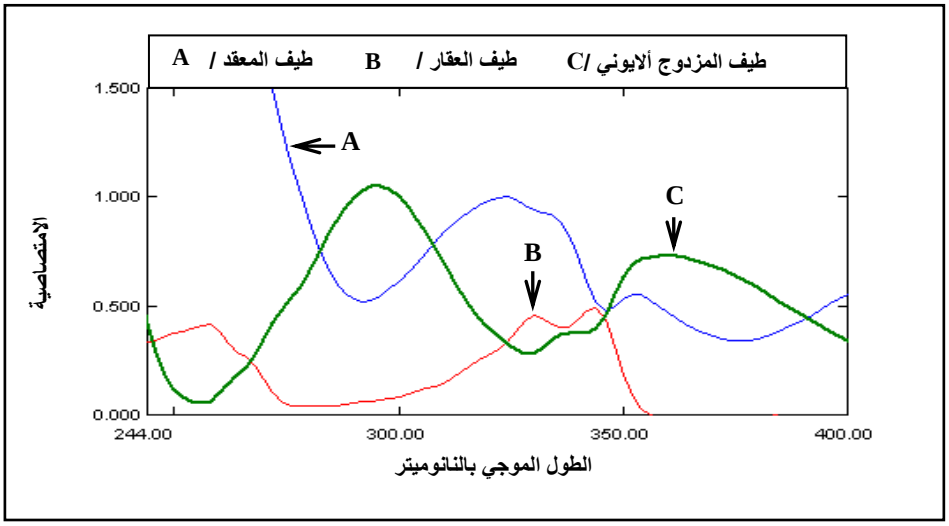


شكل **(1) أطياف الامتصاص الجزيئي للمعقد لوحده(A) وللعقار لوحده(B) وللمزدوج الأيوني بين المعقد $[PdI_4]^{-2}$ و INH (C)**

ثانيا– استخدام المعقد $[PdI_4]^{-2}$ في تقدير عقار كبريتات الكلوروكوين بطريقة الامتصاص الجزئي

الدراسات الطيفية

اظهر العقار CqS قمتي الامتصاص عند الطولين الموجيين 258 و ٣٤٤ نانوميتر مقابل الماء المقطر. وقد مُزج 0.5 مل من محلول العقار ذي تركيز 100 جزء /مليون مع 0.5 مل من محلول المعقد $[PdI_4]^{-2}$ ذي تركيز 100 جزء /مليون فتكون معقد ذو لون بني محمر ثم أُستخلص بـ 4 مل من المذيب العضوي باستخدام قمع فصل ، ورسم الطيف واظهر أعلى امتصاصية عند الطولين الموجيين 294 و 360 نانوميتر ، حيث لم يُظهر محلول المرجع 2,1 – ثنائي كلورويثان أي امتصاص في هذهِ المنطقة والطيف الناتج موضح في شكل (٢)



شكل (٢) أطياف الامتصاص الجزيئي للمعقد لوحده(A) وللعقار لوحده(B) وللمزدوج الأيوني بين $[PdI_4]^{-2}$ و CqS (C)

والجدول (١) يوضح الظروف المثلى المختارة لتكوين المزدوج الايوني بين العقارين والمعقد:

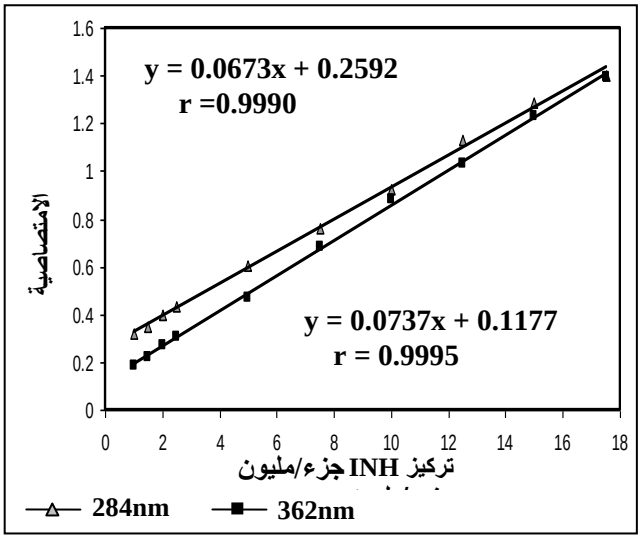
جدول رقم (١) الظروف المثلى المختارة لتكوين المزدوج الايوني بين العقارين والمعقد

الظروف المدروسة	النتائج المثلى لعقار INH مع $[PdI_4]^{-2}$	النتائج المثلى لعقار CqS مع $[PdI_4]^{-2}$
المذيب المناسب	ثنائي كلوروايثان	ثنائي كلوروايثان
التركيز الامثل للمعقد	10 جزء /مليون بعد الاستخلاص	10 جزء/مليون بعد الاستخلاص
الدالة الحامضية	1.50	3
حجم الطور المائي	5 مل	5 مل
حجم الطور العضوي	4 مل	٥ مل
زمن التفاعل	١٥ دقيقة	لحظة التحضير
زمن الرج	٤ دقائق	دقيقة واحدة
عدد مرات الاستخلاص	مرة واحدة	مرة واحدة

ثالثا– منحنيات المعايرة

أ– منحني المعايرة لتقديرعقار INH في معقد زوج الترابط الايوني مع المعقد $[PdI_4]^{-2}$ عند الطولين الموجيين 284 و ٣٦٢ نانوميتر.

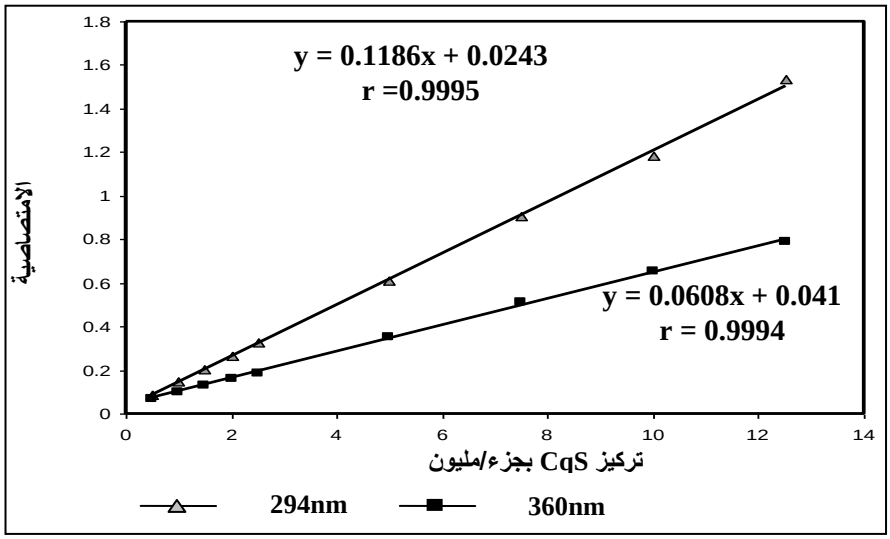
بين الشكل (٣) منحني المعايرة المباشرة للمزدوج الأيوني بين $[PdI_4]^{-2}$ و INH عند الطولين الموجيين 284 و ٣٦٢ نانوميتر ويلاحظ من خلال الشكل إن مدى التراكيز بعد الاستخلاص والتي تطيع قانون بير تتراوح بين 1.0 – 17.5جزء /مليون ، وبعد ذلك يبدأ المنحني بالانحراف السلبي وقد يعزى ذلك إلى تكون معقدات أخرى او عدم كفاية المعقد $[PdI_4]^{-2}$.



شكل (3) منحني المعايرة المباشرة لـ INH المعامل وفق الطريقة المقترحة عند الطولين الموجيين ٢٨٤ و٣٦٢ نانوميتر

ب- منحني المعايرة لتقدير عقار CqS في معقد زوج الترابط الايوني مع المعقد $[PdI_4]^{-2}$ عند الطولين الموجيين 294 و ٣٦٠ نانوميتر.

بين الشكل (٤) منحني المعايرة المباشرة للمزدوج الأيوني بين $[PdI_4]^{-2}$ و CqS عند الطولين الموجيين ٢٩٤ و٣٦٠ نانوميتر ويلاحظ من خلال الشكل إن مدى التراكيز بعد الاستخلاص والتي تطيع قانون بير تتراوح بين 0.5 – 12.5 جزء /مليون ، وبعد ذلك يبدأ المنحني بالانحراف السلبي.



شكل (4) منحني المعايرة المباشرة لـ CqS المعامل وفق الطريقة المقترحة عند الطولين الموجيين ٤٩٢ و٣٦٠ نانوميتر

جدول (٢) المعالجة الإحصائية لمنحني المعايرة المباشرة للمزدوج الأيوني بين المعقد $[PdI_4]^{-2}$ والعقارين INH وCqS

اسم العقار	الطول الموجي λ nm	مدى خطية التركيز ppm	معامل الامتصاص المولاري لتر. مول$^{-1}$. سم$^{-1}$	حساسية ساندل مايكروغرام / سم^2	الانحراف القياسي النسبي %RSD,	حد الكشف D.L (ppm)	الخطأ النسبي RE, %	الاسترادادية المئوية %Rec.,
INH	284	17.5 – 1.0	9226.83	0.0149	0.0761	0.0151	-0.6916	99.3084
	362	17.5 – 1.0	10104.27	0.0136	0.1692	0.0227	1.7724	101.7724
CqS	294	12.5 – 0.5	51709.6	0.0084	0.0847	0.0173	-2.4209	97.5791
	360	12.5 – 0.5	26508.8	0.0164	0.8837	0.0131	0.6677	100.6677

المعطيات التحليلية والاحصائية

يتضح من الجدول (٢)أعلاه الذي يبين المدى الخطي للتركيز و الانحراف القياسي النسبي و حدود الكشف و معامل الامتصاص المولاري ، ان تعيين عقار INH عند الطولين الموجيين ٢٨٤ و ٣٦٢ نانوميتر ذومدى خطية للتركيز تراوحت بين 1.0 – 17.5 جزء /مليون التي تشير الى امكانية التحليل لمدى واسع من التراكيز كما ان الحساسية جيدة متمثلة بمعامل الامتصاص المولاري بالاضافة الى حساسية ساندل الواطئة ، كما ان تقدير عقار CqS عند الطولين الموجيين ٢٩٤ و ٣٦٠ نانوميتر ذومدى خطية للتركيز تراوحت بين 0.5 – 12.5 جزء /مليون التي تشيرايضا الى امكانية التحليل لمدى واسع من التراكيز كما ان الحساسية جيدة .

جدول (3) نتائج دراسة تأثير الزمن على الامتصاص للمزدوج الأيوني للمستخلصين

اسم العقار	الطول الموجي λ nm	الامتصاصية لحظة التحضير	الامتصاصية بعد ساعة	الامتصاصية بعد ساعتين	الامتصاصية بعد ثلاث ساعات	الامتصاصية بعد ٦ ساعات	الامتصاصية بعد ٢٤ ساعة	الامتصاصية بعد ٤٨ ساعة	الامتصاصية بعد ٧٢ ساعة
INH	284	٠,٧٥٩	٠,٧٥٧	٠,٧٥٧	٠,٧٥٦	٠,٧٥٤	٠,٧٢٥	٠,٦٣٨	٠,٥٧١
	362	٠,٦٨٣	٠,٦٨٢	٠,٦٨١	٠,٦٨١	٠,٦٧٨	٠,٦٥٨	٠,٥٩١	٠,٥٢٣
CqS	294	1.1810	1.172	1.167	1.159	1.146	1.034	0.887	0.721
	360	0.66	0.653	0.642	0.636	0.630	0.576	0.492	0.402

يتبين من النتائج الموضحة في الجدول (3) إن المزدوج الأيوني بين كل من INH و CqS مع $[PdI_4]^{-2}$ المستخلصين يظهر شدة امتصاص تقريباً ثابتة خلال الـ 24 ساعة الأولى ويمكن ملاحظة ذلك من الانخفاض البسيط في شدة الامتصاص الذي لا يتجاوز 0.034 بالنسبة للعقار الاول من قيمة الامتصاصية لحظة القياس ، ثم تبدأ امتصاصية المعقد الناتج بالانخفاض التدريجي مع مرور الزمن وهذا يدل على أن المعقد المستخلص المتكون قد يتفكك بمرور الزمن .

تطبيقات على INH في المستحضرات الصيدلانية

أ- المستحضر الصيدلاني Isoniazid بشكل حبوب بطريقة المعايرة المباشرة

يوضح الجدول (4) قيم الاسترادادية والخطأ النسبي لتقدير INH في المستحضر الصيدلاني Isoniazid عند الطولين الموجيين 284 و 362 نانوميتر. إن قيم الاسترادادية الجيدة عند الطول الموجي 284 نانوميتر هي 100.45 ونسبة الخطأ هي 0.45 يؤكدان إن الطريقة الطيفية ذات دقة جيدة لتقدير العقار وهي مفضلة عند الطول الموجي 284 نانوميتر أكثر منها عند الطول الموجي 362 نانوميتر.

جدول (4) قيم الاسترادادية والخطأ النسبي لتقدير INH في المستحضر Isoniazid بالطريقة المباشرة عند الطولين الموجيين 284 و 362 نانوميتر

الطول الموجي λ_{max}	المستحضر الصيدلاني	نوع المستحضر	الشركة المصنعة	التركيز المدروس جزء /مليون *	التركيز الملاحظ جزء /مليون	Rec., %	RE, %
284	Isoniazid	Tablet	SDI / Iraq	2	2.009	100.45	-0.45
362	Isoniazid	Tablet	SDI / Iraq	2	2.02	101.5	-1.00

* حسب المعلومات المعطاة في العبوة من قبل الشركة المصنعة

ب- المستحضر الصيدلاني Isoniazid بشكل حبوب بطريقة الإضافة القياسية

أن منحني المعايرة لطريقة إلاضافة القياسية لتقدير INH في المستحضر الصيدلاني Isoniazid عند الطول الموجي 284 نانوميتر موضح في الشكل (٥) .

استناداً إلى معادلة الخط المستقيم عندما Y= 0 للمعادلة في الشكل (5) فان X= -0.29 ، ومطلق قيمة X يمثل حجم المحلول القياسي بتركيز 100 جزء /مليون ،

وبتطبيق العلاقة :-

$$C_\circ V_\circ = C_s V_s$$

تم الحصول على قيمة التركيز بالجزء من المليون للمستحضر الصيدلاني Isoniazid والتي كانت 7.25 .

حيث ان :-

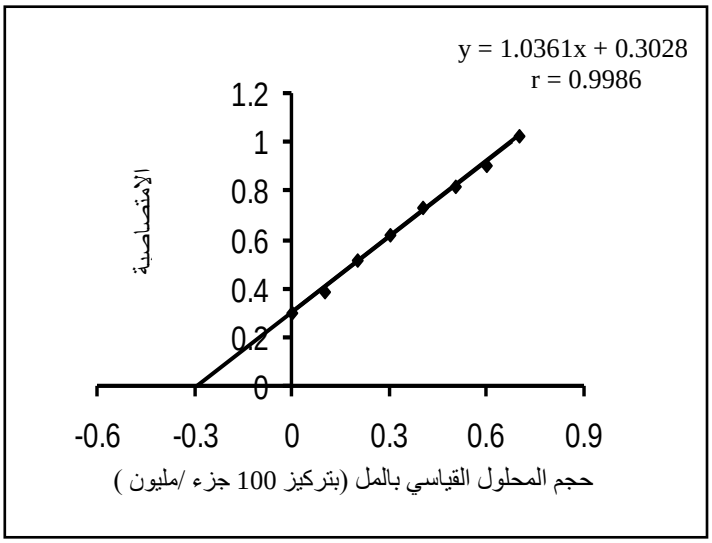
$C_\circ$ تركيز محلول المستحضر الصيدلاني (وهو المطلوب).

$V_\circ$ حجم محلول المستحضر الصيدلاني والذي يساوي ٤ مل

C_s تركيز المحلول القياسي للعقار ويساوي ١٠٠ جزء /مليون

V_s حجم المحلول القياسي للعقار وهو الحجم المستخرج من المعادلة في الشكل (٥) والذي

يساوي 0.29 مل.



شكل (٥) منحني طريقة إلاضافة القياسية لتقدير INH في المستحضر الصيدلاني Isoniazid عند الطول الموجي 284 نانوميتر

جدول (٥) الاسترادادية والخطأ النسبي لـ INH بطريقة إلاضافة القياسية على المستحضر Isoniazid عند الطول الموجي 284 نانوميتر

الطول الموجي λ_{max}	التركيز المدروس بالجزء /مليون	التركيز الملاحظ بالجزء /مليون	Rec., %	RE, %
284	٧,٥٠	٧,٢٥	96.67	-3.33

يظهر من الجدول (٥) الاستردادية ونسبة الخطأ لتركيز INH عند الطول المـوجي 284 نـانوميتر بعـد التطبيقـات علـى المستحضـر الصـيدلاني Isoniazid باستخدام المعقد $[PdI_4]^{-2}$ ، ومن خـلال النتائج الجيدة لقيم الاسترادادية للطول الموجي 284 نانوميتر وكذلك من قيمة معامل الارتباط للطريقة الموضحة في منحني إلاضافات القياسية الذي وصل إلى 0.9986 نستدل على ان الطريقة المقدمة لتقدير INH في المستحضر الصيدلاني Isoniazid طريقةبسيطة وذات دقة عالية.

الاستنتاجات :

أظهر عقاري الايزونيازايد (Isoniazid, INH) وكبريتات الكلوروكوين (Chloroquine sulphate, CqS)استجابة عالية لتكوين ازواج ترابط ايونية مع المعقد اللاعضوي $[PdI_4]^{-2}$، وعلى هذا الاساس تم استحداث طريقة تحليلية طيفية جديدة لتقدير العقارين (INH و CqS) وقد أظهرت النتائج التحليلة لها نجاحاً من حيث الدقة والحساسية وحدود الكشف حيث كانت الاسترادادية المئوية 99.3084,101.7724 عند الطولين الموجيين 362 و 284 نـانوميتر و 97.5791 و 100.6677 عنـد الطـولين المـوجيين 294 و 360نانوميتر وكما أظهرت الطريقة نجاحاً من حيث تطبيقها على المستحضرات الصيدلانية.

المصادر

1-Z. Marczenko; Spectrophotometric determination of Elements; (1976) John Wily and Sons. Inc., New Yourk , p.412-418.
2- D. Lawrence; Periodic Table of Elements :Palladium ,(1998), Internet.
3-A.M. El-Walily; S.F. Belal and S.B. Rania; J. Pharm. Biomed. Anal., 14, (1996), 561.
4- A.M. El-Walily and A.A. Gazy; J. Pharm. Biomed. Anal., 22 (2000), 385.
٥- أسماء احمد ،الراشدي ،رسالة ماجستير، جامعة تكريت، كلية التربية، (٢٠٠٥) تكريت ، العراق ص ٥٦-١٠٢، .
6- Merck, CD-ROM; Merck and Co., Inc., White House Station, Nj, , (1999).
7- P.I. Nagaraja; K. Sunitha; R. Vasantha and H. Yathirajan; Turk. J. Chem., 26(2002), 743-750
8- J.N. Delgado and W.A. Remers; Wilson and GisVold's Text Book of Organic Medicinal and Pharmaceutical Chemistry; 10thEdn, Lippincott Williams and Wilking, Awolters Kluwer Company, Hiladelhia,. (1998), 105-205.
9- British Pharmacopoeia CD-ROM; 4thedn., (2001), Vol.1, Copyright By Crown Co., Inc., The stationery office, London .
10- V.R. Nair and C.G. Nair; Anal. Chim. Acta, 57 (1971), 429-434.
11- M. Miftode; V. Dorneanu; C. Caraman; F. Dima and G. Ghimicesu; Rev. Med. Chir., 2 (1978), 333-336, Anal. Abst., 38(1980).
12- T. Uno and H. Taniguchi; Japan Anal., 20 (1971), 997 - 1002, Anal. Abstr., 25 (1973) 447.
13- R.A.S. Lapa; J.L.F. Lima and J.L.M. Santos; Anal. Chim. Acta, 419(2000), 17-23.
14- J. Amador-Hernandez; J.M. Fernandez-Romero and M.D. Leuque- Decastro; Fresenius′ J. Anal. Chem. 369 (2001), 428-441.
15- K. Mawatari; F. Iinuma and M. Watanabe; Anal. Sci., 6(1990), 515-518
16- H. Kirchherr; J. Chromatogr.; 617(1993), 157-162.
17- A. Defilippi; G. Piancone; R.C. Laia; S. Balla, and G.P. Tibaldi; J. Chromatogr. Biomed. Appl.; 656(1994), 466-471.
18- X. Zheng; Z. Guo and Z. Zhang; Anal. Sci; 17(2001), 1095-1099.
19- A. Safavi; M.A. Karimi and M.R. Nezhad; J. Pharm. Biomed. Anal.; 30 (2003), 1499-1507.
20- C. Paci; A.M.C. Maurisier; A. Rieutord; F. Brion and P. Clair; J. Pharm. Biomed. Anal., 27(2002), 1.
21- British National formulary (BNF44). British Medical Association Royal, Pharmaceutical Society of Great Britain, (2002) Print by William Clowes, Suffolk, 282-316.
22- B. Saad; K. Kanapathy; M.N. Ahmad; A.Hussin and Z. Ismail; Talanta, 38 (1991), 1399
23- B.S. Sastry; E.V. Raoand and C.S.P. Sastry; Inda. J. Pharm. Sci., 48 (1986), 71-73.

Formation - Extraction of Ion-Pair for Isoniazid and Chloroquine Sulphate Drugs with $[PdI_4]^{-2}$ and Determination by Molecular Absorption

Suham T. Amine[1], Ali Ibraheem Khaleel[2], Asmaa A. Mohammed[3] , Aseel Shaker Mohammed[1]

[1] Chemistry Department , College of Science , University of Tikret , Tikret , Iraq.
[2]Pharmacy College , University of Tikret , Tikret , Iraq.
[3] Chemistry Department , College of Education , University of Tikret , Sallah AL-Den , Iraq.

(Received 4 / 2 / 2008 , Accepted 5 / 5 / 2008)

Abstract

This research includes the determination of Isoniazid(INH) and Chloroquine Sulphate (CqS) drugs by the formation of ion association pairs with $[PdI_4]^{-2}$ complex . Red–brown color solution is formed which give maxmum absorption at **λ**= 284 and 362 nm for Isoniazid and at 294 and 360 nm for CqS .

The analytical results are as follow :

1- The optimum conditions for the determination of Isoniazid by forming the ion association pair with $[PdI_4]^{-2}$ were : pH= 1.5, reaction time of 15 minutes, with ratio of (4 ml of organic phase/ 5 ml of aqueous phase) and mixing time is not exceeding 4 minutes and the best organic solvent was found to be 1,2- dichloroethane

The statistical and other analytical results for the concentration range (1.0–17.5) ppm were as follow:

Correlation coefficient r = 0.9990 and r = 0.9995, detection limit is 0.0151 and 0.0227 ppm, Molar absorption coefficient is 9226.83 and 10104.27 L/mol.cm, Sandel's sensitivity is 0.0149 and 0.0136 µg/cm2 and RSD 0.0761% and 0.1692 at **λ**= 284 and 362 nm respectively, the ion pair showed good stability with the time .

This method was applied for the determination of Isoniazid in tablets with recovery of 100.45 % for direct method and was 96.67 % for standard addition method .

2- Similarly, CqS was determined with optimum conditions of pH = 3 , the ratio was (4 ml of organic phase / 5 ml of aqueous phase) and the mixing time does not exceed 1 minute . the best organic solvent was 1,2- dichloroethane .

The statistical and other analytical results for the concentration range (12.5 – 0.5) ppm were as follow : Correlation coefficient r = 0.9995 and r = 0.9994, detection limit is 0.0173 and 0.0131 ppm, molar absorption coefficient is 51709.6 and 26508.8 L/mol.cm, Sandel's sensitivity is 0.0084 and 0.0164 µg/cm2 and RSD 0.0847% and 0.8837% at 294 and 360 nm respectively, the ion pair showed good stability with time.