IRAQI Academic Scientific Journals
Samarra Journal of Pure and Applied Science
SJPAS
مجلة سامراء للعلوم البحتة والتطبيقية
www.sjpas.com
p ISSN: 2663-7405
e ISSN: 2789-6838

التقدير الطيفي غير المباشر للباراسيتامول بطريقة الاكسدة وقصر صبغة المثيل الحمراء باستخدام برمنغنات البوتاسيوم بوصفه كعامل مؤكسد

خلف فارس السامرائي[1]*، سهام توفيق امين[2]
1 قسم الكيمياء، كلية التربية، جامعة سامراء، سامراء- العراق
2 قسم تقنيات المختبرات الطبية، كلية التقنيات الطبية والصحية، جامعة اوروك، بغداد-العراق
البحث مستل من اطروحة دكتوراه الباحث الاول

https://doi.org/10.54153/sjpas.2022.v4i1.343

معلومات البحث:
تأريخ الاستلام: 2022/01/22
تأريخ القبــول: 2022/02/05
الكلمات المفتاحية:
التقدير الطيفي غير المباشر، الباراسيتامول، قصر لون الصبغة، صبغة المثيل الحمراء، برمنغنات البوتاسيوم والعامل المؤكسد

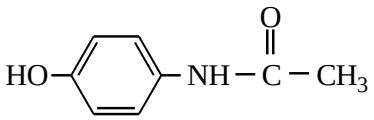
معلومات المؤلف
الايميل:
alfarisalsamarrai2013@gmail.com
الموبايل: 07735891007

الخلاصة:

قدر الباراسيتامول (Par) بطريقة غير مباشرة وسهلة واقتصادية. تستند الطريقة على تفاعل زيادة من برمنغنات البوتاسيوم (PP) بوصفه عامل مؤكسد مع Par والزيادة من PP تفاعل مع صبغة المثيل الأحمر (MR) وكلما ازداد تركيز Par تقل الزيادة من PP ويقل تركيز صبغة MR المتفاعل معه فيزداد الامتصاص بزيادة تركيز Par. تمت دراسة عدد من الظروف المؤثرة على التفاعل من اجل الوصول الى أفضل النتائج. بلغت خطية الطريقة بين 0.4-1.1 مكغم/مل وقيمة R^2 كانت 0.9983، ومعامل الامتصاص المولاري 46525.060 لتر/مول.سم ودلالة ساندل 0.00334 مكغم/سم^2 والحد الكشف وحد التقدير كانا 0.01740 و0.05220 مكغم/مل على التوالي. نجحت الطريقة المقرحة في تقدير Par في مستحضراته الصيدلانية والتحضيرية.

المقدمة

الاسم النظامي للباراسيتامول هو N-(2,3,5,6-tetradeuterio-4-hydroxyphenyl) acetamide وكتلته المولية 155.18700 غم/مول، وهو من مجموعة الامايدات الاروماتية [1،2]، ويمتلك الصيغة البنائية كما في الشكل 1.



شكل 1: تركيب الباراسيتامول

يستخدم مسكن للالام وخافض للحرارة [3]، يستخدم بشكل شائع للتخفيف من الصداع والاوجاع الخفيفة الأخرى وهو مكون رئيس في العديد من علاجات البرد والانفلونزا ويمكن استخدامه للألآم الشديدة ما بعد العمليات الجراحية بالاشتراك مع المسكنات الافيونية او غير الافيونية، وانه فعال لمرضى السرطان المتقدم [4]. لا يصنف من مضادات الالتهاب غير الستيرويدية لانه لا يظهر الا نشاطا ضعيفا مضادا للالتهابات، وانه امن بالجرعات الموصى بها (1000 ملغم كجرعة مفردة و4000 ملغم في اليوم الواحد للبالغين)، اما الجرعات الزائدة فانها تسبب تلفا مميتا للكبد ويزداد خطر سميته عند استهلاك الكحول وتعد سمية الباراسيتامول السبب الرئيس لفشل الكبد الحاد في العالم الغربي، وهي مسؤولة عن معظم الجرعات الزائدة من الادوية في امريكا وبريطانيا وأستراليا ونيوزلندا [5-8]. وانه لا يعد مادة مسرطنة في الجرعات العلاجية على عكس الفيناسيتين [9]. استخدمت

العديد من الطرائق التحليلية في التقدير الكمي للباراسيتامول منها الطرائق الطيفية [10-16] والطرائق الكروماتوغرافية -21] [17 وبطرائق أخرى مختلفة [23,22]. تهدف الدراسة الحالية الى تطوير طريقة طيفية لتقدير الباراسيتامول تقديرا غير مباشرا من خلال اكسدته باستخدام عامل مؤكسد والزيادة من العامل المؤكسد تتفاعل مع صبغة وتقلل من تركيزها وكلما ازداد تركيز الباراسيتامول يقل تركيز العامل المؤكسد غير المتفاعل ويزداد تركيز الصبغة غير المتفاعلة وبذلك يتناسب تركيز الباراسيتامول تناسبا طرديا غير مباشر بزيادة تركيز الصبغة.

المواد وطرائق العمل

المواد الكيميائية والأجهزة

استخدمت في الدراسة مواد كيمياوية على درجة عالية من النقاوة ومن مناشئ رصينة، واستخدم لإتمام القياسات مطياف من نوع Shimadzu computerized double beam spectrophotometer ياباني المنشأ، ثنائي الحزمة، مزود بخلايا كوارتز قطر 1 سم.

تحضير المحاليل القياسية

حضرت المحاليل القياسية للمواد المذكورة في الجدول .1 بتراكيز 100 مكغم/مل وذلك بإذابة 10 ملغم من كل مادة في كمية من الماء المقطر واكمال الحجم الى في قنينة حجمية سعة 100 مل الى حد العلامة بالماء لمقطر، وحضرت محاليل العمل حسب الحاجة بالتخفيف.

اساس الطريقة

تعد طريقة قصر الصبغة احدى الطرائق اللونية المستخدمة في التقدير الطيفي للمركبات الدوائية وتستند الطريقة المقترحة على اضافة زيادة من $KMnO_4$ بوصفه كعامل مؤكسد الى الباراسيتامول فيتفاعل جزء من العامل المؤكسد مع Par والزيادة تتفاعل مع صبغة MR ويقصر لونها في وسط حامضي وبزيادة تركيز الباراسيتامول تقل الزيادة من العامل المؤكسد وبالتالي يزداد تركيز الصبغة MO غير المتفاعلة. يتناسب امتصاص الصبغة بشكل غير مباشر مع تركيز Par تناسبا طرديا.

$$Par + KMnO_4 \xrightarrow{H^+} \text{Oxidizing Par} + \text{Unreacted } KMnO_4 \text{------ (1)}$$

$$\text{Excess of } KMnO_4 + MR \longrightarrow \text{Bleaching MR} \text{ ----------(2)}$$

طريقة العمل المقترحة

نقلت حجوم متزايدة 0.4-1.1 مل من الباراسيتامول ذي التركيز 10 مكغم/مل الى مجموعة من قناني حجمية سعة 10 مل، اضيف لها 1.1 مل من محلول PP ذي التركيز 30 مكغم/مل وبعد الانتظار لمدة 10 دقائق اضيف 0.8 مل من صبغة MO ذي التركيز 30 مكغم/مل ثم تبع ذلك مباشرة اضافة 0.5 مل من HCl تركيزه 0.1 عياري وخفف المحلول الى حد العلامة باستخدام الماء المقطر والانتظار لمدة 10 دقائق عند درجة حرارة الغرفة 24 مئوية وقياس الامتصاص عند الطول الموجي 524 nm مقابل محلول البلانك المحضر بنفس الطريقة عدا عن إضافة Par

النتائج والمناقشة

لوحظ عند اضافة زيادة من $KMnO_4$ الى محلول الباراسيتامول ثم اضافة صبغة MR ثم HCl يتلون المحلول باللون الاحمر الارجواني في حين عندما يكون التفاعل بنفس التسلسل بدون Par يتكون محلول عديم اللون (البلانك). أعطت صبغة MR على امتصاص عند الطول الموجي 524 نانومتر مقابل محلول البلانك.

الظروف الفضلى

تم دراسة مجموعة من الظروف التجريبية من اجل الوصول الى الظروف الفضلى للتفاعل والتي أعطت أفضل النتائج وكما يأتي:

تأثير نوع وحجم العامل المؤكسد

تم استخدام 1 مل من عدد من العوامل المؤكسدة بتركيز اولي 30 مكغم/مل كما في الجدول رقم 2، ولوحظ ان أفضلها كان PP والذي قصر لون الصبغة بالكامل بأقل من دقيقة وذلك من خلال اختفاء لون العامل المؤكسد البنفسجي وتحول المحلول الى اللون الاصفر الفاتح قبل ان يتحول الى اللون الشفاف بعد اضافة حامض الهيدروكلوريك، ودرس تاثير إضافة حجوم مختلفة من PP وكان الحجم الأفضل منه 1.1 مل الذي تم اختياره من خلال لون محلول البلانك الشفاف كما في الجدولين 1 و 2.

جدول 1: تأثير نوع العامل المؤكسد على لون محلول البلانك.

Oxidative reagent	Color of blank solution	Color of oxidation reagent solution	Λ_{max} nm	Absorbance
$KmnO_4$	Clear	purple	524	0.20563
$FeCl_3$	Slight violet	Violet	522	0.0649
$Na_2S_2O_8$	Violet	Violet	---	0
$K_2Cr_2O_7$	Yellow	Yellow	420	0.01285
$KBr\text{-}KbrO_3$	Red	Red	---	0

جدول 2: تأثير حجم برمنغنات البوتاسيوم على لون محلول البلانك.

Vml of $KmnO_4$	Color of Blank Solution	Vml of $KmnO_4$	Color of Blank Solution
0.1	Purple	0.7	Purple
0.2	Purple	0.8	Purple
0.3	Purple	0.9	Purple
0.4	Purple	1	Purple
0.5	Purple	1.1	Clear
0.6	Purple	1.2	Clear

اختيار نوع وحجم الصبغة

تم استخدام 1 مل من عدد من الصبغات ذات التركيز 30 مكغم/مل كما في الجدول رقم 3، ولوحظ ان أفضلها كانت صبغة MO التي اعطت اللون الارجواني المستقر لمحلول النموذج بينما كان لون محلول البلانك شفاف وانها أعطت اعلى امتصاص عند الطول الموجي 524 نانومتر، وان أفضل حجم منها كان 0.8 مل والذي يتفاعل بشكل كامل مع PP والصبغة غير المتفاعلة تحول لون المحلول من الشفاف الى الارجواني كما في الجدولين 3 و 4.

جدول 3: تأثير نوع الصبغة على لون محلول البلانك.

Dye Type	Color of Blank solution	Color of dye solution	λ_{max} nm	Absorbance
Methyl Red	Clear	Purple	524	0.20563
Crystal Violet	Violet	Clear	310	0.17594
Alizarin red (S)	Yellow	Yellow	385	0.011674
Erochrom Black T	Yellow	Yellow	376	0.00674
Bromothymol blue	Purpul	Yellow	372	0.7877
Bromo cresol green	Green	Green	----	0
Eosine	Pink	Yellow	400	0.172

جدول 4: تأثير حجم صبغة المثيل الاحمر ذي التركيز 30 مكغم/مل على لون محلول البلانك.

Vml of dye	Color	Vml of dye	Color

0.1	Clear	0.6	Clear
0.2	Clear	0.7	Clear
0.3	Clear	0.8	Clear
0.4	Clear	0.9	Purple
0.5	Clear	1	Purple

اختيار وسط التفاعل وحجمه

لاختيار نوع الوسط اللازم لإتمام عملية التفاعل فقد استخدمت حوامض وقواعد عدة، بالتراكيز 0.1 عياري، وكان الوسط الحامضي هو الافضل حيث اعطى فرقا في اللون بين محلول النموذج ومحلول البلانك بينما في الوسط القاعدي اعطى محلول البلانك ومحلول المزيج الحاوي على Par نفس اللون وهو اللون الأصفر، وان حامض HCl كان أفضل الحوامض المستعملة حيث اعطى اعلى امتصاص لمحلول النموذج عند الطول الموجي 524 نانومتر كما في الجدول 5. أفضل حجم منه كان 0.5 مل والذي كان عنده لون المحلول شفاف وعند اضافة اي زيادة من الحامض بعده يتحول لون المحلول الشفاف الى اللون الارجواني كما في الجدولين 5 و 6.

جدول 5: تأثير نوع وسط التفاعل على لون محلول البلانك.

Type of acid and base	Color of blank Solution	Color of Sample Solution	λ_{max} nm	Absorbance at 524 nm
NaOH	Yellow	Yellow	310	0
NH_4OH	Yellow	Yellow	310	0
HCl	Clear	Purple	524	0.19503
H_2SO_4	Clear	Purple	524	0.12104
CH_3COOH	Clear	Purple	524	0.10581

جدول 6: تأثير حجم حامض الهيدروكلوريك على لون محلول البلانك.

Vml of HCl	Color of Blank	V ml of HCl	Color of Blank
0.1	Clear	0.5	Clear
0.2	Clear	0.6	Purple
0.3	Clear	0.7	Purple
0.4	Clear	0.8	Purple

تسلسل الإضافة

تم اختبار عدد من تسلسلات الاضافة للوصول الى أفضل تسلسل اضافة لمكونات محلول البلانك وقد كان لون البلانك في جميع التسلسلات شفافا الا ان أفضل اضافة كانت هي العامل المؤكسد+ الصبغة+ الحامض لان لون البلانك كان مستقرا فيها بينما يتحول المحلولان في التسلسلين الاخرين تدريجيا من اللون الشفاف الى اللون الارجواني الفاتح بمرور الوقت كما في الجدول 7.

جدول 7: تأثير تسلسل الاضافة على لون محلول البلانك.

Addition Order	Color of Blank	Characteristics
O+D+A	Clear	Stable
O+A+D	Clear convert to purple	Unstable
D+A+O	Clear convert to purple	Unstable

O= Oxidizing reagent, D = Dye, and A = Acid

تأثير الزمن على اكسدة الصبغة

درس تأثير الزمن اللازم لأكسدة صبغة المثيل الاحمر قبل اضافة حامض الهيدروكلوريك كما تم اختبار الوقت اللازم لإتمام التفاعل بعد اضافة الحامض قبل التخفيف وبعد التخفيف ووجد ان لا تأثير للزمن في الحالتين على لون المحلول وقراءات الامتصاص كما في الجدول 8.

جدول 8: تأثير زمن اكسدة الصبغة قبل اضافة الحامض والزمن قبل وبعد التخفيف.

Time of Acid addition min	Absorbance at 310 nm		
	Before acid addition	Before dilutic	After dilution
After addition the Dye	0.14929	No change of absorbance	
2	0.149215		
4	0.14926		
6	0.14916		
8	0.14925		
10	0.14930		
12	0.14922		

تأثير الزمن على مراحل تفاعل قصر الصبغة

لوحظ ان قراءات الامتصاص عند 524 نانومتر كانت اعلى ما يمكن بعد مرور عشرة دقائق قبل اضافة الصبغة وذلك لإعطاء الوقت الكافي لأكسدة الباراسيتامول واستمرت مستقرة حتى 16 دقيقة لذلك تم اعتماد الزمن 10 دقائق كزمن ملائم لأكسدة الباراسيتامول باستخدام برمنغنات البوتاسيوم كما في الجدول 9.

جدول 9: تأثير الزمن على اكسدة الباراسيتامول عند524 نانومتر.

Time min	Absorbance	Time min	Absorbance
1	0.35088	9	0.35962
2	0.35461	10	0.36047
3	0.3571	11	0.36047
4	0.35693	12	0.36047
5	0.35767	13	0.36047
6	0.35803	14	0.36047
7	0.35840	15	0.36047
8	0.35889	16	0.36047

تأثير درجة الحرارة على مراحل تفاعل قصر الصبغة

تم تسخين ناتج قصر الصبغة المتكون من كل من محاليل Par والعامل المؤكسد والصبغة والحامض بالحجوم وبالتراكيز المذكورة سابقا وبعد الانتظار لمدة عشرة دقائق بعد التخفيف تم تسخين المزيج بدرجات حرارة متزايدة بدءا من 24º م (درجة حرارة الغرفة) حتى 60ºم ولوحظ ان الامتصاص بدأ بالتناقص بازدياد درجة الحرارة وربما يعود ذلك الى ان زيادة درجة الحرارة يؤدي الى زيادة حجم الصبغة المتفاعل مع الزيادة من العامل المؤكسد، لذلك تم اعتماد درجة 24º م والتي هي درجة حرارة الغرفة كما في الجدول 10.

جدول 10: تأثير درجة الحرارة على ثبات ناتج قصر الصبغة عند 524 نانومتر

TºC	Color	Absorbance
24	Purple	0.36047

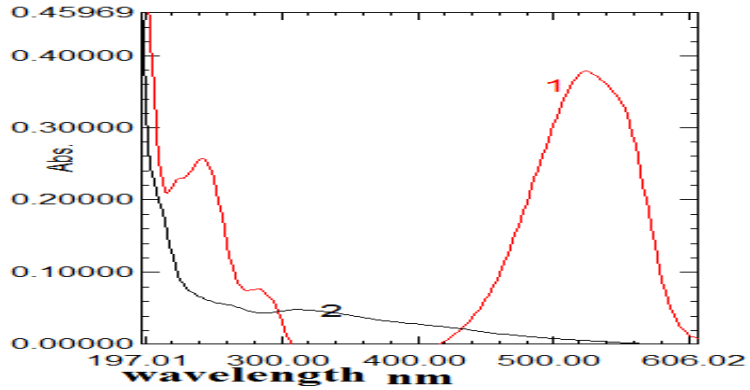
30	Purple	0.35095
35	Purple	0.35107
40	Purple	0.34314
45	Purple	0.33569
50	Purple	0.32373
55	Purple	0.30451
60	Purple	0.28721

اطياف الامتصاص النهائي

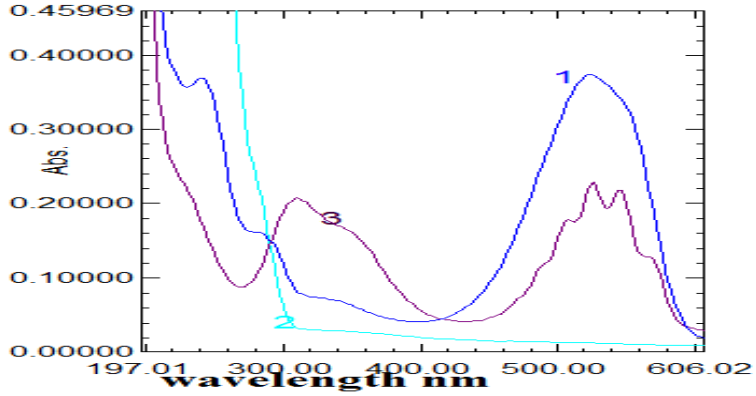
بعد تثبيت جميع الظروف الفضلى، اجري مسح للأطوال الموجية ما بين 190-800 نانومتر لمحلول المزيج (Par والعامل المؤكسد والصبغة والحامض) مقابل محلول البلانك واعطى مزيج التفاعل أعظم امتصاص عند الطول الموجي 524 نانومتر بينما اعطى محلول البلانك امتصاصا عند الطول الموجي 310 نانومتر. كذلك تم اجراء المسح لكل مكون من المكونات (برمنغنات البوتاسيوم وصبغة المثيل الاحمر ومحلول الباراسيتامول) مقابل الماء المقطر واعطوا امتصاص أعظم عند الاطوال الموجية و526 و524 و242 نانومتر على التوالي كما في الشكلين 2، 3.

بناء منحني المعايرة Construction of Calibration Curve

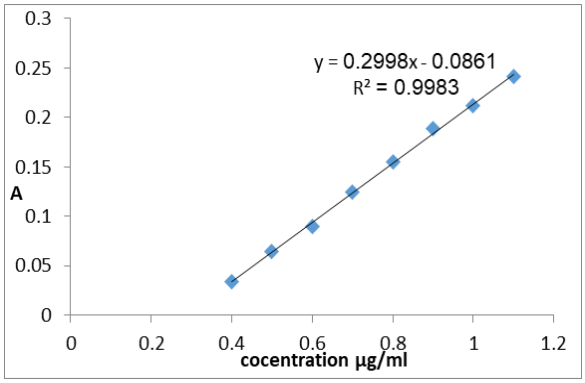
طبقت طريقة العمل المقترحة على تراكيز Par تراوحت ما بين 0.4-1.1 مل باستخدام محلول بتركيز 10 مكغم/مل، وقيس الامتصاص لكل تركيز عند الطول الموجي 524 نانومتر وقد كانت خطية الطريقة ما بين 0.4-1.1 مكغم/مل كما في الشكل 4، وكان معامل الامتصاص المولاري46525.060 لتر/مول×سم و دلالة ساندل 0.00334 ملغم/سم^2, كما تم حساب حد الكشف وحد التقدير وكانا 0.01740 و0.05220 مكغم/مل ما يدل على ان الطريقة ذات حساسية عالية.



شكل 2: طيف الامتصاص لمزيج التفاعل (1) مقابل البلانك وللبلانك (2) مقابل الماء المقطر



شكل 3: طيف الامتصاص لصبغة المثيل الاحمر (1) والباراسيتامول (2) وبرمنغنات البوتاسيوم (3)



شكل 4: منحني المعايرة لتقدير الباراسيتامول 0.4-1.1 مكغم/مل

دقة وتوافق الطريقة

تم اختبار دقة وتوافق الطريقة المقترحة لتقدير Par وبينت النتائج ان الطريقة ذات دقة وتوافق عاليين اذ تراوحت قيمة الاسترجاعية المئوية Rec% ما بين 97.62621-102.07698% وكانت قيمة الانحراف القياسي النسبي RSD% ما بين 0.57827-1.24666% لسبعة قراءات (n=7) ولجميع تراكيز منحني المعايرة في اليوم الواحد في حين تراوحت قيمه في أكثر من يوم ما بين 0.96284-1.57832%. كما في جدول 11.

جدول 11: دقة وتوافق الطريقة المقترحة لتقدير الباراسيتامول

Concentration µg/ml		RSD%		Rec%
Taken	Found	Intra-day	Inter-day	
0.4	0.39967	0.96390	1.24825	99.91744
0.5	0.50306	0.84827	1.57832	100.61110
0.6	0.58576	0.57827	0.97352	97.62621
0.7	0.70223	1.24666	1.26538	100.31930
0.8	0.80564	0.83060	0.99486	100.70460
0.9	0.91869	0.76699	0.96284	102.07698
1	0.99422	1.07788	1.31948	99.42195
1.1	1.09125	1.16432	1.00382	99.20454

تطبيق الطريقة

تم تقدير Par باستخدام الطريقة المقترحة، اذ تم اخذ 20 حبة من كل من المستحضر الدوائي Paracetamol-500 ملغم من انتاج الشركة العامة لصناعة الادوية والمستلزمات الطبية-سامراء والمستحضر الدوائي Paracetamol- 1000 ملغم من انتاج شركة اوا ميديكا-أربيل -العراق. تم طحن الحبوب باستخدام هاون خزفي كل على حدة ومزجت جيدا وكان وزنها 6.23825 و11.15820 غم. ووزن منها ما يكافئ وزن حبة واحدة 0.62383 و1.11582 غم على التوالي واذيبت في كمية من الماء المقطر في بيكر وحرك المحلول جيدا لإتمام اذابة كامل Par، رشحت باستخدام ورق ترشيح نوع واتمان-42 للتخلص من المواد غير الذائبة والشوائب، ونقل المحلول الى قنينة حجمية سعة 1000 مل وأكمل الحجم حد العلامة باستخدام الماء المقطر ليكون تركيز Par مساويا الى 500 و1000 مكغم/مل في محلولي المستحضرين على التوالي. حضر من محلول المستحضرين أعلاه التركيزين 5 و10 مكغم/مل وذلك بنقل 0.1 و0.2 مل من المستحضر الأول الى قنينة حجمية سعة 100مل واكمل الحجم الى حد العلامة بالماء المقطر في القنينتين، اما المستحضر الثاني فقد نقل منه0.1 مل الى قنينتين حجمية الأولى سعة 200مل والثانية سعة 100مل واكمل الحجم بالماء المقطر حد العلامة في القنينتين. طبقت عليهما الطريقة المباشرة وطريقة الإضافة القياسية وكما يأتي.

الطريقة المباشرة Direct Method

تم التقدير بالطريقة المباشرة من خلال استخدام معادلة الخط المستقيم لمنحنى المعايرة للتركيزين 0.5 و1 مكغم/مل من محلولي المستحضرين أعلاه وذلك بنقل 1مل من كل تركيز للمستحضرين الى قنينة سعة 10مل وطبقت عليها طريقة العمل المقترحة. ان قيمة Rec% كانت 103.45261% 99.10700% وقيمة RSD% بلغت 1.48295% و1.67493% في اليوم الواحد و 1.88654% و2.24876% في أكثر من يوم للمستحضر الأول في حين كانت قيمة Rec% لتركيزي المستحضر الثاني

101.94636% و 104.17500% وقيمة RSD% كانت 2.01597% و1.95836% في اليوم الواحد وكانت 1.95820% و2.49205% وفي أكثر من يوم للتركيزين 0.5 و1 مكغم/مل على التوالي كما في الجدول 12.

جدول 12: تطبيق الطريقة المباشرة لتقدير الباراسيتامول.

Drug	Conc µg/ml		RSD%		Rec%
	Taken	Found	Intra-day	Inter-day	
Paracetamol-500mg SDI	0.5	0.51726	1.48295	1.88654	103.45261
	1.0	0.99107	1.67493	2.24876	99.10700
Paracetamol	0.5	0.50973	2.01597	1.95820	101.94636
	1.0	1.04175	1.95836	2.49205	104.17500
Mean			1.78305	2.14639	102.17024

طريقة الاضافة القياسية Standard Addition Method

طبقت طريقة الاضافة القياسية للتركيزين 0.4 و0.7 مكغم/مل من كل مستحضر. حيث تم نقل 0.4 و0.7 مل من محلولي المستحضرين ذوا التركيز 10 مكغم/مل الى قناني حجمية سعة 10 مل، اضيف 0.3 مل من المحلول القياسي للـ Par ذي التركيز 10مكغم/مل الى كل من التركيزين المذكورين. طبقت عليهما الطريقة المقترحة وتم قياس الامتصاص لكل تركيز باستخدام معادلة الخط المستقيم ووجد ان قيمة Rec% كانت 102.57195% و101.93025% بينما قيمة RSD% كانت 3.75934% و2.85621% ضمن اليوم الواحد و1.67483% و2.09582% ضمن أكثر من يوم للتركيزين 0.4 و0.7 مكغم /مل على التوالي للمستحضرين كما في الجدول 13. الخصائص التحليلية لطريقة قصر الصبغة لتقدير Par ملخصة في الجدول 14.

جدول 13: تطبيق طريقة الاضافة القياسية لتقدير الباراسيتامول

Drug	**Conc µg/ml**			**RSD%**		**Rec%**
	Taken	added	Found	Intra-day	Inter-day	
Paracetamol-500 mg	0.4	0.3	0.41029	3.75934	1.95984	102.57195
	0.7	0.3	0.71397	2.94728	2.09582	101.99583
Paracetamol-1000 mg	0.4	0.3	0.40824	2.85621	1.67483	102.05947
	0.7	0.3	0.71351	3.18573	1.84732	101.93025
Mean				3.18714	1.89445	102.13937

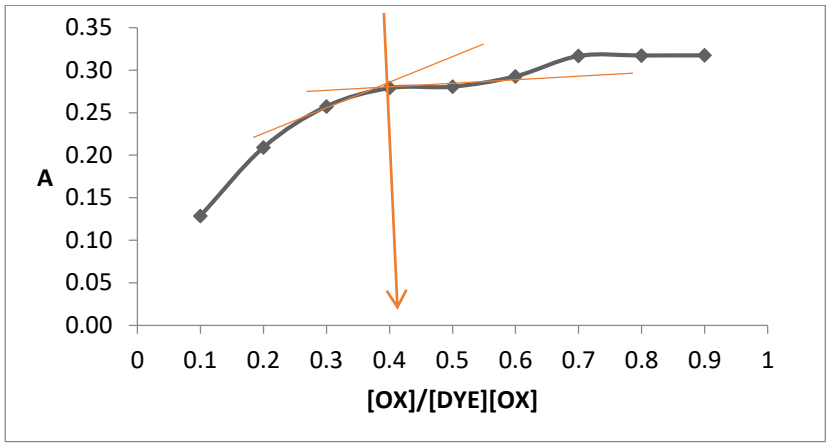
جدول 14: الخصائص التحليلية لتقدير الباراسيتامول بطريقة قصر الصبغة

λ_{max} nm	Linearity µg/ml	Slope	R^2	LODµg/ml	LOQ µg/ml	Ɛ L/mol,cm	Sandell's Index µg/cm^2
524	0.4-1.1	0.2998	0.9983	0.017400	0.05220	46525.06	0.00334

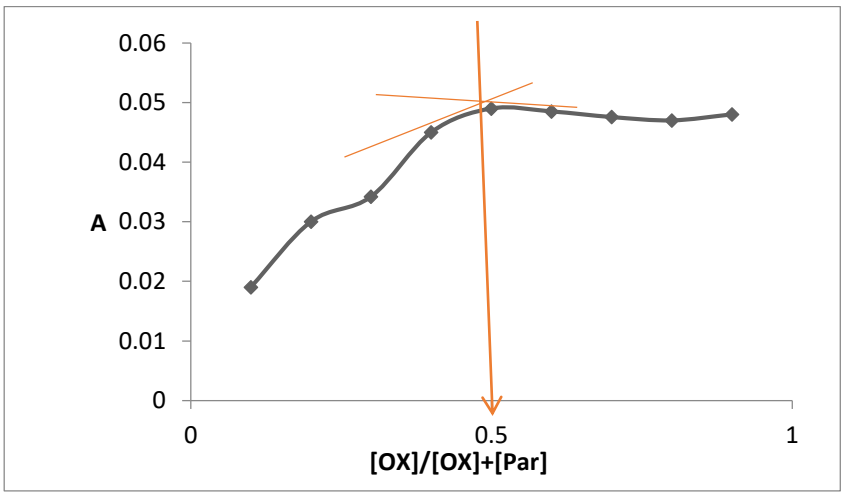
نسبة ارتباط المركبات Stoichiometry of the compounds

لغرض معرفة عدد المولات المتفاعلة من برمنغنات البوتاسيوم اما مع صبغة MR فقد تم استعملت طريقة النسبة المولية و ذلك بوضع تركيز ثابت(1×10^{-5} مولاري) من PP وتراكيز متزايدة من MR تتراوح ما بين 1×10^{-5} – 9×10^{-5} مولاري في قنينتان حجمية سعة 10 مل وباتباع طريقة العمل المقترحة للبلانك و اكمال الحجم الى حد العلامة باستخدام الماء المقطر و قياس الامتصاص عند الطول الموجي 310 نانومتر، لوحظ ان نسبة التفاعل ما بين برمنغنات البوتاسيوم و صبغة MR كانت 2:1, و

بنفس الطريقة تم حساب نسبة الارتباط ما بين PP بتركيز 2.9×10^{-5} مولاري و Par بالتراكيز2.9×10^{-5} – 26.1×10^{-5} مولاري مقابل الماء المقطر و قياس الامتصاص عند 524 نانومتر وقد وجد ان نسبة الارتباط بينهما هي 1:1 كما في الشكلين 5 و 6.



الشكل 5: منحنى النسبة المولية لبرمنغنات البوتاسيوم وصبغة المثيل الأحمر



الشكل 6: منحنى النسبة المولية لبرمنغنات البوتاسيوم الباراسيتامول

References

1. Kennedy, A. R., King, N. L., Oswald, I. D., Rollo, D. G., Spiteri, R., & Walls, A. (2018). Structural study of salt forms of amides; paracetamol, benzamide and piperine. *Journal of Molecular Structure*, 1154, 196-203.
2. Pharmacopoeia, B. (2017). *London: Stationary Office London. Appendix XII C pp*. V-A382-A386, III-75.
3. Saragiotto, B. T., Shaheed, C. A., & Maher, C. G. (2019). Paracetamol for pain in adults. *British Medical journal,367, 1-5.*
4. Cormie, P. J., Nairn, M., & Welsh, J. (2008). Control of pain in adults with cancer: A national clinical guideline. *Scottish Intercollegiate Guidelines Network*.
5. Daly, F. F., Fountain, J. S., Murray, L., Graudins, A., & Buckley, N. A. (2008). Guidelines for the management of paracetamol poisoning in Australia and New Zealand-explanation and elaboration. *Medical Journal of Australia*, 188(5), 296; 188: 296-301.
6. Khashab, M., Tector, A. J., & Kwo, P. Y. (2007). Epidemiology of acute liver failure. *Current Gastroenterology Reports*, 9(1), 66-73.
7. Hawkins, L. C., Edwards, J. N., & Dargan, P. I. (2007). Impact of restricting paracetamol pack sizes on paracetamol poisoning in the United Kingdom. *Drug Safety*, 30(6), 465-479.
8. Larson, A. M., Polson, J., Fontana, R. J., Davern, T. J., Lalani, E., Hynan, L. S, & Acute Liver Failure Study Group. (2005). Acetaminophen-induced acute liver failure: results of a United States multicenter, prospective study. *Hepatology*,42(6), 1364-1372.
9. Bergman, K., Müller, L., & Teigen, S. W. (1996). Series: current issues in mutagenesis and carcinogenesis, No. 65. The genotoxicity and carcinogenicity of paracetamol: a regulatory (re)view. *Mutation research*, 349(2), 263–288. https://doi.org/10.1016/0027-5107(95)00185-9.
10. Al-Shwaiyat MK.(2013). Spectrophotometric determination of Paracetamol by reduction of 18-Molybdo-2-Phosphate Heteropoly anion. *Jordan Journal of Chemistry*, 8(2),79-89.
11. Nwanisobi G. A. 92018). Charge Transfer Determination of Paracetamol with Picric Acid*. Journal of Pharmacy and Pharmacology*,1 (2),1-4.
12. Pasha C. (2020). Determination of Paracetamol in pharmaceutical samples by spectrophotometric method*. Eclética Química Journal*, 45(3),37-46.
13. Rashid QN. (2020). Spectrophotometric Determination of Paracetamol and Phenobarbital in Raw Forms and in their Pharmaceutical Preparations. *Systematic Reviews in Pharmacy*, 11(1):273-280.
14. Thanoon ES. (2019) Spectrophotometric Determination of Paracetamol Using Diazotization Coupling Reaction. *Rafidain Journal of Science* ,28(2),76-83.
15. Dang HV, Thu HTT, Ha LDT, Mai HN. (2020) RP-HPLC and UV Spectrophotometric Analysis of Paracetamol, Ibuprofen, and Caffeine in Solid Pharmaceutical Dosage Forms by Derivative, Fourier, and Wavelet Transforms: A Comparison Study, Systematic *Reviews in Pharmacy*,2020,1-13. https://doi.org/10.1155/2020/8107571.
16. Issa MM, Nejem RM, El-Abadla NS, Al-Kholy M, and Saleh AA.(2008) Novel atomic absorption spectrometric and rapid spectrophotometric methods for the quantitation of Paracetamol in saliva: Application to pharmacokinetic studies. *Indian Journal of Pharmaceutical Sciences*, 70(3),344-350.
17. Darkwah EK, Acquah CK, Lambon PS, Ameko DK, Akanji O, Ayim JS. (2019) Simultaneous Quantification of Acetaminophen, Caffeine, and Ibuprofen in Fixed-Dose Combination Drug Using HPLC with UV Detection. *Journal of Advances in Medical and Pharmaceutical Sciences*,20(2), 1-19.
18. Bachute MT, Shanbhag SV, and Turwale SL.(2019) Simultaneous Determination of four active Pharmaceuticals in Tablet Dosage form by Reversed-Phase High Performance Liquid Chromatography. *Tropical Journal of Pharmaceutial Research*, 18 (10),2161-2166.
19. Zambakjian, C., & Sakur, A. A. (2020). A new gas chromatographic method development and validation for the simultaneous determination of ibuprofen and caffeine in bulk and pharmaceutical dosage form. Future *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 6(1),1-8. doi:10.1186/s43094-020-00123-0

20. Chaudhary, J., Jain, A., & Saini, V. (2019). Novel RP-HPLC method for estimation of paracetamol and promethazine simultaneously in syrup formulation. *Journal of Research in Pharmacy,* 23(3),476-483.
21. . Ahmed, S. H. (2020). Development of a Method for Determination of Diphenhydramine HCl and Ibuprofen in Pharmaceutical Preparations (Tablets). *Systematic Reviews in Pharmacy*, 11(10), 225-229.
22. Serrano, N., Castilla, Ò., Ariño, C., Diaz-Cruz, M. S., & Díaz-Cruz, J. M. (2019). Commercial screen-printed electrodes based on carbon nanomaterials for a fast and cost-effective voltammetric determination of paracetamol, ibuprofen and caffeine in water samples. *Sensors*, 19(18), 4039.
. https://portalrecerca.csuc.cat/article/doi/10.3390/s19184039.
23. Okai, C. A., Orman, E., & Agyenim–Boateng, A. (2016). Validation of Titrimetric-UV Spectrophotometric Method for the Simultaneous Quantification of Paracetamol, Caffeine and Ibuprofen in Pharmaceutical Dosage Forms. *Journal of Pharmaceutical Research International*, 12(4), 1-14.

IRAQI Academic Scientific Journals

Samarra Journal of Pure and Applied Science

SJPAS

www.sjpas.com

p ISSN: 2663-7405
e ISSN: 2789-6838

Indirect Spectrophotometric Determination of Paracetamol Via Oxidation and Bleaching the Color of the Dye Method with Potassium Permanganate as an Oxidation Reagent

Khalaf F. alsamarrai[1*], Suham Tawfeq Ameen[2]

1 Department of Chemistry. College of Education. University of Samarra, Samarra, Iraq

2 Department of medical Laboratory Techiniques. College of Medical & Health Technology, Uruk University, Baghdad, lraq

https://doi.org/10.54153/sjpas.2022.v4i1.343

Article Information

Received: 22/01/2022
Accepted: 05/02/2022

Keywords:

Indirect spectrophotometric determination, Paracetamol, Bleaching of dye, Methyl Read Dye, potassium Permanganate, and Oxidation reagent

Corresponding Author

Email: alfarisalsamarrai2013@gmail.com
Mobile:

Abstract

Paracetamol (Par) is determined by an indirect, simple, Economic method. This method is based on the reaction of access of Potassium Permanganate (PP) as an oxidation reagent with Par, the access of PP reacts with Methyl Red Dye (MR. When the Par concentration increases, the access of PP decreases, and the dye concentration which oxiadizes decreases, then the absorbance will increase with the increase of Par concentration. A number of conditions affecting on the reaction have been studied in order to reach the best results. The linearity was up to 0.4-1.1 µg/ml, the value of R^2 was 0.9983, molar absorptivity was 46525.06000 L/mol.cm, Sandell's index was 0.00334 µg/cm^2, and the limit of detection and limit of quantification were 0.01740 and 0,05220 µg/ml respectively. The method applied successfully to determination of Par in synthetic and Pharmaceutical forms.