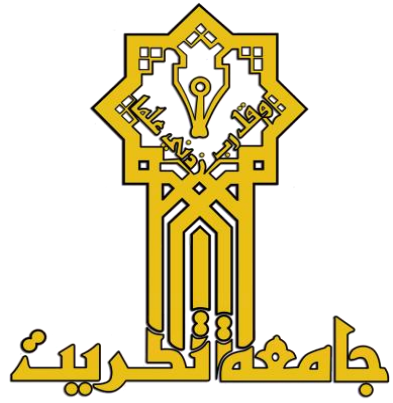


وزارة التعليم العالي والبحث

العلمي

جامعة تكريت / كلية العلوم / قسم

الكيمياء



التقدير الطيفي والكهروكيميائي لبعض المركبات الصيدلانية

رسالة قدمها

محمد فرحان احمد

بإشراف

م.د. شذى يونس يحيى

م.د. فدعم متعب عبدون

مكونات البحث : Contents

يتكون البحث من ثلاثة فصول :

الفصل الاول : مقدمة عن الأقطاب الانتقائية الايونية، مطيافية الإمتصاص للأشعة فوق البنفسجية-المرئية، ثلاثي فلويرازين هيدروكلورايد، يوديد الايزوبروباميد واستعراض المراجع

الفصل الثاني : تقدير عقار ترايفلورايزين هيدروكلورايد بطريقة كهروكيميائية باستخدام الأقطاب الغشائية الانتقائية الايونية وطريقة طيفية باستخدام عملية الأقتران التأكسدي مع 2-امينو بيريدين .

الفصل الثالث : تقدير عقار يوديد الايزوبروباميد بطريقة كهروكيميائية باستخدام الأقطاب الغشائية الانتقائية الأيونية وطريقة طيفية باستخدام عملية الأقتران التأكسدي مع حامض السلفانيليك .

الفصل الأول
المقدمة واستعراض المراجع
Introduction &
Literature Review

أولاً :الأقطاب الغشائية الانتقائية

هي مستشعرات (أو مجسات) كهروتحليلية تقوم بتحويل الفاعلية الكيميائية لأيونات محددة ومعينة في محلول ما إلى جهد كهربائي يتناسب فرق الجهد الكهربائي مع فاعلية الأيونات وفق معادلة نيرنست .

تنقسم الأقطاب الغشائية الانتقائية اعتماداً على الطبيعة الفيزيائية أو الكيميائية للمادة المصنوع منها القطب إلى :-

1-الأقطاب الانتقائية الأيونية : تتميز هذه الأقطاب بإستجابة أغشيتها للفصائل الأيونية وتقسم الى:-

A-الأقطاب الغشائية البلورية : يدخل في تركيب غشائها أملاح لاعضوية ضئيلة الذوبان وتتكون من نوعين :-

1- احادية البلورة

2-متعددة البلورة .

B-الأقطاب الغشائية الغير بلورية :المادة السائدة فيها تحتوي على مبادل أيوني (إما موجب الشحنة أو سالب الشحنة) وكذلك على مذيب ملدن وان الغشاء الناتج يكون وسط محلولين مائيين، (Plasticizer) وتشمل:-

1-الأقطاب الغشائية الزجاجية

2-الأقطاب الغشائية غير الزجاجية وتشمل:-

A-الاقطاب الغشائية السائلة

B-الاقطاب البوليمرية ساكنة الايونات

2-الأقطاب الإنتقائية الغشائية الجزيئية وتشمل:-

A- الأقطاب الحساسة للغازات وهي متحسسات متكونة من قطب عامل، حيث يكون الغشاء في هذا النوع من الأقطاب مسامياً ورقيقاً

جدا ويكون مصنوع

من مواد بلاستيكية غير محبة للماء، ويكون متصلاً مع طبقة رقيقة من المحلول وكذلك مفصلاً عنه عن طريق الفجوات الهوائية وقطب اخر مرجع

B-أقطاب الانتقائية

الأقطاب المايكروية: يتكون من بصيلة ذات شكل منتفخ زجاجي صغير مملوئاً بنواقل متعادلة مكوناً غشاء حساس لتراكيز قليلة جداً من **3.** الأيونات

ثانياً: أقطاب أغشية PVC

حيث يدخل الناقل الأيوني بهيئة مادة فعالة في الغشاء السائل، أما المادة البوليمرية فتكون مذابة في المادة الملدنة، ومن المهم في اختيار المادة الملدنة هو ملاحظة مدى تأثير الملدن في الإستجابة والميل والانتقائية للأقطاب الغشائية للـ PVC

الجهد ومعادلة نيرنست

يمكن تقسيم جهد الغشاء (E_m) للأقطاب الانتقائية الأيونية إلى ثلاثة جهود مساهمة وهي :

- جهدا الحد ملتقى السوائل مع كلاً من سطحي الغشاء (E_{b1} و E_{b2}) وجهد الانتشار (E_D) الذي يكون ضمن الغشاء الأيوني الانتقائي.

- أما الجهود (E_{R1} و E_{R2}) فهي تمثل الجهود القياسية لأقطاب المرجع الداخلية والخارجية

$$E_m = \text{Constant} \pm 2.303 \frac{RT}{nF} \log[i]$$

- E_m : يمثل جهد الغشاء المتكون خلال الخلية .

- Constant: يمثل ثابت الجهد القياسي والذي يساوي مجموع جهود التقاء السوائل مع جهد قطب المرجع.

- $[i]$: يمثل التركيز المولاري للأيون i .

- R : يمثل الثابت العام للغازات ($R = 8.314 \text{ J mole}^{-1} \text{K}^{-1}$).

- T : يمثل درجة الحرارة المطلقة والمقاسة بالكلفن ($T = 273 \text{ K}$).

- n : تمثل الشحنة الأيونية للأيون i .

خواص الأقطاب الانتقائية الأيونية

- 1- الانتقائية Selectivity :- هي قابلية القطب الانتقائي الأيوني على الاستجابة لأيون ضعيف بوجود أيونات أخرى في المحلول تسمى الأيونات المتداخلة
- 2- معامل الانتقائية Selectivity Coefficient :- هو درجة الاستجابة للقطب الانتقائي للأيون الأساس (i) بوجود الأيون المراد تحليله (j) في المحلول اذ

يرمز له $K_{i,j}^{pot}$

$$E_{cell} = \text{Constant} \pm 2.303 \frac{RT}{nf} \log a_i + \sum K_{i,j}^{pot} \cdot a_j^{Z_i/Z_j}$$

$$K_{i,j}^{pot} = \frac{C_i \min . P}{C_j \max . 100}$$

- E_{cell} : هو جهد الخلية.
- $K_{i,j}$: هو معامل الانتقائية للقطب الانتقائي للأيون المتداخل (j) والأيون المراد تقديره (i).
- a_i : هي فعالية الأيون الأساسي ذو الشحنة Z_i .
- a_j : هي فعالية الأيون المتداخل ذو الشحنة Z_j .
- min : هو أدنى تركيز متوقع للأيون المراد تقديره.
- $C_j \max$: هو أعلى تركيز متوقع للأيون المتداخل.
- P : هو الخطأ النسبي الذي يسمح به عند تحليل الأيون (i) نتيجة تداخل الأيون (j).

خواص الأقطاب الانتقائية الأيونية

3-مدى الاستجابة الخطية **Liner Response Range**

قيمة أعلى وأدنى تركيزاً خطياً والتي من الممكن الحصول عليها عند غمر القطب في محلول أيوناته وهي تعتبر مقياساً لحساسية القطب وتعرف بمدى التركيز وغالباً ما تحصل انحرافات في الاستجابة الخطية للقطب الانتقائي الأيوني عند استخدام محاليل تكون فعالية الأيون المراد تقديره فيها عالية جداً أو واطئة جداً

4-زمن الاستجابة **Response Time**

المدة الزمنية الضرورية لوصول القطب الانتقائي الأيوني إلى الحالة المستقرة مع حصول تغير في الجهد بحدود $\pm 1\text{mV}$ والعوامل التي تؤثر عليها

- 1. نوع الغشاء 2. سرعة التحريك للمحلول المقاس 3. تركيز المحلول المقاس 4. درجة الحرارة 5. الأيونات المتداخلة.

5-الميل **Slope**

- الانحدار للجزء الخطي لمنحني المعايرة للقطب الانتقائي الأيوني وبعد رسم الاستجابة للقطب (جهد القطب بالملي فولت) مقابل لوغاريتم الفعالية أو تركيز الأيون المراد تقديره، فإن قيمة الميل النظرية ستساوي (59.15 mV/decade) للأيون أحادي الشحنة (Monovalent) و (29.58 mV/decade) للأيون ثنائي الشحنة (Divalent) و (19.7 mV/decade) للأيون ثلاثي الشحنة (Trivalent)

6. العمر الزمني للقطب **Life Time Electrode**

مطيافية الإمتصاص للأشعة فوق البنفسجية - المرئية

ذلك العلم الذي يهتم بتفاعل الاشعاع الكهرومغناطيسي مع المادة وهذا التفاعل سوف يؤدي إلى حدوث إنتقالات الكترونية للطاقة بين مستويات محددة ولمطيافية الامتصاص للأشعة فوق البنفسجية – المرئية العديد من الانتقالات الألكترونية

- 1. انتقالات $a \rightarrow a^*$: حيث تحدث هذه الانتقالات عند الأطوال الموجية القصيرة الأقل من (200 nm).
- 2. انتقالات $\pi \rightarrow \pi^*$: حيث أن هذه الانتقالات تحتاج إلى طاقة بطول موجي من (150 nm – 600 nm).
- 3. انتقالات $n \rightarrow \pi^*$: حيث تحدث هذه الانتقالات في منطقتي الأشعة فوق البنفسجية والمرئية (180 nm – 700 nm).
- فإن قياس الأشعة الممتصة من قبل جزيئات المحلول يخضع لقانون لامبرت – بير (Beer - Lambert) ذو الصيغة :

$$A = \log I_0/I \dots\dots\dots(14)$$

$$A = \Sigma .b .c$$

حيث أن :

• I_0 : تمثل شدة الشعاع الساقط.

• I : تمثل شدة الشعاع النافذ.

• A : تمثل الامتصاص.

• Σ : تمثل معامل الامتصاص المولاري ويقاس بوحدات (لتر/مول.سم).

• b : تمثل طول مسار الشعاع ويقاس بوحدة السنتيمتر.

• C : تمثل التركيز ويقاس بـ(مول/لتر).

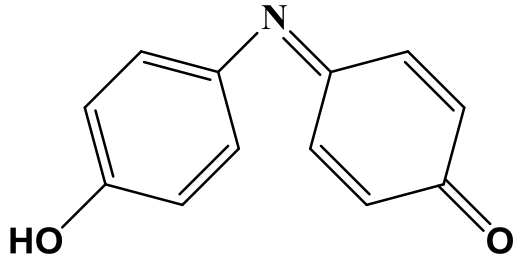
التقدير الطيفي لتفاعلات الاقتران التأكسدي

تعتبر تفاعلات الاقتران التأكسدي من أهم التفاعلات العضوية والتي لها تطبيقات واسعة وخصوصاً في الكيمياء التحليلية، وتتضمن عادة تفاعلات الاقتران التأكسدي اقتران مادتين عضويتين أو أكثر بوجود عامل مؤكسد مما يؤدي إلى حدوث عملية أكسدة لهذه المواد في ظروف تفاعل مناسبة ويمكن الاستفادة من هذا التفاعل في التقدير الكمي للعديد من المركبات العضوية المختلفة تؤدي بالتالي إلى تكوين مركبات وسطية والتي تتفاعل مع بعضها البعض لتعطي ناتج ملون من الممكن قياسه طيفياً

ومن الكواشف المستخدمة في تفاعلات الاقتران التأكسدي هي الأمينات والفينولات غير المعوضة في موقع بارا

يعد Berthelot أول من درس تفاعلات الاقتران التأكسدي وسمي باسمه حيث يتضمن هذا التفاعل مفاعلة أيونات الأمونيوم مع كاشف الفينول تحت ظروف مناسبة للأكسدة وذلك لتكوين صبغة الاندوفينول الزرقاء والتي تقاس الامتصاصية لها عند أقصى طولين موجيين $\lambda_{max} = 720nm, 630nm$

الاندوفينول



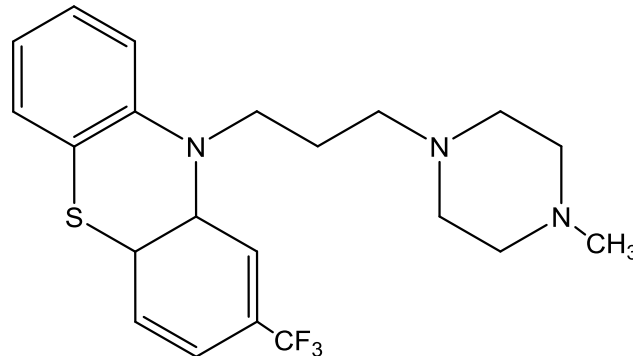
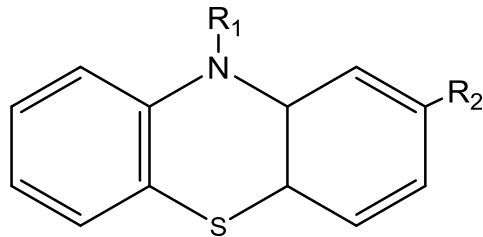
Triflouperazine hydrochloride ثلاثي فلويرازين هيدروكلورايد

10 - [3 - (4 methyl piperazine - 1 - yl) - 2 - (triflouromethyl) - 10 H - **phenothiazine di hydrochloride**

هو أحد مشتقات الفينوثايزين ، والفينوثايزين هو أحد المركبات العضوية الحلقية غير المتجانسة والذي يحتوي على ذرة كبريت وذرة نتروجين، ويمكن تحضيره من اتحاد ثنائي فنييل الأمين مع الكبريت

الفينوثايزين

TFPH ترايفلورايزين هايدروكلورايد



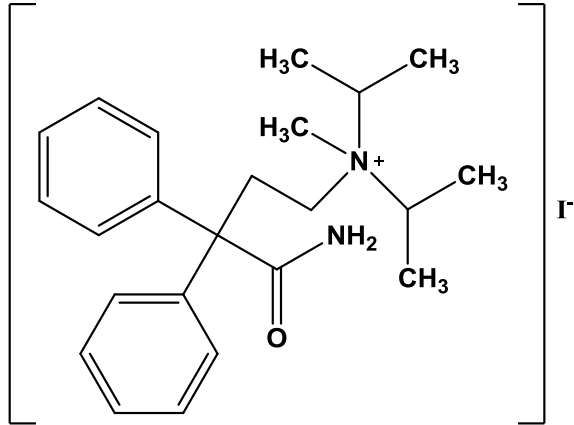
+ 2HCl

Iodide Isopropamide ايزوبروباميد ايودي

amino – *N,N* diisopropyl-*N*-methyl-4-oxo-3,3-diphenylbutan-1-amonium iodide

هو دواء مضاد للكولين وطويل المفعول ويحتوي عقار الايزوبروباميد ايودي على مجموعة كاتيون أمونيوم الرباعي، ويتوفر غالباً على شكل ملح اليودي كما يمكن أن يتوفر على شكل أملاح البروميد والكلوريد

الايزوبروباميد ايودي



الفصل الثاني

تقدير ثلاثي فلورو بيرازين هيدروكلوريد عن طريق بناء
أقطاب غشائية انتقائية أيونية وتقديره طيفيا باستعمال
الكاشف (٢-امينو بيريدين) بطريقة الاقتران التأكسدي

No.	Substance	Chemical formula	The percent purity	Manufactures company
1	Sodium tetra phenyl borate	$\text{NaB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4$	98%	BDH
2	Ammonium Reinackate	$\text{NH}_4[\text{Cr}(\text{NH}_3)_2(\text{SCN})_4(\text{H}_2\text{O})]$	98%	BDH
3	Di butyl phthalate	$\text{C}_{16}\text{H}_{22}\text{O}_4$	98%	Fluka
4	Poly vinyl chloride	$[-\text{CH}_2-\text{CHCl}-]_n$	98%	Fluka
5	Acetone	$\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$	99.5%	BDH
6	Sodium carbonate anhydrous	Na_2CO_3	99.5%	BDH
7	Barium chloride dihydrate	$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	99-102%	BDH
8	Zinc sulphate	$\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	99%	BDH
9	Manganous chloride tetrahydrate	$\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	97%	BDH
10	Tetra hydrofuran	$\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$	99%	BDH
11	Hydrochloric acid	HCl	37%	BDH
12	Sodium hydroxide	NaOH	99%	BDH
13	Sodium chloride	NaCl	99.5%	BDH
14	Trifluoperazine HCl	$\text{C}_{21}\text{H}_{16}\text{F}_3\text{N}_3\text{S}$	99.8%	S.D.I
15	Glucose	$\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$	99%	S.D.I
16	Lactose	$\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$	99.5%	BDH
17	Sucrose	$\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$	99%	BDH
18	Maltose	$\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$	99%	BDH
19	Calcium sulphate	CaSO_4	99%	BDH

الأجهزة ،الأدوات والمواد

التسلسل	اسم الجهاز	نوعه
١	جهاز المطياف مزدوج الحزمة	UV.visible Spectrophotometer UV-1800 Shimadzu
٢	جهاز المطياف احادي الحزمة	Uv-1100 Chrom TECH
٣	ميزان حساس ذو اربع مراتب عشرية	Balance Kern Abs 120-4
٤	جهاز الموجات فوق الصوتية	UD100SH-31Q3 (UltraSonic Cleaner-50B
٥	جهاز قياس الدالة الحامضية	(Jenway PH meter 33100)
٦	حمام مائي	Water bath
٧	فرن تجفيف	Oven

يوضح النسب الحجمية للعقار مقابل حجوم المواد الفعالة STPB

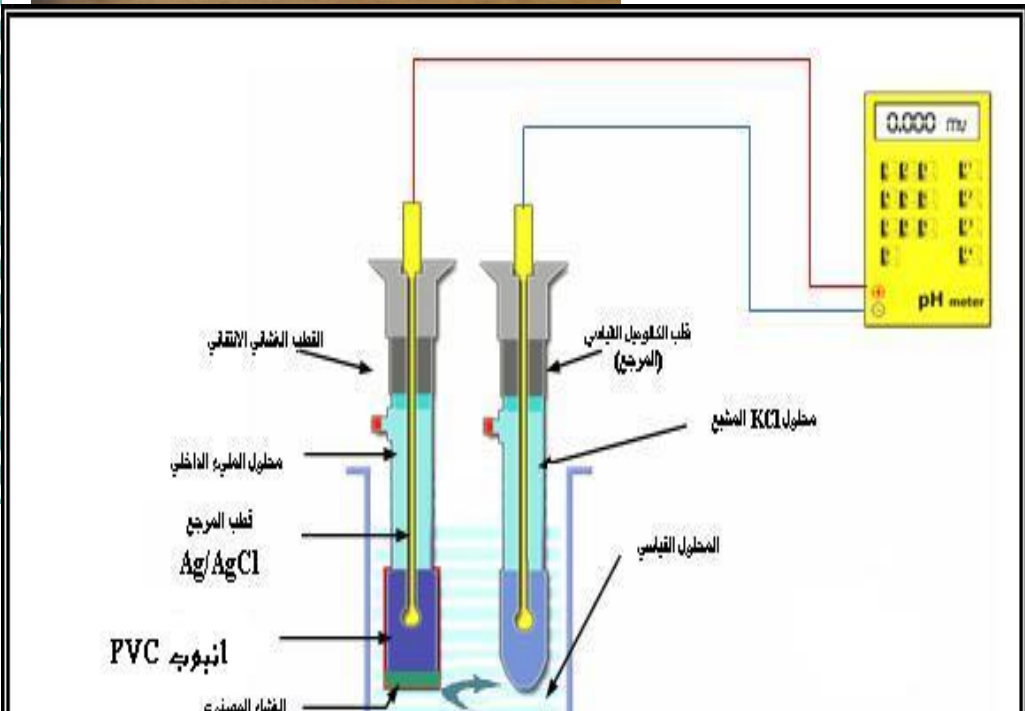
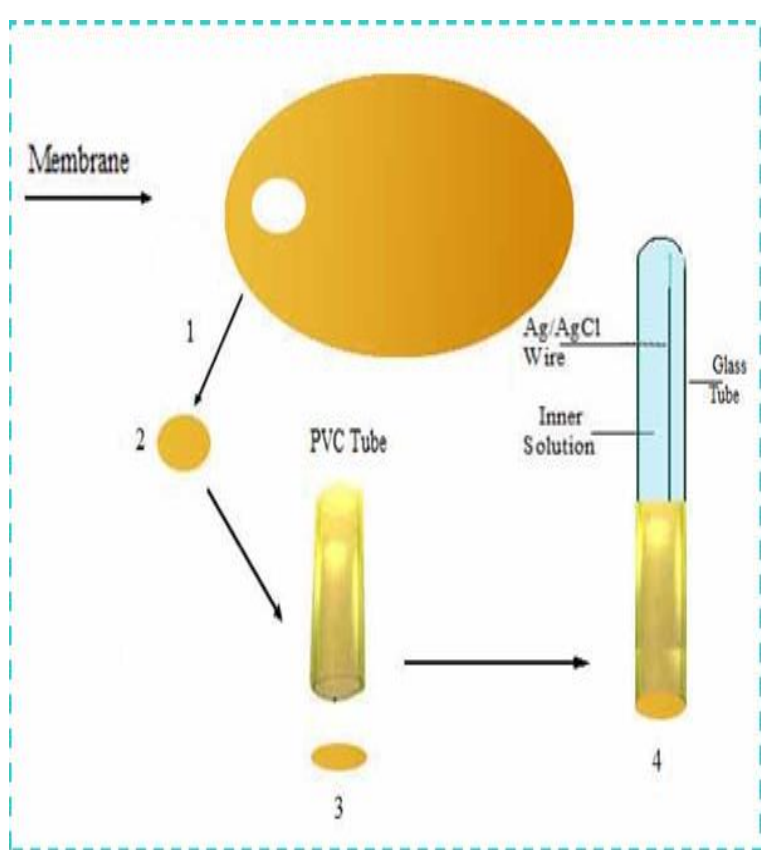
الملاحظات	العقار : المادة الفعالة (TFPH) : (STPB)
لونه أصفر فاتح ولا يوجد راسب	1 : 1
لونه أصفر فاتح مع وجود راسب قليل	2 : 1
لونه أصفر فاتح مع وجود كمية كبيرة من الراسب	3 : 1

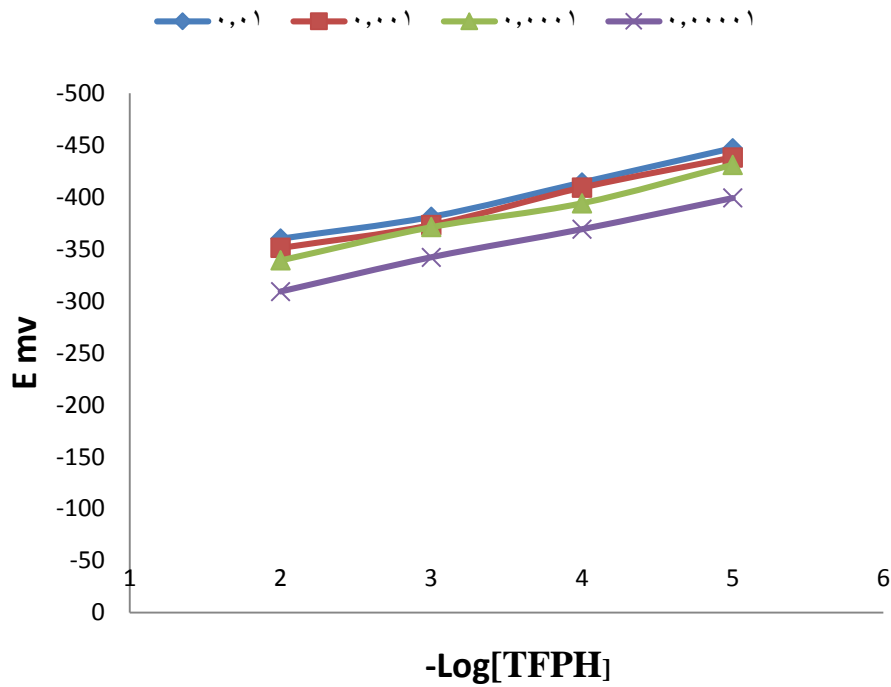
- تم تحضير الغشاء الانتقائي وذلك بمزج مكوناته طبقاً لنسب وزنية معينة وكما يأتي :
- 1. أذيب (0.45 غرام) من مسحوق مادة (PVC) في مزيج مكون من (10مل) من الأسيتون + (20مل) رباعي هيدرو فوران (THF).
- 2. أضيف إلى المزيج (0.1 غرام) من المعقد الدوائي والمحضر مسبقاً مع التحريك المستمر لحين إتمام عملية الإذابة بإستعمال جهاز الإذابة بالموجات فوق الصوتية (Ultra Sonication).
- 3. أضيف (0.433 غرام) من المادة الملدنة ثنائي بيوتل فتاليت (DBP) مع التحريك المستمر لحين التجانس.
- 4. صب المزيج المتكون في طبق زجاجي (Petri dish) قطره (10سم) وبشكل مستوي ثم تغطية المحلول بعدد من أوراق الترشيح فوق الطبق الزجاجي وتثبيتته بثقل بحدود (200 غرام) وتترك لمدة (72 ساعة) ليحفظ في درجة حرارة الغرفة في وضع مستوي من أجل تساوي سمك الغشاء ثم بعد ذلك يرفع الغشاء الأساسي بعناية بواسطة ملقط (Tong) وبسمك (0.3 ملم) تقريباً. والصورة رقم (١) توضح الغشاء المتكون حيث كانت المساحة كافية للغشاء لتصنيع (8-12) قرصاً لتصنيع القطب قيد الدراسة.

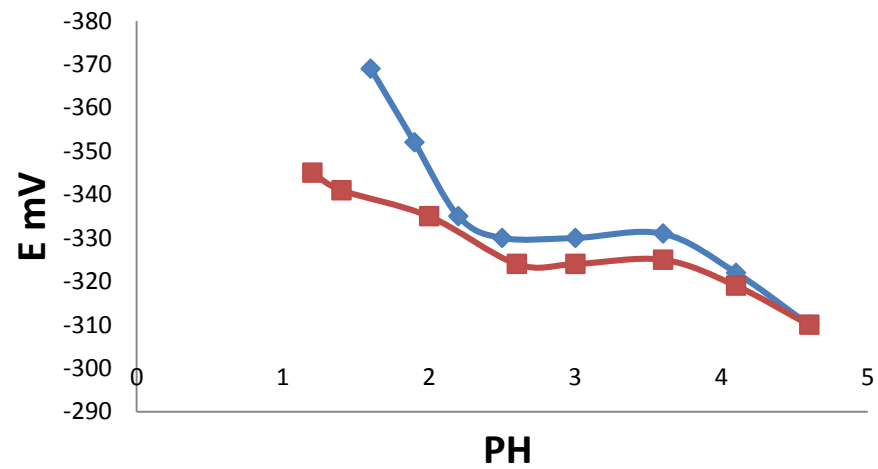
• تركيب القطب الغشائي الانتقائي :

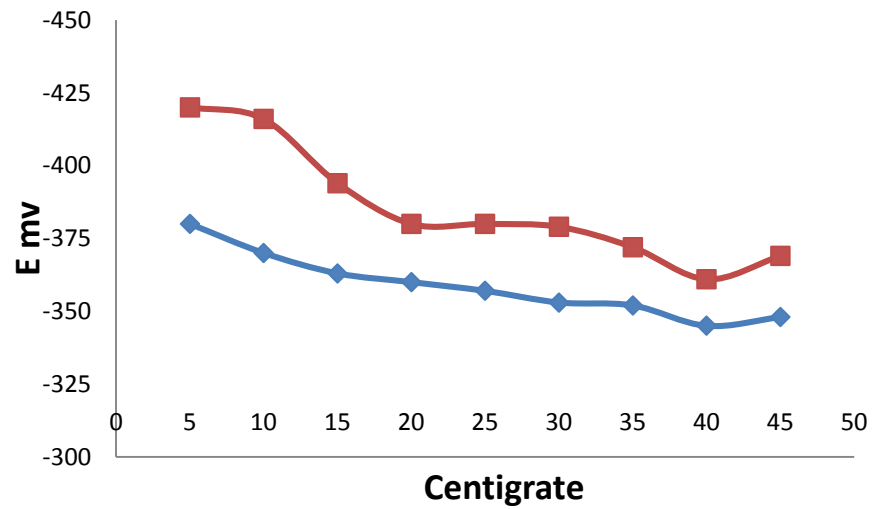
• Construction of selective membrane electrode :

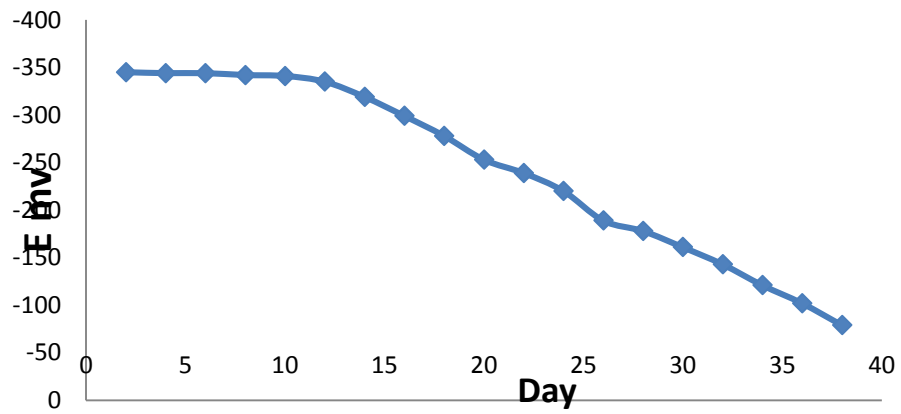
- 1. قطع جزء من أنبوب (PVC) طوله (5سم) وقطره الخارجي (1.5سم) وغمس إحدى نهايتيه في مذيب ال-THF ومسك بوضع عمودي وحرك بحركة دائرية على صفيحة زجاجية لأجل تسويته.
- 2. قطع قرص (Disk) دائري من الغشاء وبقطر أكبر من القطر الخارجي لأنبوب ال-PVC ثم لصق نهاية القرص بلاصق مكون من THF + PVC بعناية تامة.
- 3. إيبصال النهاية الأخرى لأنبوب ال-PVC بأنبوب خارجي يحتوي على قطب فضة - كلوريد الفضة Ag/AgCl ، ثم ربطها بجهاز قياس فرق الجهد وبسلك معزول.
- 4. تم ملئ أنبوب ال-PVC بحدود ثلثيه بمحلول ملئ داخلي للمادة الدوائية (TFPH) ويغمر القطب في محلول المادة الدوائية القياسية وبنفس تركيز محلول الملئ الداخلي ولمدة ساعتين وذلك لمجانسة غشاء القطب ونشبعه بمحلول تركيزه متساوي داخل الغشاء وخارجه، ولإتمام عملية التبادل الأيوني بصورة منتظمة من المحلول الخارجي إلى الغشاء ثم إلى المحلول الداخلي وبالعكس.



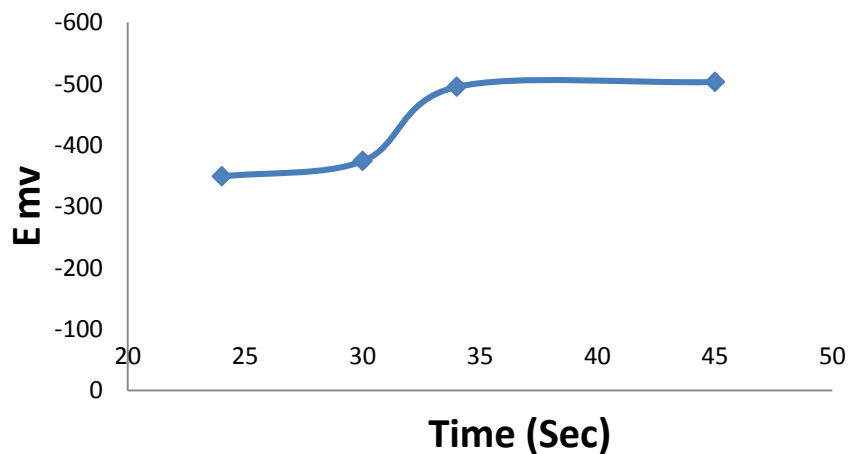




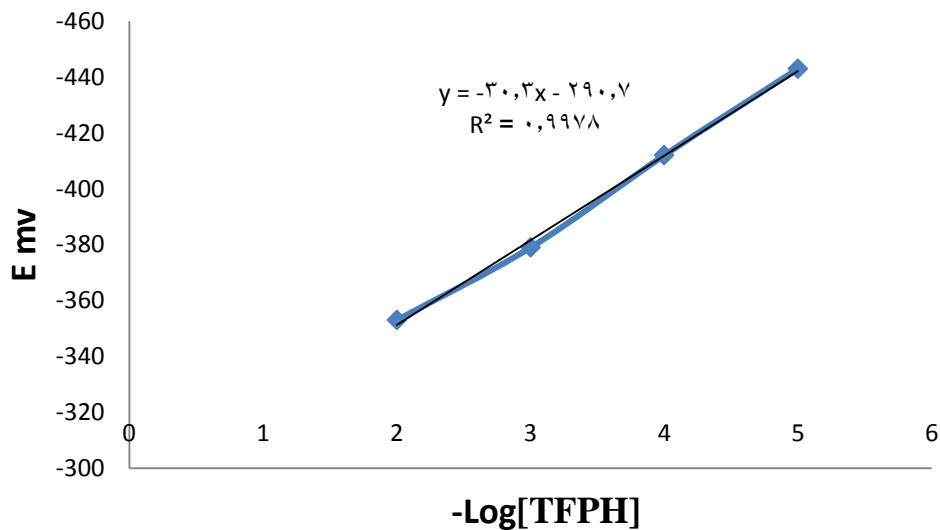




فرق الجهد لكل محلول ولم تحديد زمن الاستجابة وكما موضح في السجل والذي يبين زمن استجابة القطب بالتانيم والتي تتراوح بين (24-45) ثانية للتراكيز (10^{-5} – 10^{-2} مولاري).



ويتمثل المعامل a بـ (0.9978) كما أن a يعبر عن الميل الذي يتألف من تساوي إلى $(30.3$ ملي فولت/إلكترون) والمقاربة للقيمة النظرية المحسوبة من معادلة نيرنست للأيون ثنائي الشحنة والمساوية إلى $(29.58$ ملي فولت/إلكترون) والنتائج موضحة في الجدول



تركيز العقار المدروس (مولاري)	تركيز العقار الملاحظ (مولاري)	الانحراف القياسي النسبي %	الاسترجاعية %
10^{-2}	٠,٠٠٩٩٦	0.538	٩٩,٦
10^{-3}	٠,٠٠١٠١٢	0.419	١٠١,٢
10^{-4}	٠,٠٠٠٠٩٨٩	0.399	98.9
10^{-5}	٠,٠٠٠٠٠٩٧٨	0.486	٩٧,٨

نوع القطب	أدنى تركيز مولاري يتحسسه القطب	معدل قياس التراكيز لست قراءات (مولاري)	الانحراف القياسي النسبي	حد الكشف المولاري
TFPH- STPB+DBP	10^{-5}	٠,٠٠٢٧٧	0.486	2.1×10^{-5}

الاسترجاعية %	RSD%	تركيز العقار الملاحظ (مولاري)	تركيز العقار المدرّوس (مولاري)	نوع القطب
٩٩,٦	٠,٣٣٤	٠,٠٠٩٩٦	10^{-2}	TFPH- STPB+DBP
٩٨,٩	٠,٤٨٧	٠,٠٠٠٠٩٨٩	10^{-4}	

» بعد تثبيت الظروف المثلى مولاري 10^{-2} – 10^{-4} حيث قيس الجهد للمحاليل الدوائية القياسية أولاً وبدون إضافة الأيون المتداخل، ثم قيس جهدھا بعد إضافات معلومة من الأيون المتداخل مل 20 مولاري مع الاحتفاظ بالحجم النهائي للمحلول 10^{-2} مل

قيم معامل الانتقائية قطب TFPH-STPB مع الملدن DBP			الأيون المتداخل 10^{-2} M
تركيز العقار 10^{-4} M	تركيز العقار 10^{-3} M	تركيز العقار 10^{-2} M	
0.0201	0.0312	0.0523	سكروز
0.219	0.330	0.541	لاكتوز
0.232	0.351	-0.394	كبريتات الكالسيوم
0.0098	0.0212	0.0314	Na^{+1}
0.0343	0.0630	0.0942	K^{+1}
0.021	0.054	0.532	Ba^{+2}
0.092	0.210	0.313	Pb^{+2}
-0.031	-0.064	-0.098	Br^{-1}
0.0322	0.091	0.520	Cl^{-1}

الاييرالزين بقياس فرق الجهد لـ (٢٠مل) لكل من المحاليل المحضرة وتم استخراج تركيز العقار من المنحني القياسي والنتائج موضحة في الجدول

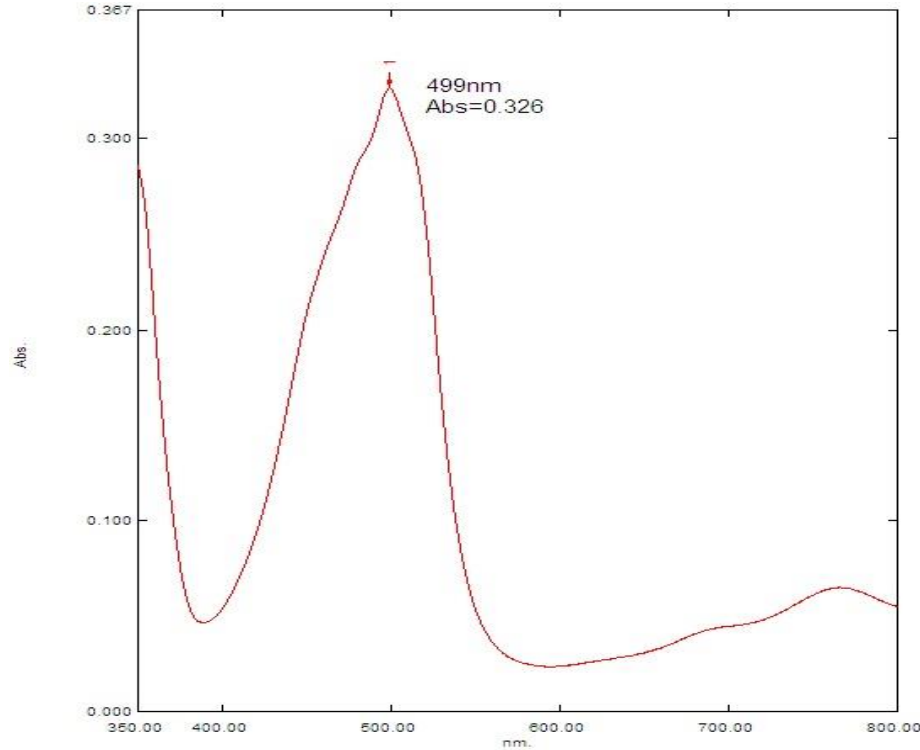
نوع القطب	المستحضر الصيدلاني	التركيز المدروس (مولاري)	التركيز الملاحظ (مولاري)	RSD%	الاسترجاعية %
TFPH-STPB+DBP	ايرالزين	10^{-2}	0.009976	0.3368	99.76
		10^{-3}	0.001005	0.3985	100.9
		10^{-4}	0.00009875	0.4846	98.75

التالية ($\Delta E = E_2 - E_1$) وحما موضح في الجدول

نوع القطب	المستحضر الصيدلاني	التركيز المدروس (مولاري)	التركيز الملاحظ (مولاري)	الاسترجاعية %
TFPH-STPB+DBP	ايراليزين Iralizine	0.001	0.0010101	101.01

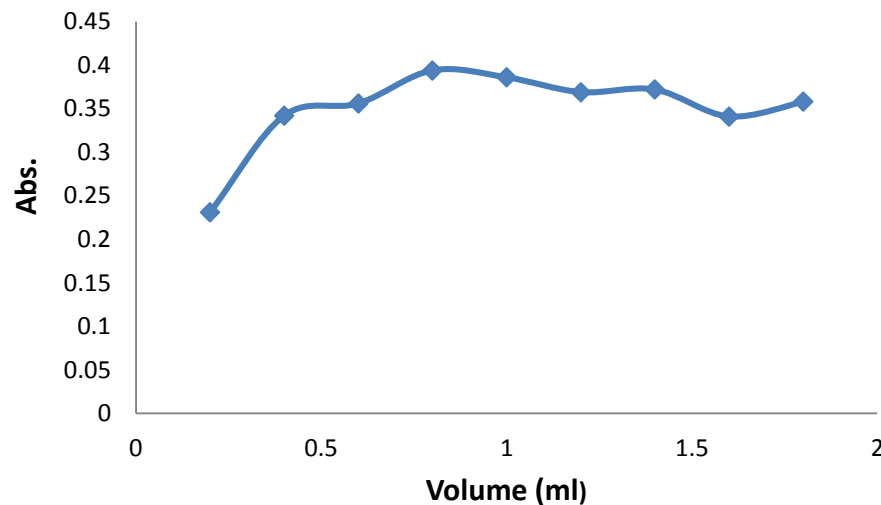
NO	Substance	Chemical Formula	The Percent Purity	Manufacturing Company
1	Hydrochloric acid	HCl	37%	BDH
2	Acetone	(CH ₃)CO ₂	99%	GCC
3	4-amino antybyrine	C ₁₁ H ₁₃ N ₃ O	99%	BDH
4	Salphanilic acid	C ₆ H ₇ NO ₃ S	99%	BDH
5	Sodium hydroxide	NaOH	99%	BDH
6	Ferric chloride	FeCl ₃	99%	BDH
7	N-bromocycinamide	C ₄ H ₄ Br NO ₂	99%	BDH
8	Isopropamide Iodide	C ₂₂ H ₃₃ N ₂ O I	98.7%	S.D.I
9	Lactose	C ₂₃ H ₂₂ O ₁₁	99%	S.D.I
10	Glucose	C ₆ H ₁₂ O ₆	99%	S.D.I
11	Maltoose	C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁	99.5%	BDH
12	Sulfate Calicum	Ca So ₄	99%	BDH

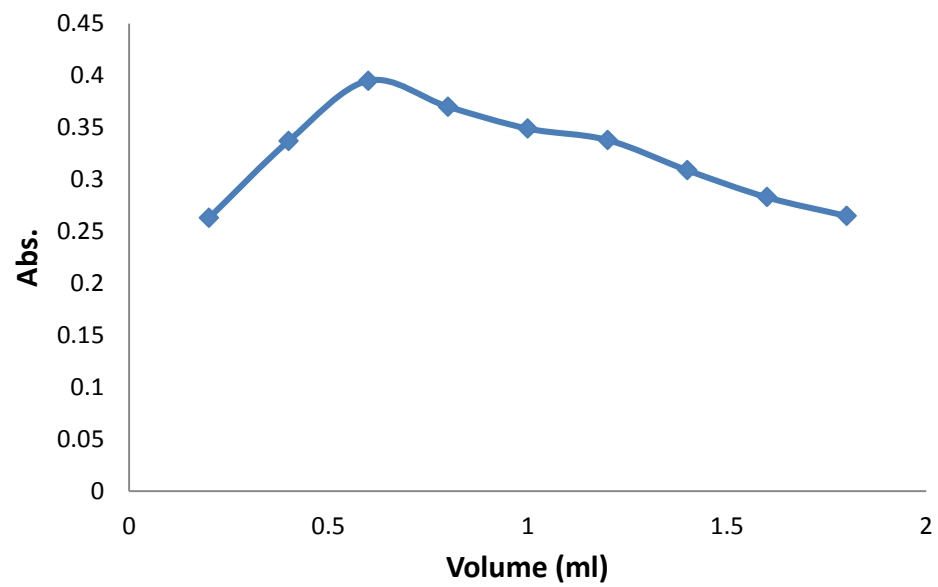
لوحظ انه عند مزج محلول ثلاثي فلوبيرازين هيدروكلورايد مع محلول ٢-امينوبيريدين بوجود عامل مؤكسد مناسب مع الرج قليلا يتكون مركب ذائب ذي لون برتقالي مصفر اظهر اقصى امتصاص عند الطول الموجي 499nm في حين لم يظهر المحلول الصوري أي امتصاص عند الطول الموجي نفسه

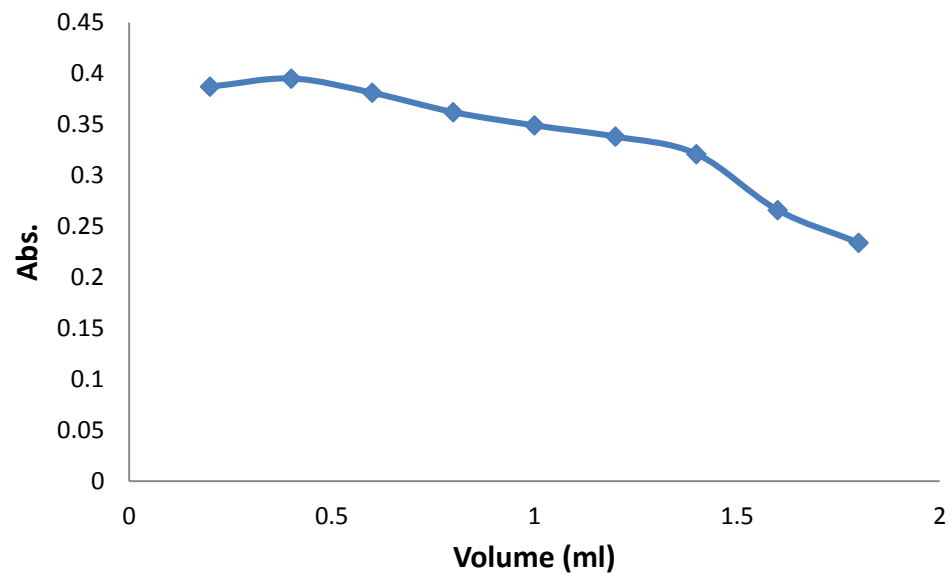


• 1. تأثير كمية كاشف الازدواج Effect of the Amount of Coupling Reagent

كانت النتيجة المثلى هي إضافة (0.8مل) من الكاشف، حيث يعطي امتصاصية عالية



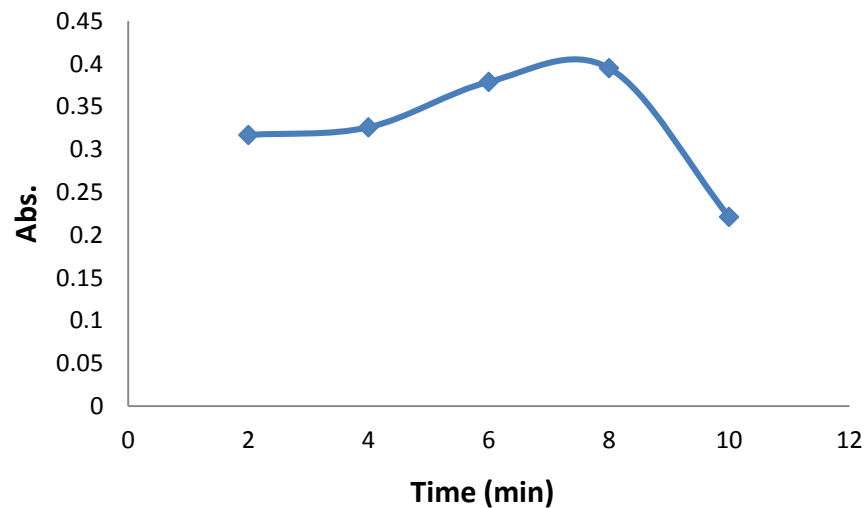


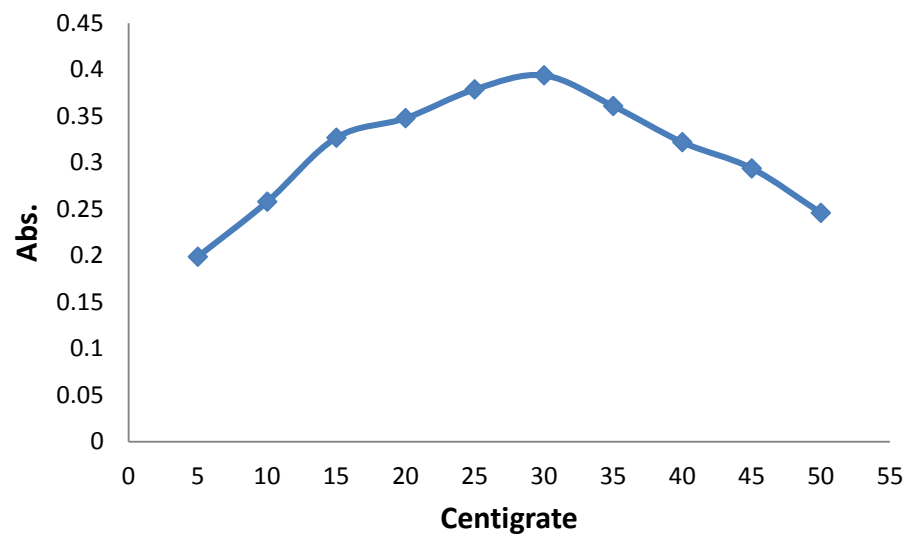


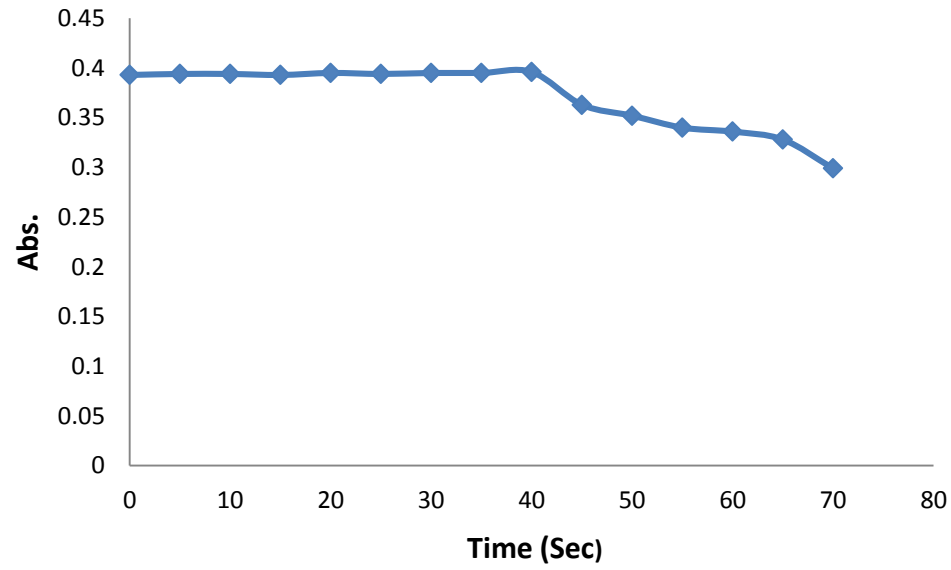
الهامضي (HCl) (تجربة A) حيث تم تسجيل أعلى قيمة للامتصاصية كما موضح في الجدول

رقم التجربة	التسلسل	الامتصاصية
A	عقار + مؤكسد + كاشف + وسط	0.394
B	كاشف + مؤكسد + عقار + وسط	0.388
C	وسط + مؤكسد + عقار + كاشف	0.383
D	وسط + عقار + كاشف + مؤكسد	0.347
E	عقار + كاشف + وسط + مؤكسد	0.288

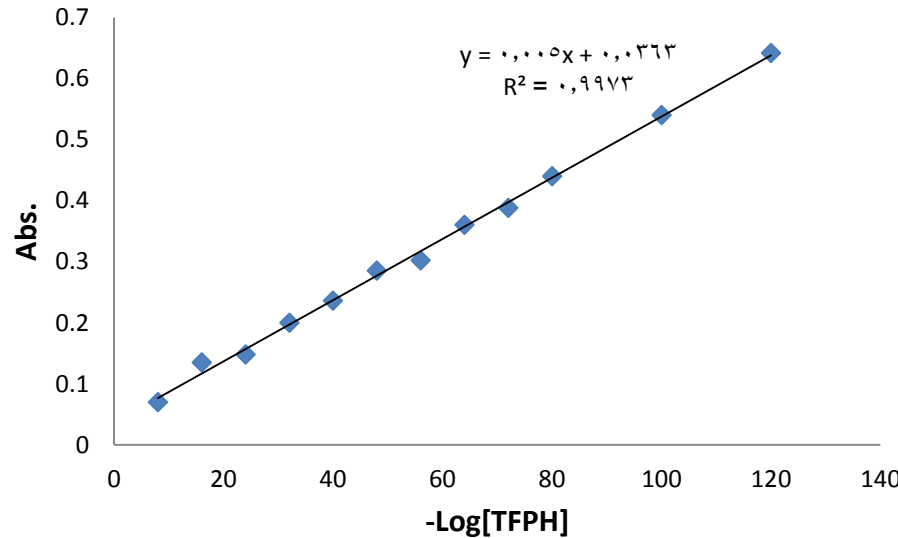
لفترات زمنية مختلفة من (2 - 10) دقيقة ثم بعد ذلك تم إضافة الكاشف (0.8مل) والوسط (0.4مل) ومن ثم أكمل الحجم بالماء المقطر إلى حد العلامة وقرأت الامتصاصية بأزمنة مختلفة عند الطول الموجي (499 nm) فكانت أفضل نتيجة لتكوين ناتج هي (6) دقيقة واستخدمت للتجارب اللاحقة







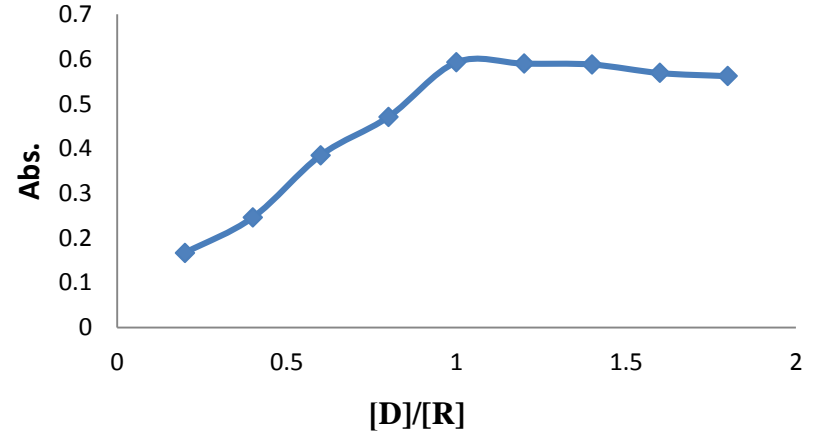
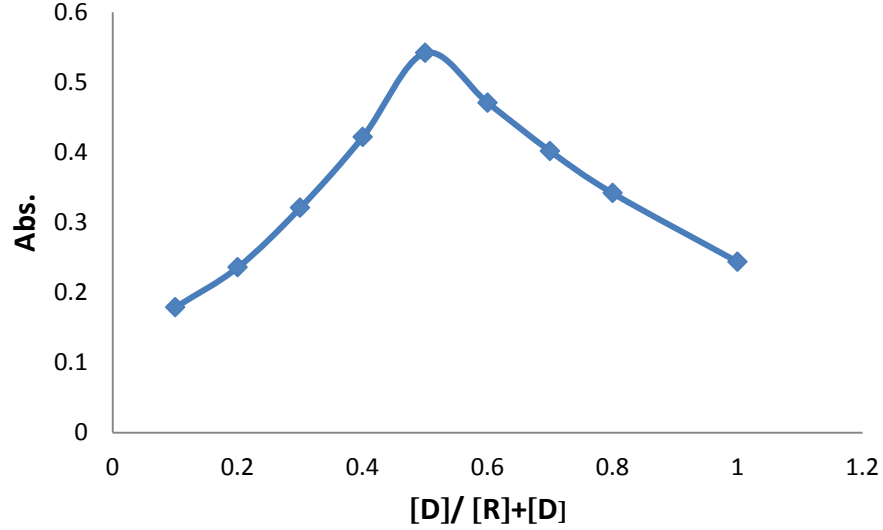
حيث أن هذه الحجوم تكافئ التراكيز (١٢٠ – ٨ مايكروغرام/مل) ثم إضافة (٠.٦ مل) من العامل المؤكسد (KIO_3) وبعد (٦ دقائق) تم إضافة (٠.٨ مل) من الكاشف ٢-امينو بيريدين وإضافة (٠.٤ مل) من حامض (HCl) كوسط للتفاعل وعند درجة حرارة المختبر ثم أكمل الحجم بالماء المقطر إلى حد العلامة. وبطريقة مشابهة تم تحضير المحلول الصوري (البلانك) مع إضافة حجوم من الماء المقطر بدل حجوم العقار (TFPH) وبعد (٦ دقائق) تم تسجيل قيم الامتصاصية عند الطول الموجي (٤٩٩nm)



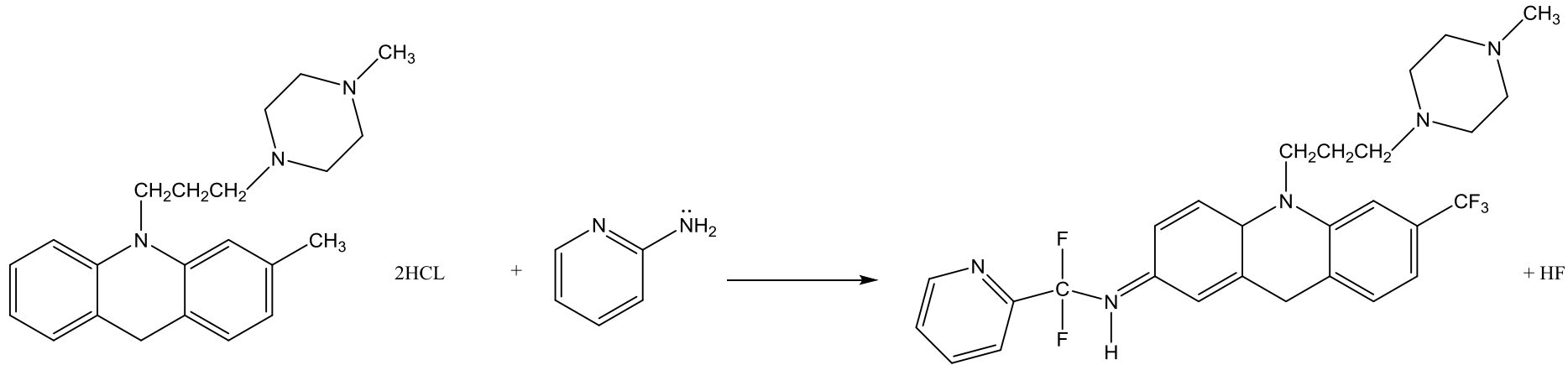
معامل الامتصاصية المولارية فكان (2402) لتر.مول.سم وكذلك تم حساب دلالة ساندل فكانت قيمتها (0.2 مايكروغرام.سم² وكذلك تم حساب قيمة حد الكشف (LOD) فكانت قيمته الكمية (2.246) مايكروغرام/مل حيث بينت النتائج أن هذه الطريقة حساسة جداً وذات توافقية ودقة عالية.

Taken Conc. µg/ml	Found Conc. µg/ml	RE %	Recovery %	RSD%
16	15.827	-1.081	98.919	0.250
32	31.135	-2.703	97.297	0.361
40	40.765	1.913	101.913	0.217

طبيعة الناتج المتكون :



ميكانيكية التفاعل المقترحة

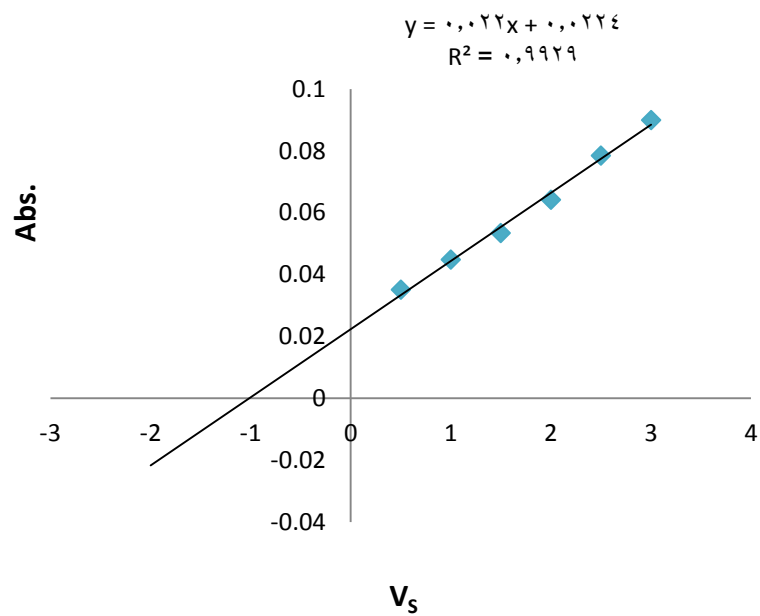


بينت النتائج إلى عدم وجود تداخل ملحوظ لهذه المواد في تفاعل عقار (TFPH) مع الكاشف (٢-امينو بيريدين) وهذا يدل على أن الطريقة ذات إنتقائية عالية

Recovery%			المتداخلات
120 ppm	80 ppm	40 ppm	
96.991	99.081	97.412	السكروز
98.926	100.212	98.343	اللاكتوز
100.302	99.129	101.021	كبريتات الكالسيوم
100.922	100.295	99.448	كلوكوز
102.101	99.785	98.225	مالتوز

Conc. µg/ml		Error%	RSD%	Recovery%
Taken	Found			
40	39.84	-2.838	0.144	102.838
80	80.74	-0.801	0.159	100.801
120	121.14	-1.049	0.145	101.049

والتبع طريقة العمل نفسها عند تحضير الملحي القياسي لمقيس الامتصاصية عند الطول الموجي (499nm) ، وبالا اعتماد على معادلة الخط المستقيم وعندما $y = 0$ فان $x = 2.02$ وبهذا يكون التركيز الملاحظ (20.2 مايكروغرام/مل) وذلك باستخدام المعادلة التالية : $C = V_s X / V$



Error %	Recovery %	Conc. Found µg/ml	Conc. Taken µg/ml
1.1%	101	10.1	10

الفصل الثالث

تقدير ايزوبروباميد أيوديد عن طريق بناء أقطاب غشائية
انتقائية أيونية وتقديره طيفيا باستعمال الكاشف (حامض
السلفانيليك) بطريقة الاقتران التأكسدي

يوضح النسب الحجمية للعقار مقابل حجوم المواد الفعالةAR

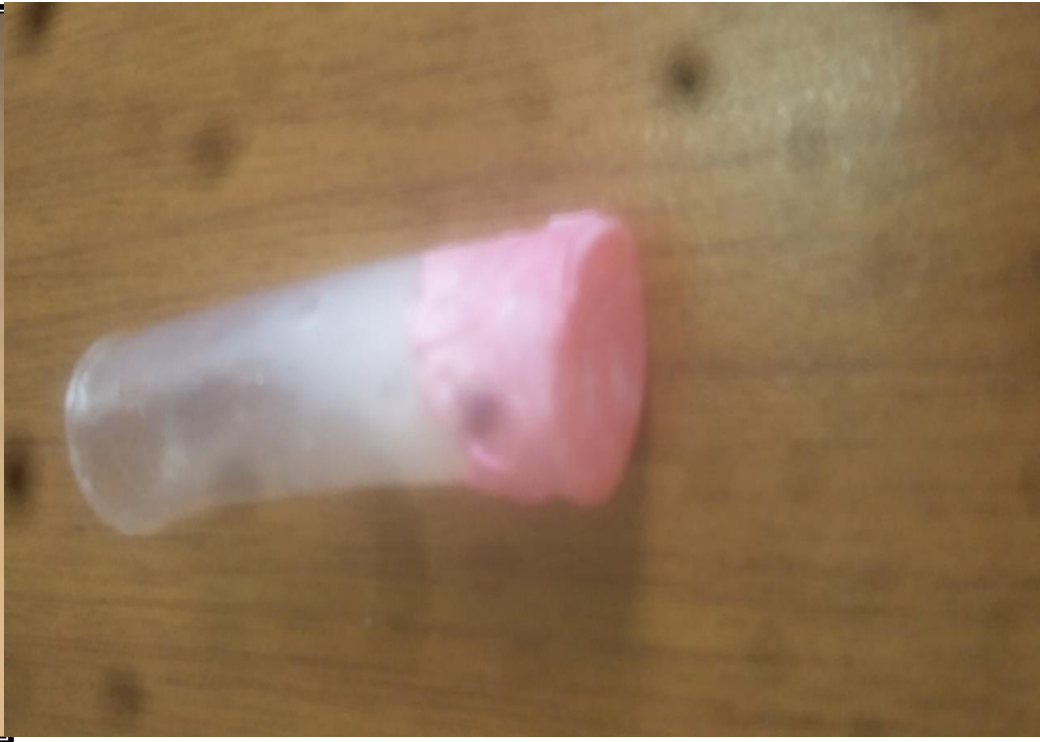
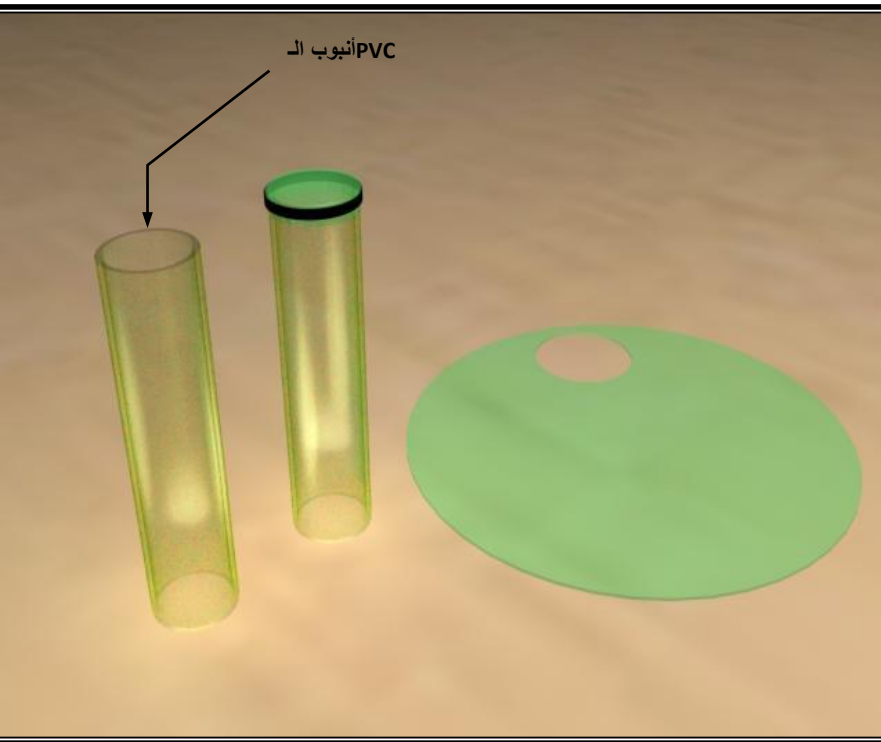
الملاحظات	العقار : المادة الفعالة (IPAI) : (AR)
لونه أحمر فاتح ولا يوجد راسب	1 : 1
لونه أحمر مع وجود راسب قليل	2 : 1
لونه أحمر مع وجود كمية كبيرة من الراسب	3 : 1

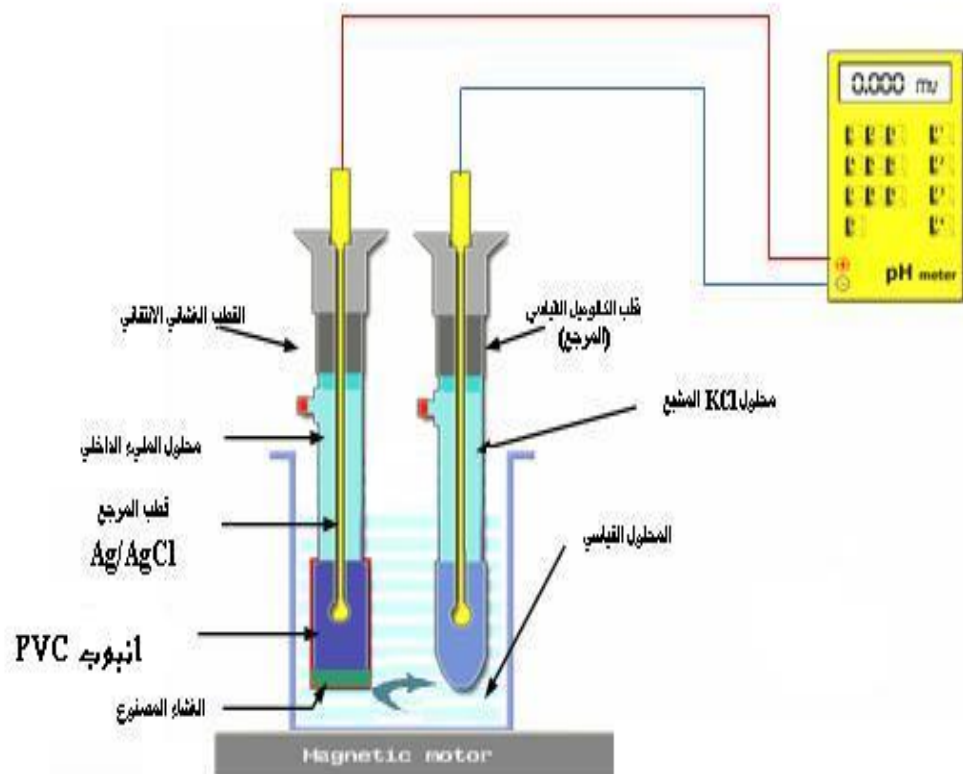
- تم تحضير الغشاء الانتقائي وذلك بمزج مكوناته طبقاً لنسب وزنية معينة وكما يأتي :
- 1. أذيب (0.45 غرام) من مسحوق مادة (PVC) في مزيج مكون من (10مل) من الأسيتون + (20مل) رباعي هيدرو فوران (THF).
- 2. أضيف إلى المزيج (0.1 غرام) من المعقد الدوائي والمحضر مسبقاً مع التحريك المستمر لحين إتمام عملية الإذابة بإستعمال جهاز الإذابة بالموجات فوق الصوتية (Ultra Sonication).
- 3. أضيف (0.433 غرام) من المادة الملدنة ثنائي بيوتل فتاليت (DBP) مع التحريك المستمر لحين التجانس.
- 4. صب المزيج المتكون في طبق زجاجي (Petri dish) قطره (10سم) وبشكل مستوي ثم تغطية المحلول بعدد من أوراق الترشيح فوق الطبق الزجاجي وتثبيتته بثقل بحدود (200 غرام) وتترك لمدة (72 ساعة) ليجف في درجة حرارة الغرفة في وضع مستوي من أجل تساوي سمك الغشاء ثم بعد ذلك يرفع الغشاء الأساسي بعناية بواسطة ملقط (Tong) وبسمك (0.3 ملم) تقريباً. والصورة رقم (١) توضح الغشاء المتكون حيث كانت المساحة كافية للغشاء لتصنيع (8-12) قرصاً لتصنيع القطب قيد الدراسة.

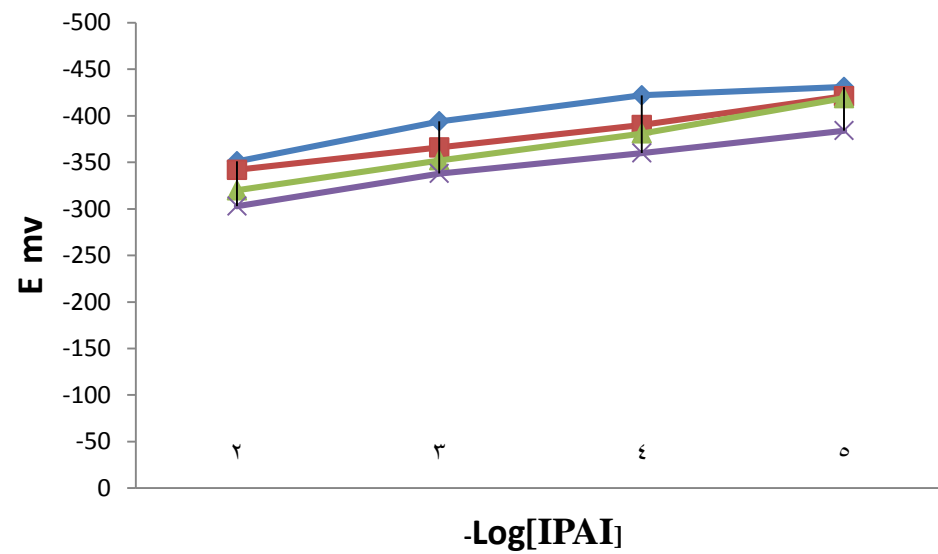
• تركيب القطب الغشائي الانتقائي :

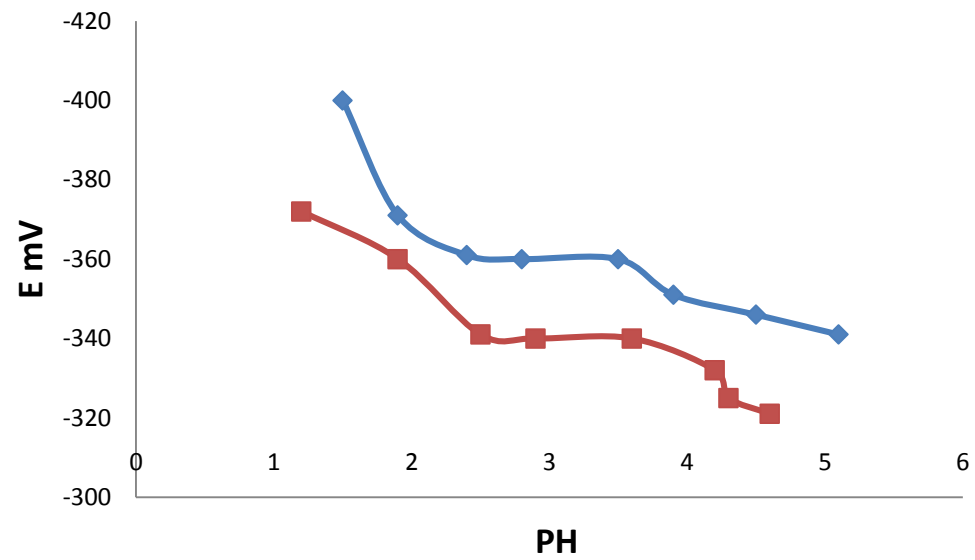
• : Construction of selective membrane electrode

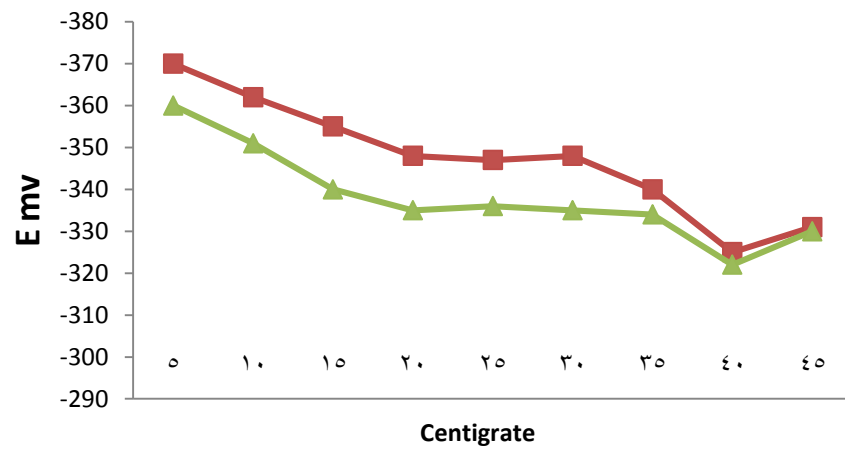
- 1. قطع جزء من أنبوب (PVC) طوله (5سم) وقطره الخارجي (1.5سم) وغمس إحدى نهايتيه في مذيب ال-THF ومسك بوضع عمودي وحرك بحركة دائرية على صفيحة زجاجية لأجل تسويته.
- 2. قطع قرص (Disk) دائري من الغشاء وبقطر أكبر من القطر الخارجي لأنبوب ال-PVC ثم لصق نهاية القرص بلاصق مكون من THF + PVC بعناية تامة.
- 3. إيبصال النهاية الأخرى لأنبوب ال-PVC بأنبوب خارجي يحتوي على قطب فضة - كلوريد الفضة Ag/AgCl ، ثم ربطها بجهاز قياس فرق الجهد وبسلك معزول.
- 4. تم ملئ أنبوب ال-PVC بحدود ثلثيه بمحلول ملئ داخلي للمادة الدوائية (TFPH) ويغمر القطب في محلول المادة الدوائية القياسية وبنفس تركيز محلول الملئ الداخلي ولمدة ساعتين وذلك لمجانسة غشاء القطب ونشبعه بمحلول تركيزه متساوي داخل الغشاء وخارجه، ولإتمام عملية التبادل الأيوني بصورة منتظمة من المحلول الخارجي إلى الغشاء ثم إلى المحلول الداخلي وبالعكس.

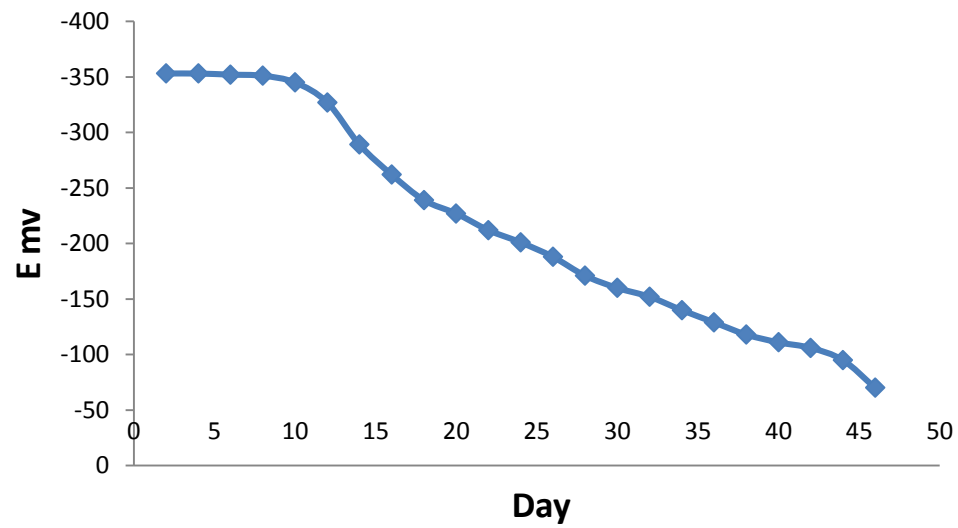




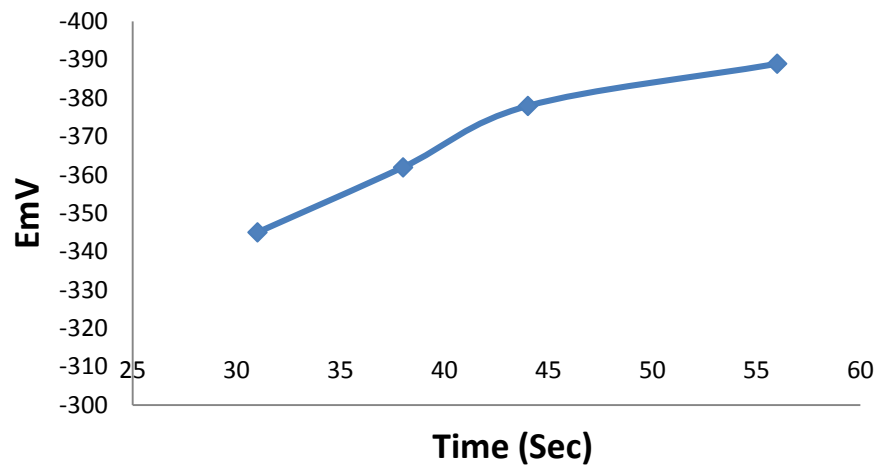




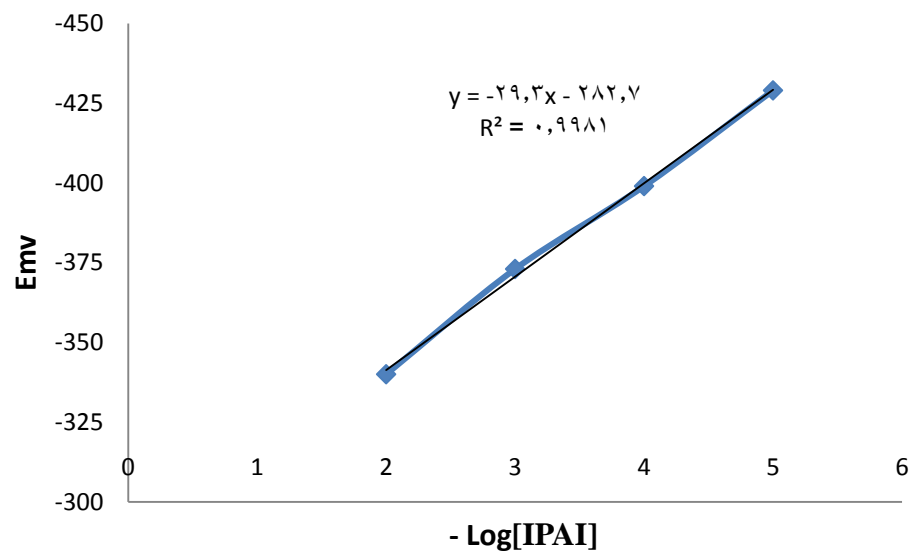




فرق الجهد لكل محلول ولم تحديد زمن الاستجابة وكما موضح في السجل والذي يبين زمن استجابة القطب بالنانية والتي تتراوح بين (31-56) ثانية للتراكيز (10^{-5} – 10^{-2} مولاري).



29.58 (mv/decade) (mv/decade)



تركيز العقار المدرّوس (مولاري)	تركيز العقار الملاحظ (مولاري)	الانحراف القياسي النسبي %	الاسترجاعية %
10^{-2}	٠,٠١٠٢	٠,٤٠١٢	١٠٠,٢
10^{-3}	٠,٠٠٠٩٩٧	٠,٣٩٨٩	٩٩,٧
10^{-4}	٠,٠٠٠١٠٠١	٠,٥٠١١	١٠٠,١
10^{-5}	٠,٠٠٠٠٠٩٨٩	٠,٤٣٥٨	٩٨,٩

نوع القطب	أدنى تركيز مولاري يتحسسه القطب	معدل قياس التراكيز لست قراءات (مولاري)	الانحراف القياسي النسبي	حد الكشف المولاري
IPAI- AR+DBP	10^{-5}	٠,٠٠٢	0.4358	1.7×10^{-7}

نوع القطب	تركيز العقار المدرّوس (مولاري)	تركيز العقار الملاحظ (مولاري)	الانحراف القياسي النسبي %	الاسترجاعية %
IPAI- AR+DBP	10^{-2}	0.01011	0.4032	101.1
	10^{-4}	0.0001009	0.5001	100.9

» بعد تثبيت الظروف المثلى مولاري 10^{-2} – 10^{-4} حيث قيس الجهد للمحاليل الدوائية القياسية أولاً وبدون إضافة الأيون المتداخل، ثم قيس جهدھا بعد إضافات معلومة من الأيون المتداخل مل 20 مولاري مع الاحتفاظ بالحجم النهائي للمحلول 10^{-2} مل

قيم معامل الانتقائية قطب IPAI-AR مع الملدن DBP			الأيون المتداخل 10^{-2} M
تركيز العقار 10^{-3} M	تركيز العقار 10^{-3} M	تركيز العقار 10^{-2} M	
0.022	0.041	0.0721	سكروز
0.525	0.723	0.899	لاكتوز
-0.042	-0.0921	-0.331	كبريتات الكالسيوم
0.0081	0.0161	0.0292	Na^{+1}
0.021	0.0413	0.0932	K^{+1}
0.002	0.031	0.212	Ba^{+2}
0.0092	0.021	0.431	Pb^{+2}
-0.0043	-0.0061	-0.0082	Br^{-1}

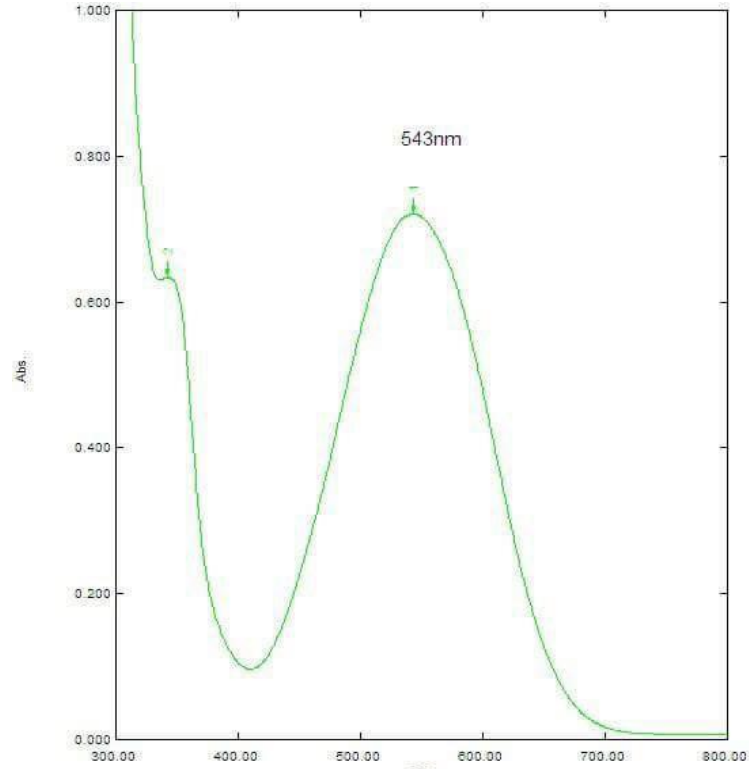
بقياس فرق الجهد لـ (٢٠مل) لكل من المحاليل المحضرة وتم استخراج تركيز العقار من المنحني القياسي والنتائج موضحة في الجدول

نوع القطب	المستحضر الصيدلاني	التركيز المدروس (مولاري)	التركيز الملاحظ (مولاري)	RSD%	الاسترجاعية %
IPAI-AR+DBP	السلابيد	10^{-2}	٠,٠١٠١٦٨٢	0.٤٠١٢	101.682
		10^{-3}	٠,٠٠٠٩٨,٤٣٦	0.٣٩٩٨	98.436
		10^{-4}	٠,٠٠٠٠٩٩١٥ ٦	0.٤٩٩٨	99.156

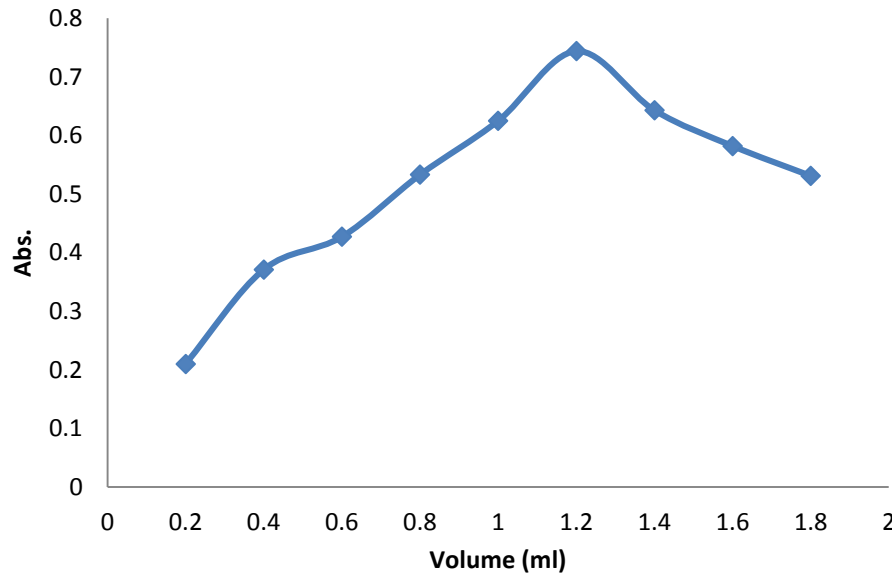
التاليه ($\Delta E = E_2 - E_1$) وحما موصح في الجدول

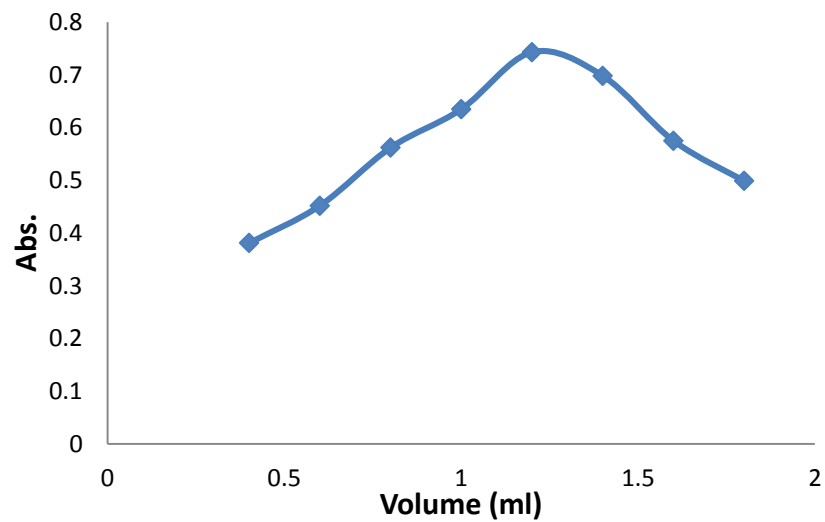
نوع القطب	المستحضر الصيدلاني	التركيز المدروس (مولاري)	التركيز الملاحظ (مولاري)	الاسترجاعية %
IPAI-AR+DBP	Sallabid	0.001	0.0009816	98.16

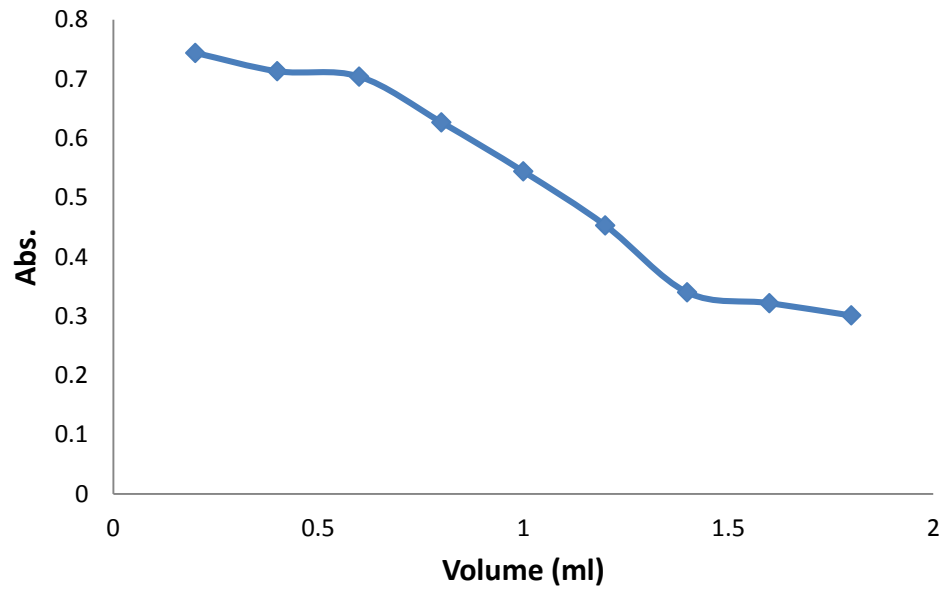
لوحظ انه عند مزج محلول يوديد الايزوبروباميد مع محلول كاشف حامض السلفانليك بوجود عامل مؤكسد مناسب مع الرج قليلا يتكون مركب ذائب ذي لون بنفسجي اظهر اقصى امتصاص عند الطول 543nm في حين لم يظهر المحلول الصوري أي امتصاص عند الطول الموجي نفسه



- **1. تأثير كمية كاشف الازدواج Effect of the Amount of Coupling Reagent**
فكانت النتيجة المثلى هي اضافة (1.2مل) من الكاشف، حيث يعطي امتصاصية عالية (0.744)



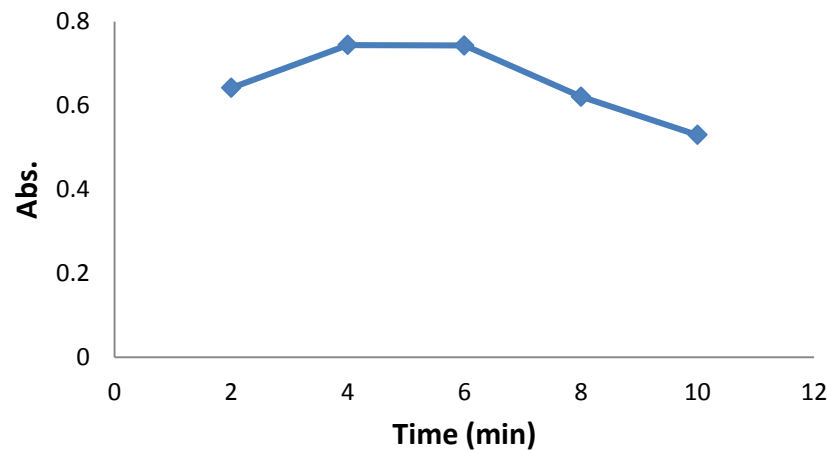


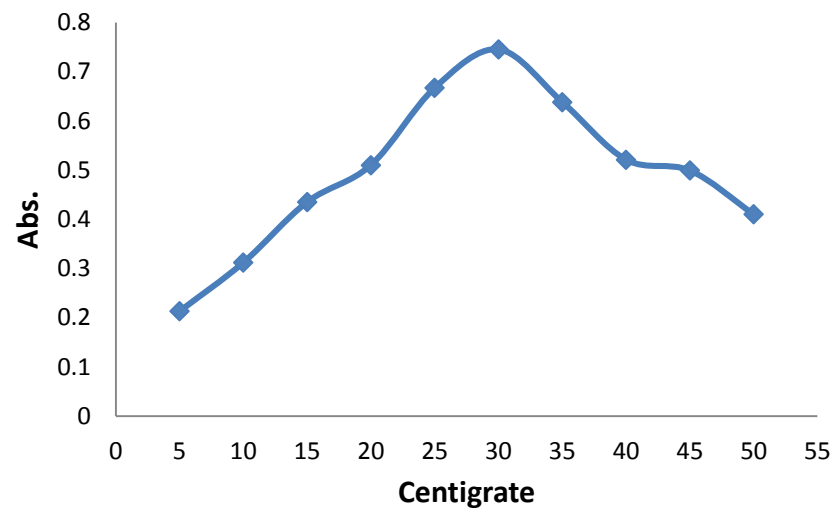


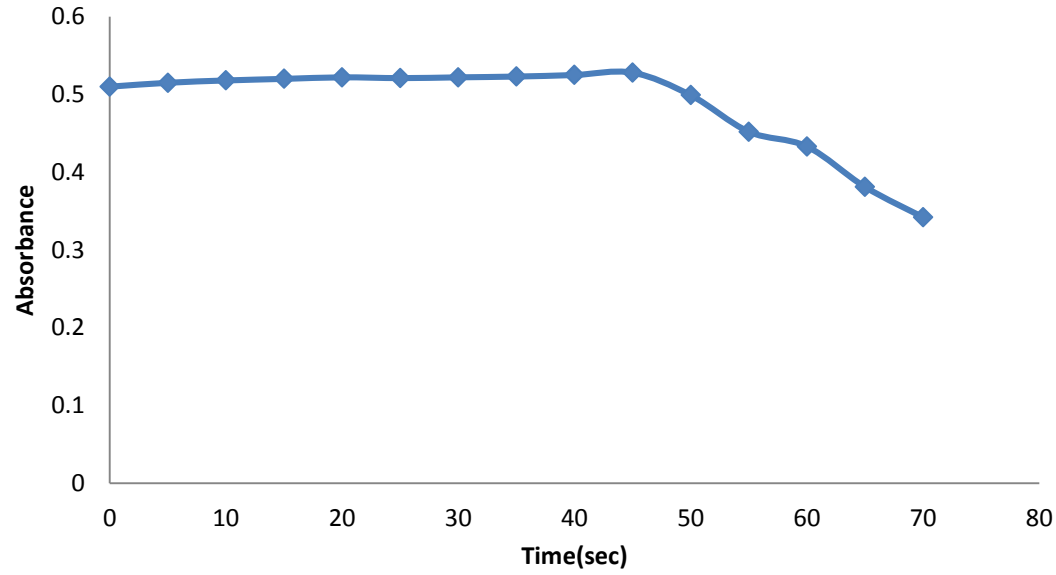
الوسط الحامضي (HCl) (تجربة A) حيث تم تسجيل أعلى قيمة للامتصاصية كما موضح في الجدول

رقم التجربة	التسلسل	الامتصاصية
A	عقار + مؤكسد + كاشف + وسط	0.745
B	كاشف + مؤكسد + عقار + وسط	0.691
C	وسط + مؤكسد + عقار + كاشف	0.532
D	وسط + عقار + كاشف + مؤكسد	0.391
E	عقار + كاشف + وسط + مؤكسد	0.300

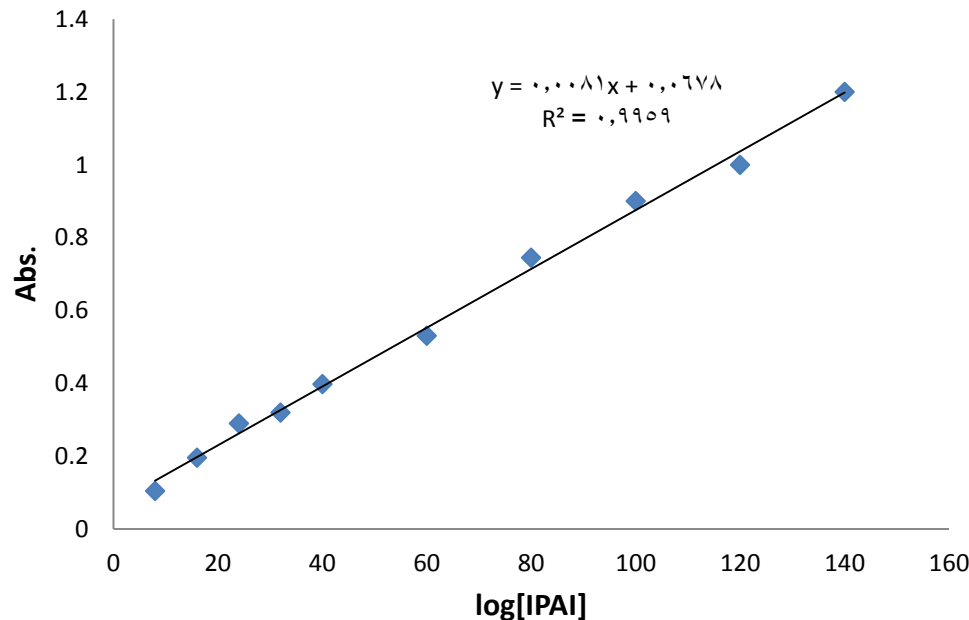
لفترات زمنية مختلفة من (2 - 10) دقيقة ثم بعد ذلك تم إضافة الكاشف (1.2 مل) والوسط (0.2 مل) ومن ثم أكمل الحجم بالماء المقطر إلى حد العلامة وقرئت الامتصاصية بأزمنة مختلفة عند الطول الموجي (543 nm) فكانت أفضل نتيجة لتكوين ناتج هي (4) دقيقة







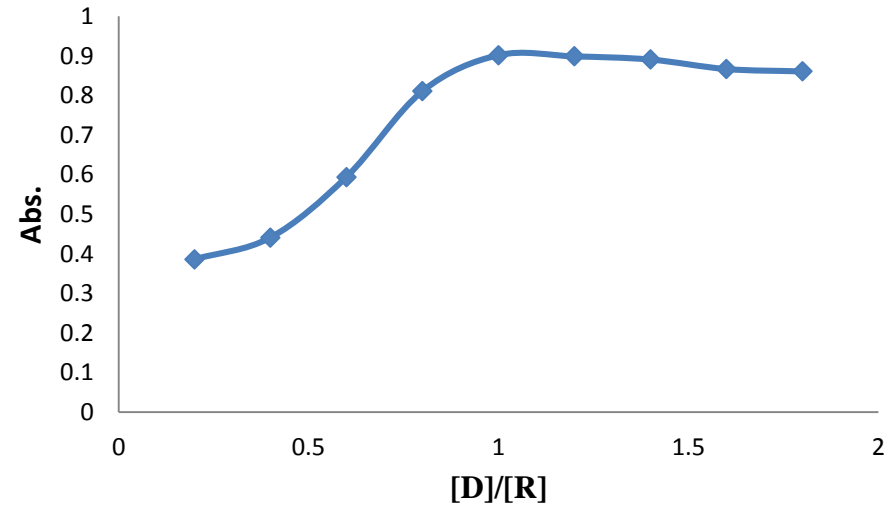
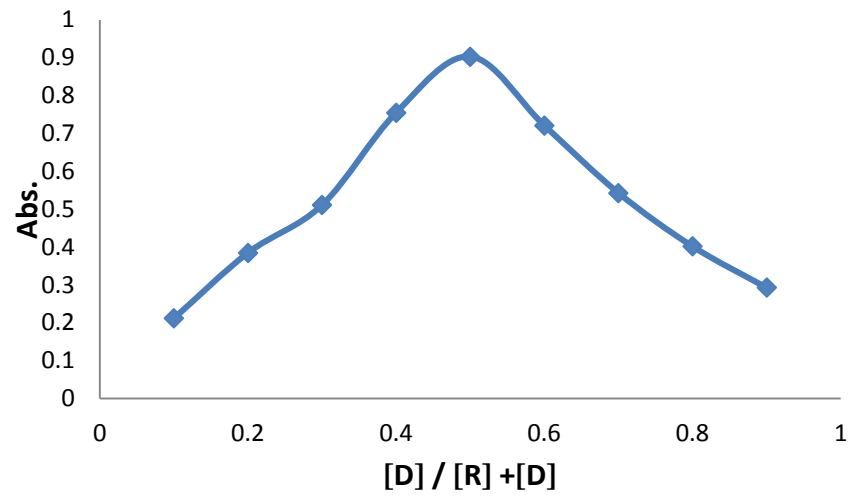
حيث أن هذه الحجوم تكافئ التراكيز (8-140 مايكروغرام/مل) ثم إضافة (1مل) من العامل المؤكسد (N-بروموسكسنميد) وبعد (4 دقائق) تم إضافة (1.2مل) من الكاشف حامض السلفانليك وإضافة (0.2مل) من حامض (HCl) كوسط للتفاعل وكما موضح بالشكل (٣-١٦) ثم أكمل الحجم بالماء المقطر إلى حد العلامة. وبطريقة مشابهة تم تحضير المحلول الصوري (البلانك) مع إضافة حجوم من الماء المقطر بدل حجوم العقار (IPA) وبعد (4 دقائق) تم تسجيل قيم الامتصاصية عند الطول الموجي (543 nm)



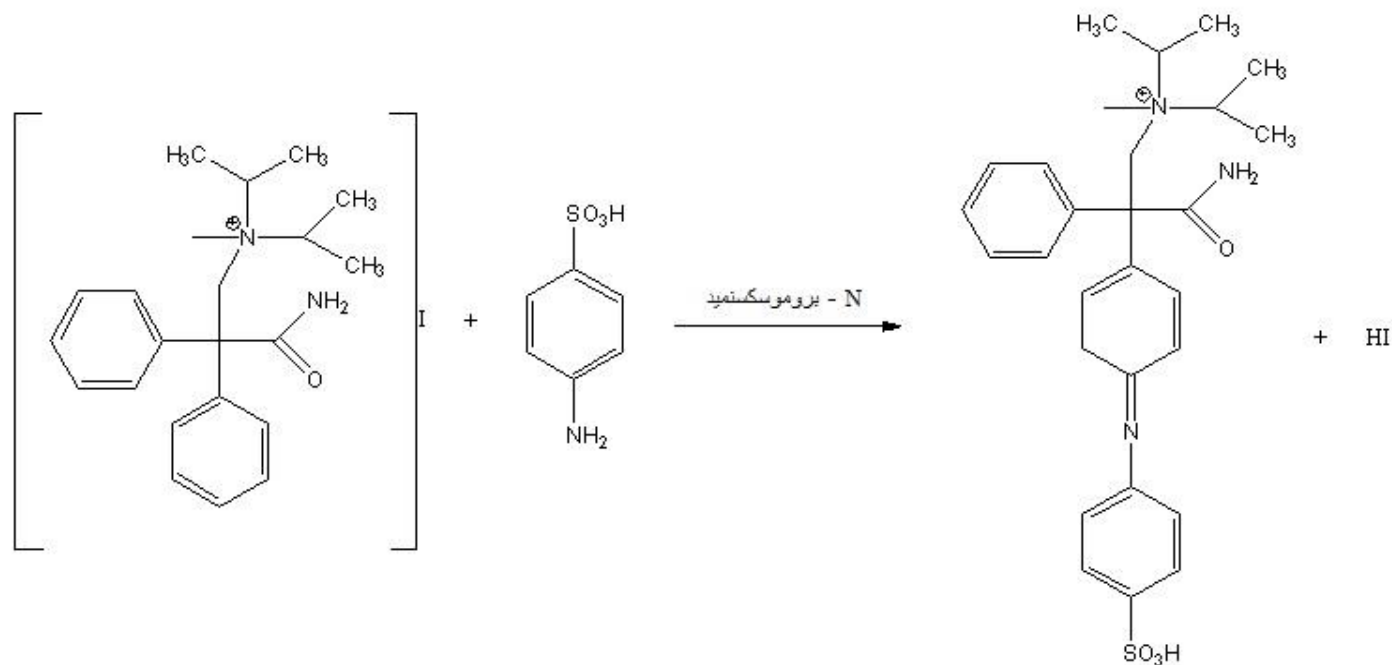
معامل الامتصاصية فكان (3891.483) وكذلك تم حساب دلالة ساندل فكانت قيمتها (0.1234) مايكرو غرام.سم⁻²-
وكذلك تم حساب قيمة حد الكشف (LOD) فكانت قيمته (٢,٠٨٥٧) مايكرو غرام/مل

Taken Conc. µg/ml	Found Conc. µg/ml	RE %	Recovery%	RSD%
16	15.827	-1.081	98.919	0.250
32	31.135	-2.703	97.297	0.361
40	40.765	1.913	101.913	0.217

طبيعة الناتج المتكون :



ميكانيكية التفاعل المقترحة

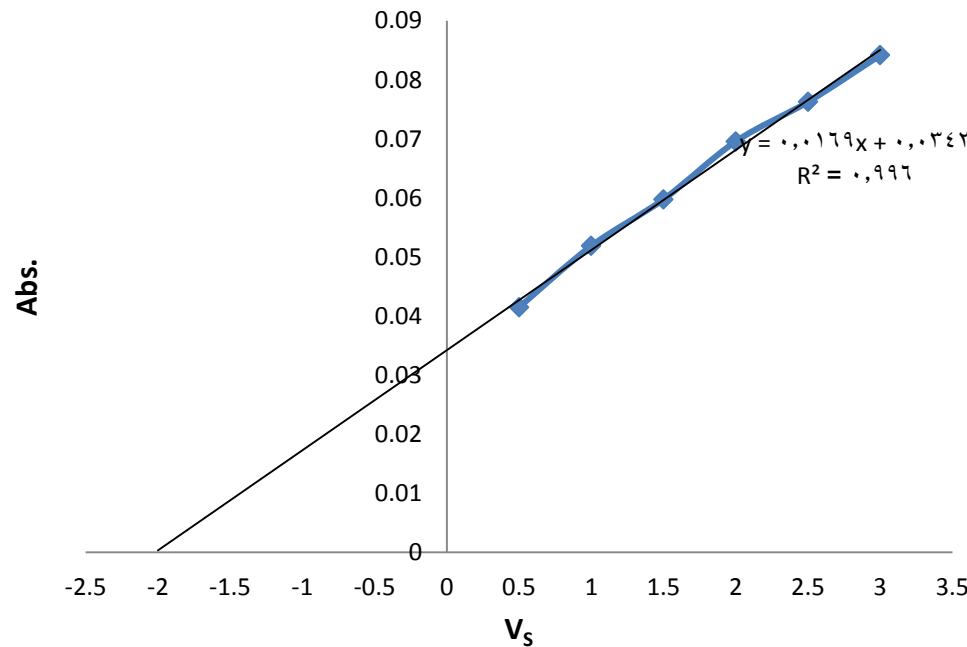


النتائج إلى عدم وجود تداخل ملحوظ لهذه المواد في تفاعل عقار (IPAI) مع الكاشف (SA) وهذا يدل على أن الطريقة ذات إنتقائية عالية

الاسترجاعية المنوية%			المتداخلات
120 ppm	80 ppm	40 ppm	
95.802	100.802	97.901	السكروز
97.962	103.580	99.444	اللاكتوز
100.020	103.880	102.222	كبريتات الكالسيوم
98.943	102.212	100.132	كلوكوز
101.540	99.531	98.921	مالتوز

Conc. µg/ml		Error%	RSD%	Recovery%
Taken	Found			
40	41.135	-2.838	0.314	102.838
80	80.641	-0.801	0.002	100.801
120	121.259	-1.049	0.317	101.049

والتبع طريقة العمل نفسها عند تحضير المنحني القياسي لم يثبت الامتصاصية عند الطول الموجي 543nm، وبالا اعتماد على معادلة الخط المستقيم وعندما $y = 0$ فان $x = 2.02$ وبهذا يكون التركيز الملاحظ (10.1 مايكروغرام/مل) وذلك باستخدام المعادلة التالية :

$$C = V_s \times X / V$$


Error	Recovery	Conc.	Conc.
%	%	Found	Taken
		µg/ml	µg/ml
%1.0	101	10.1	10

**Thank you for
Listening**