

التقدير الطيفي لعقار ثلاثي برولدين هيدروكلوريد بواسطة تكوين واستخلاص

المزدوج الايوني مع $[PdI_4]^{-2}$

سهام توفيق أمين¹ ، علي إبراهيم خليل² ، أسماء احمد محمد³ ، ساهرة احمد محمود⁴

¹قسم الكيمياء ، كلية العلوم ، جامعة تكريت تكريت العراق

²كلية الصيدلة ، جامعة تكريت تكريت العراق

³قسم الكيمياء ، كلية التربية ، جامعة تكريت تكريت العراق

⁴قسم تقنيات الموارد المائية ، المعهد التقني ، الحويجة كركوك العراق

الملخص

تضمنت الدراسة التقدير الطيفي لعقار ثلاثي برولدين هيدروكلوريد Triprolidine hydrochloride,TPH عن طريق تكوين مزدوج ايوني مع معقد الـ $[PdI_4]^{-2}$ حيث تكوّن محلول ذو لون بني عند مزج محلول العقار مع محلول $[PdI_4]^{-2}$. عند درجة حرارة 25°م فإن 5 مليلتر من المزدوج الايوني المتكون عند الدالة الحامضية المثلى = 3 تم استخلاصها الى 5 مليلتر من المذيب او 2 ثنائي كلورو إيثان وبزمن مزج دقيقة واحدة وأظهر المستخلص قمتي امتصاص عند الطولين الموجبين 293 364 نانوميتر. بينت الدراسة ان قانون لامبرت بير يطاع في مدى تركيز للعقار من (1-10) جزء من المليون وبامتصاصية مولارية مقدارها 2.7231×10^4 لتر /مول .سم ودلالة ساندل مقدارها 0.0165 0.0122 مايكروغرام / سم² وبانحراف قياسي نسبي مقداره 1.47 . تم تطبيق هذه الطريقة بنجاح على تقدير العقار في بعض المستحضرات الصيدلانية وباستردادية لا تقل عن 98% باستخلاص دفعة واحدة .

المقدمة

وفي البحث الحالي تم تكوين المزدوج الايوني للعقار مع معقد $[PdI_4]^{-2}$ واستخلاصه بالمذيب العضوي 1و 2- ثنائي كلورو إيثان يتبعها التقدير الطيفي بعد الاستخلاص الذي هو انتقال المادة من المحلول المائي إلى المذيب العضوي (8)، أو بمعنى آخر انتقال انتقائي للمادة بكميات مايكروغرامية بين طورين غير مترجرين وتتوقف عملية الفصل على اختلافات قابلية الذوبان والانتقائية المنجزة بضبط الأس الهيدروجيني pH وعملية التعقيد (9). ان الدراسات الطيفية تعطي معلومات عن الصيغة والتركيب والاستقرارية للعديد من الفصائل الكيميائية ويتطلب ذلك تثبيت الظروف والطول الموجي الأمثل لتحليل ما (10) حيث ان الامتصاص في المنطقة فوق البنفسجية المرئية أحد أهم الوسائل للتحليل الكمي بسبب الحساسية العالية والدقة الجيدة والانتقائية والسهولة والسرعة في الأداء التحليلي (11)، كما تستخدم للسيطرة على نقاوة ونوعية المواد وتشخيص المركبات واستخدامها في التحاليل السريعة (12) (13).

الأجهزة والمواد الكيميائية

الأجهزة

1. جهاز قياس الدالة الحامضية Jenway pH Meter 3310

2. مطياف الأشعة فوق البنفسجية - المرئية

Shimadzu UV-Visible Spectrophotometer UV-1650 PC

المواد الكيميائية

استخدمت مواد كيميائية وكواشف تحليلية على درجة عالية من النقاوة وتم الحصول على مادة الـ TPH من معمل ادوية سامراء. العراق

(SDI)

المحاليل المستخدمة

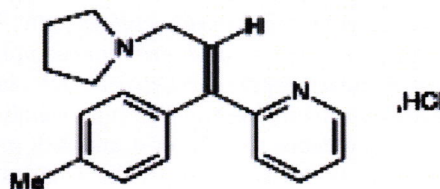
المحلول القياسي الأم للبلاديوم بتركيز 1000 جزء من المليون

خُصّر من إذابة 0.100 غرام من مسحوق البلاديوم النقي في مزيج الماء الملكي المكون من (3.0مللتر HCl + 1.0مللتر HNO₃) المركزين ،

عقار هيدروكلوريد ثلاثي البرولدين

2-[1-(4-methyl phenyl) -3 - pyrolidine - 1 -yl - prop - 1-enyl] pyridine hydrochloride

الصيغة التركيبية



الصيغة الجزيئية C₁₉H₂₂N₂.HCl

الاستعمالات الطبية

إن وجود (TPH) في الخلايا يعد مستقبلاً للهستامين الناشئ بشكل ذاتي فيمنع عمل الأخير ويعطي العلاج والاستطباب الوتقي لبعض الأعراض ، ويتحرر الهستامين في الخلايا بسبب سلسلة معقدة من التفاعلات ، وسوف يظهر بتحرره أعراضاً مرضية كالحكة الجلدية وتوسع الأوعية وانخفاض ضغط الدم والصداع والخفقان والتقلصات الشعبية وبوجود الـ (TPH) في الجسم فانه يتأصر مع الهستامين ويعمل مضاداً لتأثيره ويوفر إغاثة مؤقتة للعطس ، وعلاجاً لحكة واحتقان وتدمع العين وحساسية الأنف المزكوم والطفح الجلدي الذاتي المزمّن وحكة الأنف والحجرة وحساسية بداية الموسم وغيرها من حساسيات الجهاز التنفسي (1).

استخدمت عدد من التقنيات التحليلية لتقدير هيدروكلوريد ثلاثي البرولدين في المحاليل المائية والنماذج البايولوجية اضافة الى المستحضرات الصيدلانية منها طريقة كروموتوغرافيا السائل ذات الاداء العالي HPLC(2) والطريقة الطيفية بالأشعة فوق البنفسجية باستخدام المشتقات (3 - 5) والطريقة اللونية Colorimetric (6) والتسحيحية (7).

364 و 293 نانوميتر، وبالطريقة نفسها تم تقدير تركيز العقار في محلول المستحضر (شراب Actifed).

النتائج والمناقشة

أولاً - الدراسات الطيفية

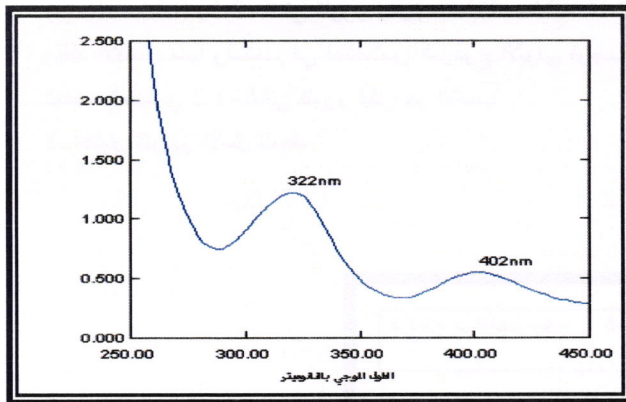
دراسة طيف امتصاص المزدوج الأيون المتكون من المعقد

$[PdI_4]^{-2}$ وعقار الـ TPH

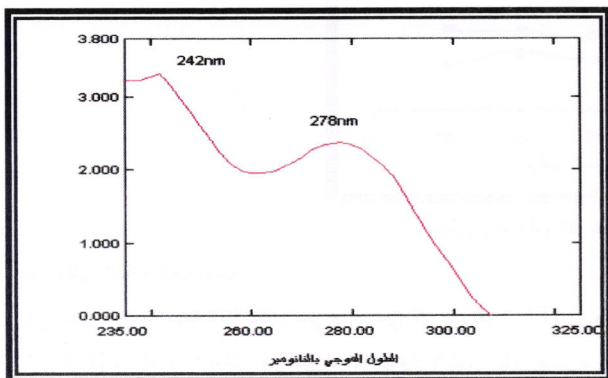
تم تسجيل طيف الامتصاص الجزيئي لمعقد $[PdI_4]^{-2}$ وعقار الـ TPH بتركيز 10 أجزاء من المليون لكليهما مقابل الماء المقطر كمحلول صوري اذ أظهر المعقد $[PdI_4]^{-2}$ امتصاصاً عند الطول الموجي 322 نانوميتر وعند الطول الموجي 402 نانوميتر شكل (1)، وهذه الامتصاصيات قريبة لما جاء في البحوث⁽¹⁴⁾

وأظهر محلول العقار امتصاصاً عند 242 و 278 نانوميتر (شكل 2).

عند مزج 0.5 مللتر من محلول العقار (TPH) مع 0.5 مللتر من محلول المعقد $[PdI_4]^{-2}$ بتركيز 100 جزء من المليون لكليهما والاستخلاص مع 4.0 مل من المذيب العضوي 2،1 - ثنائي كلوروايثان اظهر المستخلص اعلى امتصاصية عند الطولين الموجيين 293 و 364 نانوميتر (شكل 3) باستخدام المذيب العضوي كمحلول صوري في حين لم تظهر محاليل الـ $[PdI_4]^{-2}$ وعقار الـ TPH المستخلصة بنفس المذيب أي امتصاص عند هذين الطولين الموجيين.



شكل رقم (1) طيف الامتصاص لمعقد الـ $[PdI_4]^{-2}$



شكل رقم (2) طيف الامتصاص لعقار الـ TPH

وتم تبخيره باستخدام مسخن حراري إلى ما قبل الجفاف ثم أضيف 3.0 مللتر من حامض الهيدروكلوريك المركز وبُخّر إلى نصف الحجم المضاف وخُفّف بالماء المقطر في قنينة حجمية سعة 100 مللتر وتم الحصول على محلول ذي لون برتقالي بتركيز 1000 جزء من المليون⁽¹⁴⁾.

كما تم تحضير محلول يوديد البوتاسيوم 40% ومحلول حامض الاسكوريك 1% بالإذابة والتخفيف المناسب.

محلول المعقد $[PdI_4]^{-2}$ بتركيز 100 جزء من المليون

خُصّر بنقل 2.5 مللتر من المحلول القياسي الأم للبلاديوم 1000 جزء من المليون إلى قنينة حجمية سعة 25 مللترًا وأضيف 5.0 مللتر من محلول حامض الهيدروكلوريك 1:1 و 5.0 مللتر من محلول يوديد البوتاسيوم 40% و 1.0 مللتر من محلول حامض الاسكوريك 1% وأكمل الحجم إلى حد العلامة وكان الناتج محلولاً ذو لون بني محمر بتركيز 100 جزء من المليون⁽¹⁴⁾.

محلول قياسي لعقار الـ TPH بتركيز 1000 جزء من المليون

خُصّر بإذابة 0.1 غرام من العقار في حجم مناسب من الماء المقطر وأكمل الحجم إلى حد العلامة في قنينة حجمية سعة 100 مللتر.

محلول مستحضر أقراص الـ Actebid

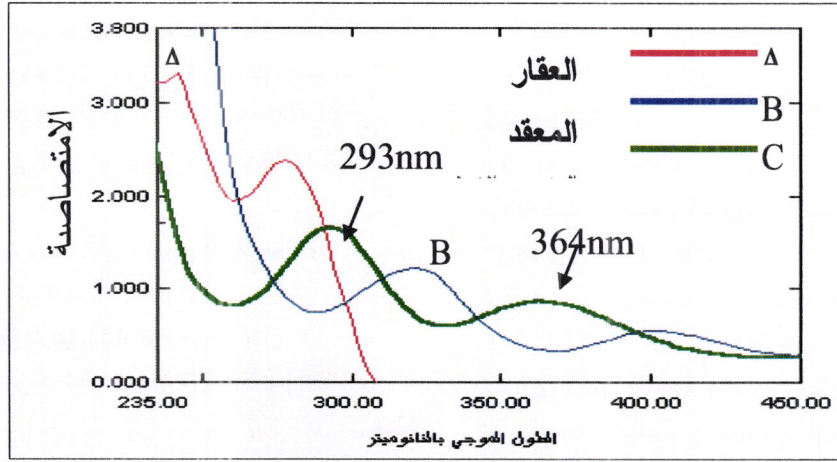
تم سحن عشرة أقراص من المستحضر (كل قرص يحتوي على 2.5 ملغرام من مادة الـ TPH) في هاون عقيق وكان معدل وزن الحبة الواحدة 0.2565 غراماً وتم بعد ذلك إذابة 0.1027 غراماً في حجم مناسب من الماء المقطر وأكمل الحجم في قنينة حجمية سعة 100 مللتر بالماء المقطر إلى حد العلامة فكان الناتج محلولاً يحوي على الـ TPH بتركيز 10 أجزاء من المليون، وأخذ من المحلول المحضر 20 مللترًا وأكمل حجمه إلى حد العلامة في قنينة حجمية سعة 25 مللترًا بالماء المقطر.

محلول مستحضر شراب الـ Actifed

نُقل 4.0 مللترًا من هذا المستحضر باستخدام الماصة المدرجة (كل 5.0 مللتر من المستحضر يحوي 1.25 ملغراماً من الـ TPH) إلى قنينة حجمية سعة 100 مللتر وأكمل الحجم إلى حد العلامة بالماء المقطر، فكان الناتج محلولاً يحوي على الـ TPH بتركيز 10 أجزاء من المليون، وأخذ من المحلول المحضر 20 مللترًا وأكمل حجمه إلى حد العلامة في قنينة حجمية سعة 25 مللترًا بالماء المقطر.

طريقة الإضافات القياسية

قدر تركيز العقار في محلول المستحضر (أقراص) Actebid المحضر بتركيز 8.0 جزء من المليون بوضع 0.5 مللتر منه في خمسة قناني حجمية سعة 5.0 مللتر وإضافة حجوم متزايدة من محلول العقار القياسي 100 جزء من المليون تراوحت من 0.1-0.8 مللتر وأضيف إلى كل مزيج 0.4 مللتر من محلول المعقد $[PdI_4]^{-2}$ وأكمل الحجم بالماء المقطر إلى حد العلامة وابتاع الظروف المثلى استخلص المزدوج مع المذيب العضوي المختار وقيست الامتصاصية عند الطولين الموجيين



شكل رقم (3) طيف امتصاص المزيج الأيوني

حُدِّدَ أفضل تركيز للمعقد بأخذ حجوم ثابتة من محلول الـ 100 TPH بتركيز جزء من المليون مع إضافات متزايدة من محلول الـ $[PdI_4]^-$ بتركيز 100 جزء من المليون في سلسلة من القناني الحجمية سعة 5.0 ملتر وأكمل الحجم لكل منها إلى حد العلامة بالماء المقطر ، وتم استخلاص المزيج الأيوني المتكون في كل مرة مع 4.0 ملتر من المذيب العضوي 2،1 - ثنائي كلوروإيثان وظهر أعلى امتصاصية عند الطولين الموجيين 293 و 364 نانومتر ورسمت العلاقة بين الامتصاصية وحجم المعقد المضاف وتم تحديد التركيز الأمثل للمعقد الذي يحقق أعلى امتصاصية عند هذين الطولين الموجيين فوجد أن التركيز المناسب للعقار هو 10 جزء من المليون وتحديد التركيز الأمثل للمعقد $[PdI_4]^-$ والذي كان 10 جزء من المليون (اعتمد في التجارب اللاحقة) والذي أعطى أعلى امتصاصية جزيئية والنتائج مبينة في الشكل رقم (4) .

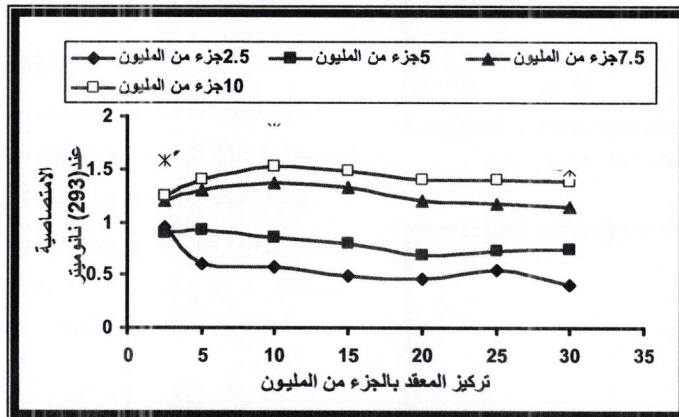
ثانياً - دراسة الظروف المثلى للتفاعل بين المعقد $[PdI_4]^-$ وعقار الـ TPH

إن ظروف التفاعل التي تمت دراستها هي :

1. اختيار المذيب العضوي المناسب للاستخلاص

تم اختبار عدد من المذيبات العضوية لاستخدامها في استخلاص المزيج الأيوني المتكون من تفاعل المعقد $[PdI_4]^-$ مع العقار TPH ، ومن هذه المذيبات ثنائي كلورو ميثان (Dichloro methane) ، الكلوروفورم (Chloroform) و 2،1 - ثنائي كلورو إيثان (1,2-Di-ChloroEthane) وحُدِّدَ الأفضل منها واستُخدم في استخلاص المزيج الأيوني فوجد أن المذيب العضوي 1،2 - ثنائي كلورو إيثان هو الأنسب .

2. اختيار التركيز الأمثل للمعقد



شكل رقم (4) التركيز الأمثل للمعقد عند 293 نانومتر

استخلاص المحلول عند كل دالة حامضية مع 4.0 ملتر من المذيب العضوي 2،1 - ثنائي كلوروإيثان سُجِّلَت الامتصاصية عند الطولين الموجيين 293 و 364 نانومتر، و وجد أن أفضل دالة حامضية التي عندها تم الحصول على أعلى امتصاصية عند الطولين الموجيين 364 و 293 نانومتر والتي اعتمدت في التجارب اللاحقة هو عند $pH=3$ والنتائج موضحة في الجدول رقم (1)

3. تأثير الدالة الحامضية

في قنينة حجمية سعة 5.0 ملتر مَزَجَ حتمي كل من الـ TPH والمعقد $[PdI_4]^-$ 0.5 ، 0.4 ملتر بتركيزهما النهائية 12.5 ، 10 جزء من المليون على التوالي والمحدد في الفقرة السابقة ودرِسَ تأثير التغير في الدالة الحامضية لمحلول المزيج الأيوني المتكون وذلك بتثبيت الدالة الحامضية للمحلول عند قيمة معينة في كل مرة تراوحت من 1-7 باستخدام محلول 0.1 مولاري NaOH أو محلول 0.1 مولاري HCl وأكمل الحجم بالماء المقطر إلى حد العلامة كحجم أولي ، وعند

جدول رقم (1) تأثير الدالة الحامضية على امتصاصية المزدوج الأيوني

المكون من المعقد $[PdI_4]^{-2}$ مع عقار الـ TPH

الدالة الحامضية pH	الامتصاصية عند $\lambda = 364$ نانوميتر	الامتصاصية عند $\lambda = 293$ نانوميتر
1	0.65	1.52
2	0.74	1.58
3	0.83	1.76
4	0.74	1.45
5	0.73	1.05
6	0.46	0.99
7	0.32	0.70

4. تأثير حجم الطور المائي

بعد تحديد تركيزي العقار والمعد والدالة الحامضية تم تغيير الحجم النهائي للطور المائي من 4.0-8.0 مللتر بإضافة أحجام متزايدة من الماء المقطر وتسجيل الامتصاصية عند الطولين الموجبين السابقين بعد استخلاصه مع المذيب العضوي نفسه وبالحجم نفسه ، اعتمد 5.0 مللتر من المحلول المائي في التجارب اللاحقة والنتائج موضحة في الجدول رقم (2) .

جدول رقم (2) تأثير حجم الطور المائي على امتصاصية المزدوج

الأيوني المكون من المعقد $[PdI_4]^{-2}$ مع عقار الـ TPH

حجم الطور المائي بالمليتر	الامتصاصية عند $\lambda = 364$ نانوميتر	الامتصاصية عند $\lambda = 293$ نانوميتر
4	0.70	1.53
5	0.83	1.76
6	0.82	1.71
7	0.83	1.75
8	0.80	0.72

5. تأثير حجم الطور العضوي

درس تأثير التغير في حجم الطور العضوي اللازم لاستخلاص المزدوج الأيوني المكون من المعقد $[PdI_4]^{-2}$ والعقار TPH من 3.0-6.0 مللتر (جدول 3) وسُجلت الامتصاصية للمستخلص عند الطولين الموجبين المذكورين ، إذ استُخدم 4.0 مللتر من المذيب العضوي في التجارب اللاحقة .

جدول رقم (3) تأثير حجم الطور العضوي على امتصاصية المزدوج

الأيوني المكون من المعقد $[PdI_4]^{-2}$ مع عقار الـ TPH

حجم الطور العضوي بالمليتر	الامتصاصية عند $\lambda = 364$ نانوميتر	الامتصاصية عند $\lambda = 293$ نانوميتر
3	0.79	1.69
4	0.83	1.76
5	0.77	1.70
6	0.74	1.65

6. تأثير درجة الحرارة

درس تأثير التغير في درجة الحرارة وسُجلت الامتصاصية للمستخلص عند الطولين الموجبين المذكورين ، وُجد أن امتصاصية المزدوج الأيوني المكون من المعقد $[PdI_4]^{-2}$ مع عقار الـ TPH تقل مع زيادة درجة الحرارة عن 25 درجة مئوية وقد يرجع ذلك إلى تفكك المزدوج الأيوني (4)، وقد اعتمدت هذه الدرجة في التجارب اللاحقة والنتائج موضحة في الجدول رقم (4) .

جدول رقم (4) تأثير درجة الحرارة على امتصاصية المزدوج الأيوني

المكون من المعقد $[PdI_4]^{-2}$ مع عقار الـ TPH

درجة الحرارة المئوية	الامتصاصية عند $\lambda = 364$ نانوميتر	الامتصاصية عند $\lambda = 293$ نانوميتر
25	0.83	1.76
30	0.79	1.73
35	0.78	1.65
40	0.72	1.61
45	0.70	1.59

7. تأثير زمن التفاعل

درس تأثير زمن التفاعل لمحلول المزدوج الأيوني المكون من المعقد $[PdI_4]^{-2}$ والعقار TPH قبل الاستخلاص لمدة زمنية تراوحت من (لحظة الخلط وضبط الـ pH وإكمال الحجم المطلوب للمحلول بالماء المقطر) إلى ما بعد 25 دقيقة ووُجد أن أعلى امتصاصية عند الطولين الموجبين 364 و 293 نانوميتر هي عند زمن تفاعل 15 دقيقة (جدول رقم 5) ، ثم تبدأ بالانخفاض وقد يعود ذلك إلى أن المعقد يتفكك إذا استمر بقاءه في الطور المائي مدة زمنية طويلة (4).

جدول رقم (5) تأثير زمن التفاعل في امتصاصية المزدوج الأيوني

المكون من المعقد $[PdI_4]^{-2}$ مع عقار الـ TPH

زمن التفاعل بالدقائق	الامتصاصية عند $\lambda = 364$ نانوميتر	الامتصاصية عند $\lambda = 293$ نانوميتر
5	0.83	1.76
10	0.97	1.79
15	1.07	1.81
20	0.63	1.37
25	0.59	1.29

8. تأثير زمن الرج

أجريت دراسة تأثير التغير في زمن الرج لمحلول المزدوج الأيوني المكون من المعقد $[PdI_4]^{-2}$ والعقار TPH مع المذيب العضوي في قمع الفصل من 0.5-4.0 دقيقة وقيست الامتصاصية للمستخلص في كل مرة عند الطولين الموجبين المذكورين ، وُجد أن أفضل زمن لرج محلول المزدوج الأيوني مع المذيب العضوي الذي يحقق أعلى امتصاصية جزئية عند الطولين الموجبين المذكورين هو دقيقة واحدة كما هو موضح في الجدول رقم (6) .

جدول رقم (6) تأثير زمن الرج

زمن الرج بالدقائق	الامتصاصية عند $\lambda = 364$ نانوميتر	الامتصاصية عند $\lambda = 293$ نانوميتر
0.5	1.07	1.68
1	1.10	1.81
2	0.96	1.69
3	0.60	1.65
4	0.75	1.50

9. الاستخلاص المتعدد

درست مدى أهمية الاستخلاص المتعدد عن طريق استخلاص الطبقة المائية المتبقية من الاستخلاص الأول بالحجم الأمثل من المذيب العضوي المناسب مرة ثانية بعد سحبه إلى قمع فصل آخر نظيف وجاف وسُجلت الامتصاصية ووُجد انه بعد الاستخلاص الأول (E_1) وعند إضافة الحجم

* لحظة التحضير لانتزيع عن 16 دقيقة ونصف من لحظة البدء
الجدول التالي يبين ملخص للظروف المختارة لتكوين واستخلاص
مزدوج الترابط الايوني بين المعقد $[PdI_4]^{2-}$ وعقار الـ TPH

ت	الظروف المدروسة	النتائج المثلى
1	التركيز الامثل للعقار	10 جزء من المليون
2	التركيز الامثل للمعقد	10 جزء من المليون
3	الدالة الحامضية	3
4	زمن التفاعل	15 دقيقة
5	درجة الحرارة	25°م
6	حجم الطور المائي	5 مل
7	حجم الطور العضوي	4 مل
8	زمن الرج	دقيقة واحدة
9	عدد مرات الاستخلاص	مرة واحدة

ثالثاً - منحنى المعايرة

رسم منحنى المعايرة للمزدوج الايوني المكون من المعقد $[PdI_4]^{2-}$ والعقار TPH وذلك من خلال اخذ حجوم متزايدة من العقار بتركيز ابتدائي 100 جزء من المليون تراوحت من 0.04-0.4 مللتر إلى قناني حجمية سعة 5.0 مللتر وإضافة 0.4 مللتر من محلول المعقد $[PdI_4]^{2-}$ بتركيز ابتدائي 100 جزء من المليون وابتاع الظروف التجريبية المثلى للتفاعل استخلص كل أنموذج بـ 4.0 مللتر من المذيب العضوي 2:1- ثنائي كلوروايثان وسُجلت الامتصاصية لكل مستخلص عند الطولين الموجيين 293,364 نانوميتر إذ كانت التراكيز النهائية للعقار بعد الاستخلاص 1 1.5 2 2.5 5 10 جزء من المليون وللمعقد 10 جزء من المليون ، والشكلان رقم (5) و(6) يوضحان منحنيا المعايرة والجدولان رقم (9) و(10) يبينان المعالجة الاحصائية للنتائج.

الأمثل للمذيب نفسه وبزمن الرج الأمثل وابتاع الظروف المثلى الأخرى من درجة الحرارة المثلى وزمن التفاعل والدالة الحامضية وفي قمع فصل آخر جاف ونظيف بان الامتصاصية عند الطولين الموجيين 364 و 293 نانوميتر للاستخلاص الأول ذات قيمة هي أعلى بكثير (جدو 7) من قيمتها عند الاستخلاص الثاني (E_2) ولكلا الطولين الموجيين ، لذا انتقت الحاجة إلى الاستخلاص لمرتين.

جدول رقم(7) قيم الامتصاصية للاستخلاص الأول والثاني عند الطولين الموجيين 364 و 293 نانوميتر

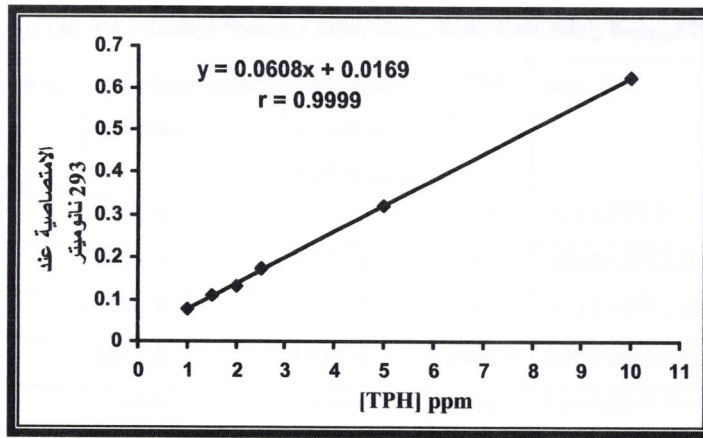
الطول الموجي بالنانوميتر	الامتصاصية عند E_1	الامتصاصية عند E_2	النسبة المئوية للاستخلاص الاول %
293	1.81	0.020	98.89
364	1.07	0.012	98.87

10. دراسة تأثير الزمن على امتصاصية المزدوج الايوني في المذيب العضوي

أجريت هذه الدراسة بوضع الأحجام المحددة لكل من العقار والمعقد بتركيز ابتدائي 100 جزء من المليون في قنبنة حجمية سعة 5.0 مللتر وأكمل الحجم الأمثل بالماء المقطر وابتاع الظروف التجريبية المثلى استخلص المزدوج الايوني بـ 4.0 مللتر من المذيب العضوي المختار وسُجلت الامتصاصية الجزئية عند الطولين الموجيين المذكورين بأوقات زمنية من لحظة التحضير إلى 48 ساعة ، والنتائج موضحة في الجدول رقم (8) .

جدول رقم(8) دراسة تأثير الزمن على امتصاصية المزدوج الايوني

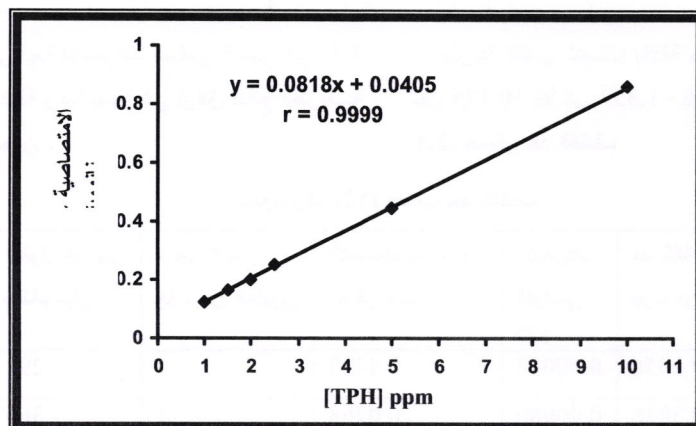
ساعة الدراسة	الامتصاصية	
	عند الطول الموجي 293 نانوميتر	عند الطول الموجي 364 نانوميتر
لحظة التحضير *	1.081	1.070
بعد ساعة	1.805	1.068
بعد 2 ساعة	1.790	1.059
بعد 3 ساعات	1.786	1.055
بعد 4 ساعات	1.785	1.054
بعد 5 ساعات	1.783	1.054
بعد 6 ساعات	1.777	1.040
بعد 24 ساعة	1.580	0.690
بعد 48 ساعة	1.490	0.655



شكل رقم (5) منحنى المعايرة لتقدير الـTPH عند الطول الموجي 364 نانوميتر

جدول رقم (9) المعالجة الاحصائية لنتائج منحنى المعايرة عند الطول الموجي 364 نانوميتر

تركيز العقار في 4مل مذيب عضوي بالجزء من المليون	الامتصاصية وبمعدل 6 قراءات	الامتصاصية من معادلة الخط المستقيم	RSD,%	حدود الثقة	RE,%	Rec,%
1.0	0.0767	0.7770	1.9924	$\pm 0.0160.0767$	-1.287	98.713
1.5	0.1100	0.1080	0.9091	$0.0110.1100 \pm$	1.758	101.758
2.0	0.1340	0.1385	0.1143	0.1340 ± 0.002	-3.249	96.751
2.5	0.1733	0.1689	0.0881	$\pm 0.0020.1733$	2.605	102.605
5.0	0.3200	0.3209	0.3125	$\pm 0.01050.322$	0.281	99.719
10	0.6250	0.6249	0.0245	$\pm 0.00200.625$	0.016	100.016



شكل رقم (6) منحنى المعايرة لتقدير الـTPH عند الطول الموجي 293 نانوميتر

جدول رقم (10) المعالجة الإحصائية لنتائج منحنى المعايرة عند الطول الموجي 293 نانومتر

تركيز العقار في 4 مل مذيب عضوي بالجزء من المليون	الامتصاصية وبمعدل 6 قراءات	الامتصاصية من معادلة الخط المستقيم	RSD, %	حدود الثقة	RE, %	Rec, %
1.0	0.1240	0.1223	0.8130	$\pm 0.0250.124$	1.390	101.39
1.5	0.1650	0.1632	0.6061	$\pm 0.0250.1650$	0.311	101.103
2.0	0.1977	0.2041	0.2921	$\pm 0.1977 \pm 0.014$	-3.136	96.864
2.5	0.2500	0.2450	4.0000	$\pm 0.2460.2500$	2.041	102.041
5.0	0.4467	0.4495	4.6605	$\pm 0.5120.4467$	-0.623	99.377
10	0.8600	0.8585	1.1628	$\pm 0.2460.8600$	0.175	100.175

هي اكبر من أربعة وكذلك من خلال قيم حساسية ساندل 0.0165 و 0.0122 مايكروغرام/سم² عند هذين الطولين الموجيين.

1.3. الدقة والتوافق

تم ذلك بالتقدير الطيفي حسب طريقة البحث ولتركيزين مختلفين من العقار يقعان ضمن حدود قانون بير لمنحنى المعايرة ولست مرات متوالية باتباع الظروف المثلى كما موضح في الجدول رقم(11).

من خلال النتائج الموضحة في الجدولين رقم(9) و(10) والشكلين(5) و(6) يتبين المدى الواسع من التراكيز الذي يمكن من خلاله تقدير العقار إذ يتبع قانون بير من 1-10 أجزاء من المليون ثم يحصل انحراف سلبي للتراكيز الأعلى من 10 جزء من المليون .

تعد طريقة التقدير طريقة حساسة ولكلا الطولين الموجيين 293 و 364 نانومتر من خلال قيمة معامل الامتصاص المولاري ϵ الذي بلغ 27231.2 و 20240.3 لتر/مول.سم على التوالي إذ إن لوغاريتم قيمة ϵ

جدول رقم (11) الدقة والتوافق

الطول الموجي بالنانومتر	تركيز العقار جزء من المليون	الامتصاصية وبمعدل 6 قراءات	الامتصاصية من معادلة الخط المستقيم	RSD, %	حدود الثقة	RE, %	Rec, %
293	5	0.4434	0.4495	3.3959	0.4434 ± 0.0172	-1.357	98.643
	10	0.8600	0.8585	1.4708	0.8600 ± 0.01265	0.175	100.175
364	5	0.3208	0.3209	1.9949	0.0727 ± 0.3208	-0.031	99.969
	10	0.6257	0.6249	0.3737	0.0302 ± 0.6257	0.128	100.128

يتبين من الجدول (11) أن أعلى قيمة للانحراف القياسي النسبي هي 3.4 تقريباً وكل القيم الأخرى هي قليلة وهذا يشير إلى توافق نتائج الطريقة المستحدثة ولكلا الطولين الموجيين .

إن طريقة التقدير تتصف بالدقة من خلال قيم الخطأ النسبي المحصورة بين 0.175% إلى -1.357% .

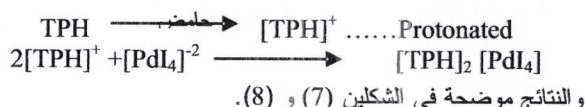
2.3. حساب حد الكشف

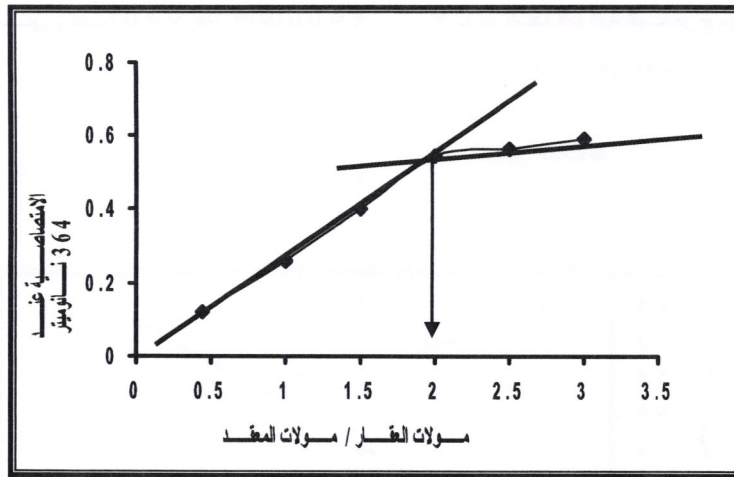
جدول رقم (12) حساب حد الكشف

الطول الموجي بالنانومتر	تركيز العقار جزء من المليون	الامتصاصية بمعدل 6 قراءات	الانحراف القياسي SD	حد الكشف جزء من المليون
293	1	0.4433	0.00082	0.0056
364	1	0.0768	0.00980	0.3828

يتبين من الجدول أعلاه أن قيم حد الكشف منخفضة نسبياً وهي 0.0056 و 0.3828 جزء من المليون عند الطولين الموجيين 293 و 364 نانومتر على التوالي .

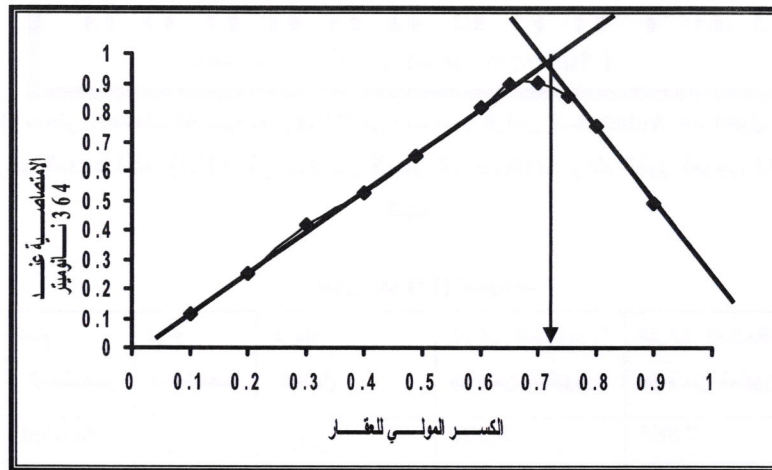
رابعاً - تعيين تكافؤية المزدوج الأيوني





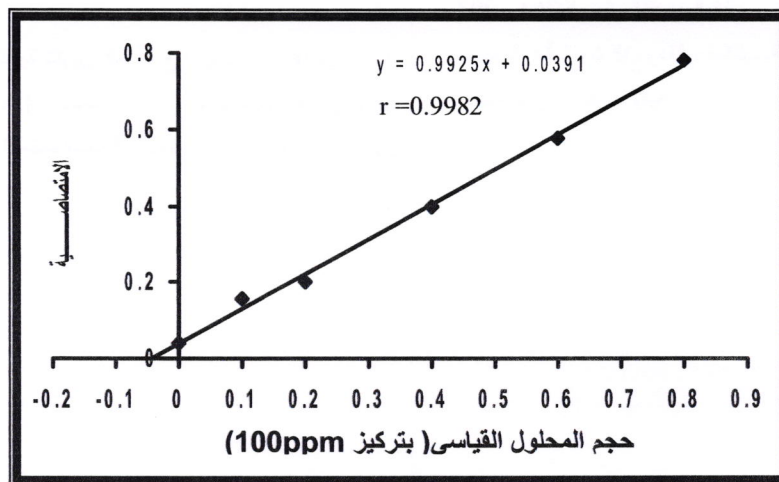
شكل رقم (7) طريقة النسبة المولية لتعيين تكافؤية المزدوج الأيوني

عند الطول الموجي 364 نانومتر



شكل رقم (8) طريقة التغيرات المستمرة لتعيين تكافؤية المزدوج الأيوني عند الطول الموجي 364 نانومتر

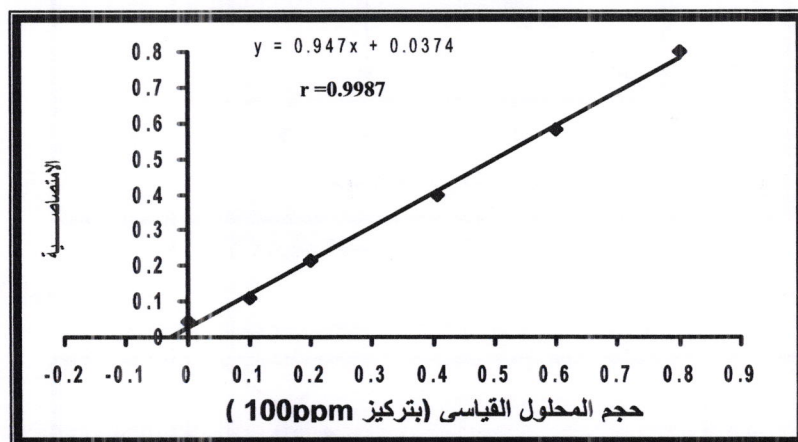
ويبين من الشكلين 7 و 8 ان نسبة الاتحاد للعنق مع المعقد $[PdI_4]^{-2}$ الصيدلانية إذ أظهرت النتائج بان تقدير العنق بطريقة الامتصاص هي (2 إلى 1).
خامساً - التطبيقات : باستخدام طريقتي التحليل المباشرة والإضافات القياسية تم تقدير تركيز عنق الـ TPH في محاليل المستحضرات



شكل رقم (9) منحنى طريقة الإضافات القياسية لعنق TPH إلى مستحضر شراب الـ Actifed عند الطول الموجي 293 نانومتر

V_e حجم المادة الدوائية المستخرج من المعادلة = 0.03939 مل
 V_0 الحجم المأخوذ من محلول مستحضر (شراب) الـ Actifed = 0.5 مل
 C_0 التركيز الملاحظ

بالاعتماد على معادلة الخط المستقيم وعندما $y = 0$ فإن $x = 0.03939$
 وبهذا يكون التركيز الملاحظ 7.879 جزء من المليون وذلك باستخدام العلاقة $C_0 = \frac{VeCs}{V_0}$ حيث أن:
 C_s تركيز المحلول القياسي للمادة الدوائية النقية المضافة = 100 جزء من المليون



شكل رقم (10) منحنى الإضافات القياسية لعقار TPH إلى مستحضر أقراص الـ Actebid عند الطول الموجي 293 نانوميتر وبنفس الكيفية فإن التركيز الملاحظ لعقار (TPH) في مستحضر أقراص الـ Actibed وعند الطول الموجي 293 نانوميتر هو 7.898 جزء من المليون .

جدول رقم (13) التطبيقات

الطول الموجي نانوميتر	اسم المستحضر	نوع المستحضر	طريقة التحليل	التركيز المدروس* جزء من المليون	التركيز الملاحظ** جزء من المليون	Rec, %	RE, %
293	Actifed	شراب	المباشرة	8.000	7.864	98.30	-1.70
293	Actebid	أقراص	المباشرة	8.000	8.100	101.25	1.25
293	Actifed	شراب	الإضافات القياسية	.0008	7.879	98.48	-1.52
293	Actebid	أقراص	الإضافات القياسية	8.000	7.898	98.73	-1.27

* التركيز المدروس استناداً إلى المعلومات المثبتة من قبل الشركة المنتجة
 ** معدل لثلاث قراءات

293 و 364 نانوميتر لتقدير العقار . وإن الطريقة الطيفية الجديدة ذات حساسية عالية وتوافق ودقة وإمكانية تطبيقها لتقدير العقار في المستحضرات الصيدلانية .

الاستنتاجات

تبين من خلال البحث إمكانية تكوين المزدوج الايوني من تفاعل عقار (TPH) مع المعقد $[PdI_4]^{2-}$ واستخلاصه الى المذيب العضوي 2،1- ثنائي كلوروإيثان وقياس الامتصاصية للمستخلص عند الطولين الموجيين

المصادر

9. سعيد ، سمير عبد الرحيم ؛ مدخل إلى تقنيات الفصل في الكيمياء ، جامعة الموصل (1985) 60 .
10. سوير، د. ت. ، هانيمان، آر و بيبي، ج، ام ؛ تجارب كيميائية للطرائق الآلية ، ترجمة د. زهير متي قصير، جامعة بغداد . مطبعة التعليم العالي في الموصل، (1989) 271 .
11. الحيدري ، عبد المحسن عبد الحميد، التحليل الكيميائي الآلي، بغداد - مطبعة جامعة بغداد، (1992) 176 .
12. Rao. C. N. R.; Ultra Violet and Visible Spectroscopy, 3th Ed., Chemical Applications, Butter Worth and Com. Ltd, (1975), 92 .
13. Mermet, J. M.; Analatical Chemistry, Chichester, New York, (1998).
14. arzenko, Z.; Spectrophotometric Determination of Elements, John Wiely & sons, Inc. New York, (1976), 414 .
1. Delgad, J. N. & Remers, W. A.; Textbook of organic Medicinal & harmaceutical Chemistry, 10th Ed., Lippincott Williams & Wilkins Awolters Kluwer com., Pheladelphia, (1998), 670 .
2. Ezzat M.; European J. of pharmaceutical Scinences , 5(1), Jan. 1997.
3. Nagaraja, P. j, Nandipura D.; Analytical Sciences , 16(1), Nov. 2000.
- 4- Morrison, G.H. "Solvent Extraction in Analytical Chemistry " , Butter Worth Ltd . , (1978).
5. Mumtaz, A.; Kazi, A.; Aman, T.; Sabri, M. O. & Noureen, F.; Proc. Pakistan Acad .Sci., 42 (4) , 253, 2005.
6. Metwally, F.H. J . Pharm. Biomed. Anal., 26, 265, 2001.
7. Basuvaiha, K.; Turk. J Chem , 26(1) , 2002.
8. العبايجي، مؤيد قاسم و الغبشة، ثابت سعيد؛ أسس الكيمياء التحليلية، جامعة الموصل - مديرية مطبعة الجامعة ، (1986) 305 .

Spectrophotometric determination of Triprolidine Hydrochloride drug via formation –extraction of its ion association pair with $[PdL_4]^{-2}$

Suham T. Amine¹, Ali Ibraheem Khaleel², Asmaa Ahmad Mohammad³, Sahira Ahmad Mahmood⁴

¹ Chemistry Department , College of Science , University of Tikrit , Tikrit , Iraq.

² Pharmacy College / University of Tikrit , Sallah AL-Den , Iraq.

³ Chemistry Department , College of Education , University of Tikiet , Tikrit , Iraq.

⁴ Technical wateriness armory Department , technical institute , Al-Hawijah , kirkok , Iraq.

Abstract

This study includes Spectrophotometric determination of Triprolidine Hydrochloride (TPH) drug. TPH was determined by forming ion association pair with

$[PdL_4]^{-2}$ complex. Brown colour solution was obtained when mixing TPH with $[PdL_4]^{-2}$. At 25°C Five ml of the formed ion pair at optimum pH=3 was extracted in to 4 ml of 1,2-dichloroethan with mixing time of one minute and showed maximum absorption at 293 and 364 nm. Beer Lambert law is obeyed over the concentration range of (1-10) ppm. Triprolidine Hydrochloride with molar absorptivity of 2.7231×10^4 L/mol. cm, sandal index of 0.0165, 0.0122 $\mu g/cm^2$ and RSD of 1.47 .

This method was successfully applied for the determination of TPH in some pharmaceutical preparations with percentage recovery of not less than 98% by one batch extraction .