الارتقاء بالبحوث العلمية طريقنا لخدمة المجتمع

التقدير الطيفي ليوديد الأيزوبروباميد بشكله النقي وفي المستحضرات الصيدلانية باستخدام تفاعل الاكسدة ومع حامض السلفانليك ككاشف اقتران

محمد فرحان احمد ، شذى يونس يحيى ، فدعم متعب عبدون

قسم الكيمياء ، كلية العلوم ، جامعة تكريت ، تكريت ، العراق

معلومات البحث

الكلمات المفتاحية:

الاسم: محمد فرحان احمد

البريد الاليكتروني:

رقم الهاتف:

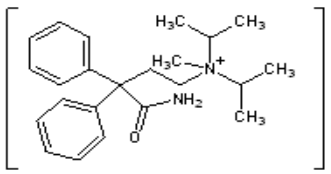
الملخص

لقد تم تطوير طريقة طيفية بسيطة وحساسة وسريعة لتقدير عقار أيزوبروباميد أيوديد في الوسط المائي، حيث تعتمد هذه الطريقة الطيفية على تفاعل الإقتران التأكسدي الذي يتم بأكسدة عقار يوديد الأيزوبروباميد في وسط حامضي (HCl) وذلك باستخدام N – برومو سكسينميد، حيث يتكون ناتج ذو لون بنفسجي حال إقترانه مع الكاشف حامض السلفانليك، حيث يعطي أعلى امتصاصية عند الطول الموجي 543nm، حيث كانت حدود قانون لامبرت بير لمدى من التراكيز (8 – 140مايكروغرام/مل) ومعدل الاسترادية (99.376%) وكذلك الانحراف القياسي النسبي بحدود (0.183%) كما أن حد الكشف كان (2.0857 مايكروغرام/مل). حيث تم تطبيق هذه الطريقة بنجاح في تقدير مستحضر السلابيد الحاوي على يوديد الأيزوبروباميد بنجاح.

المقدمة

كيميائياً فإن عقار يوديد الأيزوبروباميد هو : amino – *N,N* diisopropyl-*N*-methyl-4-oxo-3,3-4 diphenylbutan-1-amonium iodide.

حيث يستخدم كدواء مضاد للكولين، ويتميز بأنه مسحوق بلوري أبيض اللون ومائل للصفار، كذلك يتميز بأنه قليل الذوبان في الماء، ولكنه جيد الذوبان في الايثانول وسريع الذوبان في الكلوروفورم والميثانول ولكنه غير قابل للذوبان في البنزين والايثر [1] وصيغته الجزيئية هي ($C_{22}H_{33}IN_2O$)، ووزنه الجزيئي (480.43غرام/مول) وصيغته التركيبية يمكن توضيحها بالشكل التالي [2-3] :



شكل (1) التركيب الكيميائي للعقار IPAI

يحتوي عقار يوديد الايزوبروباميد على مجموعة كاتيون أمونيوم الرباعي ويتوفر غالباً على شكل ملح اليوديد كما يمكن أن يتوفر على شكل أملاح البروميد والكلوريد، وله أهمية كبيرة في علاج القرحة الهضمية وفي علاج القولون العصبي كما يستعمل كعامل مساعد لتهدئة بعض الاضطرابات التي تصيب الجهاز الهضمي [4] كما يستعمل في تهدئة اضطرابات المسالك البولية المرتبطة بنسيج العضلات الملساء [5] وفي علاج قرحة الحموضة المعدية وفي علاج فرط الحركة [6]. كما للعقار بعض الآثار الجانبية عند استخدامه منها صعوبة البلع والعطش وجفاف في الفم [7] كما يسبب تشوش في الرؤيا والحمى وكذلك يسبب زيادة سرعة دقات القلب وسرعة التنفس كما يسبب حالة من الارتباك وكذلك الكآبة والصداع وكذلك يسبب السمنة [8] كما قد يسبب انهيار الدورة الدموية.

ولقد وجد من خلال مراجعة البحوث والدراسات السابقة أن هنالك العديد من الأساليب والطرق المتعددة لتعيين عقار أيزوبروباميد أيوديد (IPAI) كمياً منها استخدام مطيافية الأشعة فوق البنفسجية بطريقة الطيف المرئي بتكوين مزدوج أيوني بين العقار وصبغة البروموفينول الأزرق وباستعمال الكلوروفورم كمذيب وقيست الامتصاصية عند الطول الموجي (600nm) وتم تطبيق هذه الطريقة بنجاح كما تم تعيين العقار بطريقة المشتقة الثانية (D_2) لمطيافية الأشعة فوق البنفسجية بالاستناد إلى نقطة التقاطع الصفري وكذلك بصعود القمة إلى خط الأساس عند الطولين الموجيين (270.4nm 230.2nm). كما تم تعيينه بالإعتماد على طريقة المشتقة المتعاقبة لنسبة الطيف والمعتمدة أساساً على الاشتقاق المتعاقب باستخدام (HCl) (0.1N) كمذيب وقيست الامتصاصية عند الطول الموجي (223 nm) [9]،

كذلك تم تعيينه باستخدام طريقة المشتقة الأولى (D_1) والمشتقة الثانية (D_2) والمشتقة الثالثة (D_3) والمشتقة الرابعة (D_4) آنياً في المنطقة الفوق البنفسجية حيث تم تعيينه بصورته النقية وبمدى تراكيز من (5 – 60) مايكروغرام/مل بوجود عقار ترايفلوبرازين هيدروكلوريد (TFPH) كمتداخل وقيست أنماط المشتقات عند الأطوال الموجية (236 nm) و (246 nm , 230 nm) و (236 nm , 252 nm) و (246 nm , 258 nm) للمشتقات (D_1) و (D_2) و (D_3) و (D_4) على التوالي [1]، كما تم تعيينه بطريقة حساب المساحة تحت المنحني حيث استخدمت لتقدير عقار (IPAI) بشكله النقي وفي مستحضراته الصيدلانية بالاعتماد على حساب المساحة تحت المنحني للمنطقة المحصورة بين الطولين الموجيين (231 nm – 219.2 nm)، حيث أظهرت النتائج مطاوعتها لقانون بيرلاميرت كما تم تعيينه بطريقة (PRHPLC) آنياً باستخدام عمود (C_{18}) حيث قيست الامتصاصية عند الطول الموجي (227nm) وبوجود طور متحرك على هيئة مزيج من أسيتوتريك وحامض الفسفوريك بنسبة (20:80 v/v)[10].

كما تم تقديره بطريقة كروماتوغرافيا السائل ذي الطور المعكوس مع هالبيريدول وباستخدام عمود الفصل (C_{18}) أما الطور المتحرك فيكون من الميثانول مع محلول الفوسفات المنظم (40:60 v/v) وقيست الامتصاصية عند الطول الموجي (425 nm)[11].

الجزء العملي

الأجهزة والمواد المستعملة:

1.الأجهزة المستعملة:

1. جهاز المطياف مزدوج الحزمة نوع Uv-1800 Uv- visible Spectrophotometer Shimadzu ومجهز هذا الجهاز بخلايا عرض (1سم) من نوع كوارتز.
2. ميزان حساس ذو أربع مراتب عشرية Balance Kern Abs 120-4
3. جهاز قياس الدالة الحامضية PH (Jenway Meter 3310)
4. حمام مائي water Bath
7. فرن تجفيف Drying Oven

2.المواد المستعملة:

حيث تم استخدام مواد عالية النقاوة مثل حامض الهيدروكلوريك وحامض السلفانليك وهيدروكسيدالصوديوم و N– بروموسكسنماید وجميعها مجهزه من شركة(BDH)ومالتوزوكلوكوز وكبريتات الكالسيوم وعقار يوديد الايزوبروباميد المجهزة من شركة(SDI).

المحاليل:

1. محلول عقاريوديد الأيزوبروباميد (0.002 مولاري): حضر باذابة (1000مايكروغرام/مل) من مسحوق يوديد الا يزوبروباميدا في كمية من الماء المقطر ثم اكمل الحجم الى حد العلامة في قنينة حجمية سعتها (100مل).
2. محلول الكاشف حامض السلفانليك(SA)(0.01 مولاري): حضر باذابة (0.1 gm) من مسحوق حامض السلفانليك في كمية من الماء المقطر ثم اكمل الحجم الى حد العلامة في قنينة حجمية سعتها (100مل).
3. محلول العامل المؤكسد N–بروموسكسنميد(NBS) 0.01 مولاري): حضر باذابة (0.1780 غرام) من مسحوق N–بروموسكسنميد في كمية من الماء المقطر ثم اكمل الحجم الى حد العلامة في قنينة حجمية سعتها(100 مل)
4 . محلول حامض الهيدروكلوريك (0.1 مولاري): تم سح(0.83 مل) من محلول (HCl) ذي تركيز(12 مولاري) وخفف بالماء المقطر ثم الكمل الحجم الى حد العلامة في قنينة حجمية سعتها(100مل)
5. محاليل المتداخلات 1000مايكروغرام/مل: حضرت جميع المواد المتداخلة (لاكتوز – سكروز – مالتوز – كلوكوز – كبريتات الكالسيوم) باذابة (0.1000غرام) من الماده النقية في كمية من الماء المقطر ثم اكمل الحجم الى حد العلامة في قنينة حجمية سعتها(100مل).
6– محلول مستحضر السلابيد (IPAI5mg) بتركيز (100 مايكروغرام/مل)

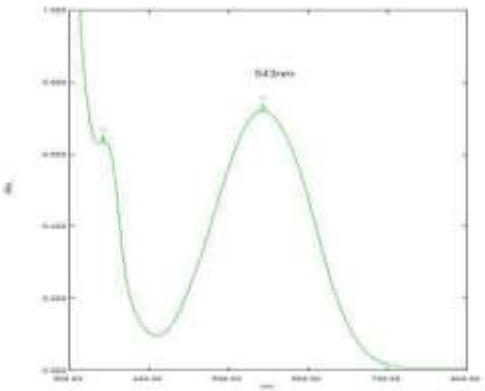
تم سحق محتوى عشر اقراص من المستحضر الدوائي، انتاج الشركة العامة لصناعة الادوية والمستلزمات الطبية ،سامراء –العراق ،في هاون عقيق وكان معدل وزن الحبة الواحدة (0.2012 غرام) والوزن الكلي للاقراص (2.0121 غرام) حيث حضر باذابة (0.40242 غرام) من المستحضر الدوائي في كمية من الماء المقطر ثم اكمل الحجم الى حد العلامة في قنينة حجمية سعتها (100مل) ثم رشح المحلول واستعمل الراشح لتقدير العقار في مستحضراته الصيدلانية.

طريقة العمل

النتائج والمناقشة:

الاختبارات الأولية:

لوحظ انه عند مزج محلول يوديد الايزوبروباميد مع محلول كاشف حامض السلفانليك بوجود N– بروموسكسينايد كعامل مؤكسد مع الرج قليلا يتكون مركب ذائب ذي لون بنفسجي ،اظهر اقصى امتصاص عند الطول الموجي (543 nm) في حين لم يظهر المحلول الصوري أي امتصاص عند الطول الموجي اعلاه وكما موضح في الشكل (2)اعلاه.



شكل (2) طيف الامتصاص لعقار (IPAI)

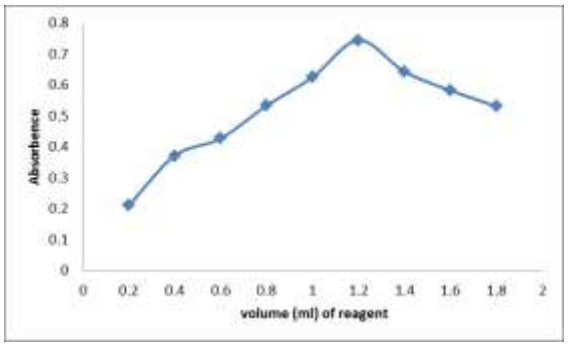
دراسة الظروف المثلى:

لقد تم دراسة الظروف المثلى لتفاعل الازدواج للحصول على افضل نتائج لاجل تطوير طريقة طيفية بسيطة لتقدير عقاريوديد الايزوبروباميد.

تاثيركمية كاشف الازدواج:

Effect of the Amount of Coupling Reagent

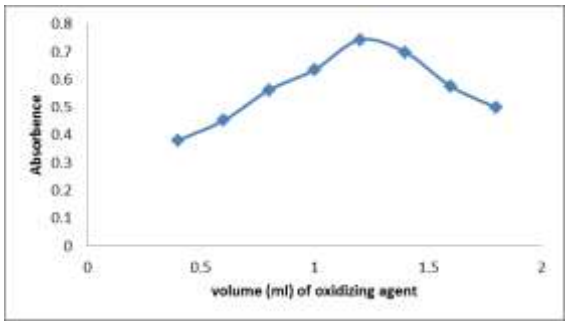
لقد اجريت دراسة لتثبيت الكمية المثلى من محلول الكاشف (SA) والتي تعطي اقصى امتصاص للناتج الملون، اذ تمت اضافة حجوم متزايدة من الكاشف (SA)(0.2-1.8 مل) الى (2 مل)من العقار يوديد الايزوبروباميد المضاف له (1مل) من العامل المؤكسد(NBS) وبعدها اكمل الحجم الى حد العلامه بالماء المقطر،فكانت النتيجه المثلى هي اضافة (1.2مل) من الكاشف، حيث يعطي امتصاصيه عالية (0.744) وكما في الشكل (3).



شكل (3) تأثير حجم الكاشف SA على قيم امتصاصية الناتج (IPAI – SA)

تأثير كمية العامل المؤكسد: Effect of the Oxidizing Agent

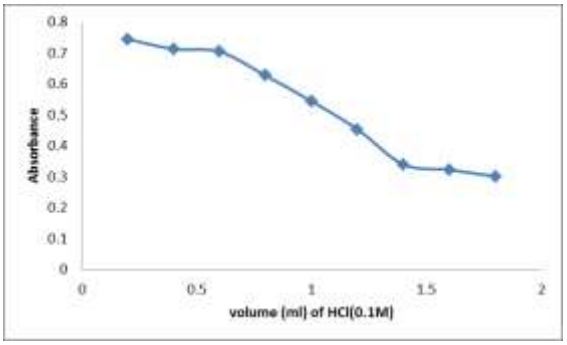
حيث اجريت دراسة لتثبيت الكميه المثلى من العامل المؤكسد (NBS)وذلك بإضافة حجوم متزايده من العامل المؤكسد (N–بروموسكسمنيد) (0.2–1.8مل) في قنينة حجمية سعتها (25مل) وذلك بعد إضافة (2 مل) من حلول العقار يوديد الايزوبروباميد ،ثم أضيف (1.2مل) من محلول كاشف حامض السلفانليك وبعدها اكمل الحجم إلى حد العلامة بالماء المقطر، فكانت النتيجة المثلى هي إضافة (1مل) من العامل المؤكسد ، حيث يعطي امتصاصية مقدارها (0.745) وكما مبين في الشكل (4).



شكل (4) تأثيرحجم العامل المؤكسد على قيم امتصاص الناتج (IPAP - SA)

تأثير التغير في الدالة الحامضية:

أضيف (1مل) من العامل المؤكسد (N–بروموسكسمنيد) إلى (2مل) من العقار (IPAI) ثم أضيف (1.2مل) من الكاشف حامض السلفانليك في قنينة حجمية سعتها (25 مل) ثم أكمل الحجم بالماء المقطر إلى حد العلامة. وتم قياس الدالة الحامضية (PH) فسجلت القراءة (4.3)، ثم بعد ذلك تم أخذ سلسلة من القناني الحجمية سعة (25 مل) وتم إضافة نفس الحجوم للمواد السابقة مع إضافة حجوم مختلفة من(0.1 M) حامض الهيدروكلوريك كوسط للتفاعل (0.2 – 1.8مل) فسجلت أعلى امتصاصية عند حجم (0.2 مل) من الحامض (HCl)(0.745) حيث كانت قيمة الداله الحامضية (3.9) كما في الشكل (5).



شكل (5) تأثير حجم الحامض على قيم الامتصاصية للناتج (IPAI - SA)

ثم بعد ذلك تم أخذ نفس سلسلة المحاليل ونفس المواد المضافة باستخدام هيدروكسيد الصوديوم (0.1 مولاري) بدل حامض الهيدروكلوريك فظهر راسب عند أول إضافة من القاعدة وعدم ظهور اللون البنفسجي، لذا لا يتم إضافة أي قاعدة في التجارب اللاحقة.

تسلسل الإضافة: Order of Additions

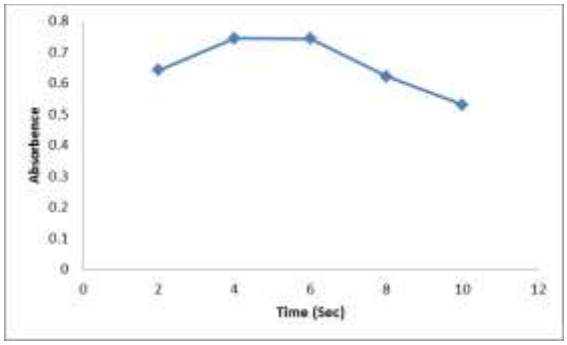
لقد تم دراسة تسلسل الإضافة وكانت أفضل نتيجة للإضافة هي إضافة عقار (IPAI) + العامل المؤكسد (N–بروموسكسمنيد) + كاشف الاقتران (حامض السلفانليك) + الوسط الحامضي (HCl) تجربة (A) حيث تم تسجيل أعلى قيمة للامتصاصية كما موضح في الجدول (1).

جدول (1) علاقة تسلسل الإضافة وتأثيرها على قيم الامتصاصية للناتج (IPAI - SA)

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

تأثير زمن الأكسدة: Effect of Oxidation Time

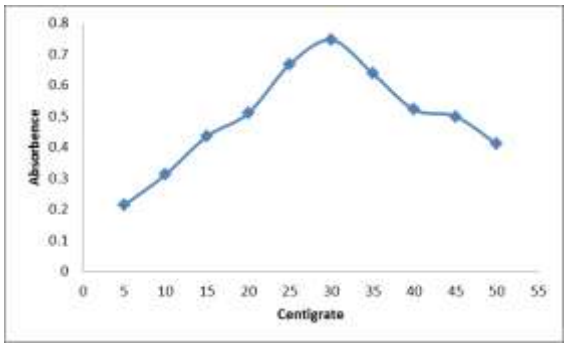
لغرض معرفة الزمن اللازم لإتمام عملية الأكسدة تم إضافة (1مل) من العامل المؤكسد إلى (2مل) من العقار في سلسلة من القناني الحجمية سعتها (25مل) ومن ثم ترك المحلول لفترات زمنية مختلفة من (2 – 10) دقيقة ثم بعد ذلك تم إضافة الكاشف (1.2مل) والوسط (0.2مل) ومن ثم أكمل الحجم بالماء المقطر إلى حد العلامة وسجلت قيم الامتصاصية عند الطول الموجي (543 nm) فكانت أفضل نتيجة لتكوين ناتج هي (5) دقيقة واستخدمت في التجارب اللاحقة وكما مبين بالشكل (6).



شكل (6) تأثير زمن الأكسدة على قيم الامتصاصية للناتج (IPAI - SA)

تأثير درجة الحرارة: Effect of Temperature

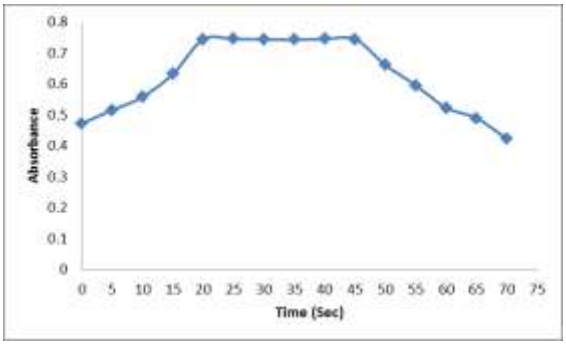
تم إضافة (1مل) من العامل المؤكسد إلى (2مل) من العقار في قنينة حجمية سعتها (25مل) وتركت لفترة (4) دقائق لغرض اتمام عملية الأكسدة للعقار بصورة تامة ثم أضيف (1.2مل) من الكاشف و(0.2 مل) من الوسط وتم قياس الامتصاصية عند درجات حرارية مختلفة من (5م° –50م°) وأكمل الحجم بالماء المقطر إلى العلامة فكانت أعلى قيمة للامتصاصية عند درجة حرارة من (15 – 30م°) لذلك أجريت التجارب اللاحقة في درجة حرارة الغرفة. حيث لوحظ عند زيادة درجة الحرارة تقل الامتصاصية وذلك نتيجة تفكك الناتج المتكون، والنتائج مبينة في الشكل (7).



شكل (7) تأثير درجة الحرارة على قيم الامتصاصية للناتج (IPAI - SA).

تأثير الزمن على استقرارية الناتج المتكون IPAI – SA :

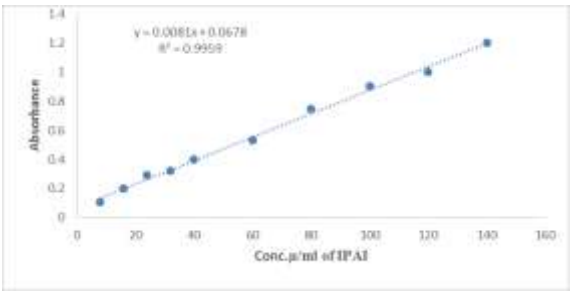
إن لإستقرارية الناتج المتكون من العقار (IPAI) والكاشف (SA) أهمية كبيرة وذلك لمعرفة الفترة الزمنية التي يبقى فيها ثابت. والشكل (8) يوضح النتائج لمتابعة تفاعل الكاشف حامض السلفانليك مع العقار (IPAI) مع الزمن باستخدام الظروف المثلى. حيث نلاحظ ثبات قيم الامتصاصية مع الزمن حيث تبقى الامتصاصية ثابتة للمعقد على الأقل لمدة (45) دقيقة تقريباً وإن هذه الفترة تكفي لإجراء القياسات.



شكل (8) تأثير الزمن على استقرارية المعقد

منحني المعايرة : Callibration Curve

لقد تم استعمال سلسلة من القناني الحجمية سعتها (25 مل) وتم إضافة حجوم مختلفة من العقار (IPAI) من (0.2 –3.5مل) ، حيث أن هذه الحجوم تكافئ التراكيز (8–140مايكروغرام/مل) ثم إضافة (1مل) من العامل المؤكسد (N– بروموسكسنيد) وبعد (4 دقائق) تم إضافة(1.2مل) من الكاشف حامض السلفانليك وإضافة (0.2 مل) من حامض (HCl) كوسط للتفاعل وكما موضح بالشكل (9) ثم أكمل الحجم بالماء المقطر إلى حد العلامة. وبطريقة مشابهة تم تحضير المحلول الصوري(البلانك) مع إضافة حجوم من الماء المقطر بدل حجوم العقار (IPAI) وبعد (4 دقائق) تم تسجيل قيم الامتصاصية عند الطول الموجي (543 nm) وكما مبين بالشكل(9).



شكل (9) منحني المعايرة ليوديد الايزوبروباميد

حيث يوضح الشكل (9) خطية منحني المعايرة التي تم الحصول عليها عند دراسة الظروف المثلى التي تم التوصل إليها. حيث أن خطية منحني المعايرة كانت ضمن التراكيز (8 -140مايكروغرام/مل). ومن المعادلة الخطية ($y = 0.0081x + 0.0678$) حيث أن الميل (0.0081)، وتم إحتساب معامل الامتصاصية فكان (3891.483) لتر/مول. سم وكذلك تم حساب دلالة ساندل فكانت قيمتها (0.1234) مايكروغرام/سم^2 وكذلك تم حساب قيمة حد الكشف (LOD) فكانت قيمته الكمية (2.098) مايكروغرام/مل حيث بينت النتائج أن هذه الطريقة حساسة جداً.

الدقة والتوافقية:

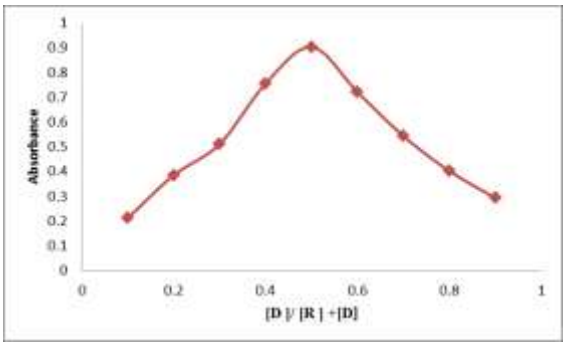
لقد تم حساب دقة هذه الطريقة المقترحة عن طريق حساب الاسترجاعية المئوية والخطا النسبي وكذلك حساب توافقيتها وذلك عن طريق حساب الانحراف القياسي النسبي (RSD) %)وتم حساب ذلك بقياس ثلاث تراكيز مختلفة لعقار (IPAI) عند الظروف المثلى المبينة في طريقة العمل ويوضح الجدول (2) النتائج التي تم التوصل إليها.حيث بينت النتائج دقة وتوافقية الطريقة المقترحة.

جدول (2) الدقة والتوافقية للطريقة المقترحة

Taken Conc. µg/ml	Found Conc. µg/ml	RE %	Recovery %	RSD %
16	15.827	1.081	98.919	0.250
23	31.135	2.703	97.297	0.361
40	40.765	1.913	101.913	0.217

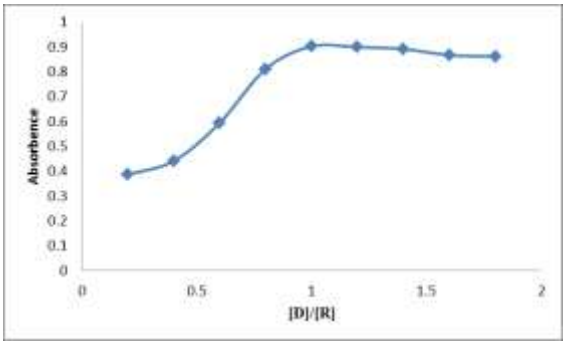
طبيعة الناتج المتكون:

لغرض معرفة طبيعة الناتج المتكون ونسبة ارتباط العقار (IPAI) والكاشف (SA) طبقت طريقتي التغيرات المستمرة (طريقة جوب) وطريقة النسب المولية[12]، حيث أنه في كلتا الطريقتين يكون تركيز كل من العقار والكاشف (2.08×10^{-3}M) متساوية في طريقة جوب فتم أخذ سلسلة من القناني الحجمية سعة (25مل) أحجام مختلفة من محلول العقار من (1 –9مل) وأكمل الحجم إلى (10مل) من محلول الكاشف ثم أضيف (1مل) من العامل المؤكسد (N– بروموسكسمنيد) و (0.2 مل) من حامض الهيدروكلوريك وتم التخفيف إلى حد العلامة بالماء المقطر، وقيست الامتصاصية لهذه المحاليل عند الطول الموجي (543 nm) والشكل (10) يوضح أن النسبة (1:1).



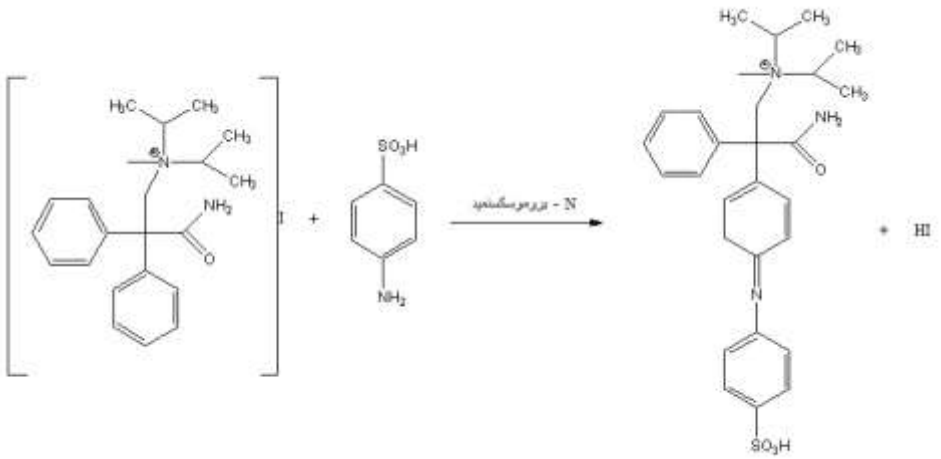
شكل (10) منحني طريقة التغيرات المستمرة لعقار (IPAI - SA)

أما في طريقة النسب المولية فلقد تم وضع (2مل) من محلول العقار (IPAI) في سلسلة قناني حجمية سعتها (25مل) وأضيف لها محلول الكاشف (SA) بأحجام تتراوح بين (0.4–2مل) ثم إضافة (1مل) من العامل المؤكسد (N– بروموسكسمنيد) (0.2مل) من حامض HCl وأكمل إلى حد العلامة بالماء المقطر ثم قيست الامتصاصية للمحاليل عند الطول الموجي (543 nm) مقابل المحلول الصوري لكل منهما ولقد وجد بأن النسبة المولية تتوافق مع طريقة التغيرات المستمرة وتحقق النسبة (1:1) وكما مبين في الشكلين (10) و(11).



شكل (11) منحني طريقة النسب المولية لعقار (IPAI - SA)

ميكانيكية التفاعل المقترحة:



شكل (12) الميكانيكية المقترحة لتكوين الناتج (IPAI-SA)

تأثير المتداخلات في تقدير الناتج (IPAI - SA) :

لقد تمت دراسة إضافة زيادة من تركيز بعض المتداخلات الموجودة مع (IPAI) على هيئة محاليل، وذلك بإضافة ثلاث تراكيز من كل مادة من المتداخلات إلى (80مايكروغرام/مل) من العقار (IPAI) وكما في الجدول (3). حيث بينت النتائج إلى عدم وجود تداخل ملحوظ لهذه المواد في تفاعل عقار (IPAI) مع الكاشف (SA) وهذا يدل على أن الطريقة ذات إنتقائية عالية وكذلك يدل على إمكانية تطبيق هذه الطريقة بنجاح لتعيين عقار (IPAI) في المستحضرات الصيدلانية.

جدول (3) تأثير المتداخلات على عقار (IPAI)

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

التطبيقات : Application

لمعرفة مدى نجاح الطريقة المطورة ،كان لابد من تطبيقها على بعض المستحضرات الصيدلانية الحاوية على عقار يوديد الايزوبروباميد .

الطريقة المباشرة :

حيث أخذت ثلاث تراكيز مختلفة من محلول مستحضر السلابيد وهي (40 مايكروغرام/مل و 80 مايكرو غرام/مل و 120 مايكروغرام/مل) وتم التعامل مع المحاليل بنفس خطوات تحضير منحني المعايرة وقيست الامتصاصية عند الطول الموجي (543 nm) مقابل المحلول الصوري وتم حساب معدل خمسة قياسات لكل تركيز ثم بعد ذلك تم حساب الاسترجاعية، والنتائج مبينة في الجدول (4).

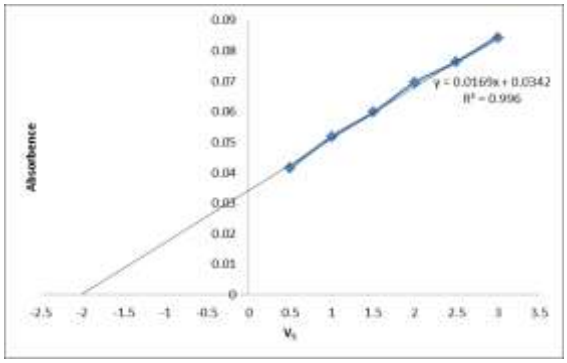
جدول (4) الطريقة المباشرة لتقدير الأيزوبروباميد في المستحضرات الصيدلانية

Conc. µg/ml		Error %	RSD %	Recovery %
Taken	Found			
40	41.135	2.838	0.314	102.839
80	80.641	0.801	0.002	100.801
120	120.259	1.049	0.317	101.049

حيث بينت النتائج في الجدول أعلاه نجاح الطريقة المقترحة في تقدير عقار (IPAI) في المستحضرات الصيدلانية التي تحتوي عليه، فبلغت قيمة معدل الاسترجاعية (101.562) في مستحضر السيلابيد.

طريقة الاضافات القياسية Standard Adiition

لغرض اثبات ان الطريقه المطورة خاليه من المتداخلات طبقت طريقة الاضافات القياسيه وذلك باخذ (2مل) من محلول المستحضر الصيدلاني والمحضر مسبقا في ست قناني حجميه سعة (10مل) وتم اضافة حجوم متزايده من (0.5-3مل) من المحلول القياسي ذي تركيز مشابه لتركيز المستحضر الصيدلاني (50مايكروغرام/مل) بينما تبقى القنينه الاخيره بدون اضافه واتبعت طريقة العمل نفسها عند تحضير المنحني القياسي ثم قيست الامتصاصية عند الطول الموجي (543nm) ويوضح والشكل (13) النتائج التي تم التوصل اليها عند تطبيق طريقة الاضافات القياسية.



شكل (13) طريقة الإضافات القياسية لتقدير (IPAI) في المستحضرات الصيدلانية

وبالاعتماد على معادلة الخط المستقيم وعندما y =0 فان x=2.02 وبهذا يكون التركيز الملاحظ (10.1 مايكروغرام/مل) وذلك باستخدام المعادلة التالية : $C=V_s X/V$

حيث ان :

C :هو التركيز الملاحظ للعقار

X:هو التركيز المدروس للعقار ويساوي 10 مايكروغرام/مل

V: الحجم الماخوذ من محلول يوديد الايزوبروباميد ويساوي 2مل

V_S:حجم العقار المستخرج من المعادله ويساوي 2.02 مل

ويبين الجدول (5) النتائج التي تم الحصول عليها نتيجة تطبيق طريقة الاضافات القياسية.

جدول (5) النتائج التي تم الحصول عليها نتيجة تطبيق طريقة الاضافات القياسية

التركيز المدروس (مايكروغرام/مل)	التركيز الملاحظ بطريقة الاضافات القياسية (مايكروغرام/مل)	Recovery %	Error %
10	10.1	%101	%1.0

ولغرض تقييم الطريقتين المتبعتين فقد تم حساب الدقة والتوافق للنتائج التي تم الحصول عليها حيث تبين توافق طريقة الإضافات القياسية مع الطريقة المباشرة ضمن مدى الخطأ المقبول وهذا يدل على أن الطريقة مقبولة وخالية من المتداخلات.

الاستنتاج

لقد تم تطوير طريقة طيفية سريعة وسهلة وغير مكلفة لتقدير عقار يوديد الأيزوبروباميد ، حيث تستند هذه الطريقة على تفاعل الاقتران التأكسدي مع الكاشف حامض السلفانليك بوجود (N– بروموسكسمنيد) في وسط حامضي عند الدالة الحامضية (3.9) حيث يتكون ناتج بنفسجي اللون بعد (4) دقائق حيث يعطي أعلى امتصاصية عند الطول الموجي (543 nm) وكان الناتج مستقراً.

وإن هذه الطريقة تمتاز بعدم حاجتها إلى عملية استخلاص أو استخدام مـذيبات عضـوية، وتـم تطبيـق هـذه الطريقـة بنجـاح فـي تعيـين الأيزوبروباميد أيوديد في مستحضره الصيدلاني السلابيد.

المصادر

[1] British, pharmacopeia, (2005) The requirments of the 3rd Ed of the European pharmacopeia, CD –Rom.

[2] Tripathi K D .(2008) Essential of medical pharmacology, Edn 6, Jayee Brothers medical publishers Ltd . 10 , 424-28 .

[3]. The United state pharmacopeia convention , Inc . 33 NF 38 , 2015 ; 3 :3956 ,5680 .

[4] Sweetman S C. Martindale "(2009) The complete drug reference, London. 3 : 1565,930-1 .

[5]. United states pharmacopoeia national formulary USP (2012)35, Arabswell Edition, Inc, 3:3577,54942.

[6]. Boss E G Jr/ Buchanan G C,(1957) Effect of isopropamide iodide on basal gastric secretion in the human , Gastroenterology , Nov, 33(S) 730-6 .

[7] Owen D J and Fang E M.(2003) Information – seeking behavior in complementary and alternative medicine (CAM): an online survey of faculty at a health sciences Campus J of the medilibr Asso. 91 (3)33.

[8] Martin M and Janet M. (2004) How internet users find, evaluate, and use online health information: a cross-cultural review. Cyber, Beh. 7(5): 497-510.

[9] Abdelrahman M M and Abdelaleem E A.(2016) Mean centering of ratio spectra and successive derivative ratio spectrophotometric methods for determination of isopropamide iodide, trifluoperazine hydrochloride and trifluoperazine oxidative degradate. J of Saudi chem Soci , 20 (1) 153-60.

[10].Ramamohan R, and Rao U M (2014) .method development and Valdation For The Simultaneous of Trifluoperazine and Iso propamide iodide in tablet dosage form by Rp-HPLC .int J of Pharm Res, Analy; 4(8) :449-55.

[11] Abdulaziz R, Mandil H and Lanmek M.(2012) Simultaneous determination of Haloperidol and isopropamide iodide in pharmacentical dosage forms by high performance liquid chromatography – Diode Array detection, Asi J of chem; 24 (2) : 895-8.

[12] عبد المحسن عبدالحميد، الحيدري(1992)، التحليل الكيميائي الآلي، المكتبة الوطنية دار الكتب والوثائق، جامعة بغداد، 2199، ص 417– 177.

Spectrophotometric determination of Iso Propamide Iodide in pure form and pharmaceytical Preparation by using Oxidative Coupling Reaction With Sulfanilic acid

Mohammed Farhan Ahme , Shatha Younis Yahya , Fadam Muteb Abdoon

Department of chemistry , College of Science , University of Tikrit , Tikrit , Iraq

Abstract

Sensitive and simple of spectrophotometric method has been developed for determination of Iso propamide Iodide [IPAI] drug in aqueous medium, This method is based on the oxidative coupling reaction of IPAI in acidic medium (HCl) by using N-Bromsecsinamide as oxidizing agent producing a purple colour when is coupled with the reagent of salvanilic acid, this gives the maximum absorbance at the wavelength 543nm, Lambert Beer's law is obeyed over the range (8-140 µg/ml), the recovery rate (99.376%), the relative standard deviation is about (0.183%) and the limit recovery of detection was (2.098 µg /ml). This method was applied successfully in determination of Salabid tablets.