

DEVICE OF NEW TECHNIQUES FOR
THE ANALYSIS OF CERTAIN
PHARMACEUTICALS' AFFECTED
BROMOMETRICALLY

Thesis

Presented by

FATH ALH FATH ALH BELAL

(B. Pharm. Sci., Alexandria University, 1973)

(M. Pharm. Sci., Mansoura University, 1978)

For The Degree of

Doctor of Philosophy in Pharmaceutical Sciences

(Pharmaceutical Analytical Chemistry)

Under The Supervision of

Prof. Dr.

M. I. Walash

Professor of anal. chem.
and chairman of anal.
chem. departement
faculty of pharmacy
Mansoura University

Prof. Dr.

A. A. Abou-Ouf

Professor of Pharm.
chem. faculty of pharmacy
Mansoura University

Dr.

M. S. Rizk

Associate professor of anal. chem.
Faculty of Pharmacy, Mansoura University

Faculty of Pharmacy
Mansoura University

1982

ملخص الرسالة

اختصار تقنية جديدة في تحليل بعض المستحضرات الصيدلانية
التي تتأثر كيميائياً بالبروم الميكراري

لاقت ن بروم - ايميدات الأحماض قبولا كبيرا في الفترة
الأخيرة لاستعمالها في التحليل الكيميائي بحيث لا يقتصر استعمالها
على مجالات الكيمياء العضوية والتخليقية وذلك لسهولة استعمالها
وثباتها ما تعطيه من مركبات واتجاه معادلات التفاعل التي
إمكانية الاستغلال الكمي ، وقد أدى ذلك الى انتشار استعمالها في
تقدير الكثير من المركبات الصيدلانية والمستحضرات الطبية .
وقد تم اختيار اثنين من هذه المواد لدراسة تفاعلاتها مع بعض
المركبات الصيدلانية وتطوير استعمالها في تقدير هذه المركبات .
وهاتين المادتين هما : ن - بروم - مكينيد (ن ، ب ، ج ، د ، هـ) و ١ - ٢
ثنائي بروم - هـ ، هـ ثنائي ميثيل الهيدانتوين (د ، ب ، هـ) . وقد تم
دراسة تفاعلات هاتين المادتين مع بعض مشتقات البنزولين ، وبعض مشتقات
الغينوثيازين المهدئة وبعض مشتقات حلقة الكينولين وتم استبطان طرق تحليل
جديدة لهذه المركبات ومستحضراتها الصيدلانية .
وتشمل الرسالة ستة أجزاء :

الجزء الأول : وهو مقدمة مرجعية لبروم ايميدات الاحماض من الناحية
التاريخية ودراسة لتفاعلاتها ثم نبذة عن استخداماتها كمواد
محللة .

الجزء الثاني : ويقع في قسمين .

القسم الأول : وهو استعراض شامل للطرق المنشورة عن البنسلين من الناحية التحليلية .

القسم الثاني : وهو دراسة لتفاعلات مركبات البنسلين مع (ن - ب . س) و (د . ب . هـ) في الوسط الحمضي . وقد استحدثت طريقتان لتعيين مركبات البنسلين باستعمال العاملين المذكورين .

الطريقة الاولى - وهي طريقة المعايرة المباشرة . وفيها تحدد نقطة النهاية اما باستعمال كواشف لونية مثل أحمر الميثيل أو الميثيل البرتقالي أو الأمارات أو الاندوجومتين ، أو تطبيق طريقة المعايرة الطيفية كما تم أيضا استخدام المعايرة بطريقة قياس فرق الجهد .
أما الطريقة الثانية - فهي طريقة المعايرة غير المباشرة ، وقد قورنت النتائج المعطاة بالنتائج التي تم الحصول عليها بالطرق الدستورية وكانت النتائج مطابقة .

وتم تطبيق الطرق المقترحة في تحليل بعض المستحضرات الصيدلانية التي تحتوى على هذه المركبات في حالة منفردة وقد أعطت الطرق المقترحة نتائج مرضية ووجدت متطابقة مع النتائج المعطاة بالطرق الدستورية كما تم أيضا في هذا الجزء دراسة تحليلية لنواتج التفاعل وأمكن بذلك تفسير ميكانيكية التفاعل بين مركبات البنسلين وهذه العوامل .

الجزء الثالث : ويشمل دراسة للملك البولاروجرافى لمركبات البنسلين

إما بعد أكسدها باستعمال برومات البوتاسيوم / بروميد البوتاسيوم أو بعد تسخين محلولها المحمض على حمام مائى لمدة ساعتين .

وتمت دراسة الموجة الاختزالية لهذه المركبات وتبين أنها موجة عكسية محكومة بظاهرة الانتشار . ويكون طول الموجة متناسبا طرديا مع تركيز مادة البحث في مدى تركيزى من ٥٠ الى ٣٠ مليجرام .
هذا وقد أمكن باستخدام هذه الموجة البولاروجرافية في مدى التركيز المحدد المذكور تحليل مركبات البنسلين وكانت النتائج مرضية .

الجزء الرابع : ونقسم الى قسمين :

القسم الأول : وقد خصص للطرق المنشورة في التراث العلمي لتقدير مركبات الفينوثيازين المهددة والموجودة في التراث العلمي .
القسم الثاني : وتمت فيه الدراسة العملية لتفاعلات العوامل المحللة سالفة الذكر مع مركبات الفينوثيازين . وقد اتبعت طريقة المعايرة غير المباشرة لتعيين هذه المركبات اما في صورة نقية اولى مستحضراتها الصيدلانية وكانت النتائج متطابقة مع النتائج المعطاه بالطرق الدستورية كما تمت أيضا دراسة تحليلية لنواتج التفاعل استخدم فيها التردد النووي المغناطيسي وامتصاص الأشعة تحت الحمراء و كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة .

الجزء الخامس : ويختص بدراسة بعض مركبات الكينوليين وقع أيضا في قسمين .

القسم الأول : وهو مقدمة مرجعية للطرق المنشورة في التراث العلمي عن تحليل هذه المركبات .
القسم الثاني : فهو دراسة لتفاعل هذه المركبات مع العوامل المحللة سالفة الذكر .

وقد أمكن تعيين " البريماكين " بطريقة المعايرة المباشرة أما باقى المركبات فنظرا لبطء تفاعلها مع العوامل المحللة فقد اتبعت طريقة المعايرة غير المباشرة لتحليلها .

كما أمكن أيضا تحليل مخاليط من فوسفات البريماكين وهيدروكلوريد الامودياكين بنسبة وجودهما في الأقراص . وقد طبقت الطرق المقترحة وكذلك طريقة الاضافة الثابتة لتحليل ما تحويه أقراص " الكاموريمما " المحضرة معمليا وقد أعطيا نتائج مرضية .

كما تم في هذا القسم أيضا فصل نواتج التفاعل ودراستها تحليليا باستخدام طرق امتصاص الأشعة تحت الحمراء والتردد النووي المغناطيسي وتعيين الكوزن الجزيئي لهذه النواتج .

الجزء السادس : وينقسم أيضا الى قسمين :

القسم الاول : وفيه وصف لجميع المحاليل والكواشف والادلة والأجهزة التي استخدمت في عمليات التحليل .
القسم الثاني : وقد خصص هذا الجزء لخطوات العمل التفصيلية التي تتبع في الطرق المقترحة وكيفية حساب النتائج .

وقد اشتملت هذه الرسالة على التحليل الكمي المفصل لاثنا عشر من مركبات البنسلين ، وسبعة من مركبات الفينوثيازين ، وخمسة من مركبات الكينوليين مما يجعلها في مصاف الطرق العامة في التحليل والتقييم . وتشمل الرسالة على ٢٣ جدولا و ١٩ شكلا و ١١٦ مرجعا أصيلا زيلت بها رساله .