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 للدابسون في قاعدة شف في مستحضره الصيدلاني بطريقة معقدات العناصر

صابرين شاكر محمود[1]*، ايمان ذياب احمد[2]، لقاء حسين علوان[2]
1- قسم الكيمياء التطبيقية، كلية العلوم التطبيقية، جامعة سامراء، العراق
2- قسم الكيمياء، كلية التربية، جامعة سامراء، العراق
البحث مستل من أطروحة دكتوراه الباحث الأول

This work is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License
https://doi.org/10.54153/sjpas.2023.v5i2.515

معلومات البحث:
تأريخ الاستلام: 2023/03/27
تاريخ التعديل : 2023/05/10
تأريخ القبــول: 2023/05/24
تاريخ الـنشر: 2023/12/30
الكلمات المفتاحية:
الدابسون، كلوريد الكوبلت سداسي الماء، قواعد شف ومعقدات العناصر.
معلومات المؤلف

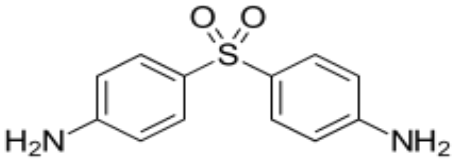
الايميل:
sabreen.sh@uosamarra.edu.iq

الخلاصة:

تضمن البحث تطوير طريقة طيفية، جديدة وحساسة لتقدير الدابسون في الوسط المائي، تعتمد الطريقة على تفاعل قاعدة شف لعقار الدابسون مع الكاشف كلوريد الكوبلت المائي ليعطي معقد اصفر فاتح اللون تعتمد شدة امتصاصهُ على تركيز الدابسون في قاعدة شف ويعطي اعلى امتصاص عند الطول الموجي 354 نانومتر، وكانت حدود قانون بين 3-0.3 مايكروغرام. سم$^{-3}$ من الدابسون، وكانت الأمتصاصية المولارية 1. 2812×10^{4} لتر. مول$^{-1}$. سم$^{-1}$، ومعدل الأسترجاعية 101.2929%، والأنحراف القياسي النسبي لا يتجاوز2306 .0% وبحد كشف 0.0481مايكروغرام. سم$^{-3}$، وتم تطبيق الطريقة في تقدير الدابسون في مستحضرهُ الدوائي على شكل اقراص.

المقدمة

الدابسون هو مسحوق بلوري أبيض أو أبيض مصفر قليلاً. يتغير لونه عند التعرض للضوء[1]، وهو أحد المضادات الحيوية التي تعمل كمضادات للالتهابات ومثبطة للمناعة. يستخدم على نطاق واسع في معالجة العديد من الأمراض مثل حب الشباب ، والجذام ، والتهاب الجلد[3,2] والسل[4]، وفي علاج التهابات المتكيس الرئوي والوقاية منه والوقاية من داء المقوسات في الأشخاص الذين يعانون من ضعف في وظائف المناعة [5]، أخيرا، أثبت الدابسون أنه دواء آمن وفعال حامٍ ضد تلف خلايا القلب والكلى والرئة [6], الصيغة الجزيئية للدابسون $C_{12}H_{12}N_2O_2S$ وكتلته المولية 248.301 غم/ مول والاسم العلمي له 4,4'- sulfonyldianiline (SDA) or diaminodiphenyl sulfone (DDS) [7]، ومن خصائص الدابسون الفيزيائية قابل للذوبان في الكحول والميثانول والأسيتون وحامض الهيدروكلوريك المخفف، وهو غير قابل للذوبان في الماء[8] وله صيغة تركيبية كما في الشكل 1 [9]. قدر الدابسون بعدة طرائق منها طرائق طيفية [10-12]، طرائق كهربائية [14,13] طرائق كروموتغرافية [15-17].



الشكل 1: الصيغة التركيبية للدابسون

المواد وطرائق العمل

الأجهزة والمواد الكيميائية المستعملة

استخدمت العديد من الأجهزة وهي حمام الأمواج فوق الصوتية LabTech-orea ، جهاز الأشعة فوق البنفسجية المرئية ثنائي الحزمة SHIMADZU UV- Visible -1650-Japan ، ميزان حساس Sartori -Germany ، واستخدمت المواد ذات نقاوة عالية Dapsone من Solarbio ، N,N-paradimethylaminobenzaldehyde من Fisher, Cobalte Chloride Hexahydrate من Fluka, Italy.

تحضير المحاليل

تحضير قاعدة شف

حضرت قاعدة شف من تكاثف الأمين الأولي (الدابسونDapsone) مع الألديهايد (بارا ثنائي مثيل امينو بنزالديهايد-N,N paradimethylaminobenzaldehyde) باستخدام جهاز Microwave إذ أذيبت (0.002mol, 0.5gm) من الأمين الأولي الدابسون في 10 mL من الايثانول المطلق في دورق دائري وبعد اتمام الاذابة أضيف (0.004mol 0.5967gm) من الالديهايد المخفف في 10 mL من الايثانول مع التحريك المستمر لمدة 5 دقائق ، وحفز التفاعل بإضافة (2-3) قطرة من حامض الخليك الثلجي كعامل مساعد ووضع المحلول في جهاز Microwave لمدة 10 دقيقة (425watt)، وبرد مزيج التفاعل في درجة حرارة الغرفة وتم الحصول على بلورات ذات لون اصفر غامق ووضعت المادة في بيكر لمدة 24 ساعة لتبخير اكبر كمية من المذيب ثم تغسل بالماء المقطر البارد لتنقية الراسب وترشح بوساطة ورقة ترشيح Whatman No.42 . بعدها اخذ الراسب وتم تجفيفه وحفظ

محلول قاعدة شف للدابسون (100 مايكروغرام . مل$^{-1}$ ما يكافئ 4× 10^{-4} مولاري)

تم تحضير المحلول بإذابة ما يكافيء 0.01 غرام من الدابسون النقي واذيب بكمية قليلة من الايثانول المطلق ثم اكمل الحجم بالمذيب نفسه في قنينة حجمية سعة 100 سم^3 ليتم الحصول على محلول بتركيز 100 مايكروغرام .سم$^{-3}$.

محلول كلوريد الكوبلت المائي (500 مايكروغرام . مل$^{-1}$ ما يكافئ 2.1 × 10^{-3} مولاري)

تم تحضير المحلول باذابة 0.05 غرام من كلوريد الكوبلت بالماء المقطر ويوضع في قنينة حجمية سعة 100 سم^3 ثم اكمل الحجم الى العلامة بالمذيب نفسه ليصبح تركيز المحلول 500 مايكروغرام . سم$^{-3}$.

محلول حامض الهيدروكلوريك بتركيز تقريبي 1 مولاري :

حضر باخذ 7. 8 سم^3 من حامض HCl المركز تركيزه 11.8 مولاري ويخفف تدريجيا بإضافة الحامض إلى الماء ويكمل الحجم إلى العلامة بالماء المقطر في قنينة حجمية سعة 100 سم^3.

محلول هيدروكسيد االصوديوم بتركيز تقريبي 1 مولاري :

حُضِّرَ باذابة 4 غرام من المادة النقية في 100 مل من الماء المقطر في قنينة حجمية سعة 100 مل.

تحضير المستحضر الصيدلاني لقاعدة شف

المستحضر الصيدلاني DAPSONE انتاج شركة (دومِنا للصناعات الدوائية – ريف دمشق - سوريا) بشكل حبوب وكل حبة تحتوي على 100 ملغرام من الدابسون تَمَّ تحضير محاليلها كالآتي:

تَمَّ طحن 10 حبات بشكل جيد بعد وزن كُل حبة على انفراد إذ ان معدل وزن حبة واحدة (0.1613) غم والتي تحتوي على 100 ملغم من المادة الفعالة الدابسون ، ثم اخذ مايكافئ وزن 0.5 غم من المستحضر الصيدلاني وأذيب المسحوق في 25ml من الايثانول المطلق في دورق دائري وبعد اتمام الاذابة تم اضافة(0.004mol , 0.5967gm) من الالديهايد المخفف في 10ml بالايثانول مع التحريك المستمر لمدة 5 دقائق ، وتم تحفيز التفاعل بإضافة (2-3) قطرة من حامض الخليك الثلجي كعامل مساعد ووضع المحلول في جهاز Microwave لمدة 10 دقيقة (425watt)، وبرد مزيج التفاعل في درجة حرارة الغرفة وتم الحصول على بلورات ذات لون اصفر ووضعت المادة في بيكر لمدة 24 ساعة لتبخير اكبر كمية من المذيب ثم تغسل بالماء المقطر البارد لتنقية الراسب وترشح بوساطة ورقة ترشيح Whatman No.42 . بعدها أُخذ الراسب وجُفف، ووُزن مايكافئ 0.01 غم من الراسب وأذيب بأقل كمية من الأيثانول المطلق ثم تم وضعه في قنينة سعة 100 سم^3 وأكمل الحجم الى حد العلامة بالمذيب نفسه الى ليصبح التركيز 100 مايكروغرام / سم^3 كمحلول عمل.

طريقة العمل

الدراسة التمهيدية

حُضر معقد العناصر وذلك بمزج 1 سم^3 من الدابسون لقاعدة شف ذات التركيز 100 مايكروغرام. سم$^{-3}$ مع 1 سم^3 من محلول كلوريد الكوبلت المائي ذي التركيز 2.1×10^{-3} مولاري في قنينة حجمية سعة 10 سم^3، ثم أكمل الحجم الى حد العلامة بالماء المقطر، لوحظ تكون معقد ذات لون اصفر فاتح واجري مسح للأطوال الموجية تراوحت بين 190 – 800 نانومتر، لوحظ تكون معقد ذات اللون (الأصفر الفاتح) الذي أعطى المعقد الناتج اعلى امتصاص له عند 352 نانومتر، التي اعتمدت في التجارب اللاحقة.

ضبط الظروف المثلى

تأثير حجم كلوريد الفلز

من أجل اختيار أفضل حجم من كلوريد الفلز التي يعطي عندها المعقد الناتج اعلى امتصاص، فقد أُضيفت حجوم متزايدة 0.2-3 سم^3 من محلول كلوريد الكوبلت بتركيز 2.1×10^{-3} مولاري في سلسلة من القناني الحجمية سعة 10 سم^3 التي تحتوي على حجم ثابت 1 سم^3 من محلول الدابسون لقاعدة شف ذات التركيز 100 مايكروغرام / سم^3، وأكمل الحجم بالماء الى حد العلامة. بعدها سجلت قيم الامتصاص للمعقد المتكون مقابل محلول البلانك وكما موضّح في الجدول 1.

الجدول 1: تأثير حجم كلوريد الكوبلت المائي

ml of $CoCl_2$ 2.1×10^{-3}M	Absorbance
0.2	0.375
0.5	0.390
1	0.406
1.5	0.417
2	0.425
2.5	0.438
3	0.430

تبين من نتائج الدراسة لإختيار الحجم الأفضل من كلوريد الفلز والموضحة في الجدول اعلاه ان حجم 2.5 مل من محلول كلوريد الكوبلت بتركيز 2.1×10^{-3} مولاري هو الحجم الأمثل والذي يعطي من خلاله المعقد الناتج اعلى امتصاص مقارنة بالحجوم المضافة الأخرى فأنها تعطي امتصاصا اقل لذلك اعتمد حجم كلوريد الكوبلت 2.5 مل في التجارب اللاحقة.

دراسة تأثير الحامض

اجريت دراسة تأثير الحامض واستخدم فيها حامض الهيدروكلوريك بتركيز1 مولاري إذ اضيفت حجوم مختلفة منه تتراوح بين 0.5 – 1.5 سم^3 الى المعقد الحاوي على 1 سم^3 من دابسون قاعدة شف بتركيز 100 مايكروغرام . سم$^{-3}$ مع 2.5 سم^3 من محلول كلوريد الكوبلت المائي بتركيز 2.1×10^{-3} مولاري، واخذت قيم الامتصاص للمعقد الناتج لكل قيمة من هذه القيم كما هو موضح في الجدول 2.

الجدول 2: تأثير الحامض على المعقد

M of 1 ml Acid Hydrochloric Acid	Absorbance
With Out	0.438
0.5	0.363
1	0.247
1.5	0.218

بعد اجراء دراسة تأثير الحامض على تفاعل تكوين معقد العناصر للدابسون في قاعدة شف فقد بينت نتائج هذه الدراسة ان اضافة الحامض ادت الى نقصان امتصاص المعقد الناتج الملون لذا تم تجنب استعماله في التجارب اللاحقة.

دراسة تأثير القاعدة

اضيفت حجوم متزايدة من هيدروكسيد الصوديوم بتركيز1 مولاري بحجوم مختلفة تراوحت بين 0.5-1.5 سم^3 الى سلسلة من القنان الحجمية سعة 10 سم^3 تحتوي 1 سم^3 من الدابسون لقاعدة شف ذي التركيز 100 مايكروغرام . سم$^{-3}$، و2.5 سم^3 من محلول كلوريد الكوبلت المائي ذي التركيز 2.1×10^{-3} مولاري وقيس الامتصاص عند الطول الموجي 354 نانومتر كما موضح في الجدول 3.

الجدول 3: تاثير هيدروكسيد الصوديوم على المعقد

M of 1 ml Base Sodium Hydroxide	Absorbance
With Out	0.438
0.5	0.410
1	0.405
1.5	0.398

بعد اجراء دراسة تأثير هيدروكسيد الصوديوم على تفاعل تكوين معقد العناصر لعقار الدابسون فقد بينت نتائج هذه الدراسة ان اضافة الوسط القاعدي ادى الى نقصان امتصاص المعقد الناتج لذا تم تجنب استعماله في التجار اللاحقة.

تأثير درجة الحرارة

ان درجة الحرارة تعد من الظروف المهمة في التفاعلات التي يجب دراستها، ومن اجل اختيار درجة الحرارة الفضلى التي يسجل عندها المعقد الناتج اعلى امتصاص، فقد أخذ حجم 1 سم^3 من محلول الدابسون لقاعدة شف ذي التركيز 100 مايكروغرام . سم$^{-3}$و 2.5 سم^3 محلول كلوريد الكوبلت المائي ذي التركيز 2.1×10^{-3} مولاري بالماء المقطر، ثم أجريت عملية قياس الامتصاص للمعقد الناتج عند لحظة التفاعل وبمدى درجات حرارة تراوحت بين (5-60)^{o}م وهو موضح في الجدول 4.

الجدول 4: تأثير درجة الحرارة على معقد العنصر

Temperature (C^0)	Absorbance
5(ice bath)	0.102
10	0.193
15	0.324
18	0.380
20	0.403
25	0.438
28	0.430
30	0.425
40	0.407
50	0.388
60	0.353

ان اقصى امتصاص هو عند درجة حرارة بين 25-30 م^0، بينما لوحظ نقصان الامتصاص للمعقد الناتج المتكون عند زيادة درجة الحرارة لذلك اعتمدت درجة حرارة المختبر في التجارب اللاحقة.

تأثير الزمن

اجريت دراسة لمعرفة ثباتية واستقرار المعقد المتكون بين الدابسون لقاعدة شف وكاشف كلوريد الكوبلت المائي من اختيار الزمن الافضل الذي يعطي فيه المعقد الناتج اعظم امتصاص، إذ أخذ حجم 1 سم^3 من محلول قاعدة شف بتركيز 100

مايكروغرام. سم$^{-3}$و 2.5 سم^3 محلول كلوريد الكوبلت المائي ذي التركيز 2.1 × 10^{-3} مولاري، وبعدها أكمل الحجم الى العلامة بالماء المقطر، بعدها قيس امتصاص المعقد عند أزمان مختلفة تراوحت مابين بداية تحضير المعقد إلى حد 50 دقيقة. والجدول 5 يوضح ذلك.

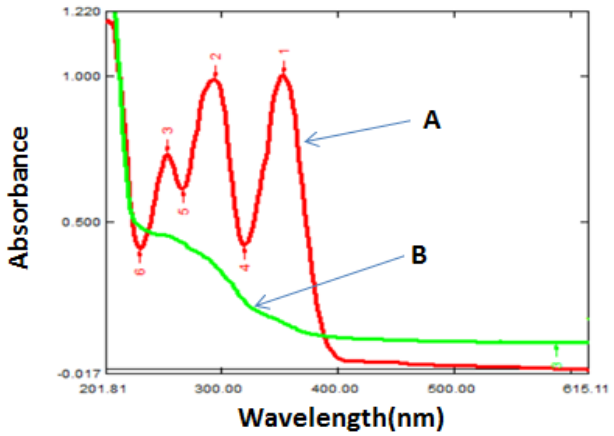
الجدول 5: تأثير الزمن على معقد العنصر

Time(min)	Absorbance
Instant Interaction	0.439
3	0.498
5	0.550
8	0.580
10	0.579
15	0.577
20	0.575
25	0.570
30	تكون راسب
40	تكون راسب
50	تكون راسب

ان أفضل امتصاص يعطيه المعقد بعد زمن 8 دقائق وحتى 25 دقيقة وبعدها يبدأ المحلول بالترسب.

طيف الامتصاص النهائي

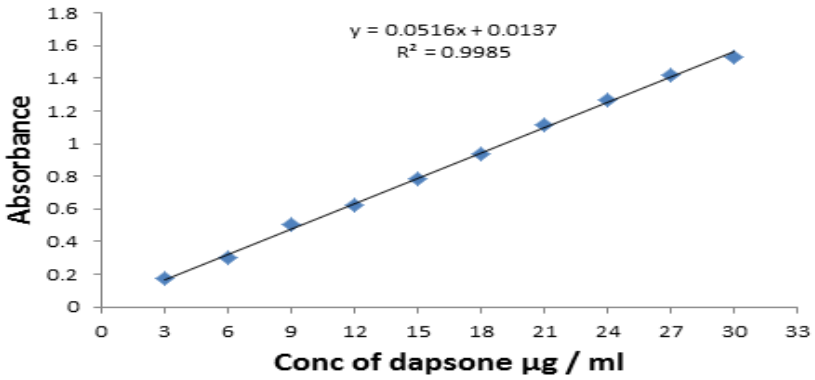
دُرس طيف الأمتصاص النهائي بعد سحب 2 سم^3 من الدابسون لقاعدة شف بتركيز 100 مايكروغرام. سم$^{-3}$ ثم اضيف اليه 2.5 سم^3 من محلول كلوريد الكوبلت المائي بتركيز1. 2 × 10^{-3} مولاري، ثم ترك المعقد لمدة 8 دقيقة لاعطاء فرصة لاكمال التفاعل وأجري مسح لأطياف الأمتصاص مقابل محاليها الصوري عند الطول الموجي 354 نانومتر، كما هو موضح في الشكل 2.



الشكل 2: (A) طيف الامتصاص لمعقد العنصر مقابل البلانك (B) طيف كلوريد الكوبلت المائي مقابل الماء المقطر.

منحنى المعايرة

بعد تثبيت الظروف الفضلى لمعقد العنصر أمكن تحضير منحنى المعايرة بإضافة احجام متزايدة من محلول الدابسون لقاعدة شف بتركيز 100 مايكروغرام. سم$^{-3}$ في سلسلة من قناني حجمية سعة 10 سم^3، تراوحت الحجوم بين 0.3- 3 سم^3، وأضيف اليها حجم ثابت 2.5 سم^3 من محلول كلوريد الكوبلت المائي ذي التركيز 2.1 × 10^{-3} مولاري ، ثم خففت بالماء المقطر الى حد العلامة و الانتظار لمدة 8 دقائق لأتمام التفاعل ، ثم قيس الأمتصاص لكل محلول مقابل المحلول الصوري، وكانت خطية الطريقة ما بين 3- 30 مايكروغرام/ سم^3 ، حيث بلغ معامل الامتصاص المولاري 1.2812 × 10^4 لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$ ، ودلالة ساندل 0.0193 مايكروغرام .سم$^{-2}$ ، وقيمة معامل التقدير 0.9985 ، والشكل 3 يبين منحنى المعايرة لمعقد العنصر لعقار الدابسون .



الشكل 3: منحنى المعايرة لمعقد العنصر لعقار الدابسون

المعطيات التحليلية الإحصائية

الجدول 6: المعطيات الإحصائية

Molar absorptivity ($l.mol^{-1}.cm^{-1}$)	Sandel Index $\mu g.cm^{-2}$	Determination Coefficient	Slope	Beers law range ($\mu g.ml^{-1}$)	Wavelength (nm)
$10^4 \times 1.2812$	0.0193	0.9985	0.0516	3-30	354

توافق الطريقة المقترحة ودقتها

لبيان دقة وتوافق الطريقة، قُيمت الطريقة من ثلاث قيم من التراكيز (27,18,9) مايكروغرام. سم$^{-3}$ من محلول قياسي للدابسون في قاعدة شف ضمن منحني المعايرة ولخمسة تكرارات لكل تركيز. إذ تعتمد قياسات التوافق والدقة على حسابات الانحراف القياسي النسبي RSD% والاسترادادية المئوية Rec% على التوالي اذ تراوحت قيم Rec% بين (99.5150-103.4237%) وان الطريقة كانت ذات دقة وتوافق جيدين كما في الجدول 7.

الجدول 7: دقة وتوافق الطريقة المقترحة

Conc.Taken of Dapsone µg /ml	Abs.*	Conc of Dapsone taken µg/ml	Recovery%	Average of Recovery%	RSD%
9	0.494	9.3081	103.4237	101.2929	0.2306
18	0.938	17.9127	99.5150		0.1390
27	1.420	27.2538	100.9402		0.0771

*معدل خمس قراءات

حَدِّ كشف - حد كمي

وجدت قيمة حَدِّ الكشف من قياس امتصاص 5 محاليل لأقل تركيز (3 مايكروغرام . سم$^{-3}$) من منحنى المعايرة وبضمن حدود قانون بير وبالظروف نفسها (الظروف الفضلى) كما موضح بالجدول 8. وذلك بحسب العلاقة الرياضية[18]:

$$L.O.D = \frac{3.3 \times S \times Conc}{\overline{X}}$$

L.O.D= حد الكشف

S= انحراف قياسي

Con = اقل تركيز من منحني المعايرة

$\overline{X}$ = معدل الامتصاص لعدد من القياسات لا تقل عن خمسة قراءات.

$$L.O.Q = \frac{10 \times S \times Conc}{\overline{X}}$$

L.O.Q = الحد الكمي

الجدول 8: حد الكشف والحد الكمي

Concentration µg /ml	$\overline{X}$ *	S	LOD µg/ml	LOQ µg/ml
3	0.1722	0.000837	0.0481	0.1458

* $\overline{X}$ تمثل معدل خمس قراءات.

نسبة الارتباط للمعقد

اجريت دراسة لتعيين نسبة ارتباط العقار إلى كلوريد الفلز في معقد العنصر وبحسب طريقة جوب للتغيرات المستمرة. إذ استعملت محاليل ذات تراكيز متساوية من الدابسون لقاعدة شف والكاشف بتركيز 2.7×10^{-4} مولاري فقد وضعت حجوم متزايدة 0.1-0.9 سم^3 من محلول قاعدة شف لعقار الدابسون في 9 قناني حجمية سعة 10 سم^3 واضيف إلى هذه القناني حجوم معاكسة من محلول كلوريد الكوبلت المائي 0.9- 0.1 سم^3 وبعدها أكمل الحجم الى حد العلامة بالماء المقطر، ثم الانتظار لمدة 8 دقائق لاكتمال التفاعل وقيست قيم الامتصاص للمعقد المتكون مقابل محلول البلانك وهو موضح في الجدول 9.

جدول 9 : طريقة جوب لمعقد العنصر لعقار الدابسون

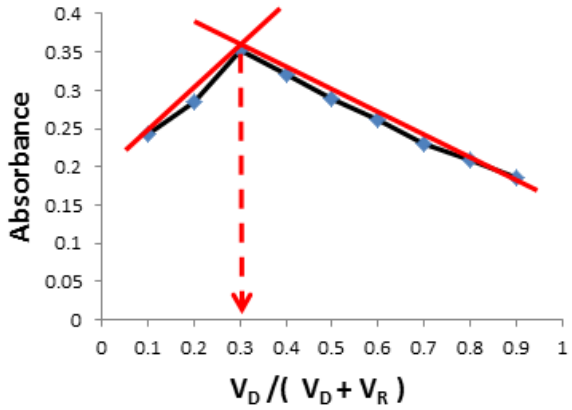
V_D	V_R	Absorbance	$V_D/(V_D+V_R)$
0.1	0.9	0.242	0.1
0.2	0.8	0.286	0.2
0.3	0.7	0.353	0.3
0.4	0.6	0.320	0.4
0.5	0.5	0.290	0.5
0.6	0.4	0.262	0.6
0.7	0.3	0.231	0.7
0.8	0.2	0.209	0.8
0.9	0.1	0.186	0.9

حيث أن:

V_D: حجم العقار

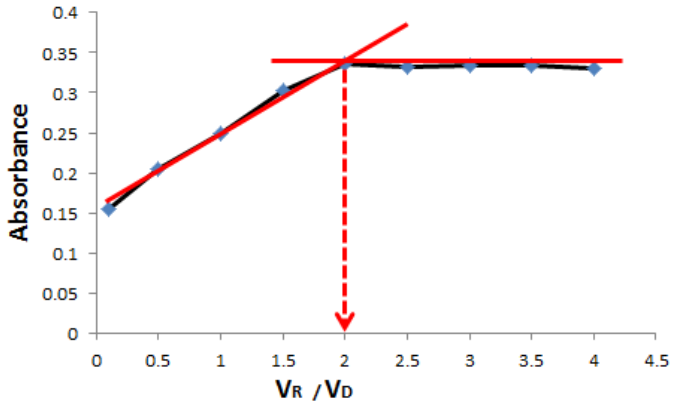
V_R: حجم الكاشف

من النتائج اعلاها التي تم الحصول عليها من طريقة جوب فقد تبين أنّ المعقد الناتج تحت الظروف الفضلى مكون من نسب مولية لكل من العقار وكلوريد الكوبلت المائي وبنسبة (2:1) لكل من الدابسون لقاعدة شف والكاشف على التوالي على التوالي وكما موضح في الشكل 4.



الشكل 4: طريقة جوب لمعقد العنصر لقاعدة شف لعقار الدابسون.

اما طريقة النسب المولية فقد استعملت محاليل ذات تراكيز متساوية من الدابسون لقاعدة شف والكاشف بتركيز 2.7×10^{-4} مولاري حيث تم اخذ 1 مل من قاعدة شف لعقار الدابسون مع حجوم مختلفة من الكاشف تراوحت بين 0.1 – 4.5 مل ومن اجراء طريقة النسب المولية نجد ان النسبة 2:1 لكل من قاعدة شف لعقار الدابسون والكاشف على التوالي والشكل 5 يوضح ذلك.



الشكل 5: طريقة النسب المولية لمعقد العنصر لقاعدة شف لعقار الدابسون.

تطبيق الطريقة

الطريقة المباشرة

تم تقدير ثلاثة تراكيز 9 , 18 , 27 مايكروغرام . مل$^{-1}$ من محلول قاعدة شف لدابسون المستحضر الصيدلاني DPSONE 100 mg طبقت الطريقة المقترحة باجراء خمسة تكرارات لكل عملية قياس (n=5) اختيرت لتقع ضمن تراكيز منحنى المعايرة، ونجحت الطريقة في تقدير الدابسون في مستحضره الصيدلاني وكانت قيم Rec% تتراوح بين (100.8074 – 103.8544 %) و والنتائج مبينة في الجدول 10.

الجدول 10: الطريقة المباشرة لتقدير الدابسون بتفاعل معقد العنصر مع الدابسون لقاعدة شف في المستحضر الصيدلاني

Conc. of pharmaceutical preparation (DAPSONE) µg/ml	Abs.*	Conc of Dapsone taken µg/ml	Recovary%	RSD,%
9	0.496	9.3468	103.8544	0.1689
18	0.950	18.1453	100.8074	0.1199
27	1.430	27.4467	101.6580	0.0797

*معدل خمس قراءات

طريقة الاضافة القياسية المفردة

طبقت طريقة الاضافة القياسية المفردة على محلول الدابسون لقاعدة شف المستحضر الصيدلاني DAPSONE 100 mg ، إذ كان حجم قاعدة شف دابسون المستحضر الصيدلاني ثابت 0.4 مل من 100 مايكروغرام . مل$^{-1}$ ، وأضيفت حجوم مختلفة من شف عقار الدابسون القياسي بتراكيز (3 , 10, 18) مايكروغرام / مل ، وطبقت الطريقة المقترحة واجري القياس عند الطول الموجي 354 نانومتر، وكانت قيم Rec% مابين (99.1957- 101.4181 %) وقيم RSD% لا تتجاوز 0.2253 % ما يدل على نجاح الطريقة في تقدير الدابسون كما مبين في جدول11.

الجدول 11: تقدير عقار الدابسون بطريقة الاضافات القياسية المفردة بتفاعل معقد العنصر

Conc. of DAPSONE in pharma form taken (µg/ml)	Conc. Of standard Dapson µg/ml added	Conc. Of Dapson Found µg/ml	Rec%	RSD%
4	3	6.9437	99.1957	0.2253
4	10	13.9786	99.8471	0.1552
4	18	22.3120	101.4181	0.1411

الاستنتاجات

طورت طريقة طيفية جيدة وبسيطة لتقدير الدابسون بطريقة تفاعل معقد العنصر مع الكاشف كلوريد الكوبلت المائي، تعتمد الطريقة على تفاعل الدابسون لقاعدة شف مع كلوريد الكوبلت المائي في الوسط المائي والانتظار لمدة 8 دقائق لأتمام التفاعل ثم بعد إكمال الإضافات يتكون الناتج النهائي للتفاعل (اللون الأصفر الفاتح) وبعدها يتم قياس الامتصاص عند 354 نانومتر. ويطاوع قانون بير- لامبرت في مدى التراكيز3 – 30 مايكروغرام . سم$^{-3}$، وكانت الطريقة على تتميز بالدقة والتوافقية خلال قيمة RE% وقيمة قRSD% , وقد طبقت الطريقة بنجاح على الدابسون في المستحضر الصيدلاني DAPSONE 100 mg.

References

1. Moffat, A. C., Osselton, M. D., Widdop, B., & Watts, J. (2011). *Clarke's analysis of drugs and poisons* (Vol. 3). London: Pharmaceutical press.
2. Rumana, J., Jahan, N., Azmeri, S., & Haque, Z. S. (2020). Dapsone Induced Methemoglobinemia in an Adolescent Girl: The Treatment Challenge. *Bangladesh Journal of Child Health*, *44*(2), 109-113
3. Wu, Y., Hao, X., Li, J., Guan, A., Zhou, Z., & Guo, F. (2021). New insight into improving the solubility of poorly soluble drugs by preventing the formation of their hydrogen-bonds: a case of dapsone salts with camphorsulfonic and 5-sulfosalicylic acid. *CrystEngComm*, *23*(35), 6191-6198.
4. Lemmer, H., Stieger, N., Liebenberg, W., & Caira, M. R. (2012). Solvatomorphism of the antibacterial dapsone: X-ray structures and thermal desolvation kinetics. *Crystal growth & design*, *12*(3), 1683-1692.
5. Mahale, A., & Abhonkar, R. S. The Review on Dapsone. *Journal homepage(2022): www. ijrpr. com ISSN*, *2582*, 7421.
6. Diaz-Ruiz, A., Nader-Kawachi, J., Calderón-Estrella, F., Mata-Bermudez, A., Alvarez-Mejia, L., & Ríos, C. (2022). Dapsone, More than an Effective Neuro and Cytoprotective Drug. *Current Neuropharmacology*, *20*(1), 194-210.
7. Foye, W. O. (2008). *Foye's principles of medicinal chemistry*. Lippincott williams & wilkins.
8. O'Neil, M. J. (Ed.). (2013). *The Merck index: an encyclopedia of chemicals, drugs, and biologicals*. RSC Publishing.

9. Wolverton, S. E., & Wu, J. J. (2019). *Comprehensive dermatologic drug therapy*. Elsevier Health Sciences.
10. Revanasiddappa, H. D., & Manju, B. (2001). A spectrophotometric method for the determination of metoclopramide HCl and dapsone. *Journal of pharmaceutical and biomedical analysis*, *25*(3-4), 631-637.
11. Nagaraja, P., Yathirajan, H. S., Sunitha, K. R., & Vasantha, R. A. (2002). Novel methods for the rapid spectrophotometric determination of dapsone. *Analytical letters*, *35*(9), 1531-1540.
12. Toral, M. I., Tassara, A., Soto, C., & Richter, P. (2003). Simultaneous determination of dapsone and pyrimethamine by derivative spectrophotometry in pharmaceutical formulations. *Journal of AOAC International*, *86*(2), 241-245.
13. Essousi, H., Barhoumi, H., & Jaffrezic-Renault, N. (2019). Molecularly Imprinted Electrochemical Sensor Based on Modified Reduced Graphene Oxide-gold Nanoparticles-polyaniline Nanocomposites Matrix for Dapsone Determination. *Electroanalysis*, *31*(6), 1050-1060.
14. Malekzadeh, M., Mohadesi, A., Karimi, M. A., & Ranjbar, M. (2021). Development of a New Sensitive Electrochemical Sensor for Dapsone Detection Using a Cobalt Metal-Organic Framework/Molecularly Imprinted Polymer Nanostructures. *Analytical and Bioanalytical Electrochemistry*, *13*(2), 226-238.
15. Colomé, L. M., Freitas, G. M., de Medeiros Bastiani, J., Pereira, T. C. B., Bajerski, L., Bender, E. A., & Haas, S. E. (2017). Validation of analytical method by HPLC for determination of dapsone in polymeric nanocapsules based on crude rice brain oil. *Journal of Applied Pharmaceutical Science*, *7*(7), 230-233.
16. El-Ragehy, N. A., Hegazy, M. A., Tawfik, S. A., & Sedik, G. A. (2021). Validated chromatographic methods for the simultaneous determination of a ternary mixture of sulfacetamide sodium and two of its official impurities; sulfanilamide and dapsone. *Acta Chromatographica*.
17. Salama, N. N. E. D. A., El Ries, M. A., Toubar, S., Hamide, M. A., & Walash, M. I. (2012). Validated TLC and HPLC stability-indicating methods for the quantitative determination of dapsone. *JPC–Journal of Planar Chromatography–Modern TLC*, *25*, 65-71.
18. Shrivastava, A., & Gupta, V. B. (2011). Methods for the determination of limit of detection and limit of quantitation of the analytical methods. *Chron. Young Sci*, *2*(1), 21-25.

IRAQI Academic Scientific Journals

Samarra Journal of Pure and Applied Science

SJPAS

www.sjpas.com

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

Spectrophotometric determination of dapsone in Schiff base in pharmaceutical formulation by elemental complex method

Sabreen Shakir Mahmood[1*], Eman Diab Ahmed[2], Liqaa Hussein Alwan[2]

1- Department of Applied Chemistry, College of Applied Science, University of Samarra, Iraq
2- Department of Chemistry, College of Education, University of Samarra, Iraq

Article Information

Received: 24/03/2023
Revised: 10/05/2023
Accepted: 24/05/2023
Published:30/12/2023

Keywords:

Dapsone, Cobalte Chloride Hexahydrate, Schiffs base and Metal complex

Corresponding Author

E-mail:
sabreen.sh@uosamarra.edu.iq

Abstract

The research includes the development of a new and sensitive spectroscopic method for the determination of dapsone in aqueous media. The method depends on the interaction of the Schiff base of the drug dapsone with the reagent aqueous cobalt chloride to give a light-yellow complex whose absorption intensity depends on the concentration of dapsone in the Schiff base and gives the highest absorption at the wavelength of 354 nm. Legal limits are between 0.3-3 µg. mL^{-1} of dapsone, and the molar absorbance was 1.2812×10^{4} L. mol^{-1}. cm^{-1}, the recovery rate is 101.2929%, and the relative standard deviation does not exceed 0.2306%, with a detection limit of 0.0481 µg. cm^{-3}, and the method was applied in the determination of dapsone in its drug preparation in the form of tablets.