



MANSOURA UNIVERSITY
Faculty of Pharmacy
Analytical Chemistry Department

د. محمد عيسى

543

37

STABILITY INDICATING METHODS IN PHARMACEUTICAL ANALYSIS

By

MOHAMED MAHMOUD EL SAYED HEFNAWY

B. Pharm. Sci. Alexandria University

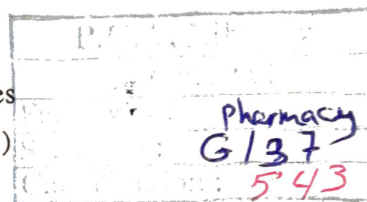
Thesis

Presented in Partial Fulfillment for

The Degree of
MASTER

In

Pharmaceutical Sciences
(Analytical Chemistry)



Supervised By

Prof. Dr.

SAYED M. HASSAN

Head of Anal. Chem. Dept.
Faculty of Pharmacy
Mansoura University

Dr.

MOHIE SHARAF EL-DIN

Associate Prof. of Anal. chem.
Faculty of Pharmacy
Mansoura University

Dr.

FAWZIA AHMAD IBRAHIM

Associate Prof. of Anal. chem.
Faculty of Pharmacy
Mansoura University

1990

PREFACE

This study describes the application of stability indicating methods for the determination of certain nitro-pharmaceutical compounds, vitamin A and ascorbic acid in pure and in dosage forms.

It includes four parts and an arabic summary.

Part I includes two chapters.

Chapter A deals with a HPLC determination of some important nitrocompounds. The investigated compounds are: furazolidone, nitrofurazone, nitrofurantoin, niridazole and nifuroxime. The proposed method have been applied for the determination of this compounds in pure and in dosage forms.

Chapter B describes a simultaneous HPLC determination of furazolidone and nifuroxime with a good results.

Part II includes two chapters, chapter A and B, chapter A deals with a HPLC determination of vitamin A. Chapter B describes spectrophotometric determination methods of vitamin A via charge transfer complexes.

Part III includes spectrophotometric determination of ascorbic acid using two different methods, the first method based on application of the method, while the

second one depends on colorimetric assay with 2,2'-dipyridyl iron(III) ammonium sulphate.

Part IV contain details concerning the reagents the apparatus and the procedures adopted.

"بسم الله الرحمن الرحيم"

=====

الملخص العربى

=====

طرق صالحه الثباتية الثبات فى التحليل الصيدلى

تهدف هذه الرسالة الى تعيين بعض المركبات العضوية فى وجود نواتج تحليلها وتشمل هذه الدراسة على بعض المركبات العضوية المحتوية على مجموعة النيترو وفيتامين أ وحمض الأسكوربيك وتشتمل الرسالة على أربعة أجزاء :-

الجزء الأول : وينقسم الى قسمين :

القسم الاول : وهو عبارة عن دراسة عملية لتحليل بعض المركبات العضوية المحتوية على مجموعة النيترو وهى الفيورازوليديون والنيتروفيرازون والنيتروفيرانتويين النيريدازول والنفيروكسيم فى وجود نواتج تحليلها بطريقة الفصل الكروماتوجرافى السائلى ذو الكفاءة العالية وقد تم دراسة معدل تحليل هذه المواد بعد تعرضها الى ضوء الشمس الغير مباشر عند درجة حرارة الغرفة وقد تبين أن المواد الناتجة عن التحلل لا تتداخل مع قياس المركبات الأصلية . وبتطبيق الطريقة المقترحة لتقدير المركبات تحت الدراسة تبين أن متوسط الاسترداد المئوى يتراوح ما بين ٩٩.٩٣ ± ١.٦١% - ٩٩.٩٧ ± ١.٤٤% - ٩٩.٩٤ ± ١.٣٤% - ٩٩.٩٤ ± ١.٠٢% - ١٠٠.٠٠ ± ١.١٥% للفيورازوليديون والنيتروفيرازون والنيتروفيرانتويين والنيريدازول والنفيروكسيم على الترتيب .

وقد قورنت النتائج المعطاة بالنتائج التى تم الحصول عليها بالطرق الدستورية وكانت النتائج مطابقة أحصائيا وكذلك طبقت هذه الطريقة فى تحليل بعض المستحضرات الصيدلية المختلفة التى تحتوى على هذه المركبات وكانت النتائج مرضية ومتطابقة مع النتائج المتحصل عليها بالطرق الدستورية.

القسم الثانى : ويختص بتحليل خليط من مادتين الفيورازوليديون والنفيروكسيم باستخدام الطريقة سالفة الذكر وقد وجد أنه لا يوجد أى تداخل من الفيورازوليديون مع النفيروكسيم بهذه الطريقة على عكس ما يحدث باستخدام الطريقة

الدستورية . وقد وجد أن متوسط الاسترداد المئوى للفيورازوليديون فى حدود $99.99 \pm 0.53\%$ وللنفيروكسيم فى حدود $99.99 \pm 0.36\%$ وقد طبقت هذه الطريقة على بعض المستحضرات الصيدلية وكانت النتائج متطابقة مع النتائج التى تم الحصول عليها بالطرق الدستورية .

الجزء الثانى وينقسم الى قسمين :-

القسم الأول : وهو عبارة عن دراسة عملية لتطبيق أسلوب الفصل الكروماتوجرافى السائلى ذو الكفاءة العالية فى تحليل فيتامين أ فى وجود نواتج تحليله وقد تم دراسة معدل تحليل هذه الفيتامين بتسخين محلول هذا الفيتامين عند درجة حرارة 50°C وتطبيق الطريقة المقترحة لتقدير المركب تحت الدراسة تبين أن متوسط الاسترداد المئوى فى حدود 100.43 ± 1.23 وقد قورنت النتائج المعطاة بالنتائج التى تم الحصول عليها بالطرق الدستورية وكانت النتائج مطابقة احصائيا . كذلك طبقت هذه الطريقة فى تحليل بعض المستحضرات الصيدلية المختلفة التى تحتوى على هذا المركب وكانت النتائج مرضية ومتطابقة مع النتائج المتحصل عليها بالطرق الدستورية . .

القسم الثانى : وفى هذا القسم تم تحليل فيتامين أ فى وجود نواتج تحليله بطريقتين باستخدام أسلوب انتقال الشحنة . الطريقة الاولى تعتمد على اضافة محلول البيود لفيتامين أ مع قياس الامتصاص الطيفى عند الموجة المناسبة والطريقة الثانية تعتمد على اضافة محلول 8.877×10^{-4} - تتراسيانوكينودايمسان لفيتامين أ مع قياس الامتصاص الطيفى عند الموجة المناسبة وقد تبين أن الامتصاص الطيفى عند الموجة المناسبة لهذا المركب باستخدام أى الطريقتين يتناسب طرديا مع تركيز هذا المركب .

وبتطبيق الطريقتين المقترحتين لتقدير هذا المركب تحت الدراسة تبين أن متوسط الاسترداد المئوى بالطريقة الأولى فى حدود $99.99 \pm 1.13\%$ وبالطريقة الثانية فى حدود $100.09 \pm 1.31\%$ وقد قورنت النتائج المعطاة بالنتائج التى تم الحصول عليها بالطرق الدستورية وكانت النتائج مطابقة احصائيا ، كذلك طبقت لهاتين الطريقتين فى تحليل بعض المستحضرات الصيدلية التى تحتوى على هذا المركب وكانت النتائج مرضية ومتطابقة مع النتائج المتحصل عليها بالطرق الدستورية .

الجزء الثالث : يشتمل على طريقتين لتحليل حمض الأسكوربيك :

الطريقة الاولى : عبارة عن دراسة عملية لتطبيق أسلوب فرق الامتصاص الطيفي لتقدير حمض الأسكوربيك في وجود نواتج تحليله وتعتمد هذه الطريقة على وجود فرق في الامتصاص الطيفي قبل وبعد اضافة مادة كبريتات النحاس في وجود حمض الكبريتيك . .

الطريقة الثانية : تعتمد على تكوين لون أحمر عند اضافة محلول ٢ر٢ - دايبيريديل وكبريتات الأمونيوم الحديدية وقد تبين أن فرق الامتصاص عند الموجة المناسبة للطريقة الأولى والامتصاص عند الموجة المناسبة للطريقة الثانية يتناسب طرديا مع تركيز هذا المركب وقد تم دراسة معدل تحليل هذه المواد المتحللة بعد تسخينها عند درجة حرارة ٨٥ م° وقد تبين أن المواد الناتجة عن التحلل لا تتداخل مع قياس المركب الأملي .

وبتطبيق الطريقتين المقترحتين لتقدير هذا المركب تبين أن متوسط الاسترداد المئوي للطريقة الاولى في حدود $99.7 \pm 0.48\%$ وللطريقة الثانية في حدود $100.05 \pm 0.32\%$ وقد قورنت النتائج المعطاة بالنتائج التي تم الحصول عليها بالطرق الدستورية وكانت النتائج مطابقة احصائيا . كذلك طبقت هاتين الطريقتين في تحليل بعض المستحضرات الصيدلية التي تحتوي على هذا المركب وكانت النتائج مرضية ومتطابقة مع النتائج المتحصل عليها بالطرق الدستورية .

الجزء الرابع : في هذا الجزء توجد قائمة بالكواشف والأجهزة المستخدمة وكذلك التفاصيل العملية للطرق الواردة في الرسالة .

هذا وتحتوى الرسالة على ٢٠ جدولا و ٣٣ شكلا بالاضافة الى ٧٨ مرجع .