طريقة مستحدثة لتقدير كميات اثرية من عقار الاوكسي كلوزانيد في المستحضر الصيدلاني (ليفوزان) بتقنيتي الامتصاص الجزيئي والذري اللهبي باستخدام فلز الذهب كعنصر تعقيد

فاطمة علي، شيماء محمد علي

قسم الكيمياء، كلية العلوم، جامعة بغداد. بغداد- العراق

الخلاصة

تم وصف طرائق طيفية سهلة وسريعة وحساسة لتقدير كميات ضئيلة من عقار الاوكسـي كلوزانيـد (OXC) على هيئة معقد ((OXC-Au(III) في الاوكتان كمذيب لاستخلاص المعقد.

ان المعقد الاخضر المزرق الناتج يمتلك اقصى قمة امتصاص عند ٧٠٥ نانومتر، وجد ان قانون بير ينطبق ضمن مدى التركيز (٥-٣٥) مايكروغرام.مل$^{-1}$. وبلغت قيمـة الممتصـية المولاريـة (ε=١.٦٠٦×١٠^{٤} لتر.مول$^{-1}$.سم$^{-1}$) و(r=٠.٩٩٨١) و(D.L = ٠.٠٨٦٤ مايكروغرام.مل$^{-1}$ و%RSD = ٢.٠٢٠١ وذلـك باستخدام طريقة الامتصاص الجزيئي.

وعند استخدام طريقة الامتصاص الذري اللهبي غير المباشر وجد ان قانون بير ينطبق ضمن مدى التركيز (٢-١٦) مايكروغرام.مل$^{-1}$ والممتصية المولارية (ε=٦.٠٢×١٠^{٥}) لتر.مـول$^{-1}$.سـم$^{-1}$ و(r = ٠.٩٩٩٢) و(%RSD = ٢.٦٦٧) و(D.L = ٠.٠٥٢٦ مايكروغرام.مل$^{-1}$.

وتم دراسة الظروف الفضلى لتكوين المعقد وطبقت الطريقتين بنجاح في تقدير الاوكسي كلوزانيد في حالته النقية وفي بعض المستحضرات الصيدلانية في الطريقة المقترحة. كما وجد ان لا تاثير للمضافات الدوائية في الطريقة المقترحة.

A NOVEL METHOD FOR DETERMINATION OF TRACE AMOUNTS OF OXYCLOZANID IN THE PHARMACEUTICAL (LEVOZAIN) BY MOLECULAR AND FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY USING GOLD AS COMPLEXING METAL

Fattima Ali , Shaima Mohammad Ali

Department of Chemistry, College of Science, University of Baghdad. Baghdad- Iraq.

Abstract

A simple, rapid and sensitive spectrophotometric methods for determination of trace amounts of (OXC) as (OXC-Au(III)) complex in octane as solvent for extraction the complex. The green-blue soluble product give maximum absorption at 705 nm, Beer's law is obeyed over the concentration range of (5-35) $\mu g.ml^{-1}$ with (molar absorptivity = 1.606×10^4 $L.mol^{-1}.cm^{-1}$), (r = 0.9981), (D.L = 0.0864 $\mu g.ml^{-1}$), (%RSD = 2.020), with UV-Vis method.

When using indirect FAAS a linear range of (2-16) $\mu g.ml^{-1}$, (r = 0.9992), (%RSD = 2.667), (D.L = 0.0526 $\mu g.ml^{-1}$) with ($\varepsilon = 6.02\times10^5$ $L.mol^{-1}cm^{-1}$).

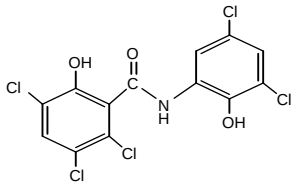
The optimum conditions for colour development are described. The proposed methods have been successfully applied for determination of (OXC) in bulk drug

and pharmaceutical formulations. The common excipients and additives did not interfere in this method.

المقدمة

تم اختيار الاوكسي كلوزانيد لما له من اهمية كبيرة من الناحية الاقتصادية حيث يسهم في تنمية الثروة الحيوانية وزيادة الانتاج الحيواني.

الاوكسي كلوزانيد ($C_{13}H_6Cl_5NO_3$) مركب عضوي حلقي اكتشف عام ١٩٦٩ بوصفه عقار طارد لديدان الامعاء في الاغنام والماعز كذلك للديدان الشريطية والديدان العريضة التي تصيب الكبد والاوكسي كلوزانيد يمتلك التركيب الكيميائي التالي[١]:



يمتاز مسحوق (OXC) بلون اصفر باهت عديم الرائحة يذوب بسهولة في الايثانول وجزئياً في الاسيتون ولا يذوب في الماء ومحلوله يمتص بطولين موجيين هما ٢٣٧ و٣٠٥ نانومتر[٢].

ان التاثير السمي الرئيسي لهذا العقار هو الاسهال البسيط وينصح بعدم ذبح الحيوان المعالج بهذا العقار قبل اربعة عشر يوماً من اخر جرعة[٣].

قدر العقار طيفياً[٤] وكروموتوغرافياً[٥].

الجزء العملي

أ- الاجهزة المستخدمة

- مطياف الاشعة فوق البنفسجية-المرئية Shimadzu UV-Vis spectrophotometer UV-160A.
- مطياف الامتصاص الذري اللهبي Shimadzu Flame Atomic Absorption Spectrophotometer AA-670.

ب- المحاليل المستخدمة

١- محلول مائي قياسي للذهب ١٠٠٠ مايكروغرام.مل$^{-1}$:

حضر باذابة ١.٠٠٩٩ غم من $NaAuCl_4.2H_2O$ (BDH) في الماء واكمل الحجم الى ٥٠٠ مل.

٢- محلول قياسي للعقار (OXC) ١٠٠٠ مايكروغرام.مل$^{-1}$:

حضر باذابة ٠.١٠٠٠ غم من (OXC) الشركة المصنعة للعقار (SDI) في الايثانول واكمل الحجم الى ١٠٠ مل.

٣- محلول المستحضر الصيدلاني (Levozan):

حضر محلول ذي تركيز ١٠٠٠ مايركوغرام.مل$^{-1}$ من عينة المستحضر السائلة ذي التركيز ٦٠ ملغم.مل$^{-1}$ وذلك بسحب ١.٦٨٧ مل من العينية وتخفيفها الى ١٠٠ مل بالايثانول. ومن الاخير حضر محلول ذي تركيز ٢٠٠ مايكروغرام.مل$^{-1}$.

٤- محلول المعقد

وحضر ولاول مرة وذلك بنقل حجوم (٠.١٢٥-١.٢٥٠) مل من المحلول القياسي (OXC) ذي التركيز ٢٠٠ مايكروغرام.مل$^{-1}$ الى قناني حجمية سعة ٥ مل ثم اضيف لكل منها ١.٢٥ مل من المحلول القياسي للذهب Au(III) ذي التركيز ١٠٠ مايكروغرام.مل$^{-1}$ ثم عدلت قيمة الرقم الهيدروجيني ضمن المدى (٢.٤-٣.١) واكمل الحجم الى العلامة بالماء المقطر بعدها سخنت المحاليل على التوالي الى درجة ١٠٠°م من اجل الاسراع في تكوين المعقد.

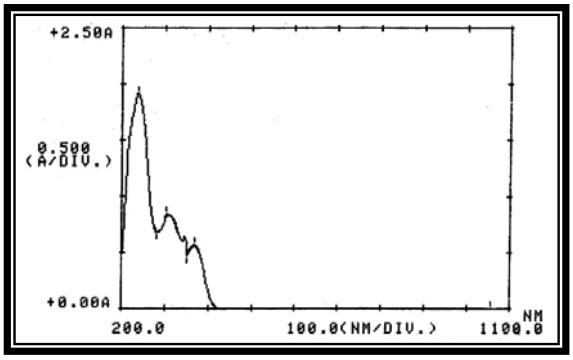
استخلص المعقد المتكون ذي الحجم ٥ مل ب ٣ مل من الاوكتان ووجد ان دقيقتين كافية للحصول على افضل استخلاص وان الاستخلاص لمرة واحدة يعطي كفاية استخلاص ملائمة للمعقد المذكور علماً ان افضل مدة للرج هي دقيقتين لاستكمال عملية الاستخلاص[٦].

النتائج والمناقشة

الدراسات الطيفية

١- طيف العقار (OXC)

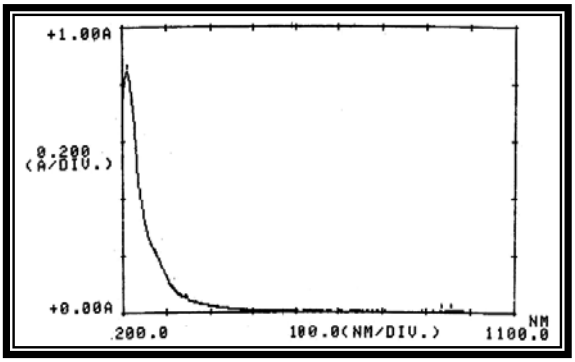
يبين (الشكل ١) ان العقار (OXC) (٥٠ مايكروغرام.مل$^{-1}$) له قمتي امتصاص الاولى عند الطول الموجي ٢٣٧ نانومتر والثانية عند ٣٠٥ نانومتر مقابل الايثانول خلياً.



شكل ١: طيف الامتصاص الجزيئي للدواء OXC مقابل الايثانول خلياً

٢- طيف الذهب(III)Au

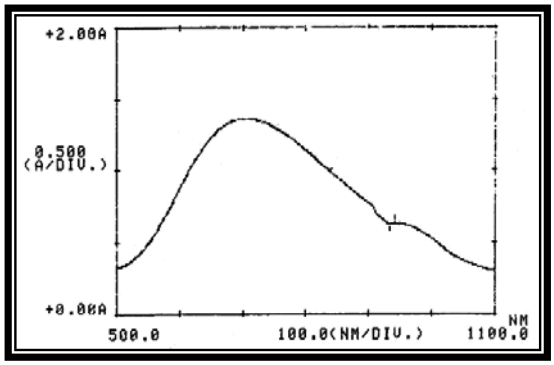
يبين (الشكل ٢) طيف الذهب (III)Au (٢٥ مايكروغرام. مل$^{-1}$) له قمة امتصاص عند الطول الموجي ٢١٦ نانومتر مقابل الماء خلباً.



شكل ٢: طيف الامتصاص الجزيئي لعنصر الذهب (III)Au مقابل الماء خلباً

٣- طيف المعقد المخلبي

يبين (الشكل ٣) طيف معقد العقار (OXC) مع (III)Au بعد ان ضبطت الظروف الفضلى واستخلاص المعقد باستخدام ٣ مل من الاوكتان وتم القياس مقابل المذيب العضوي خلباً.



شكل ٣: طيف الامتصاص الجزيئي للمعقد OXC-Au(III) مقابل الاوكتان خلباً

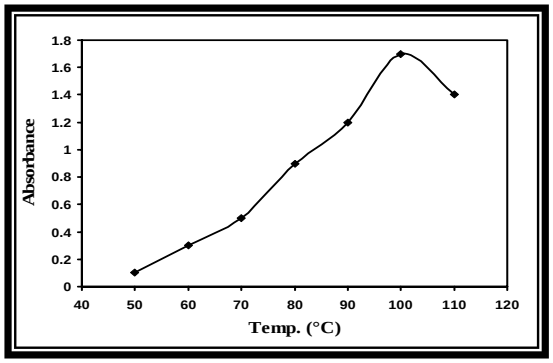
ويتضح من الشكل ان العقار كون معقداً مع الذهب وذلك عن طريق ظهور قمة امتصاص عظمى جديدة عند الطول الموجي ٧٠٥ نانومتر وبلون اخضر مزرق يدل على تكوين المعقد المخلبي.

تقدير العقار (OXC) مع الذهب باستخدام مطيافية الامتصاص الجزيئي

انتقاء الظروف الفضلى

١- درجة الحرارة

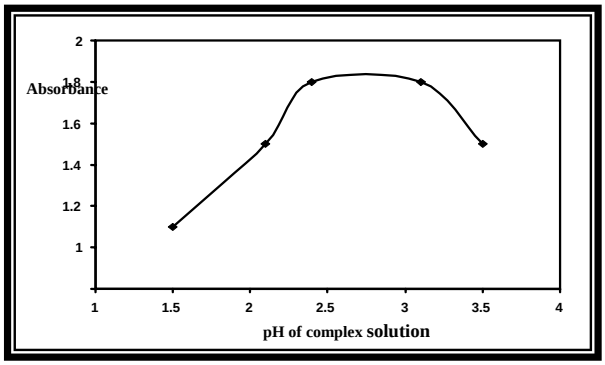
ان تفاعل الذهب (III)Au مع (OXC) بطيء جداً لذا تم رفع درجة الحرارة من اجل الاسراع في تكوين المعقد، فوجد ان درجة ١٠٠ مئوية هي التي سجلت اعلى ممتصية وبعدها يبدأ المنحني بالانخفاض نتيجة للتفكك الجزئي للمعقد (الشكل ٤).



شكل ٤: تأثير درجة الحرارة في امتصاصية المعقد OXC-Au(III) باستخدام مطيافية الامتصاص الجزيئي

٢- الرقم الهيدروجيني pH

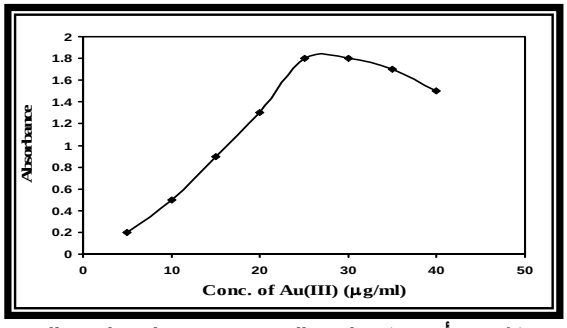
يبين (الشكل ٥) قيم الممتصية للمعقد (OXC-Au(III)) ان افضل مدى للرقم الهيدروجيني تتراوح بين (٢.٤-٣.١) اذ سجلت أعلى ممتصية. علماً ان الاوساط القاعدية لم تعطي نتائج تذكر.



شكل ٥: تاثير الرقم الهيدروجيني في امتصاصية المعقد OXC-Au(III) باستخدام مطيافية الامتصاص الجزيئي

٣- تركيز ايون الذهب(III)

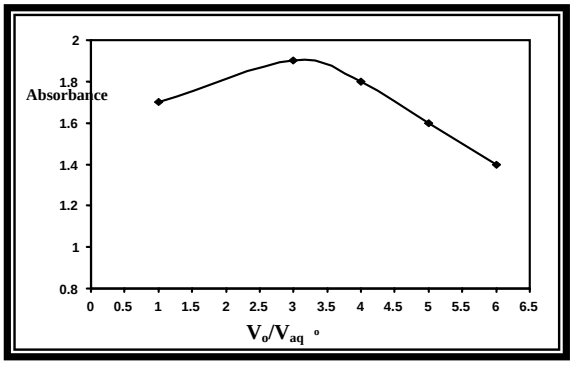
وجد ان افضل تركيز لايون الـذهب (III)Au هـو ٢٥ مايكروغرام.مل$^{-1}$ مع ثبوت تركيز OXC والذي اعطى اعلى ممتصية وبعـد ذلـك ينحـرف باتجـاه احـداثي التركيـز (الشكل ٦).



شكل ٦: تأثير تركيز ايون الذهب(III) في امتصاصية المعقد OXC-Au(III)

٤- نسبة الطورين

وجد ان حجم ٥ مل من الطبقة المائية و٣ مل من الطبقة العضوية كافيان للحصول على أعلى ممتصية للمعقد المتكون. ان (الشكل ٧) يبين قيم الممتصية للمعقـد المسـتخلص تبـدأ بالانخفاض بعد الحجم المذكور وهذا يشير الى احتمالية تـأثر عملية الاستخلاص بزيادة حجم الطور العضوي.



شكل ٧: تأثير نسبة الطور في امتصاصية المعقدOXC-Au(III) باستخدام مطيافية الامتصاص الجزيئي

٥- عدد مرات الاستخلاص

يبين الجدول (١) ان الاستخلاص لمرة واحـدة تعطـي كفاية استخلاص ملائمة للمعقد المذكور ويعود ذلك الى القيمة للنسبة المئوية للاستخلاص (%E = 97.06) كـذلك نسـبة التوزيع D=80.51.

الجدول 1: قيم الممتصية للمعقد OXC-Au(III) بعد الاستخلاص الأول والثاني

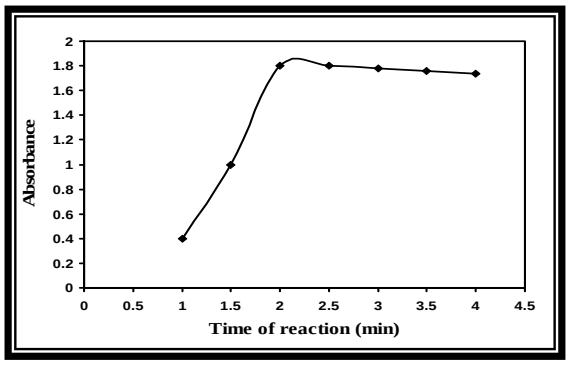
[OXC] ($\mu g.ml^{-1}$)	[Au(III)] ($\mu g.ml^{-1}$)	pH	A_1 (Ex. No.1)	A_2 (Ex. No.2)	A_o Blank
30	25	2.3-3.1	1.60	0.044	0.009

٦- زمن التفاعل

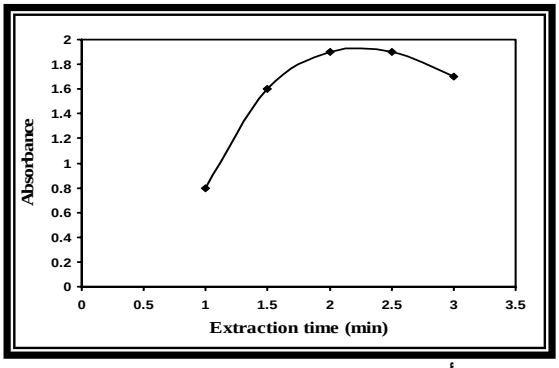
يبين (الشكل ٨) تـأثير زمـن التفاعـل قبـل عمليـة الاستخلاص، ويلاحظ من قراءة الممتصـية للمعقـد ان (٢) دقيقة كافية للحصول على اعلى ممتصية بعدها يبقى المنحني ثابتاً او قد ينخفض قليلاً بسبب تحلل المعقد جزئياً.

٧- زمن الرج

(الشكل ٩) يبين ان الممتصية تزداد بزيادة زمن الـرج حتى تصل الى زمن يظهر خلاله مستوى افقـي يـدل علـى استقرارية قيم الممتصية بمرور الزمن لذا تم اختيار دقيقتـين بوصفها افضل مدة للرج واستكمال عملية الاستخلاص.



شكل ٨: تأثير زمن التفاعل في امتصاصية المعقدOXC-Au(III) باستخدام مطيافية الامتصاص الجزيئي



شكل ٩: تأثير زمن الاستخلاص في امتصاصية المعقدOXC-Au(III) باستخدام مطيافية الامتصاص الجزيئي

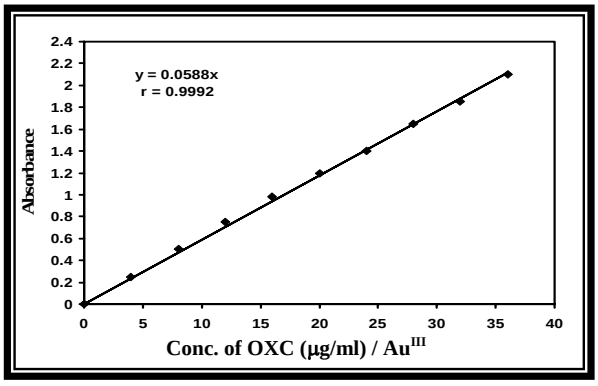
8- المذيبات العضوية

تم استخدام عدد من المذيبات العضوية لاستخلاص المعقد المتكون حيث وجد ان بعضاً منها مثل: البنزين، والهكسـان، ورباعي كلوريد الكاربون لا يستخلص المعقد وبعضها الاخر

يستخلص بصورة جزئية مثـل: ٢،١-ثنـائي كلوروايثـان، وبنزيل الكحول، اما الاوكتان فكان انسب مذيب لاسـتخلاص المعقد بصورة تامة دون استخلاص الزائـد مـن الايـون او العفار.

منحني المعايرة المباشرة لتعيين OXC-Au(III) طيفياً

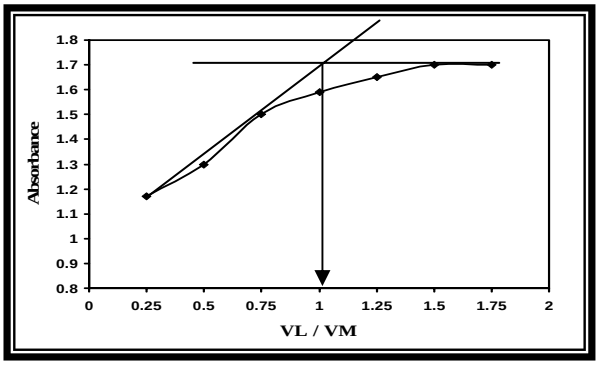
يبين (الشكل ١٠) منحني المعايرة المباشرة لتعيين العفار على هيئة OXC-Au(III) إذ وجد ان مدى التركيـز الـذي يطيع قانون بير يتراوح بين (٥-٣٥) مايكروغرام.مل$^{-1}$ ثـم يبدأ المنحني بالانحراف اتجاه إحداثي التركيز، وقد يعزى ذلك إلى التأثر بين جزيئات المعقد بعضها مع بعض او المذيب او قد تعود الى عوامل آلية او تكوين بعض البوليمرات عند زيادة تركيز العفار التي تعطي بالنتيجة امتصاصية واطئـة بسـبب الانحراف عن الخط المستقيم.



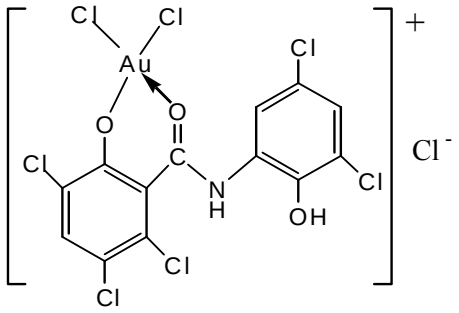
شكل ١٠: منحنى المعايرة المباشرة لتعيـين OXC مـع ايـون الذهب(III) باستخدام مطيافية الامتصاص الجزيئي

حساب نسبة العضيدة (L) إلى الفلز (M) في المعقد OXC-Au(III) بطريقة النسب المولية

(الشكل ١١) يبين نسبة الاتحاد المولية بين OXC وايون الذهب هي (١:١) اما التركيب المقترح لمعقـد الـذهب مـع OXC.



شكل 11: نسبة الإتحاد المولية في المعقد OXC-Au(III) باستخدام مطيافية الامتصاص الجزيئي



وقد تم حساب قيمة ثابت تكوين المعقد اعتماداً على (الشـكل ١١) ووفق المعادلة الاتية:

$$k_f = \frac{(A_1 - A_3)(A_2 - A_3)}{(A_2 - A_1)^2 C}$$

k_f = ثابت تكوين المعقد

A_1 = الممتصية التي تمثل نقطة تقاطع المماسين.

A_2 = الممتصية التي تمثل نقطة ثبوث الممتصية.

A_3 = الممتصية التي تمثل أول نقطة.

C = التركيز بالمولاري الذي يقابل A_1.

ووجد قيمة ثابـت الاسـتقرارية للمعقـد ((OXC-Au(III) تساوي ٣.٢٤×١٠^{٧} مولاري$^{-١}$.

المعطيات التحليلية الإحصائية

من خلال منحني المعايرة (الشكل ١٠) الذي يربط بـين الممتصية والتركيز تم معالجة البيانـات باسـلوب احصـائي حديث[٧] كما موضح في الجداول التالية:

الجدول ٢: حساب مديات التراكيز وحدود الكشف ومعامل الممتصية المولاري وحساسية ساندل وحدود الثقة بالنسبة للتركيز والممتصية لتعيين OXC بهيئة المعقد OXC-Au(III) عند الطول الموجي ٧٠٥ نانومتر

λ (nm)	Linearity (µg.ml^{-1})	D.L** (µg.ml^{-1}) n=10	D.L.T* (µg.ml^{-1})	S (µg. cm^{-2})	Conf. Limit Conc. (µg.ml^{-1}) 95%	Conf. Limit Abs_1 95%	ε (L.mol^{-1} .cm^{-1})
705	5-35	0.0864	0.665	0.025	17.28± 0.467	0.914± 0.025	1.606×10^{4}

* Theory
** Experimental

الجدول ٣: معادلة الخط المستقيم ومعامل الارتباط (r) والفحص t-ذي الجانبين وحدود الثقة للميل ونقطة التقاطع عند حدود ثقة ٩٥% لمعقد OXC-Au(III)

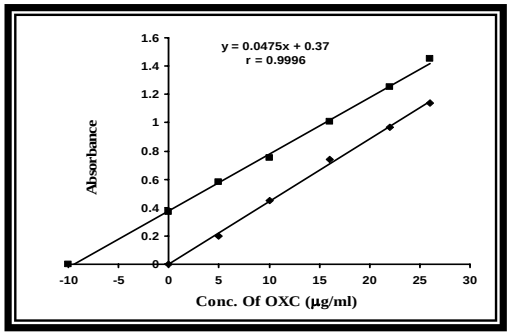
Regre. Eq. y=bx+a	Corr. Coef. (r)	t- test statistic	Tabulated t-test two tailed n-2 95%	Conf. Limit. for the slope $b \pm S_b t$	Conf. Limit. for the intercept $a \pm S_a t$
y=0.0529x +0.0908	0.9981	87.88	2.447	0.0557 ± 0.406	0.072 ± 0.0908

الجدول 4: الانحراف القياسي النسبي المئوي والخطأ النسبي المئوي والاسترادادية للمعقد OXC-Au(III)

Amount of OXC taken ($\mu g.ml^{-1}$)	Amount of OXC found ($\mu g.ml^{-1}$)	%Rec.	%Erel.	%RSD n=١٠	Mean %Rec. + S.D	Mean %Erel.
10	**9.45**	**94.5**	**-5.5**	**5.327**	**96.77± 0.033**	**3.23**
20	**19.03**	**95.15**	**-4.85**	**4.071**	—	—
32	**30.2**	**100.66**	**0.66**	**2.02**	—	—

تعيين OXC في المستحضرات الصيدلانية

تم اختيار اسلوبين للتعيين الأول (الاسلوب المباشر) المتضمن قياس الامتصاصية للمحلول المستخلص للمعقد المتكون لتراكيز عدة واستخراج التركيز من منحني المعايرة المباشرة. اما الاسلوب الثاني هو اسلوب التعيين باستخدام طريقة اضافات القياس إذ جرى القياس عند الطول الموجي ٧٠٥ نانومتر، (الشكل 12).



شكل ١٢: تعيين OXC في المستحضر الصيدلاني Levozan بتفاعله مع ايون الذهب(III) بطريقة إضافات القياس

ومن خلال منحني اضافات القياس الذي يربط بين الممتصية والتركيز المسخدمة، تم معالجة البيانات باسلوب احصائي حديث كما موضح بالجداول التالية:

الجدول ٥: نتائج تعيين OXC باستخدام الذهب وبطريقة إضافات القياس

Name of pharma-ceutical	Type of Preparation	Stated concentration (mg per unit)	Found (direct calb.) (mg per unit)	%Erel.	Found (st. add. calb.) (mg per unit)	%Erel.
Levozan	Oral suspension	10	10.26	2.6	9.85	1.5

الجدول ٦: معادلة الخط المستقيم لمنحني إضافات القياسات والفحص (t-)، ومعامل الارتباط (r) لمعقد OXC-Au(III)

Regre. Eq. y=bx+a	Corr. Coef. (r)	t- test statistic	Tabulated t-test two tailed n-2 95%	Conf. Limit. for x-value $X_E \pm tS_{XE}$	%Rec.	%Erel.
y=0.0475x +0.37	**0.9996**	**84.48**	**2.447**	**9.85 ± 0.454**	**98.5**	**-1.5**

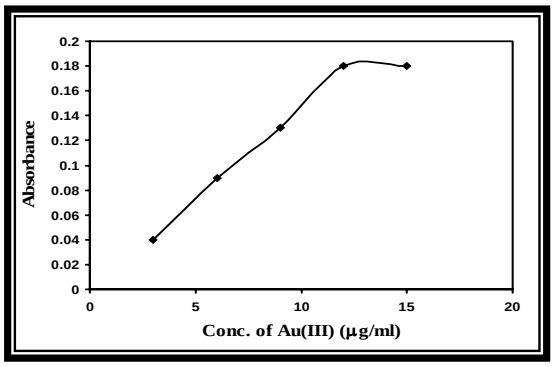
ويلاحظ من الحسابات ان ميل منحني اضافات القياس للمستحضر OXC موازي لميل منحني المعايرة المباشرة (أي لا توجد تداخلات منشأ) ويفسر ذلك ان مادة OXC القياسية تكون مرتبطة مع Au(III) بشكل مماثل لارتباطها بـ OXC في المسحضر الصيدلاني وعدم تأثرها بالمضافات الاخرى في منشأ العينة.

الجدول 7: الانحراف القياسي النسبي المئوي RSD% ونسبة الاسترداد المئوي والخطأ المئوي لتعيين الدواء في المستحضر الصيدلاني وبطريقة المعايرة المباشرة لمعقد OXC-Au(III) باستخدام مطيافية الامتصاص الجزيئي وبطريقة اضافات القياس

Amount of OXC taken ($\mu g.ml^{-1}$)	Amount of OXC found ($\mu g.ml^{-1}$)	%Rec.	%Erel.	%RSD n=١٠	Mean %Rec. + S.D	Mean %Erel.
10	10.10	101	-1.05	3.58	99.95 + 0.0302	0.0266
20	19.57	97.85	2.15	2.25	—	—
30	30.36	101.02	-1.02	1.40	—	—

استخدام مطيافية الامتصاص الذري اللهب

لقد تم انتقاء الظروف الفضلى وهي ودرجة الحرارة، الرقم الهيدروجيني، وعدد مرات الاستخلاص، وزمن التفاعل، وزمن الرج، ونوع المذيب المستخدم والتي عند دراستها جميعاً تم الحصول على نتائج مطابقة تماماً للنتائج المدروسة بالطريقة الطيفية (السابقة) ماعدا تركيز ايون الذهب فكان ١٢ مايكروغرام.مل$^{-١}$ كما في (الشكل ١٣).



شكل ١٣: تأثير تركيز ايون الذهب(III) في امتصاصية المعقد OXC-Au(III) بتقنية FAAS

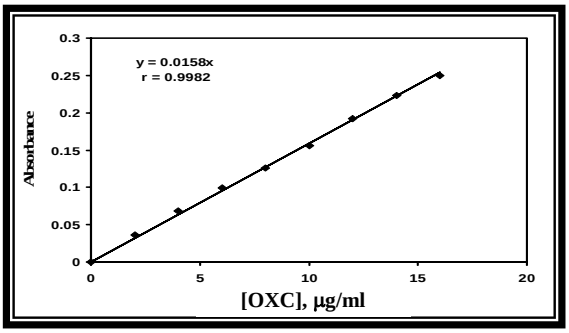
وقد تم حساب النسبة المئوية للاستخلاص ووجد انها تساوي %E=97.66 كذلك نسبة التوزيع D=54.80 اعتماداً على قيم الممتصية في الجدول (٨).

الجدول ٨: قيم ممتصيات المعقد(OXC-Au(III بعد الاستخلاص الأول الثاني بتقنية FAAS

[OXC] ($\mu g.ml^{-1}$)	[Au(II)] ($\mu g.ml^{-1}$)	pH	A_1 (Ex. No.1)	A_2 (Ex. No.2)	A_o Blank
16	12	2.4-3.1	0.26	0.012	0.0045

منحني المعايرة المباشرة لتعيين العقار OXC بهيئة OXC-Au(III) بطريقة FAAS

يوضح (الشكل ١٤) منحني المعايرة المباشرة للمعقد حيث رسم المنحني بأخذ الممتصية الذرية للذهب في المعقد المتكون مقابل تركيز OXC إذ وجد ان أقصى تركيز يطيع قانون بير بالنسبة إلى OXC يتراوح بين (٢-١٦) مايكروغرام.مل$^{-1}$ بعدها يبدأ المنحني بالانحراف اتجاه إحداثي التركيز بسبب نقصان تركيز الذرات الحرة الطليقة للذهب في الحجم التحليلي ضمن مسار شعاع الرنين.



شكل ١٤: منحنى المعايرة المباشرة لتعيينOXC بهيئة المعقد OXC-Au(III) بتقنية FAAS

المعطيات التحليلية الإحصائية

من خلال منحني المعايرة تم معالجة البيانات الاحصائية كما موضح في الجداول التالية:

الجدول ٩: يبين مدى خطية التركيز الذي يطيع قانون بير حسب منحني المعايرة المباشرة وحد الكشف وحدود الثقة للتركيز والممتصية عند حدود ثقة ٩٥% للمعقد

Drug	Linearity ($\mu g.ml^{-1}$)	D.L ($\mu g.ml^{-1}$)	D.L.T ($\mu g.ml^{-1}$)	Conf. Limit. Conc. ($\mu g.ml^{-1}$) 95%	Conf. Limit. Abs_1 95%	S ($\mu g.cm^{-2}$)	ε ($L.mol^{-1}.cm^{-1}$)
OXC	2-16	0.0526	0.0908	7.689 ± 0.1371	0.1215 ± 0.0021	0.0066	6.02×10^5

الجدول 10: معادلة الخط المستقيم ومعامل الارتباط (r) والفحص t ذي الجانبين وحدود الثقة للميل ونقطة التقاطع عند حدود ثقة ٩٥%

Regre. Eq. y=bx+a	Corr. Coef. (r)	t- test statistic	Tabulated t-test two tailed n-2 95%	Conf. Limit. for the slope $b \pm S_b t$	Conf. Limit. for the intercept $a \pm S_a t$
y=0.0158x+0.0067	0.9992	63.194	2.365	0.0165 ± 0.0667	0.0055 ± 0.00674

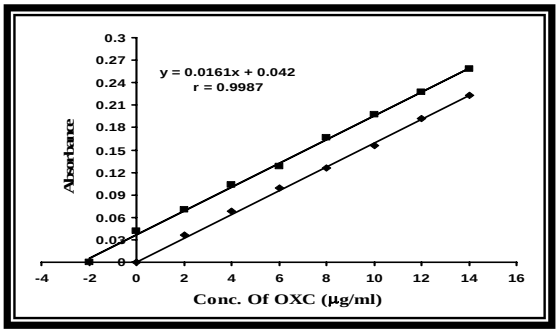
ويلاحظ من مقارنة قيمة t المحسوبة في الجدول اعلاه مع قيمة t المجدولة ان المحسوبة اكبر قيمة وهذا يدل على وجود علاقة خطية بين المتغيرين x وy .

الجدول ١١: الانحراف القياسي النسبي المئوي والخطأ النسبي المئوي و الاستردادية لمعقد OXC-Au(III)

Amount of OXC taken ($\mu g.ml^{-1}$)	Amount of OXC found ($\mu g.ml^{-1}$)	%Rec.	%Erel.	%RSD n=١٠	Mean %Rec. + S.D	Mean %Erel.
4	4.30	107.57	-7.57	4.76	101.599 + 0.00302	-1.298
10	9.87	98.73	1.27	1.99	—	—
14	13.75	98.49	2.41	1.23	—	—

تعيين العقار (OXC) في المستحضرات الصيدلانية باستخدام طريقة FAAS المستحدثة بطريقة اضافات القياس

(الشكل ١٥) الذي يربط بين الممتصية والتركيز وتم معالجة البيانات الاحصائية كما موضح في الجداول.



شكل ١٥: تعيين OXC في المستحضر الصيدلاني Levozan بتفاعله مع ايون الذهب(III) بطريقة إضافات القياس بتقنية FAAS

الجدول ١٢: تعيين OXC في عينة من المستحضر الصيدلاني باستخدام الامتصاص الذري اللهبي غير المباشر وبطريقة إضافات القياس ومنحني المعايرة المباشرة لمعقد OXC-Au(III)

Name of pharma-ceutical	Type of Preparation	Stated concentration (mg per unit)	Found (direct calb.) (mg per unit)	%Erel.	Found (st. add. calb.) (mg per unit)	%Erel
Levozan	Oral suspension	2	٢.٢٧٨	-13.6	2.298	-14.9

الجدول ١٣: معادلة الخط المستقيم لمنحني إضافات القياس ومعامل الارتباط لمعقد OXC-Au(III)

Regre. Eq. y=bx+a	Corr. Coef. (r)	t- test statistic	Tabulated t-test two tailed n-2 95%	Conf. Limit. for x-value $X_E \pm tS_{XE}$	%Rec.	%Erel.
y=0.0161x +0.042	0.9987	53.93	2.306	2.298+0.134	104.812	4.812

ويلاحظ من الحسابات ان ميـل منحنـي إضـافات القيـاس للمستحضر الصيدلاني Levozan موازي لمنحني المعـايرة المباشرة للعقار النقي (أي لا توجد تداخلات منشأ).

الجدول ١٤: الانحراف القياسي النسبي المئوي RSD% ونسبة الاسترداد المئوي والخطأ المئوي لتعيين الدواء في المستحضر الصيدلاني وبطريقة المعايرة المباشرة لمعقد OXC-Au(III) بتقنية FAAS وبطريقة اضافات القياس

Amount of OXC taken ($\mu g.ml^{-1}$)	Amount of OXC found ($\mu g.ml^{-1}$)	%Rec.	%Erel.	%RSD n=١٠	Mean %Rec. + S.D	Mean %Erel.
4	4.285	107.12	-7.12	2.59	100.742+ 0.00302	-0.742
10	9.689	96.89	3.11	1.48	—	—
14	13.714	98.21	1.78	1.48	—	—

مقارنة النتائج المستحصلة من تعيين العقار OXC بالطريقة الطيفية وطريقة FAAS

الجدول (١٥) يبين مقارنة النتائج للطريقتين المسـتحدثة (طريقة الامتصاص الجزيئي وطريقة الامتصـاص الـذري اللهبي غير المباشر) حيث يلاحظ ان طريقة FAAS تعطـي ادنى حدود كشفية وادنى خطية.

الجدول ١٥: مقارنة نتائج الطريقتين المستحدثة

Method	Linearity ($\mu g.ml^{-1}$)	D.L. ($\mu g.ml^{-1}$)	%RSD	Corr. Coef. (r)	Calculated F-test	Tabulated F-test
UV-Vis	5-35	0.0864	3.80	0.9981	2.037	9.99
FAAS	2-16	0.0526	2.66	0.9992		

ان قيمة F المحسوبة اقل من قيمة F المجدولة عند حدود ثقة ٩٥% ودرجات حرية (n-1) وهذا يدل على ان الطـريقتين متكافئتين من ناحية الدقة.

الاستنتاجات

١. تكوين معقد مخلبي جديد للاوكسي كلوزانيد بتفاعله مـع ايون الذهب (III) والذي تم تحضيره لاول مرة في هذه الدراسة اذ لم يظهر في الادبيات ما يشير الى وجود مثل هكذا المعقد.
٢. أظهرت نتائج المقارنة بين طريقة FAAS مع طريقـة UV-Vis المستحدثتين للمعقد المخلبي تقارباً من حيـث الدقة، ولكن FAAS أقل خطية وأدنى حدود كشفية.
٣. أظهرت نتائج تحليـل عينـة المستحضـر الصـيدلاني Levozan تقاربا بينها وبين النتائج المثبتة على العبـوة الدوائية.
٤. تم اقتراح صيغة مفترضة لمعقد العقار المحضر اعتماداً على نتائج الدراسة.

References

1. Oren, I.Y. and Arpaci, O.T. **2004**. Synthesis and Microbiological Activity of some Substituted N-(2-hydroxy-4-nitrophenyl) Benzamides and Phenyl Acetamides as Possible Metabolites of Antimicrobial Active Benzoxazoles, *Turk J. Chem*., (28):441-449.
2. Howard, C.A. **1990**, Pharmaceutical dosage forms and Drug Delivery System, *Lea and Febiger, London*, (196):51-53.
3. Alksander, F. **1988**, *Introduction to verterinary pharmaceutical science*, 4th ed., Dar Al-Hekma Ltd., Baghdad, pp.428-429, (Arabic).
4. Dine, E. and Kanbur, M. **2002**, Spectrophotometric multicomponent resoluteion of a veterinary formulation containing oxfendazole and oxyclozanide by multivariate calibration – prediction techniques, *J. of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, **28**(2-4): 779-788.
5. Khan, A.R.; Akhtar, M.J. and Mahmood; R. **2002**, LC assay method for oxfendazole and oxyclozanide in pharmaceutical preparation, *J. of Pharmceutical and Biomedical Analysis*, **22**(1):111-114.
6. Mohammad Ali, S. **2008**, Determination of Micro Amount of oxyclozanide in the pharmaceutical, M.Sc. Thesis, Department of

7. Miller, J.N. and Miller, J.C., **1988**, *Statistics for Analytical Chemistry*, 2nd ed. New York.

Chemistry, College of Science, University of Baghdad.