

التقدير الطيفي للبنزوكائين بتكوينه صبغة الأزو مع الأستيل أسيتون

داود حبو محمد

قسم الكيمياء - كلية التربية للبنات - جامعة الموصل

حنان حميد أحمد و هبة عبدالسلام محمد

قسم الكيمياء - كلية العلوم - جامعة الموصل

(NJC)

(تاريخ القبول ٢٠٠٩/٧/١٩)

(تاريخ الاستلام ٢٠٠٩/٣/١٩)

الخلاصة

يتضمن البحث تطوير طريقة طيفية لتقدير كميات متناهية الصغر من البنزوكائين بالاعتماد على ازوتته واقتترانه مع استيل اسيتون ككاشف اقتتران في وسط قاعدي لتكوين صبغة آزوية ذات لون اصفر تعطي اعلى شدة امتصاص عند 419.5 نانوميتر وكانت حدود قانون بير 0.04-12 مايكروغرام/مل. وكانت الامتصاصية المولارية 25000 لتر.مول⁻¹.سم⁻¹ ودلالة ساندل 6.6×10^{-3} مايكروغرام.سم⁻² وتراوح الخطأ النسبي بين -3.80 و +3.95% والانحراف القياسي 0.013 \pm و $\pm 0.32\%$. تم تطبيق هذه الطريقة بنجاح لتقدير البنزوكائين في المستحضرات الصيدلانية.

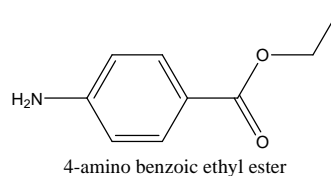
Abstract

This paper concerned with development of a spectrophotometric method for the determination of trace amounts of Benzocaine, based on the diazotisation and coupling reaction with acetyl acetone in basic medium, to form an intense yellow coloured, water-soluble and stable azo-dye which shows a maximum absorption at 419.5nm. Beer's law is obeyed over the concentration range of 0.04-12 $\mu\text{g/ml}$, with molar absorptivity of 25000 $\text{l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ and Sandell's sensitivity index of $6.6 \times 10^{-3} \mu\text{g.cm}^{-2}$, relative error of -3.80 to +3.95% and relative standard deviation of ± 0.013 to $\pm 0.32\%$. The method has been applied successfully for the determination of benzocaine in two synthetic pharmaceutical formulation.

المقدمة

قابليته القليلة على الذوبان في الوسط المائي لا يحضر البنزوكائين على شكل حقن⁽¹⁾.
والتركيب الكيميائي للبنزوكائين كما موضح في ما يلي

البنزوكائين هو 4-امينو بنزويك أثيل استر، وهو مخدر موضعي سطحي قليل الذوبان في الماء وله القابلية على الذوبان في الكحولات والأثيرات استخدم مخدرا موضعيا للأغنام والأبقار والخيول والخنازير لمدة طويلة من الزمن. وبسبب



تم تقدير البنزوكائين والليندوكائين والبروكائين هيدروكلورايد بتفاعلها مع البارابنزوكوينون لتكون معقد انتقال شحنة ملون يقاس له الامتصاص عند 525 نانومتر (10).

ولقد تم تقدير البنزوكائين طيفيا بطريقة الازوتة والاقتران باستعمالهم كاشف N-(1-نفيل) اثلين ثنائي امين في وسط حامضي ليعطي صبغة ذات لون بنفسجي - ارجواني، ويقاس الامتصاص لها عند 547.5 نانومتر (11).

كما تم تقدير البنزوكائين طيفيا بطريقة الازوتة والاقتران باستخدام كاشف الفلوروكليسول لتكوين صبغة ذات لون اصفر دائبة في الوسط المائي وتعطي أعلى امتصاص عند طول موجي 419.9 نانومتر (12).

وتم تقدير البنزوكائين والبروكائين هيدروكلورايد طيفيا بطريقة الازوتة والاقتران باستخدام كاشف من ملح احادي الصوديوم ل-4-amino-2,7-hydroxynaphthalene-disulfon acid ليكون صبغة ذات لون احمر، ويقاس الامتصاص لها عند 530 نانومتر، وتتبع الطريقة قانون بير لحدود التراكيز مابين 0.1 - 7 مايكروغرام /مل (13).

وتم تقدير البنزوكائين طيفا بطريقة الازوتة والاقتران باستخدام كاشف ميتا امينو فينول، وقياس الامتصاص للصبغة المتكونة عند طول موجي 470 نانومتر (14).

من الطرائق الاخرى المستخدمة لتقدير البنزوكائين هي تقنية الكروماتوغرافيا (15 - 20) واستخدمت الطرائق الكهربائية في تقدير البنزوكائين (21-24).

تضمن البحث تطوير طريقة بسيطة وحساسة لتقدير البنزوكائين تعتمد على ازوتة هذا المركب ثم اقترانه مع كاشف الاستيل اسيتون

ومن الاستعمالات المهمة الأخرى للبنزوكائين استعماله مخدرا ومهدئا للأسماك وبعض أنواع البرمائيات كالضفادع، كما تم استعمال البنزوكائين ككاشف تحليلي في تقدير عدد من المركبات الدوائية المهمة (2).

من خلال المسح في الأدبيات تبين أن هنالك طرائق عديدة لتقدير البنزوكائين وتعد الطرائق التسخينية من أوائل الطرائق التي استخدمت بشكل واسع في تقدير البنزوكائين، والمبدأ العام لهذه الطرائق يعتمد على تسحيح البنزوكائين مع محلول قياسي من نترت الصوديوم بوجود دليل لوني مثل النشأ- اليود (3)، Acid-orange (4)، أو صبغة الأزين (5).

كما تم تقدير البنزوكائين باستخدام مطيافيه المشتقة الأولى عند طول موجي 292.9 نانومتر أو عند 299.4 نانومتر ومدى التقدير من 5 الى 10 ملغم /لتر (6).

وتم استخدام تقنية التآلق الكيميائي الوقي لتقدير البنزوكائين والبروكائين في بعض المستحضرات الصيدلانية، ومبدأ الطريقة يعتمد على تحلل هذه المركبات في وسط قاعدي لتعطي بارا-أمينو حامض البنزويك، والذي بدوره يتفاعل مع النيربيوم (III) لتكوين معقد مخلبي متألق (7).

كما تم تطوير طريقة طيفية للتقدير الآني للبنزوكائين والسيتايل كلوريد البردين في الأقراص الدوائية (8). وتم تقدير البنزوكائين طيفيا في مستحضر دوائي باستخلاصه على شكل معقد، ثم يقاس الامتصاص للمعقد بعد استخلاصه عند طول موجي مقداره 486 نانومتر (9).

من المستحضرات الدوائية.

(Fluka) بالماء المقطر الى 1000 مل باستخدام قنينة حجمية ويحفظ في قناني بلاستيكية.

محلول الكاشف استيل اسيتون (5%) (حجم/حجم): حضر هذا المحلول بتخفيف 5 مل من المحلول الكاشف في 100 مل من الميثانول المطلق.

محلول حامض الهيدروكلوريك (~1.0 عياري): تم تحضير هذا المحلول بتخفيف 0.83 مل من الحامض المركز-المجهز من شركة Fluka- بتركيز 11.8 مولاري الى 100 مل في قنينة حجمية باستخدام الماء المقطر.

محلول حامض السلفاميك (3%) (وزن/حجم): حضر هذا المحلول بإذابة 3 غم من حامض السلفاميك المجهز من شركة (BDH) بالماء المقطر وأكمل الحجم إلى العلامة في قنينة حجمية سعة 100 مل وحفظ في قنينة ذات لون داكن.

محلول Lozenges of benzocaine 100 مايكروغرام/مللتر⁽¹⁴⁾:

يتم تحضير هذا المحلول بإذابة المكونات الآتية 100 مليغرام من البنزوكائين و5 ملغرام من البيوراكس 0.3 ملغرام من المنثول (تم التحضير بعملية تخفيف المحلول المركز) في 2مللتر من الايثانول ثم يضاف له 20 مللتر ماء مقطر ثم يسخن المحلول بشكل بسيط مع التحريك ، ثم يكمل الحجم الى 100مللتر بالماء المقطر ، ثم يحفظ المحلول في قنينة داكنة اللون.

لتكوين صبغة آزوية ذات لون اصفر في محيط قاعدي وتم قياسها طيفياً وطبقت الطريقة على نماذج

الجزء العملي

الأجهزة المستخدمة:

تم إجراء القياسات الطيفية بواسطة جهاز Shimadzu UV-160 ذي الشعاع المزدوج وجهاز المطياف ذي الشعاع المنفرد نوع -CECIL CE 1021 digital single beam spectrophotometry واستخدمت خلايا من البلاستيك ذات مسار ضوئي 1 سم. واستخدم ميزان حساس نوع Sartorius BL 2105 كما تم قياس الدالة الحامضية باستخدام جهاز Philips PW 9420 pH meter.

الكواشف والمواد الكيميائية المستخدمة

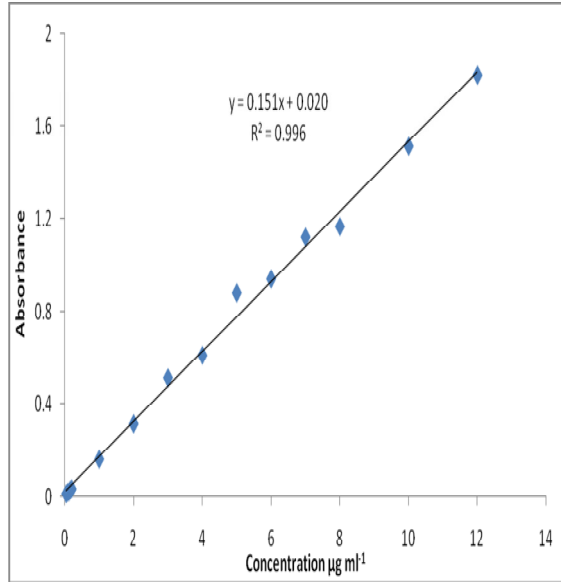
كانت المواد الكيميائية المستعملة جميعاً على درجة عالية من النقاوة.

محلول البنزوكائين (100 مايكروغرام/مللتر): حضر هذا المحلول بوزن (0.01 غم) من البنزوكائين (المجهز من شركة BDH) و إذابته في 2 مللتر من الايثانول ثم يضاف له 20 مللتر من الماء المقطر وبعد ذلك يتم تسخين المحلول مع التحريك لإتمام عملية الذوبان، ثم يكمل الحجم إلى 100 مللتر باستخدام قنينة حجمية ويحفظ المحلول في مكان بارد وفي قنينة داكنة اللون.

محلول نترات الصوديوم (1%) (وزن/حجم): حضر هذا المحلول بوزن 1 غم من NaNO_2 المجهز من شركة (BDH) وإذابته في الماء المقطر وأكمل الحجم إلى العلامة في قنينة حجمية سعة 100 مل.

محلول هيدروكسيد الصوديوم (~1.0 عياري): حضر هذا المحلول بإجراء عملية تخفيف للقنينة الحجمية البلاستيكية (المجهزة من شركة

الامتصاص مباشرة مقابل المحلول الصوري عند طول موجي (419.5 نانوميتر). والشكل (1) يمثل المنحني القياسي الذي يكون موافقاً لقانون بير في مدى التركيز 12-0.04 مايكروغرام/مل. وان هناك انحرافاً سلبياً عند التراكيز الأعلى.



الشكل (1): المنحني القياسي لتقدير البنزوكائين

باستخدام تفاعل الازوتة والاقتران

مع كاشف الاستيل أسيتون

ووجد ان الامتصاصية المولارية للصبغة

الناجمة تساوي (25000) لتر.مول⁻¹.سم⁻¹.

محلــــــــــــــــول Lozenges Throat
100 مايكروغرام/مللتر⁽¹⁴⁾:

يتم تحضير هذا المحلول بإذابة المكونات الآتية 5 ملغرام من البنزوكائين و2 ملغرام من السيتال كلوريد البردين (تم التحضير بعملية تخفيف المحلول المركز) في 2 مللتر من الايثانول ثم يضاف له 20 مللتر ماء مقطر ثم يسخن المحلول بشكل بسيط مع التحريك ، ثم يكمل الحجم الى 100مللتر بالماء المقطر ، ثم يحفظ المحلول في قنينة داكنة اللون.

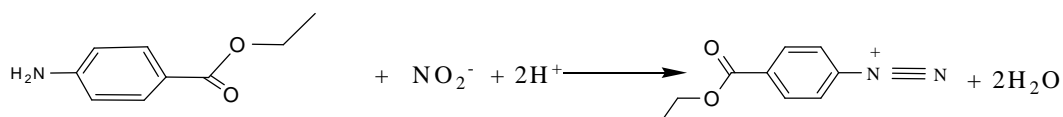
طريقة العمل والمنحني القياسي

إلى سلسلة من قناني حجمية سعة (25 مل) تم إضافة (1-300) مايكروغرام من محلول البنزوكائين ثم أضيف (1 مل) من محلول (1 عياري) حامض الهيدروكلوريك و(0.5 مل) من محلول نترت الصوديوم (1%) بعدها تركت المحاليل لمدة خمس دقائق لاكتمال التفاعل ثم أضيف (0.7 مل) من حامض السلفاميك (3%) ورجت المحاليل لمدة ثلاث دقائق لتحطيم الزيادة من النترت تبعها إضافة (1 مل) من محلول كاشف الاستيل أسيتون وترك لمدة ثلاثة دقائق بعدها تم إضافة (2 مل) من محلول هيدروكسيد الصوديوم وأكمل الحجم إلى العلامة بالماء المقطر، فقيس

النتائج والمناقشة

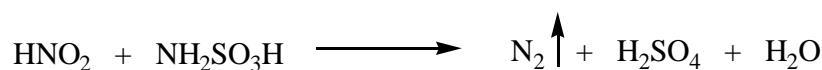
مبدأ التفاعل

١. مفاعلة البنزوكاتين في وسط حامضي مع ايون النتريت لتكوين ملح الدايازونيوم المقابل.

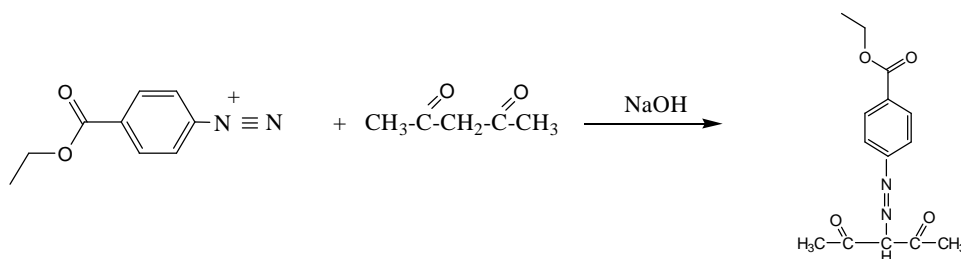


4-amino benzoic ethyl ester

٢. إزالة الكمية الزائدة من ايون النتريت NO_2^-



٣. يتم اقتران البنزوكاتين المؤزوت مع كاشف الاستيل أسيتون في وسط قاعدي ليعطي صبغة الازو ذات اللون الأصفر.



تأثير نوع وكمية الحامض المستخدم في

الازوتة

لقد تم دراسة تأثير كميات مختلفة من أنواع مختلفة من الحوامض القوية والضعيفة المستخدمة في ازوتة البنزوكاتين وقد أظهرت النتائج أن 1 مل من حامض الهيدروكلوريك 1 عياري يعطي أفضل النتائج (الجدول 1).

دراسة الظروف المثلى للتفاعل

لقد قمنا بدراسة مختلف العوامل التي تؤثر على امتصاصية الصبغة الازوتية الصفراء اللون التي تكونت نتيجة اقتران البنزوكاتين المؤزوت مع كاشف الاستيل أسيتون Acetyl acetone عند الطول الموجي 419.5 وتم اختيار وتثبيت الظروف المثلى وكما مبين.

الجدول (1): تأثير كميات مختلفة من الحوامض على شدة امتصاص الصبغة الازوية المتكونة

1M of the acid solution used	Absorbance/ml of acid added				
	0	0.5	1.0	1.5	2.0
HCl	0.471	0.591	0.608	0.563	0.388
HNO ₃	0.471	0.351	0.271	0.246	0.219
H ₂ SO ₄	0.471	0.220	0.220	0.261	0.253
CH ₃ COOH	0.471	0.237	0.205	0.219	0.144

تأثير كمية النتريت والزمن

تم دراسة تأثير كمية النتريت والزمن في صبغة الأزو الناتجة والنتائج موضحة في الجدول (2).

الجدول (2): تأثير كمية نتريت الصوديوم والزمن

Ml of NaNO ₂ solution (1%)	Absorbance / minute standing time					
	0	1	2	3	4	5
0.1	0.417	0.603	0.601	0.567	0.541	0.537
0.3	0.423	0.607	0.593	0.565	0.527	0.522
0.5	0.435	0.610	0.591	0.561	0.525	0.516
0.7	0.446	0.604	0.590	0.553	0.518	0.512
1.0	0.478	0.601	0.591	0.519	0.512	0.503

تأثير كمية حامض السلفاميك والزمن

يتم التخلص من الزيادة من نتريت الصوديوم عن طريق إضافة حامض السلفاميك (3%) حيث ان الزيادة في المحلول سوف تؤثر على استقرارية الصبغة لمتكونة.

والجدول (3) يبين تأثير كميات مختلفة من حامض السلفاميك 3% وبفترات زمنية مختلفة على شدة امتصاص الصبغة المتكونة.

من الجدول أعلاه نلاحظ أن إضافة 0.5 مللتر من (1%) والانتظار دقيقة واحدة قبل إضافة حامض السلفاميك تعطي أعلى شدة امتصاص ، لذلك تم اعتماد هذه الإضافة في التجارب اللاحقة.

الجدول (3): تأثير كمية حامض السلفاميك والزمن

Ml of sulphamic acid solution (3%)		Absorbance / minute standing time					
		0	1	2	3	4	5
0.1	Sample=S	0.593	0.573	0.562	0.518	0.519	0.503
	Blank=B	0.097	0.091	0.089	0.082	0.089	0.075
0.3	S	0.561	0.581	0.571	0.532	0.521	0.510
	B	0.099	0.091	0.089	0.089	0.090	0.085
0.5	S	0.341	0.504	0.563	0.575	0.583	0.523
	B	0.003	0.130	0.105	0.091	0.095	0.097
0.7	S	0.493	0.501	0.573	0.610	0.604	0.601
	B	0.135	0.103	0.083	0.063	0.076	0.083
1.0	S	0.463	0.491	0.561	0.593	0.591	0.581
	B	0.139	0.122	0.097	0.071	0.069	0.073

من القراءات الموضحة في الجدول (3) تبين ان 0.7 مل من حامض السلفاميك (3%) وبزمن 3 دقائق يعطي أفضل قيمة للامتصاصية.

تأثير كمية كاشف الاستيل اسيتون (5%) في الجدول (4) تبين أن 1 مل من الكاشف يعطي أعلى امتصاص لصبغة الازو وبزمن ثلاث دقائق للتفاعل. تم دراسة تأثير كميات مختلفة من عامل الاقتران في شدة الصبغة المتكونة والنتائج الموضحة

الجدول (4): تأثير كمية عامل الاقتران على الامتصاص

Ml of (0.1%) Acetyl acetone solution	Absorbance / min. Standing time		
	0	1	3
0.5	0.583	0.591	0.596
1.0	0.601	0.608	0.610
3.0	0.593	0.596	0.604
5.0	0.598	0.591	0.581

تأثير كمية ونوع القاعدة

درس تأثير كميات مختلفة من قواعد قوية وضعيفة على شدة لون الصبغة الناتجة، والنتائج موضحة في الجدول (5).

الجدول (5): تأثير كمية القاعدة على الامتصاص

Base used (1M)	Absorbance / ml of based used		
	1	2	3
NaOH	0.589	0.612	0.593
pH	6.7	12.13	12.35
Na ₂ CO ₃	0.324	0.312	0.282
pH	4.51	6.32	9.37
NH ₄ OH	0.271	0.204	0.198
pH	2.21	4.5	7.30

من النتائج المثبتة في الجدول (5) لوحظ أن إضافة هيدروكسيد الصوديوم تعطي أعلى شدة امتصاص للصبغة المتكونة وواقع 2 مل الذي يعطي دالة حامضية نهائية للمحلول (12.13).

تأثير ترتيب الإضافة

تم دراسة تأثير ترتيب الإضافة لكواشف التفاعل والجدول (6) يبين أن الترتيب الأول يعطي أفضل قيمة للامتصاصية.

الجدول (6): تأثير ترتيب الإضافة

Order	Absorbance
Benzocaine + HCl + NaNO ₂ + Sulphamic acid + Acetyl acetone + NaOH	0.610
Benzocaine + HCl + NaNO ₂ + Sulphamic acid + NaOH + Acetyl acetone	0.323

في هذه الدراسة تم تتبع امتصاصية صبغة الأزو الناتجة مع الزمن لكميات مختلفة من البنزوكائين لوحظ أن لون صبغة الأزو يبدأ بالظهور بعد إضافة القاعدة ويعطي أعلى شدة امتصاص بعد مرور 5 دقائق في درجة حرارة الغرفة (25°) وان هذا اللون يبقى مستقرًا لمدة ساعة على الأقل. الجدول (7).

دراسة تأثير المواد الفعالة سطحياً

تم دراسة كل من السيتافلون وكبريتات الصوديوم الدوديكالية (SDS) بتركيز 0.1% وترايتون-X-100 بتركيز 1%. وعند إضافة هذه المواد لم يلاحظ حصول أي تحسن في شدة الامتصاص ولا في التباين اللوني ، لذا تم استبعاد إضافتها في التجارب اللاحقة.

تأثير كمية البنزوكائين والزمن

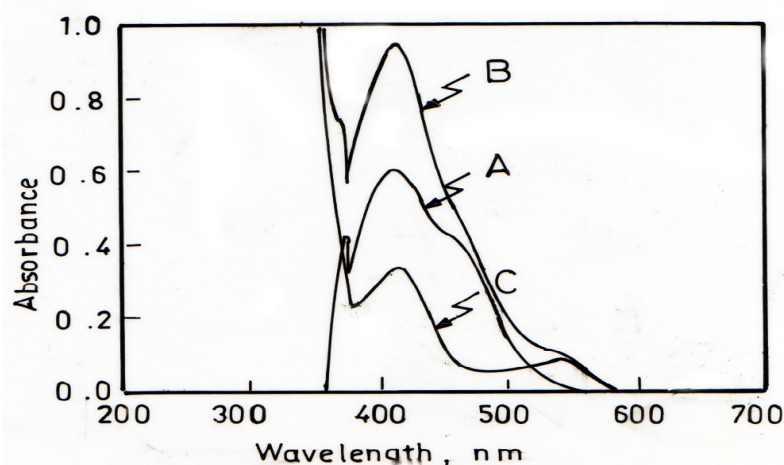
الجدول (7): تأثير الزمن وكمية البنزوكائين على الامتصاصية

µg of Benzocaine present	Absorbance / minute standing									
	1	5	10	15	20	25	35	45	55	65
5	0.049	0.051	0.051	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050
25	0.146	0.152	0.151	0.151	0.151	0.151	0.151	0.151	0.151	0.151
50	0.296	0.301	0.301	0.301	0.301	0.301	0.301	0.301	0.301	0.301
100	0.591	0.610	0.610	0.610	0.610	0.610	0.610	0.610	0.610	0.610

طيف الامتصاص النهائي

تظهر عنده امتصاص للمحلول الصوري. والشكل (1) يبين طيف الامتصاص النهائي لصبغة الأزو الناتجة مقابل المحلول الصوري وطيف امتصاص المحلول الصوري مقابل الماء المقطر.

تم الحصول على طيف الامتصاص النهائي لصبغة الأزو الصفراء اللون الناتجة من اقتران البنزوكائين المؤزوت مع الاستيل أسيتون في الوسط القاعدي والذي أعطى أعلى شدة امتصاص عند طول موجي مقداره (419.5) نانوميتر والذي لم



الشكل (٢): طيف الامتصاص لـ 100 مايكروغرام/25مل من البنزوكائين مقاساً

(A) مقابل المحلول الصوري، (B) مقابل الماء المقطر

(C) المحلول الصوري مقابل الماء المقطر

مايكروغرام ولكل منها خمس قراءات وحسب طريقة العمل المثبتة ، وتشير النتائج المبينة في الجدول (8) إلى أن الطريقة ذات دقة تحليلية جيدة.

دقة الطريقة وتوافقها

لغرض حساب دقة وتوافقية الطريقة تم قياس ثلاثة تراكيز مختلفة (100,50,25)

الجدول (8): دقة الطريقة وتوافقها

Amount of Benzocaine (µg/25ml)	Amount found	Relative error, %*	Relative standard deviation %*
25	26.75	+0.29	± 0.013
50	51.75	+3.95	± 0.32
100	100.5	+0.5	± 0.164

* المعدل لخمس مكررات

طبيعة الصبغة المتكونة

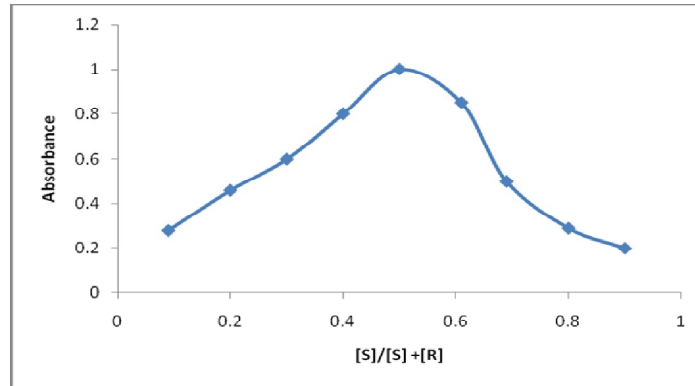
وتضاف بقية المواد بكمياتها المثلى المثبتة في طريقة العمل ، ومن رسم العلاقة بين امتصاصية المحاليل مع النسبة $[S]/[S] + [R]$ الشكل (٣).

وقد اظهر الشكل (3) أن نسبة تكوين المعقد هي (1:1) (البنزوكائين: الاستيل أسيتون)

$[S]$ = تركيز البنزوكائين في العينة

$[R]$ = تركيز الاستيل اسيتون

استخدمت طريقة التغييرات المستمرة (Job's Method)^(٢٥) والتي تعد أكثر الطرق شيوعا لمعرفة نسبة الارتباط بين المادة الأساس والكاشف. تم تطبيق الطريقة بأخذ قراءات الامتصاص لمحاليل حاوية على كميات من البنزوكائين من 0.1 إلى 0.9 مللتر وكاشف الاستيل أسيتون من 0.9 إلى 0.1 مللتر بتركيز 2×10^{-3} مولاري لكل منهما في حجم نهائي ٢٥ مللتر



الشكل (3): طريقة التغييرات المستمرة (طريقة جوب) لصبغة الازو الناتجة من اقتران البنزوكائين المؤزوت مع كاشف استيل اسيتون

دراسة تأثير المتداخلات

درس تأثير المتداخلات التي يمكن ان تتواجد عند تطبيق الطريقة والجدول (9) يوضح النتائج التي تم التوصل إليها.

الجدول (9): دراسة تأثير المتداخلات

Interferent	Relative error for μg of Interferent added (%)		
	50	100	200
Benzoic acid	0.83	1.24	0.75
Lindocaine	-0.37	-0.81	-0.34
Salicylic acid	-0.99	-1.89	-2.17
Glucose	1.13	0.94	0.76
Dextrose	-1.15	-0.31	-0.43
Starch	0.91	0.87	-1.83
Acaccia	-2.48	-3.36	-3.01
Boric acid	-1.12	-1.89	0.43

تطبيق الطريقة لتقدير البنزوكائين في مستحضرين
دوائيين مصنعين هما Throat Lozenges و
Lozenges of benzocaine ، والنتائج المبينة في
الجدول (10) تبين أن الطريقة ذات استعادة جيدة.

تطبيق الطريقة

تقدير البنزوكائين في المستحضرات الدوائية
لفحص دقة الطريقة وإمكانية تطبيقها
لتقدير البنزوكائين في المستحضرات الصيدلانية تم

الجدول (10): تقدير البنزوكائين في المستحضرات الدوائية

µg of benzocaine	Lozenges of benzocaine			Throat Lozenges	
	امتصاصية المحلول القياسي	A	Recovery%	A	Recovery%
50	0.315	0.317	100.6	0.316	100.3
100	0.610	0.610	100.0	0.620	101.6
150	0.941	0.935	99.30	0.918	98.18

مقارنة الطريقة

تمت مقارنة الطريقة المثبتة مع طرائق
أخرى استخدمت في تقدير البنزوكائين باستخدام
عوامل اقتران مختلفة كما في الجدول (11).

والنتائج المعطاة في الجدول (10) تبين أن
الطريقة ذات استرجاعية جيدة ويمكن تطبيقها لتقدير
البنزوكائين في المستحضرات الدوائية.

الجدول (11): مقارنة طرائق تقدير البنزوكائين

Analytical parameters	Present method	Literature method ⁽¹⁴⁾	Literature method ⁽¹²⁾	Literature method ⁽¹¹⁾
pH	12.13	11.70	12.12	1.42
Temperature°C	At room temperature	At room temperature	At room temperature	At room temperature
Development time (min)	5	10	10	10
λ_{max} (nm)	419.5	471	419.5	547.5
Medium of reaction	Aqueous	Aqueous	Aqueous	Aqueous
reagent	Acetyl acetone	m-Aminophenol	Phloroglucinol	N-NED
Beer's law range (ppm)	0.04-12 $\mu\text{g/ml}$	0.2-16 $\mu\text{g/ml}$	0.4-6.4 $\mu\text{g/ml}$	0.4-4.0 $\mu\text{g/ml}$
Molar absorptivity ($\text{l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$)	2.5×10^4	2.5321×10^4	4.99×10^4	5.56×10^4
Relative error(%)	-3.80 to +3.95	-3.9 to 2.14	-0.62 to +0.5	< 0.7
RSD(%)	± 0.013 to $\pm 0.32\%$	± 0.24 to ± 3.36	± 0.23 to ± 1.32	< 0.6
Colour of the dye	Yellow	Orange	Yellow	Purplish violet
Nature of the dye	1:1	1:1	1:1	1:1
Application of the method	Determination of benzocain in two drugs	Determination of benzocain in two drugs	Determination of benzocain in two drugs	Determination of benzocain in two drugs

من النتائج المثبتة في الجدول أعلاه نلاحظ أن الطريقة المقدمة تمتاز بانخفاض الحدود التقديرية للبنزوكائين عن الطرائق الأخرى .

الاستنتاج

419.5 نانوميتر وكانت حدود قانون بير 1- 300 مايكروغرام/25مل والامتصاصية المولارية (2.5 $\times 10^4$) لتر مول⁻¹.سم⁻¹ ودلالة ساندل (6.6×10^{-3}) مايكروغرام.سم⁻² والخطأ النسبي يتراوح بين (-3.80 و +3.95%) وطبقت الطريقة بنجاح في تقدير البنزوكائين في المستحضرات الدوائية.

طوّرت طريقة طيفية حساسة بسيطة لتقدير البنزوكائين في المحلول المائي وتعتمد الطريقة على تفاعلات الازوتة والاقتران حيث تم تفاعل البنزوكائين المؤزوت مع كاشف الاستيل اسيتون في وسط قاعدي فتكونت صبغة الازو الصفراء اللون والتي كانت مستقرة لمدة ساعة على الأقل، اعطت اعلى شدة امتصاص عند طول موجي مقداره

References

1. The European Agency for the Evaluation of Medicinal products Veterinary Medicines and Inspections , Summary Report, EMEA/MRL/218-97-Final,(1997),June , [http:// www. emea. eu.int](http://www.emea.eu.int) (internet).
2. S. M. El-Ashiry, F. Belal, M. M. El-Kerdawy and D. R. El-Wasseef , *Micr. Acta* , 2000, **135(3-4)**, 191.
3. W. D. Wilson, *Pharm. J.*, 1949, **163**, 126 ; *Chem .Abst.*, 1950, **44**, 279.
4. N.M. Lombardi and C. R. D.Giudice, *SAFYBI*, 1968, **29**, 209; *Anal,Abst.*, 1970 , **18**, 2746.
5. R. Krishna, P. Rama and C. S. Parakasa , *Indian J. Pharm. Sci*, 1978, **40(2)**, 69; *Anal. Abst.*, 1978, **35**, 6E35.
6. M.I. Arufe-Martiaz, J. L. Romero-Palanco and M. A. Vizacaya-Rojas, *Spinal J. Anal. Toxicol*, 1989, **13(6)**, 349; *Anal.Abst.*, 1990, **52**, 11E9, .734.
7. A. M. Casas –Hernandez, M. P. Aguilar-Caballos and A.Gomez-Hens, *Anal. Chem. Acta*, 2002, **452(2)**, 169.
8. L. R. Paschol and W. A. Ferreira, *IlFarmaco*, 200, **55(11)**, 687.
9. T.Madrakain,M.Shamsipur and A. Afkhami, *J. Sci. I.R. Iran*, 2003, **13**, 121.
10. A. S. Amin and A. m. El-Didamony, *Anal. Scie*, 2003, **19**, 1457.
11. N. S. Othman , ph. D. Thesis ,University of Mosul ,College of Sciences , (2001) ,p. 75-95
12. R.A.A.Zakaria , M. Sc. ,Thesis, University of Mosul, College of sciences,(2004).
13. N. D. Dinesh, P. Nagaraja, and K.S. Rangappa , *Indian J.Pharm.Scie.*, 2002, **64(5)**, 485.
14. E.Y.Hassen, M.Sc.Thesis, University of Mosul, College of sciences,(2005)
15. B.Gigante, A.M.V.Barros, A. Teixeira and M. J. Marcelo-Curto, *J. Chro.A* , 1991, **549**, 217.
16. G. S.Sadana and A.B.Ghogare , *J.Chro.A*, 1991, **542**, 515.
17. P. Linares,M.C.Gutierrez,F. Lazaro, M. D. LUque De Castro and M . Valcarcel, *J.Chro. a*, 1991, **558(1)**, 147.
18. T. A. Biemer, N. Asral and J.A. Albanese, *J. Chro. a.*, 1992, **623(2)**, 395.
19. J. A. Bernardy, K.S.Coleman, G.R.Stehly and W.H.Gingerich, *JAOAC International*, 1996, **79(3)**, 623.
20. J. Joseph-Chartes, M.Montaqu, M.H.Lanalis, C.Boyer and J.P.Dbost , *Anal.* , 2001, **34**, 2685.
21. M. Carmona, M. Silva and D. Pere-Bendito , *J.Pharm.Biomedical Anal.*, 1992, **10(2-3)**, 145.
22. M. I. Evgenev,S.Y.Garmonov and L. S. Shakirov, *Anal. Chem*, 2000, **65**, 696
23. I.F.Abdullin ,N.N.Chenysheva,and G.K.Budnik, *J. Anal. Chem.*, 2002, **57(7)**, 629.
24. P.Surmann,B.Peter and C.Stark *Anal.Bioanal.Chem.*, 1996, **356**,192.
25. Delevie R., “Principles of Quantitative Chemical Analysis”, McGraw-Hill, International Edn., Singapore, p. 498 (1997).

This document was created with Win2PDF available at <http://www.daneprairie.com>.
The unregistered version of Win2PDF is for evaluation or non-commercial use only.