

تحليل و دراسة الثبات الكيميائي لبعض المركبات الصيدلانية في صيغتها باستخدام الكروماتوجرافيا السائلة عند درجات حرارة عالية

نجوى علي عبدالله عسيري

إشراف

د. لطيفة الخطيب

المستخلص

في هذه الدراسة ، تم تطوير طريقة جديدة لتحديد بعض المركبات الصيدلانية. و تستند هذه الطريقة على ارتفاع درجة حرارة عمود الفصل مع انخفاض نسبة المذيب العضوي في الطور المتحرك أو بتغيير معدل تدفق الطور المتحرك. تم فحص ثبات أعمدة الفصل المستخدمة من نوع (XDB - C18) Zorbax Eclipse و XBridge C18 في درجات حرارة مرتفعة، وذلك باستخدام عدد من المركبات الاستروجينية و الاندروجينية مع نسب مختلفة من الاسيتونيرال في الماء كطور متحرك أو باختلاف معدل تدفق الطور المتحرك. أظهرت النتائج باستخدام عمود الفصل من نوع (XDB - C18) Eclipse أن علاقة فانت هوف خطية للمركبات الاستروجينية وغير خطية للمركبات الاندروجينية. وأيضاً لوحظ أنه بانخفاض نسبة المذيب العضوي تكون علاقة فانت هوف غير خطية. أما بالنسبة لعمود الفصل الآخر من نوع XBridge C18 أظهرت النتائج لجميع المركبات كانت علاقة فانت هوف غير خطية. ويمكن أن تعزى علاقة فانت هوف غير الخطية إلى تغيير في آلية الأستبقاء مع درجات الحرارة المختلفة. تم حساب عوامل الديناميكا الحرارية للفصل عند كل نسبة من الاسيتونيرال، وقد تبين أن زيادة درجة الحرارة توفر زمن استبقاء أقل للمركبات داخل عمودي الفصل المستخدمة وبالتالي يقل زمن الفصل مع توفر أعلى كفاءة للفصل. و من ناحية أخرى، تم دراسة إزالة بعض المركبات الاستروجينية من المياه بواسطة استخدام أنابيب الكربون النانو متعددة الجدران، عن طريق دراسة تأثير عدة عوامل

منها الوقت، كتلة أنابيب الكربون في المحلول، تغيير الرقم الهيدروجيني للمحلول، درجة حرارة المحلول و تركيز المركبات الاستروجينية في المحلول. أظهرت النتائج أن نسبة الإزالة قلت بارتفاع درجة حرارة المحلول، مما يدل على الطبيعة الطاردة للحرارة لعملية الامتزاز. وقد تمت دراسة حركية وحرارية لامتزاز المركبات على أنابيب الكربون ووجد من خلال التجارب أنها تكون تابعة لمعادلة الدرجة الثانية الوهمية، و كانت قيم عوامل الديناميكا الحرارية سلبية مما يدل على أن عملية الامتزاز حدثت تلقائياً وأن طبيعته طاردة للحرارة. و على ذلك يمكن اعتبار استخدام انابيب الكربون النانو على أنها طريقة واعدة لإزالة الملوثات من المياه والتي من الممكن أنها تؤثر سلباً على صحة الانسان وعلى البيئة وذلك لما يتميز به من الخصائص الكيميائية والفيزيائية.

Analysis and Chemical Stability Studies of some Pharmaceutical Compounds in their Formulation Using High Temperature Liquid Chromatography

By

Najwa Ali Abdullah Asiri

Supervised By

Dr. Lateefa Al-Khateeb

Abstract

In this study, a new method was developed for the determination of selected pharmaceutical compounds. The developed method was based on the varying column temperature, flow rates and mobile phase compositions. The stability of Zorbax Eclipse column (XDB-C18) and XBridge C18 was examined at elevated temperatures, using a number of estrogenic and androgenic compounds with different compositions of acetonitrile in water as the mobile phases or with different flow rates. The Eclipse (XDB-C18) column showed a linear van't Hoff with estrogens and curved with androgens. Also, curved van't Hoff observed at low percentage of organic modifier used. The XBridge C18 showed non-linear van't Hoff for all compounds. The curved relationships could be attributed to change in retention mechanism over the temperature range studied. The thermodynamics data of the separations were calculated at each mobile phase. It was shown that the retention of steroids on both columns decreased by raising the temperature.

Moreover, the examined estrogens were removed from solution by the new emerged multi-walled carbon nanotubes. The results showed that the % removed decreased by rising the solution temperature, which indicates the exothermic nature of the process. The effect of different removal time, multi-walled carbon nanotubes (MWCNTs) mass, solution pH, solution temperature, and E1, E2, EE2 concentrations, were studied and optimized for efficient removal. The kinetics of E1, E2, and EE2 adsorption on MWCNTs were analyzed using the different kinetic models and the results showed that the removal was mainly pseudo-second-order process, and the removal efficiency increased at low temperatures. The thermodynamics parameters were calculated and the results showed that the values

of the free energies were negative indicating the spontaneity of the removal process. The enthalpy values were negative indicating the exothermic nature of the process, with low values indicating the physical nature of the adsorption. The change in entropy values were negatives indicates the increase in the decrease in degree of disorder as a result of the physical adsorption on the carbon nanotubes surface.