Samarra Journal of Pure and Applied Science

www.sjpas.com

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

الاستخلاص بنقطة الغيمة المقترنة مع مطيافية الاشعة فوق البنفسجية - المرئية للتقدير المايكروي للاملوديبين في المستحضرات الصيدلانية

عدنان مجيد محمد[1]*، عماد طارق حنون[2]

1- قسم الكيمياء التطبيقية، كلية العلوم التطبيقية، جامعة سامراء، العراق

2- قسم الكيمياء، كلية التربية، جامعة سامراء، العراق

This work is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License

https://doi.org/10.54153/sjpas.2024.v6i3.691

معلومات البحث:

تأريخ الاستلام: 2023/08/26
تاريخ التعديل : 2023/09/07
تأريخ القبــول: 2023/10/10
تاريخ الـنشر: 2024/09/30

الكلمات المفتاحية:

الاملوديبين، نقطة الغيمة، المذيلات

معلومات المؤلف

الايميل: adnan.m@uosamarra.edu.iq
الموبايل:

الخلاصة:

الهدف الأساس لطريقة الاستخلاص بنقطة الغيمة المقترحة هو لتقدير كميات نزرة التراكيز لعقار الاملوديبين في الاشكال النقية والصيدلانية، وذلك بإضافة 2مل من محلول 5 ميكروغرام /مل صبغة الميتانيل الأصفر لعقار الاملوديبين، ثم إضافة 1.5 مل من محلول Triton X-11410%v/v ، مع اضافة 1.5 مل من محلول M 0.1 من CTAB واضافة 2مل من محلول 5% كبريتات الصوديوم وتضبط الدالة الحامضية عند pH=6 بعد ذلك توضع في جهاز الموجات فوق الصوتية لمدة خمسة دقائق ثم تنقل الحمام مائي لمدة 40 دقيقة وبدرجة حرارة 50 C° بعدها توضع في أنابيب اختبار في جهاز الطرد المركزي لمدة 10 دقيقة وبسرعة 5000 دورة /دقيقة بعدها تنقل الى حمام ثلجي ولمدة دقيقتين ثم اذابة الطور الغني بالمادة السطحية بالميثانول وقياس الامتصاص عند 664 نانومتر وتم الحصول على مطاوعة بيير للمدى 0.2-8 مكغم.مل-1 ومعامل الامتصاص المولاري $L.mol^{-1}.cm^{-1}$ 216691.038 ودلالة ساندل $0.0036\ \mu g.cm^{-2}$ اما حد الكشف $\mu g.ml^{-1}$ 0.0471 والحد الكمي $0.1428\ \mu g.ml^{-1}$.

المقدمة

الاملوديبين هو أحد الادوية المستخدمة لعلاج ارتفاع ضغط الدم [1,2] ويقلل من الألم الناتج عن الذبحة الصدرية [3] والاسم العلمي له [4] R, S-2-[(2-aminoethoxy) methyl]-4-(2-chloro phenyl)-3-ethoxycarbonyl-5-methoxy carbonyl-6-methyl-1,4-dihydropyridine، وصيغته الجزيئية [5] $C_{26}H_{31}ClN_2O_8S$ ووزنه الجزيئي [6] g/mol.408.9

تم تقدير عقار الاملوديبين بطرائق متعددة، كطريقة المشتقة النسبية للطيف [7] والطريقة الطيفية [8] وطريقة كروماتوغرافيا السائل عالي الأداء [9] وطريقة المزدوج الايوني [10]. وتهدف هذه الطريقة الى تقدير عقار الاملوديبين بتراكيز نزرة جدا بطريقة الاستخلاص بنقطة الغيمة وتقدير طيفي حساس وسريع وآمن بيئيا.

الأجهزة المختبرية والمواد الكيميائية المستخدمة في العمل

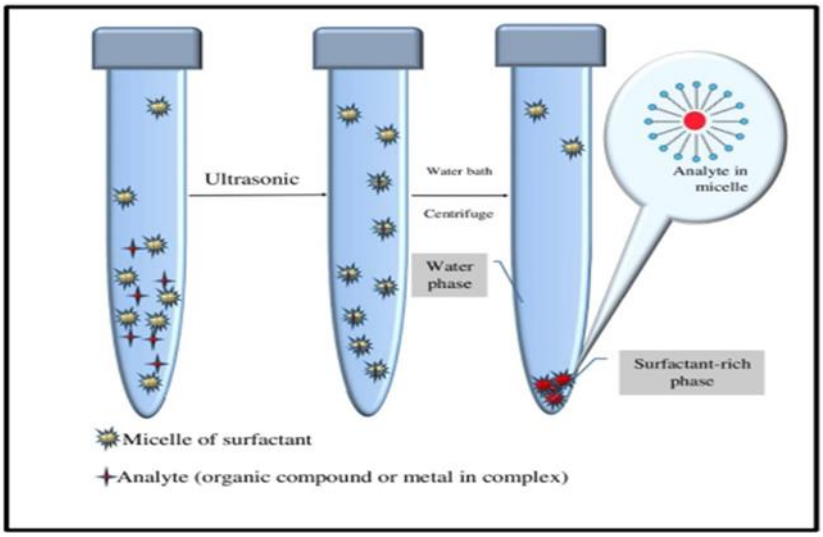
تم استخدام الأجهزة المختبرية التالية في طريقة التقدير وهي مطياف الاشعة فوق البنفسجية-المرئية ثنائي الحزمة UV-VIS Double Beam (UV-1800) Spectrophotometer Shimadzu 2010 (Japan)، جهاز الموجات فوق الصوتية Auto Edu Ultrasonic Cleaner(China)، حمام مائي Memmert GmbH (Germany)، جهاز الطرد المركزي GEMMY model PLC-01 (Taiwan)، واستخدمت كذلك مواد كيميائية ذات نقاوة عالية وهي الاملوديبين والمجهز من شركة ادوية سامراء (SDI)، صبغة الميتانيل الأصفر والمجهز من شركة (HiMedia) ، ترايتون x-114 المجهز من شركة (Sigma Aldirich)، CTAB المجهز من شركة (HiMedia) و كبريتات الصوديوم المجهز من شركة (BDH).

تحضير المحاليل

- تحضير محلول عقار الاملوديبين بتركيز 100µg/ml وذلك بوزن 5 mg من العقار واذيب بكمية مناسبة من الميثانول بتركيز 70% ووضع في حمام للموجات فوق الصوتية لمدة خمسة دقائق لإتمام الاذابة وأكمل الى العلامة في قنينة حجمية سعة 50ml بنفس المذيب.
- تحضير محلول صبغة الميتانيل الاصفر بتركيز 100µg/ml وذلك بوزن 5mg من الصبغة واذيب بكمية مناسبة من الميثانول بتركيز 70% ووضع في حمام للموجات فوق الصوتية لمدة خمسة دقائق لإتمام الاذابة وأكمل الى العلامة في قنينة حجمية سعة 50ml بنفس المذيب .
- تحضير محلول 10%v/v Triton X-114 تم بإضافة 10 ml من Triton X-114 في قنينة حجمية سعة 100 ml وأكمل الحجم بالماء المقطر الى العلامة ووضعت لمدة ساعة في حمام مائي لضمان تجانس المحلول جيدا.
- محلول منظم ذو pH=6 بإذابة 100g من خلات الامونيوم في 300ml من الماء المقطر واضافة 4.1ml من حامض الخليك الثلجي، وتضبط الدالة الحامضية باستعمال محلول الامونيا بتركيز 10M وحامض الخليك الثلجي بتركيز 5M ويخفف بالماء المقطر الى 500ml.
- تحضير محلول 1 .0M من CTAB وذلك بإذابة 3.6445 g في 100ml من الماء المقطر ويترك لمدة ساعة واحدة في حمام مائي ليتجانس المحلول.
- محلول 5% من Na_2SO_4 وذلك بإذابة 2.5g في قنينة حجمية سعة 50ml الى العلامة بالماء المقطر .
- تحضير محلول المستحضر الصيدلاني بتركيز 100µg/ml تم أخذ 10 أقراص من المستحضر الصيدلاني Amlopres- 10 الذي يحتوي كل قرص منه على 10 mg من الاملوديبين وسحنت جيدا واخذ معدل وزن قرص واحد واذيب بكمية مناسبة من محلول الميثانول 70% وأكمل الحجم الى العلامة في قنينة حجمية سعة 100ml .

طريقة العمل

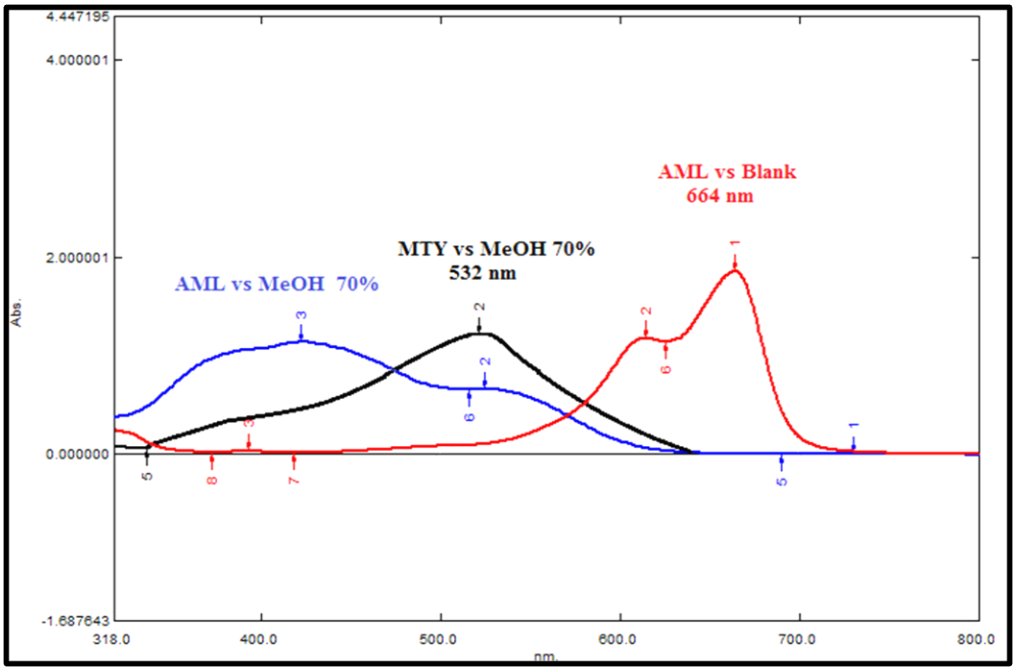
بعد اختيار الظروف الفضلى، تم إضافة 2مل من محلول 5 $\mu g.ml^{-1}$ لمعقد صبغة الميتانيل الأصفر لعقار الاملوديبين، ثم إضافة 1.5 مل من محلول 10%v/v Triton X-114، ثم يضاف 1.5 مل من محلول 0. 1M من CTAB واضافة 2مل من محلول 5% كبريتات الصوديوم وتضبط الدالة الحامضية عند pH=6 باستخدام محاليل منظمة ومحلول الامونيا بتركيز 10M وحامض الخليك الثلجي بتركيز 5M ويكمل الحجم الى 10 مل بالماء المقطر. بعد ذلك توضع في جهاز الموجات فوق الصوتية لمدة خمسة دقائق لإزالة الفقاعات الهوائية المتكونة مع الرغوة ثم تنقل الحمام مائي لمدة 40 دقيقة وبدرجة حرارة 50°C بعدها توضع في أنابيب اختبار في جهاز الطرد المركزي لمدة 10 دقيقة وبسرعة 5000 دورة /دقيقة بعدها تنقل الى حمام ثلجي ولمدة دقيقتين حتى يتشكل الطور الغني بالمواد السطحية في قعر الانبوبة ثم يسكب الطور العلوي الذي يفتقر للمواد السطحية ثم يضاف حوالي 1مل من الميثانول لإذابة وجمع الكتلة اللزجة من قعر انبوبة الاختبار وتذاب بالميثانول بحجم نهائي 5مل ثم تقاس امتصاصية معقد الصبغة مع العقار عند طول موجي 664 nm مقابل المحلول الصوري والمحضر بنفس الطريقة بدون إضافة العقار كما في الشكل (1).



الشكل 1: عملية الاستخلاص بنقطة الغيمة

النتائج والمناقش

تم اجراء الدراسة التمهيدية لبيان إمكانية الاستخلاص بنقطة الغيمة للتراكيز النزرة لعقار الاملوديبين وتقديرها طيفيا، إذ أجريت الاختبارات على تركيز $5\ \mu g.ml^{-1}$ من الاملوديبين باستعمال صبغة الميتانيل الأصفر والترايتون X-114 والمادة الفعالة سطحيا الايونية الموجبة CTAB والملح Na_2SO_4 عند الدالة الحامضية 6 وبدرجات حرارة ومدة اتزان مختلفة وبحجم نهائي 10 مل وبينت نتائج الاختبارات الأولية إمكانية الاستخلاص بنقطة الغيمة لعقار الاملوديبين في هذه الصبغات وتقديره بمطيافية UV-Vis عند (664 نانومتر) نتيجة لحدوث إزاحة حمراء للناتج الملون مقابل المحلول الصوري للصبغة بسبب تغير المذيب من الماء الى الميثانول بتركيز 70% كما في الشكل (2).



الشكل 2: طيف الامتصاص للعقار والصبغة والمعقد

ضبط الظروف التجريبية

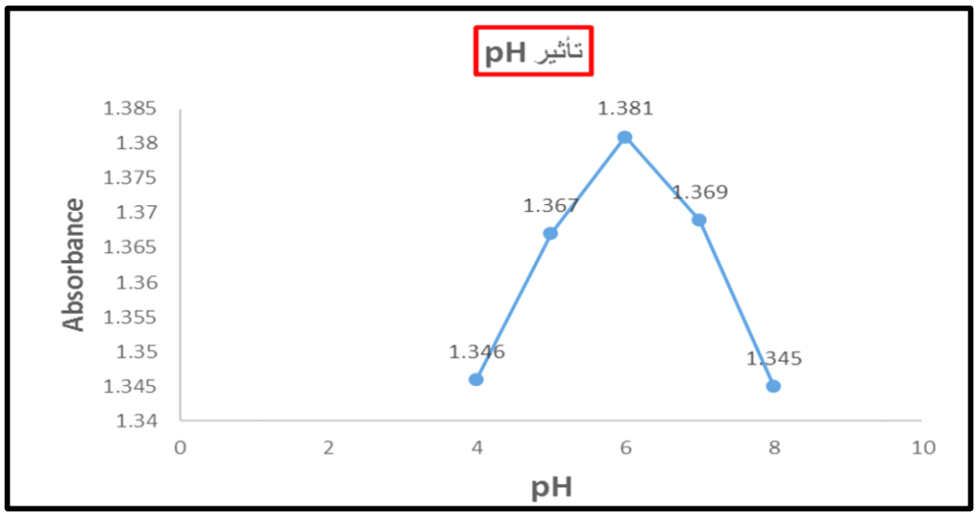
بالاعتماد على الظروف التمهيدية استخدمت طريقة البحث احادي المتغير وذلك عن طريق تغير أحد العوامل مع بقاء العوامل الأخرى ثابتة لتحسين الظروف التجريبية لاستخلاص عقار الاملوديبين وللحصول على أفضل حساسية وجد كشف عال لتقدير عقار الاملوديبين، ومن هذه العوامل كمية المادة غير الايونية الفعالة سطحياً الترايتون (X-114)وكمية المادة الايونية الفعالة سطياً الموجبةCetyltrimethylammonium bromide (CTAB) ونوع الملح وكميته ودرجة حرارة وزمن الاتزان وقيمة الدالة الحامضية.

تأثير الدالة الحامضية pH

تعتمد كفاءة الاستخلاص على حامضية المحلول ويمكن أن تتأثر الأصباغ العضوية بالأس الهيدروجيني، ولأن تغير لونها في قيم هيدروجينية مختلفة، فإن العديد من الأصباغ العضوية تستخدم كمؤشر ولذلك يلعب الاس الهيدروجيني دورا هاما في الاستخلاص ولذلك تم دراسة تأثير الدالة الحامضية وباستخدام محاليل منظمة محلول الامونيا بتركيز 10M وحامض الخليك الثلجي بتركيز 5M وجهاز pH meter لضبط الدالة الحامضية، إذ تمت هذه الدراسة بتجربة مدى من الدالة الحامضية (4-8) وتبين النتائج الموضحة في الجدول (1) والشكل (3) ان الدالة 6 هي القيمة التي تعطي أعلى إشارة امتصاص .

الجدول 1: اختيار الدالة الحامضية

pH	4	5	6	7	8
Abs. of AML-MTY at 664 nm	1.346	1.367	1.381	1.369	1.345



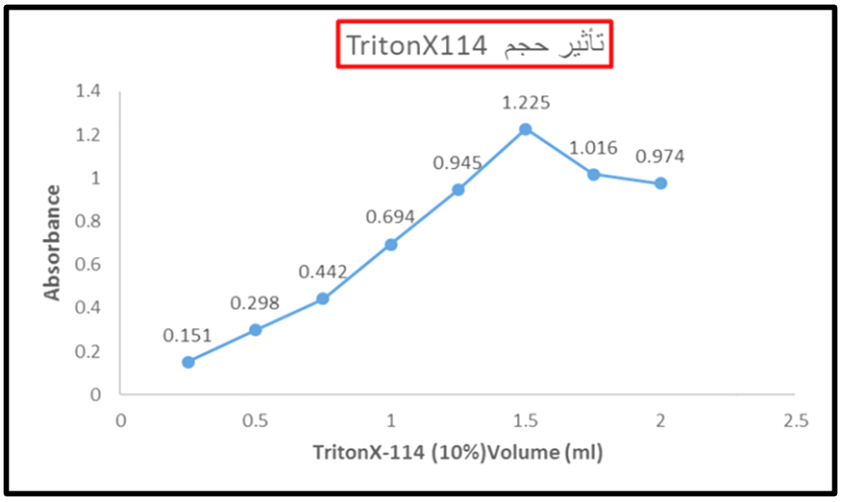
الشكل 3: إختيار الدالة الحامضية

تأثير حجم محلول Triton X-114 (10%)

يستخدم Triton X-114 على نطاق واسع في تقنية الاستخلاص بنقطة الغيمة، لأنه متوفر وغير مكلف، وكذلك غير سام وغير قابلاً للاشتعال ، ان تركيز Triton X-114 له تأثير كبير على كفاءة الاستخلاص وعامل الاغناء لذلك يجب اختيار التركيز المناسب للـ Triton X-114 ليتم استخلاص المادة قيد التحليل إذ تم تجربة حجوم مختلفة (0.25-2 مل) من Triton X-114 *بتركيز* 10%v/v مع الصبغة في الدراسة التمهيدية وكان الحجم الأفضل التذي أعطى أعلى كفاءة للاستخلاص ونسبة توزيع هو 1.5 مل لـ AML-MTY وبحجم نهائي 15 مل وكما موضح في الجدول (2) والشكل (4).

الجدول 2: اختيار أفضل حجم لـ (10%v/v TritonX-114)

Triton X-114 (10%) Volume (ml)	**0.25**	**0.5**	**0.75**	**1**	**1.25**	**1.5**	**1.75**	**2**
Abs. of AML-MTY at 664 nm	0.151	0.298	0.442	0.694	0.945	1.225	1.016	0.974



الشكل 4: تأثير حجم لـ (10%v/v TritonX-114)

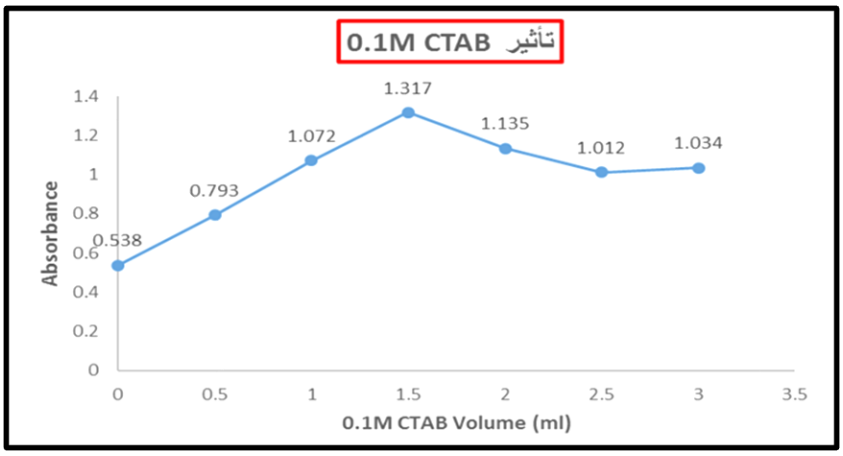
يلاحظ عند الاحجام القليلة من Triton X-114 تكون الامتصاصية منخفضة وذلك لعدم كفاية المذيلات التي تجذب المعقد، اما الزيادة في Triton X-114 فيحصل حدوث انخفاض في الامتصاصية وكفاءة الاستخلاص ويرجع ذلك على الأغلب إلى زيادة حجم الطور الغني بالمادة الفعالة سطحيا، إذ يصبح المعقد أكثر تخفيفًا مما يؤدي إلى حساسية ضعيفة وبالتالي كفاءة استخلاص اقل.

تأثير حجم (M0.1) من السطح الايوني الموجب CTAB

إضافة السطح الايوني الموجب CTAB إلى نظام المذيلات يؤدي إلى تحسين أداء تقنية الاستخلاص بنقطة الغيمة، إذ ان استخدام CTAB يسمح بتكوين خليط من المذيلات مما يعزز قابلية ذوبان نظام المذيلات في الوسط المائي، وكذلك ان إضافة CTABتؤدي إلى الزيادة في درجة حرارة النظام وتعزيز كفاءة الاستخلاص للمركبات العضوية القطبية وذلك لأنه عند إضافة السطح الايوني الموجب إلى النظام فأنه يدخل جزءًا منها داخل المذيلات غير الايونية ويقوم بشحنها ويقوم هذا العامل بزيادة التنافر بين مذيلة-مذيلة ويجعل المذيلات اكثر محبة للماء. إذ تم استخدام حجوم مختلفة (3-0مل) بتركيز (0.1M) من محلول CTAB وذلك لتحسين كفاءة الاستخلاص وعامل التركيز وتبين النتائج ان الحجم (1.5مل) من محلول CTAB تعطي أعلى امتصاصية وكفاءة استخلاص للـ AML-MTY في حجم نهائي 15مل، وكما مبين في الجدول (3) والشكل (5).

الجدول 3: اختيار أفضل حجم لـ (0.1M CTAB)

0.1M CTAB Volume (ml)	0	0.5	1	1.5	2	2.5	3
Abs. of AML-MTY at 664 nm	0.538	0.793	1.072	1.317	1.135	1.012	1.034



الشكل 5: تأثير حجم 0.1M CTAB

تأثير نوع وكمية الملح

بعد اضافة المواد الفعالة سطحياً، فأنه يستلزم رفع درجة الحرارة للوصول لنقطة الغيمة، ولتقليل الزمن يتم عن طريق تغيير القوة الايونية لمحلول العينة وكما معروف بأن الاملاح تساعد على فصل الطورين، لأنه يزيد من كثافة الطور المائي فضلا عن ذلك، فإن وجود الأملاح غير العضوية يزيد من التآثرات الكارهة للماء ويقلل أيضا من درجة الحرارة اللازمة للوصول الى نقطة الغيمة للمادة الفعالة سطحياً، إذ أنها تعمل على زيادة جفاف الطور الغني بالسطح (ظاهرة salting-out) وترتبط هذه الظاهرة بشكل مباشر بامتزاز الأيونات للأجزاء المحبة للماء من المذيلات مما يزيد من الانجذاب بين المذيلات، وبالتالي يؤدي إلى زيادة تكتل جزيئات السطح الفعال وزيادة في كفاءة الاستخلاص وعلى هذا الأساس تمت دراسة تأثير عدة أملاح (Anhydrous CH_3COONa، KCl، NaCl، Na_2SO_4) بتركيز 5% على كفاءة الاستخلاص، وبينت النتائج الموضحة في الجدول (4) والشكل (3) ان Na_2SO_4 يعطي أعلى امتصاصية ومعامل توزيع في الطور الغني بالسطح.

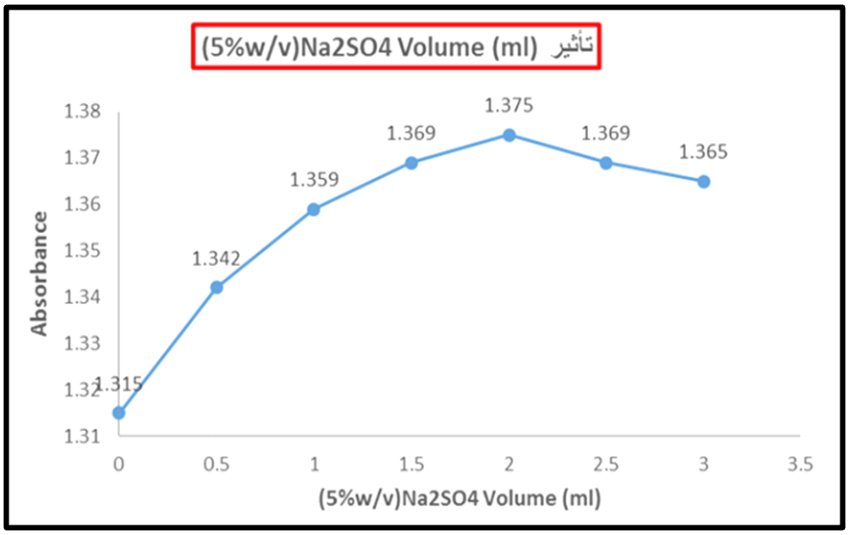
الجدول 4: اختيار نوع الملح

Type of Salts (5%w/v)	CH_3COONa	KCl	Na_2SO_4	NaCl
Abs. of AML-MTY at 664 nm	1.321	1.328	1.363	1.337

وتمت دراسة تأثير حجوم مختلفة (3-0 مل) من Na_2SO_4 بتركيز 5% وذلك للوصول إلى الكمية التي تعطي أعلى امتصاصية ومعامل توزيع في حجم نهائي 15مل، إذ تبين النتائج في الجدول (5) والشكل (6) أن الحجم (2.0مل) هو الحجم الافضل للحصول على أعلى امتصاصية ومعامل توزيع. ويلاحظ انخفاض الامتصاصية لزيادة تراكيز Na_2SO_4 ويمكن تفسير هذا التأثير من تكون شحنة سطحية إضافية عندما يكون تركيز Na_2SO_4 عالًيا جًدا، وبالتالي تغير البنية الجزيئية للمادة الفعالة سطحياً، وبالتالي عملية تكوين المذيلة.

الجدول 5: اختيار أفضل حجم لـ Na_2SO_4 (5%w/v)

(5%w/v) Na_2SO_4Volume (ml)	0	0.5	1	1.5	2	2.5	3
Abs. of AML-MTY at 664 nm	1.315	1.342	1.359	1.369	1.375	1.369	1.365



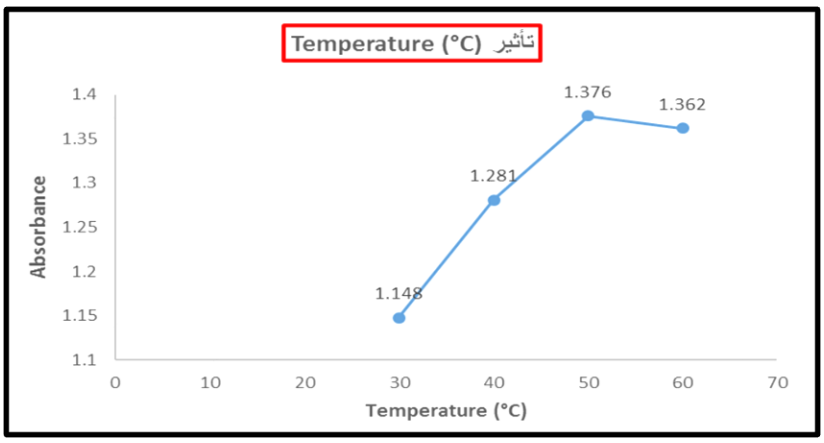
الشكل 6: تأثير حجم لـ Na_2SO_4 (5%w/v)

تأثير درجة حرارة الاتزان والزمن

من أجل تحسين كفاءة الفصل والاغناء Preconcentration كان من الضروري دراسة تأثير درجة الحرارة وزمن الاتزان على كفاءة الاستخلاص بنقطة الغيمة، إذ ان درجة حرارة وزمن الاتزان تعد من العوامل المهمة للغاية في إكمال التداخل وكفاءة الفصل التي تنعكس بالتأكيد على قيمة عامل الإغناء، ومن زيادة درجة حرارة التوازن والوقت، يقل حجم الطور الغني بالسطح بسبب انخفاض كمية الماء في هذا الطور، وبالتالي زيادة كفاءة الاستخلاص لان ارتفاع درجة الحرارة يزيد من الخاصية الكارهة للماء للمُذيلات وان الزمن الكافي يسمح بإكمال التداخل بين المُذيلات والمواد المراد تحليلها. من ناحية أخرى، فإنهُ من الافضل استخدام أدنى درجة حرارة اتزان ممكنة وأقصر مدة اتزان للاستخلاص وذلك من أجل فصل اكثر كفاءة إذ ان درجات الحرارة المرتفعة بشكل غير معقول ليست مناسبة لإجراء الاستخلاص بنقطة الغيمة، لأن درجات الحرارة العالية قد تسبب مشاكل لاستقرار المعقد او المركب العضوي بسبب التفكك الحراري للمواد المراد تحليلها وبناء على ما تقدم تم دراسة تأثير مدى من درجات الحرارة (30-60 درجة مئوية) إذ تُبيـن النتائج في الجدول (6) والشكل (7) ان (50مئوية) تعطي أعلى امتصاصية.

الجدول 6: اختيار أفضل درجة حرارة للاتزان

Temperature (°C)	30	40	50	60
Abs. of AML-MTY at 664 nm	1.148	1.281	1.376	1.362

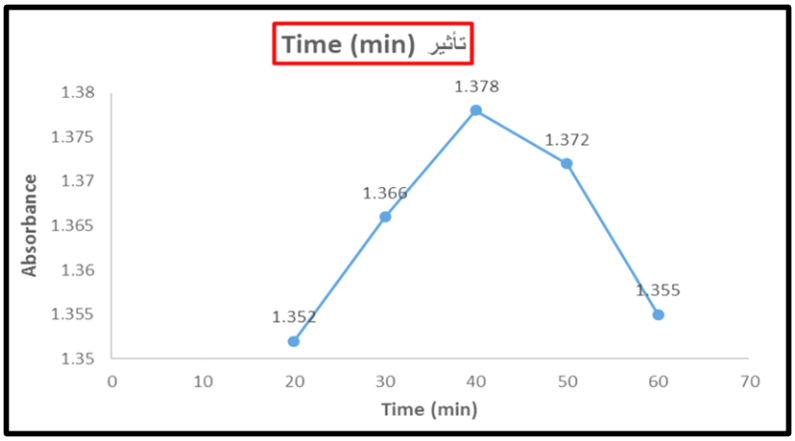


الشكل 7: تأثير درجة حرارة الاتزان

وبعد تحديد درجة الحرارة الفضلى تم دراسة زمن الاتزان فترات مختلفة (20-60 دقيقة) إذ تبين النتائج في الجدول (7) والشكل (8) ان 40 دقيقة تعطي أعلى امتصاصية.

الجدول 7: اختيار أفضل زمن للاتزان

Time (min)	20	30	40	50	60
Abs. of AML-MTY at 664 nm	1.352	1.366	1.378	1.372	1.355



الشكل 8: تأثير زمن الاتزان

القيم الفضلى لاستخلاص معقد AML-MTY بتقنية نقطة الغيمة

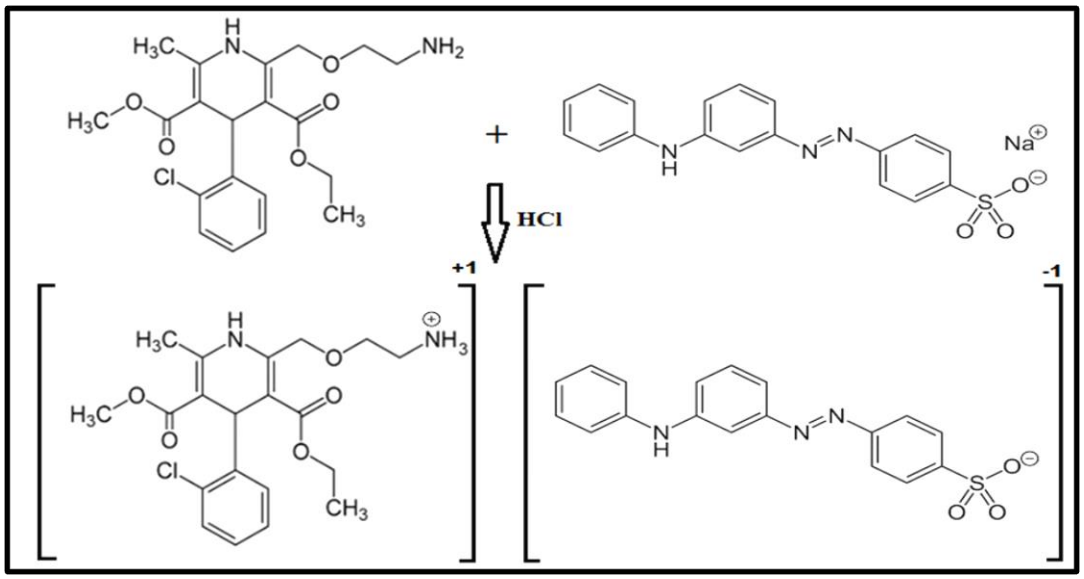
بعد اكمال دراسة اختيار الظروف التجريبية الفضلى وتحديدها، وبعدما تم الحصول على أفضل المعطيات التحليلية، يمكن إجمال قيم نتائج الظروف التجريبية لمعقد AML-MTY بتقنية نقطة الغيمة في الجدول (8).

الجدول 8: أفضل المعطيات التحليلية للاستخلاص بنقطة الغيمة

Parameters	Values
(10%v/v) Triton X-114 volume (ml)	1.5
(0.1 M) CTAB (ml)	1.5
Salt type	Na2SO4
(5%) Na2SO4 volume (ml)	2
Equilibrium temperature (˚C)	40
Equilibration time (min)	40
pH value	6

ميكانيكية التفاعل المقترحة

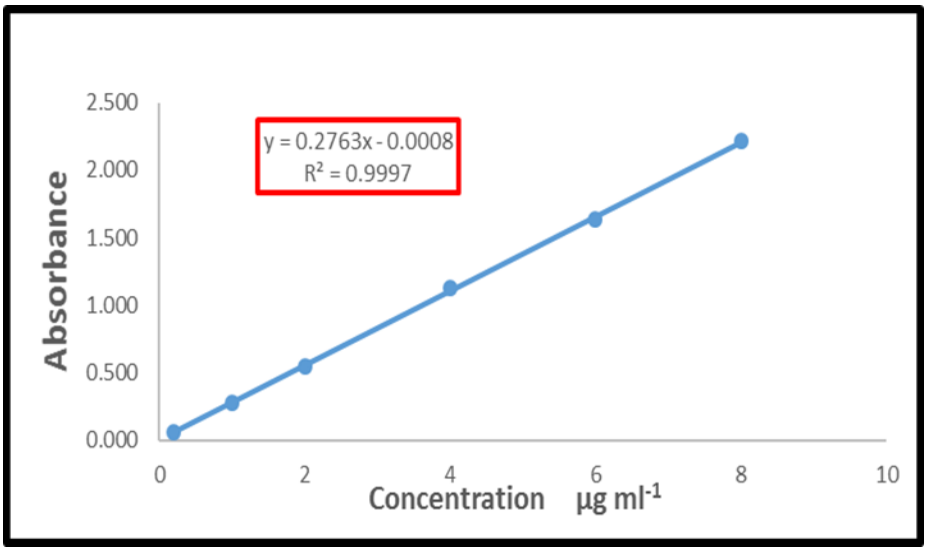
تم اقتراح ميكانيكية تفاعل صبغة الميتانيل الأصفر مع الأمليوديبين في الوسط الحامضي وكما مبين في الشكل (9):



الشكل 9: الميكانيكية المقترحة لتفاعل صبغة الميتانيل الأصفر مع الأملوديبين

منحنى المعايرة القياسي

بعد تثبيت الظروف الفضلى تم رسم منحنى المعايرة وكانت خطية الطريقة مابين $\mu g.ml^{-1}$ (0.2-8) ومعامل الامتصاص المولاري $L.mol^{-1}.cm^{-1}$ 216691.038 ودلالة ساندل $\mu g.cm^{-2}$ 0.0036 اما حد الكشف $\mu g.ml^{-1}$ 0.0471 والحد الكمي $\mu g.ml^{-1}$ 0.1428 للمعقد *AML-MTY* وكما مبين في الشكل (10).



الشكل 10: منحنى المعايرة القياسي لطريقة الاستخلاص بنقطة الغيمة

الدقة والتوافق للاستخلاص بتقنية نقطة الغيمة

تم اختبار دقة وتوافق الطريقة المقترحة للاستخلاص والتقدير عن طريق إجراء خمس قراءات لكل عملية قياس اجريت إذ استعملت قيمة *Rec*% للتعبير عن دقة النتائج وتراوحت مابين (98.63-101.35) % وقيمة *RSD*% للتعبير عن توافق النتائج وتراوحت مابين (0.0432-0.1288)% ولثلاثة تراكيز لعقار الاملوديبين وهي $\mu g.ml^{-1}$ (6،4،2) وكما موضح في الجدول (9).

الجدول 9: الدقة والتوافق للاستخلاص بنقطة الغيمة للعقار

Conc. of AML taken µg/ml	Ave. of Abs.	Conc. of AML found µg/ml	Rec %	RSD %
2	0.549	1.984	99.20	0.1288
4	1.121	4.054	101.35	0.06307
6	1.636	5.918	98.63	0.0432

تطبيق الطريقة

تم تطبيق الطريقة المقترحة قيد الدراسة على مستحضر Amlopres-10والمنتج من شركة (Cipla) ولمعرفة إمكانية تطبيق الطريقة المقترحة على تقدير التراكيز النزرة من العقا في المستحضرات الصيدلانية، اذ تم اخذ ثلاث كميات مختلفة من المستحضر تقع ضمن تراكيز منحنيات المعايرة وهي $\mu g.ml^{-1}$ (2, 4, 6) لعقار AML وطبقت معادلة الخط المستقيم لمنحنى المعايرة لمعرفة تركيز المواد الفعالة في المستحضر الدوائي اذ تم الحصول على Rec% مابين (98.51610568-101.5381831%) وRSD% مابين (0.0435-0.132%) لعقار AML وكما موضح في الجدول (10) الذي يمثل معدل خمسة قراءات، إذ تشير النتائج الى إمكانية التقدير من دون أي تاثير للمواد المضافة الموجودة في المستحضرات.

الجدول 10: الدقة والتوافق للاستخلاص بنقطة الغيمة للمستحضر

Conc. taken µg/ml	Ave. A	Conc. found µg/ml	Rec%	RSD%
2.000	0.546	1.973217517	98.66087586	0.132
4.000	1.123	4.061527325	101.5381831	0.0636
6.000	1.634	5.910966341	98.51610568	0.0435

الاستنتاجات

الطرقة المقترحة تعد بسيطة وحساسة وانتقائية وغير مكلفة ولا تحتاج مذيبات للاستخلاص فهي آمنة بيئيا، وتم تطبيقها بنجاح لتقدير عقار الاملوديبين في الاشكال النقية وفي المستحضرات الصيدلانية، ويمكن تطبيقها على العديد من العقاقير الأخرى تحت ظروف تجريبية مختلفة.

References

1. E. Dinc, Z. Ceren Ertekin, E. Büker, (2017), "Multiway analysis methods applied to the fluorescence excitation-emission dataset for the simultaneous quantification of valsartan and amlodipine in tablets", Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc. 184 255-261.

2. A. Darbandi, M. Sohrabi, M. Bahmaei, (2020)," Development of a chemometric-assisted spectrophotometric method for quantitative simultaneous determination of Amlodipine and Valsartan in commercial tablet", Optik. 218 165110.

3. F. Effendi, S. Septiani, and L. F. Lubis, (2021)," Analysis of Drug Effectiveness and Efficiency of Use of Amlodipine-Captopril Combination Compared to Amlodipine-Valsartan in the X Hospital Patients of Bogor". PVJ_ISComSET J. Phys.: Conf. Ser. 1764 012010.

4. L.Szabo, V.Chis, et al. (2009)," Spectroscopic and theoretical study of amlodipine besylate", J. Mol. Struc. 924-926 385-392.

5. M. M Sebaiy1, et al. (2020)," Isocratic HPLC Method for Simultaneous Determination of Amlodipine and Xipamide in Human Plasma". Open J Anal Bioanal Chem 4 (1): 001-006.M.

M. Sebaiy, et al. Review Article: Instrumental Analysis of Olopatadine Hydrochloride, Oxeladine Citrate, Amlodipine Besylate and Xipamide, Int J Analyt Bioanalyt Methods.

6. R. M. Sanap, S. R. Wavhale, V. V. Kunjir, R. V. Shete.(2021) Analytical Method Development and Validation for Telmisartan, Chlorthalidone and Amlodipine by UV- Spectroscopic Method. Research J. Pharm. and Tech. 14(11): November.

7. Omer. Sh. et al. (2022) "Two different spectrophotometric methods for simultaneous determination of binary mixture of atenolol and amlodipine in commercial formulation". ZJPAS: 34(1): 36-49.

8. D. V. Ilieva-Tonova, I. P. Pencheva-El Tibi, A. C. Serbezova. (2022) "UV spectrophotometric test for analysis of antihypertensive drug combinations containing amlodipine". WJAPLS, 02(01), 001–008.

9. D. S. YAŞIN, A. A. BİNGÜL, A. KARAKÜÇÜK, Z. Ş. TEKSİN.(2021)," Development and Validation of an HPLC Method Using an Experimental Design for Analysis of Amlodipine Besylate and Enalapril Maleate in a Fixed-dose Combination". Turk J Pharm Sci; 18(3):306-318.

10. R. Alkhalil, A. Attal, A. A. Sakur.(2019) "Spectrophotometric Determination of Amlodipine Besylate in Pure Form and Pharmaceutical Formulation using Amido Black". Research J. Pharm. and Tech. 12(7): July.

IRAQI Academic Scientific Journals

Samarra Journal of Pure and Applied Science

SJPAS

www.sjpas.com

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

Cloud Point Extraction Coupled with UV-Vis Spectrophotometry for Micro Determination of Amlodipine in Pharmaceuticals

Adnan Majeed Momhammad[1*] and Imad Tarek Hanoon[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: 26/08/2023
Revised: 07/09/2023
Accepted: 10/10/2023
Published:30/09/2024

Keywords:

Amlodipine, Cloud Point, Micelles

Corresponding Author

E-mail:
adnan.m@uosamarra.edu.iq
Mobile:

Abstract

The main objective of proposed method, cloud point extraction method (CPE) is to estimate the concentrations of Amlodipine, in pure and pharmaceutical forms, by adding 2 ml of 5 µg/ml of metanil yellow for Amlodipine, adding 1.5 ml of 10%v/v Triton X-114 with 1.5 ml of 0.1M of CTAB, and added 2ml of sodium sulphate solution 5%. The acidic function at pH = 6 is then placed in the ultrasound for five minutes. The bathroom is then transported for 40 minutes and 50°C. It is then, placed in a test tube in the centrifuge for 10 minutes and 5000 rpm. Then, transported to an ice bath and for two minutes, Absorbance measured at 664nm, A sign of Sandle were 0.003619 µg/cm^2, LOD was 0.0471 µg.ml^{-1} and LOQ was 0.1428 µg.ml^{-1}.