------مجلة علوم الرافدين، المجلد 21، العدد 4، ص106-122،2010------

التقدير الفولتامتري للديكساميثازون في مصل الدم والإدرار والمستحضرات الصيدلانية

سعد الله توفيق سليمان **فنار محمد إسماعيل** **سهير منير داؤد**

قسم الكيمياء

كلية العلوم

جامعة الموصل

(تاريخ الاستلام 15/ 10 / 2010 ؛ تاريخ القبول 7 /6 / 2010)

الملخص

تضمن البحث دراسة الخواص البولاروكرافية للديكـساميثازون (Dexamethasone) النقـي بطريقـة مباشرة في المحلول المائي وقد أظهر الديكساميثازون موجة اختزال جيدة عند الجهد (-1.08) فولـت عنـد الدالة الحامضية (7) و(-0.84) فولت عند الدالة الحامضية (3) ضـد قطـب المرجـع (Ag/AgCl.KCl ، وتمت دراسة المنحنى القياسي للديكساميثازون في محلول الفوسفات المـنظم ذي الدالـة الحامـضية (7و3) وكانت العلاقة خطية ضمن مدى تركيـز (2.49×10^{-6}) الـى (1.54×10^{-5}) مـولا ري وبمعامـل ارتبـاط (0.9949) ومدى التراكيز من (6.3×10^{-7}) الى (1.54×10^{-5}) مولاري وبمعامل ارتباط (0.9957) لكل مـن الدالة الحامضية (7و3)على التوالي.

وكذلك تمت دراسة المنحنى القياسي للديكساميثازون بوجود مصل الدم البشري وضمن تراكيز تتـراوح بين (3.11×10^{-6}) الـى (9.28×10^{-6}) مولاري وبمعامل ارتباط (0.9892) وضمن تراكيـز تتراوح بيـن (6.2×10^{-7}) الى (6.21×10^{-6}) مولاري وبمعامل الارتباط (0.9905) لكل من الدالة الحامضية (7و3) على التوالي.

وكذلك تمـت دراسة المنحنى القياسي للديكسـاميثازون بوجود الإدرار وضمن تراكيز تتـراوح بين (1.86×10^{-6})الـى (1.53×10^{-5}) مولاري وبمعـامل ارتباط (0.9785) وضمن تراكيـز تتراوح بـ ـين (6.2×10^{-7}) الى (1.231×10^{-5}) مولاري وبمعامل ارتباط (0.9974) لكل من الدالة الحامضية (7و3) على التوالي.

وقد تم تطبيق الطريقة بنجاح لتقدير الديكساميثازون في الأقراص وفي الشراب بالمحلول المائي.

Voltammetric Determination of Dexamethsone in Serum, Urine and Drugs

Sadallah T. Sulaiman **Fanar M. AL- Healy** **Suhair M. Daowd**

Department of Chemistry
College of Science
Mosul University

ABSTRACT

The present work involves a study of the polarographic behaviour of pure Dexamethasone by direct method in aqueous solution , which shows a well defined reduction peaks at a potential (-1.08) V. in phosphate buffer (pH=7) and (-0.84) V. in phosphate buffer (pH=3). The calibration of Dexamethasone was constructed in phosphate buffer (pH=3and7) for the range of concentration (2.49×10^{-6}M)-(1.54×10^{-5}M)in phosphate buffer (pH=7) with a correlation coefficient (0.9949), and with a range of concentration (6.3×10^{-7}M)-(1.54×10^{-5}M) in phosphate buffer (pH=3) with a correlation coefficient (0.9957).

The calibration curve of Dexamethasone in presence at human blood serum in the range of concentration (3.11×10^{-6}M)-(9.28×10^{-6}M) in phosphate buffer (pH=7) with a correlation coefficient (0.9892), and range of concentration (6.2×10^{-7}M)-(6.21×10^{-6}M) in phosphate buffer (pH=3) with a correlation coefficient (0.9873).

The calibration curve of Dexamethasone in presence of urine in the range of concentration (1.86×10^{-6}M)-(1.53×10^{-5}M) in phosphate buffer (pH=7) with a correlation coefficient (0.9813), and with a range of concentration (6.2×10^{-7}M)-(1.23×10^{-5}M) in phosphate buffer (pH=3) with a correlation coefficient (0.9974).

The method was successfully applied to the determination of Dexamethasone in tablets and syrup in aqueous solution.

المقدمة

الديكساميثازون (Dexamethasone)، ويسمى أيضا Hexadecadrol، وهـو 9 **α** - fluro -16**α** -methyl prednisolone, Dexametasona, Dexametasone , Dexamethasonum , (Sweetman, 2005), يستخدم لعلاج ضـيق التـنفس وحـالات اضـطرابات الحساسية المزمنة ويستخدم لعـلاج الالتهابات والمناعـة الذاتيـة مثـل التهاب المفاصـل (الروماتزم) (Convigton *et al*., 2002) ، ويستخدم موضعيا في علاج والتهاب الجلد واللفافة لراحة القـدم (بوصـفه مضاد)، ومن المعروف إن الديكساميثازون يتعلق كيماويا بالهيدروكورتزون لذلك يعطى عـلاج بـديل فـي حالات قصور الغدة الكظرية بإنتـاج الهيـدروكورتزون (مـرض اديـسن) (Tayside, 2006)، ويمـتص الديكساميثازون داخل الأمعاء وعمر النصف له 190 دقيقة يرتبط مع بروتينات البلازما وحـوالي (65%-

77%) منه يطرح بالإدرار خلال 24 ساعة (Sweetman, 2005). وقد تم تقدير الديكساميثازون بطرائـق متعددة منها (Cyclic Voltammetry & Differential Pulse Polarography) باستخدام قطب الكاربون وكانت قيمة معامل الارتباط 0.9986 (Balaji *et al*., 2008), وكذلك تم تقديره مع مجموعة مـن الأدويـة باستخدام تقنية ال (HPLC) عند (260nm) (Nagel, 2008)، تعتبر الطرائـق الكهروكيميائيـة مـن طرائق التحليل الآلي ولها تطبيقات عديدة لأنها ذات حساسية ودقة وسرعة قياس بالإضافة إلى أنهـا تحتـاج كميات قليلة من المادة عند القياس (Kellur *et al*., 1998) , ومن هذه التطبيقات، تقديرالـ (Nitrazepam) باستخدام تقنية الـ (Differential Pulse Polarography and Cyclic Voltammetry) لتراكيز تتراوح بين (0.47×10^{-7}) إلى (1.5×10^{-7}) مولاري وكانت قيم معامل الارتباط 0.993 و0.996 للتقنيتـين علـى التوالي(Jain *et al*., 2009)، وتـم تقـدير ال(Captopril&Acetylcysteine) باسـتخدام تقنيـة ال and Differential Pulse Polarography) Spectrophotometry)وكانت قيم معامل الارتباط للدواء الأول 0.9994 و0.9998 للتقنيتين على التوالـي وللدواء الثاني 0.9997و0.9999 للتقنيتيـن على التوالـي (Haggag *et al*., 2008) ، وتـم تقديـر دواء الـ (Enalapril Maleate) باستخـدام تقنيـة الـ (Differential Pulse Polarograph) كانت قيمة معامـل الارتبـاط 0.994 (Eimal *et al*., 2003) ، وكذلك تم تقديرالـ (Nicotine) في الأدوية المضادة للتدخيـن باستخدام تقنية الـ (Voltammetry and Differential Pulse Polarograph) لتركيـز (1.5×10^{-7}) ملغـرام ومعامـل الارتبـاط 0.9997 (Hannisdal *et al*., 2007)، ويتضمن هذا البحث دراسة الخواص البولاروكرافية للديكساميثازون في منظم الفوسفيت وتم تطبيق الطريقة بنجاح لتقدير الديكساميثازون في الشراب والأقراص.

الجزء العملي

المواد المستخدمة :

المركب الدوائي المستخدم (Dexamethasone) نقي ومصدره شركة أدوية نينوى. تم تحضير محلـول (10^{-3}) مولا ري من ال (Authentic Dexamethasone) بإذابة (0.0039) غم في(10) مليليتـر ايثـانول وكذلك تم تحضير محلول(10^{-3}) مولا ري من (Tablets of Dexamethasone) وزنت (10) حبـات مـن الدواء فئة mg (0.5) من آل Dexamethasone كل حبة على انفراد وجمعت الأوزان العشرة فكانت نتيجـة الجمع (1.2168) غم ومعدل وزن الحبة (0.12168) غم ثم طحنـت العـشر حبـات وأخـذ منهـا وزن (0.4746) غم وتم إذابته بالايثانول في قنينة حجمية سعة (5) مليليتـر وأكمـل الحجـم إلـى (5) مليليتـر بالايثانول وتم تحضير محلول (10^{-3}) مولا ري من شراب الديكساميثازون فئة (5mg/5ml) بأخـذ حجـم (1.962) مليليتر من الشراب وتخفيفه بالايثانول باستخدام (Micro pipette) في قنينة حجميـة سـعة (5)

ملیلیتر. بقیة المواد الكیمیائیة المستخدمة في البحث على درجة عالیة من النقاوة مجهزة من شركة (BDH) تم تحضیر محلول الفوسفات المنظم بمزج حجوم معینة من (0.2) مـولا ري مـن آل KH_2PO_4 وK_2HPO_4 للحصول على الدالة الحامضیة المطلوبة (Perrine *et al.*, 1974).

الأجهزة المستخدمة

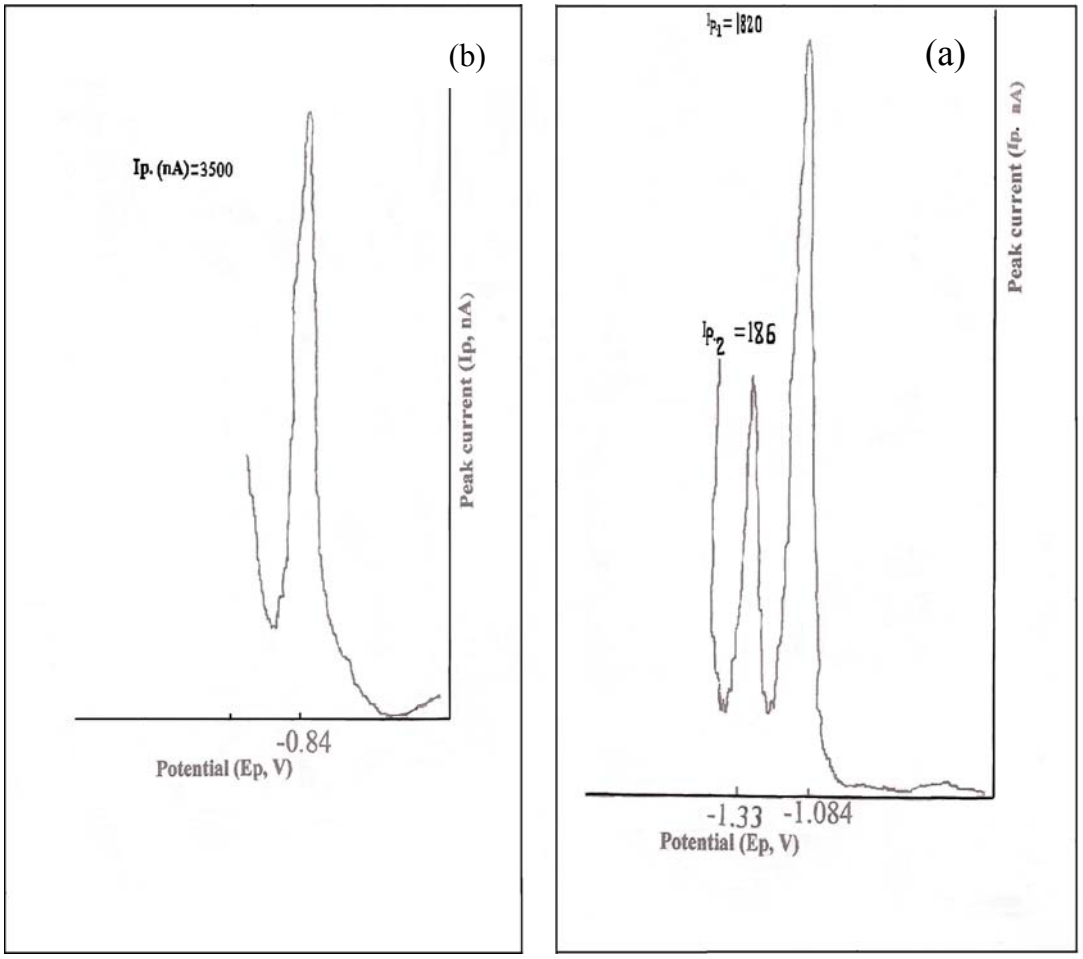
تـم تسجیـل البولاروكرامـات باستخـدام جهـاز تحلیـل بولاروكـرافـي من نـوع (E-506) (Polarecord Metrohm Herisau) مع وحدة تسجیل وحامل بولاروكرافي مـن نـوع (E-505) وتمـت القیاسات في الخلیة المتكونة من ثلاثة أقطاب هي، القطب العامل (Working electrode) وهو عبارة عـن قطب الزئبق المتقاطر(DME) والقطب المرجع (Reference electrode) تم استخدام قطب الفضة المشبع (Ag/AgCl.sat.KCl) والقطب الثانوي (Auxiliary electrode) وهو عبارة عن سلك من البلاتـین (قطـب خامل). أجریت كافة القیاسات عند درجة حرارة المختبر وطرد الأوكسجین من المحلول وذلك بإمرار غاز النتروجین لمدى 15 دقیقة .

تم قیاس الدالة الحامضیة باستخدام جهاز قیاس الدالة الحامضیة(pH Meter) من نوع HAVANNA instruments pH=211 وتم الوزن باستخدام میزان حساس (HR-200) والمجهز من شـركة A&D) (الیابانیة وتم استخدام ماصة مایكروية (Micro pipette) للقیاسات من (5 إلى 50) مایكرولیتر.

النتائج والمناقشة

الخواص البولاروكرافیة للدیكسامیثازون Dexamethasone

تم تسجیل البولاروكرام النبضي المشتق لمحلول (1.23×10^{-5}) مولا ري من آلدیكـساميثازون فـي محلول الفوسفات المنظم (16) مل ذي الدالة الحامضیة (7) (بوصفه الكتروليتاً مساعداً) تمت القیاسات فـي ظروف (زمن سقوط القطرة 1 ثانیة وسعة نبضة 140 ملي فولت) ویلاحظ من الشكل (1) ظهور مـوجتي اختزال عند جهد (-1.08و-1.36) فولت ضد قطب (الفضة / كلوريدالفضة Ag / AgCl,KCl) إن موجة الاختزال الأساسیة عند جهد (-1.08) فولت وهذه الموجة ربما تعود إلى اختزال مجموعة C=O على الحلقة الاروماتیة أما الموجة الثانیة ربما تعود لاختزال مجموعة الكاربونیل C=O الواقعة على مجموعـة الأسـیل (Meites L.1965)، أما في الوسط ألحامضي عند الدالة الحامضیة (3) ظهرت حزمة اختزال واحـدة عنـد جهد (-0.84) فولت وكانت قیمة تیار الانتشار أعلى بكثیر من الدالة الحامضیة (7) كما موضح بالشكل(1).



الشكل1: يوضح موجة اختزال الديكساميثازون عند الدالة الحامضية 3(b),7(a).

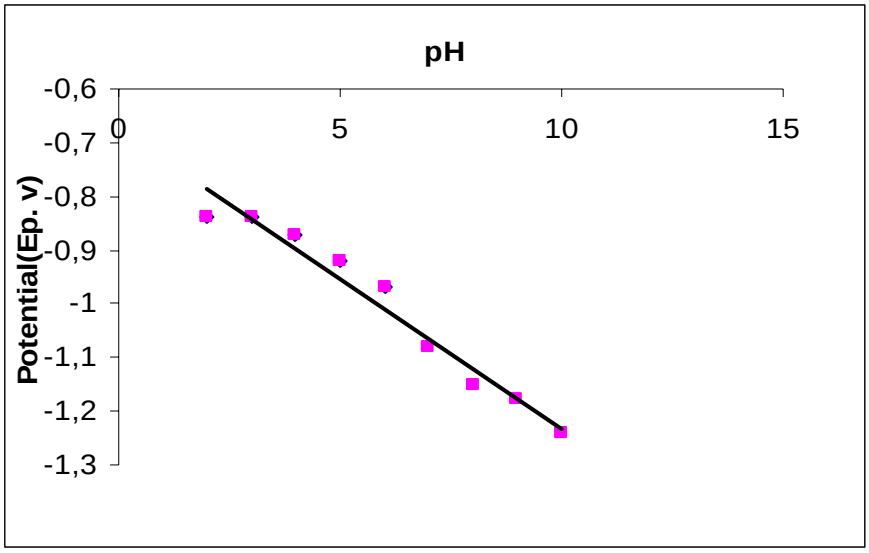
تأثير الدالة الحامضية (Effect of pH)

لدراسة تأثير الدالة الحامضية على جهد الاختزال Ep وتيار الانتشار Ip لموجة اختزال آلديكساميثازون تم تسجيل البولاروكرام النبضي المشتق لمحلول (1.24×10^{-5}) مولا ري من آلديكساميثازون في (16) مل من محلول الفوسفات المنظم ذي الدالة الحامضية بين (2 إلى 10) (بوصفه الكتروليتاً مساعداً) وتمت القياسات في ظروف معينة إذا كان زمن سقوط القطرة 1 ثانية وسعة النبضة 140ملي فولت، والجدول(1) يوضح النتائج التي تم الحصول عليها.

الجدول 1: تأثير الدالة الحامضية في جهد اختزال وتيار الانتشار لمحلول (1.24×10^{-5}) مولا ري من آلديكساميثازون.

pH	Ip.1 (nA)	Ep.1 (V)	Ip.2 (nA)	Ep.2 (V)
2	3240	-0.840	-----	-----
3	3150	-0.840	-----	-----
4	2000	-0.847	-----	-----
5	2210	-0.920	-----	-----
6	1980	-0.970	350	-1.36
7	2020	-1.080	200	-1.38
8	1290	-1.150	160	-1.39
9	1040	-1.176	100	-1.39
10	730	-1.240	-----	-----

ويلاحظ من النتائج التي تم الحصول عليها أن عملية اختزال آلديكساميثازون أعطـت موجـة اختـزال واحدة عند الدالة الحامضية من(2 الى5) بينما اظهرت موجتي اختزال عند الدالة الحامضية من (6 إلى 10) ويلاحظ من الجدول (1) أن الدالة الحامضية (2) أعطى أعلى قيمة لتيار الانتشار ولكن نظرا لوجود تـشوه في شكل حزمة المادة لذلك فقد تم اختيار الدالة الحامضية (3) ، ومن جهة أخرى فقـد تـم اختيـار الدالـة الحامضية (7) لأنه مقارب للدالة الحامضية في جسم الإنسان، أما من ناحية قيم جهدالاختزال Ep فقد لـوحظ ازدياد بالقيمة السالبة بازدياد الدالة الحامضية وعند رسم العلاقة بين الدالة الحامضية وجهـد الاختـزال تـم الحصول على خط مستقيم كما موضح في الشكل (2) وبميل يساوي ($0.0556\ V\ pH^{-1}$) علماً بـأن القيمـة النظرية ($0.059V\ pH^{-1}$) والمحسوبة سابقاً (Shareef, 2001) .



الشكل 2: يوضح العلاقة بين جهد اختزال والدالة الحامضية .

تأثير زمن سقوط القطرة (Effect of drop time)

تم تسجيل البولاروكرام النبضي المشتق لمحلول ($10^{-5}\times1.24$) مولا ري من آلاديكساميثازون في (16) مل من محلول الفوسفات المنظم ذي الدالة الحامضية (7 و 3) (بوصفه الكتروليتاً مـساعداً) عنـد أزمنـة مختلفة لسقوط قطرة الزئبق، بعد تثبيت الجهد البدائي عند صفر فولت والجهد النهائي عند 2- فولت وسـعة نبضة مقدارها (140) ملي فولت، و النتائج التي تم الحصول عليها مبينة في الجدول (2).

الجدول 2: تأثير زمن سقوط القطرة.

Drop Time (sec)	pH 7				pH 3	
	Ep1.(V)	Ip1.(nA)	Ep2.(V)	Ip2.(V)	Ep.(V)	Ip.(V)
0.4	-1.02	270	-1.33	80	-0.846	500
0.6	-1.02	384	-1.33	108	-0.846	700
0.8	-1.02	460	-1.33	128	-0.846	900
1.0	-1.02	548	-1.33	140	-0.846	1080
1.2	-1.02	776	-1.33	148	-0.846	1310
1.4	-1084	804	-1.33	150	-0.846	1480
2.0	-1.084	2020	-1.33	200	-0.846	3150

ومن الجدول نلاحظ أن تيار الانتشار يزداد بازدياد زمن سقوط القطرة وكانت أعلى قيمة لتيار الانتشار عند زمن سقوط قطرة مقداره (2) ثانية لذلك تم اختيارها لتقدير المركب الدوائي قيد الدراسة في كـل مـن الدالتين الحامضيتين (7و3).

تأثير سعة النبضة (Effect of pulse amplitude)

تم تسجيل البولاروكرام النبضي المشتق لمحلول (1.24×10^{-5}) مولا ري من آلديكساميثازون في (16) مل من محلول الفوسفات المنظم ذي الدالة الحامضية (7 و 3) (بوصفه الكتروليتاً مساعداً) عند زمن سقوط قطرة مقداره (2) ثانية وعند سعات نبضية مختلفة تتراوح بين (60-140) ملي فولت، ونلاحظ النتائج التـي تم الحصول عليها في الجدول (3) .

الجدول 3: تأثير سعة النبضة .

Pulse Amplitude (mV)	pH 7				pH 3	
	Ip.1(nA)	Ep.1(V)	Ip.2(nA)	Ep.2(V)	Ip.(nA)	Ep.(V)
60	258	-1.084	36	-1.38	860	-0.896
80	618	-1.102	60	-1.40	1880	-0.876
100	978	-1.124	114	-1.42	6802	-0.864
120	1152	-1.148	150	-1.42	0803	-0.850
140	2020	-1.160	200	-1.42	3150	-0.840

حيث نلاحظ من الجدول المدون أعلاه ازدياد تيار الانتشار لموجة الاختزال بازدياد سعة النبضة وقـد أعطت سعة النبضة (140) ملي فولت أعلى قيمة لتيار الانتشار في كلا من الـدالتين الحامـضية (7 و3) والتي تم استخدامها في القياسات البولاروكرافية اللاحقة.

تأثير الزمن (استقرارية آلاديكساميثازون)

تم تسجيل البولاروكرام النبـضي المـشتق لمحلـول يحتـوي علـى (1.24×10^{-5}) مـولاري مـن آلاديكساميثازون في (16) مل من محلول الفوسفات المنظم ذي الدالة الحامضية (7 و3) (بوصفه الكتروليتـا مساعداً) ، جرى القياس باستخدام الظروف المثلى المثبة وقد أخذت القياسات في أزمنـة مختلفـة لدراسـة استقرارية الدواء. وسجلت النتائج في الجدول (4) ويلاحظ مـن النتـائج التـي تـم الحـصول عليهـا أن الديكساميثازون مستقر ضمن المدى الزمني ألمختبري (لمدة ساعة) في كلا الحالتين.

الجدول 4: تأثير الزمن.

Time (min)	pH 7		pH 3
	Ip.1(nA)	Ip.2(nA)	Ip. (nA)
0	2050	200	3100
5	2050	200	3100
10	2075	200	3150
15	2075	200	3150
20	2000	200	3100
25	2050	200	3050
30	2075	200	3100
35	2075	200	3150
40	2050	200	3150
45	2075	200	3150
50	2075	200	3100
55	2075	200	3150
60	2080	200	3350

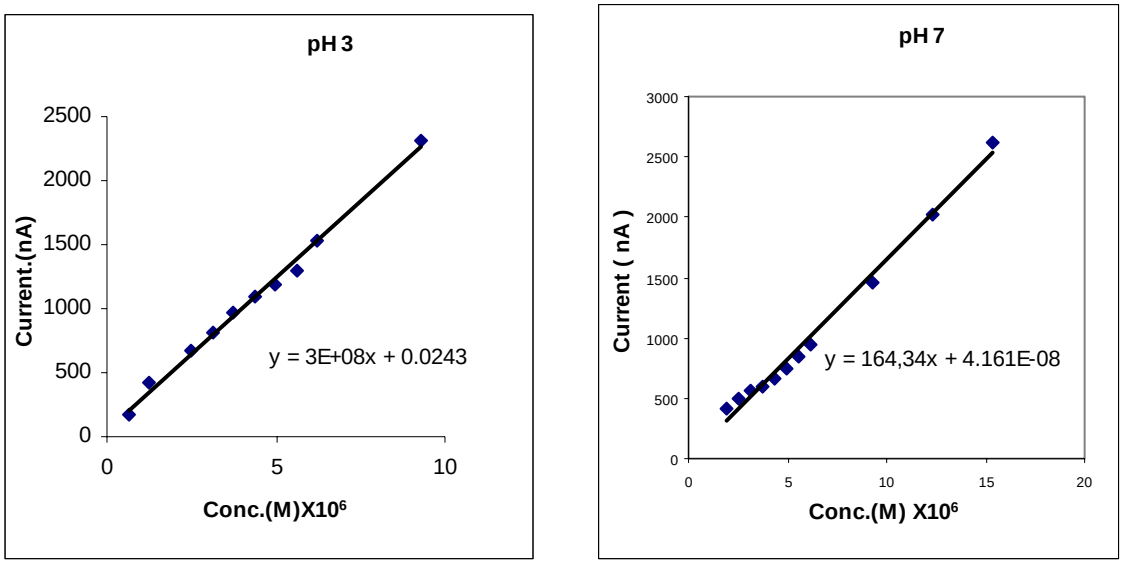
تأثير التركيز (المنحنى القياسي للـديكساميثازون) في المحلول المائي

تم تسجيل البولاروكرام النبضي المشتق لمحلول يحتوي على تراكيز مختلفة من آلاديكساميثازون فـي محلول الفوسفات المنظم (16) مل في كل من الدالتين الحامضيتين (7و3) (بوصفه الكتروليتاً مساعداً) وفـي الظروف المثلى للقياس المثبتة مسبقا وبإضـافة كميـات متعاقبـة مـن محلـول (10^{-3}) مـولا ري مـن آلاديكساميثازون للحصول على تراكيز تتراوح بـين [(0.63×10^{-6}) و (15.38×10^{-6})] مـولا ري وسـجلت النتائج في الجدول (5).

الجدول 5: قراءات المنحنى القياسي للديكساميثازون.

Conc. (M x 10^6)	pH7	pH3
	Ip corr. (nA)	Ip corr. (nA)
0.63	-----	165.7
1.25	-----	415.7
2.49	489.6	665.7
3.12	559.6	815.7
3.74	599.6	965.7
4.36	669.6	1090.7
4.98	749.6	1190.7
5.59	849.6	1290.7
6.21	949.6	1535.7
9.29	1459.6	2315.7
12.35	2029.6	3415.7
15.39	2624.6	3815.7
R	0.9949	0.9957
R^2	0.9897	0.9957

يلاحظ من نتائج الجدول (5) إن قيمة تيار الانتشار تزداد مع زيادة التركيز وعند رسم العلاقة بين تيار الانتشار والتركيز لموجة الاختزال تم الحصول على خط مـستقيم وبمعامـل ارتبـاط مقـداره (0.9949) و(0.9957) عند الدالتين الحامضيتين (7و3) على التوالي وكما يلاحظ في الشكل (3).



الشكل3: المنحنى القياسي للديكساميثازون في المحلول المائي في كل من الدالة الحامضية (3,7).

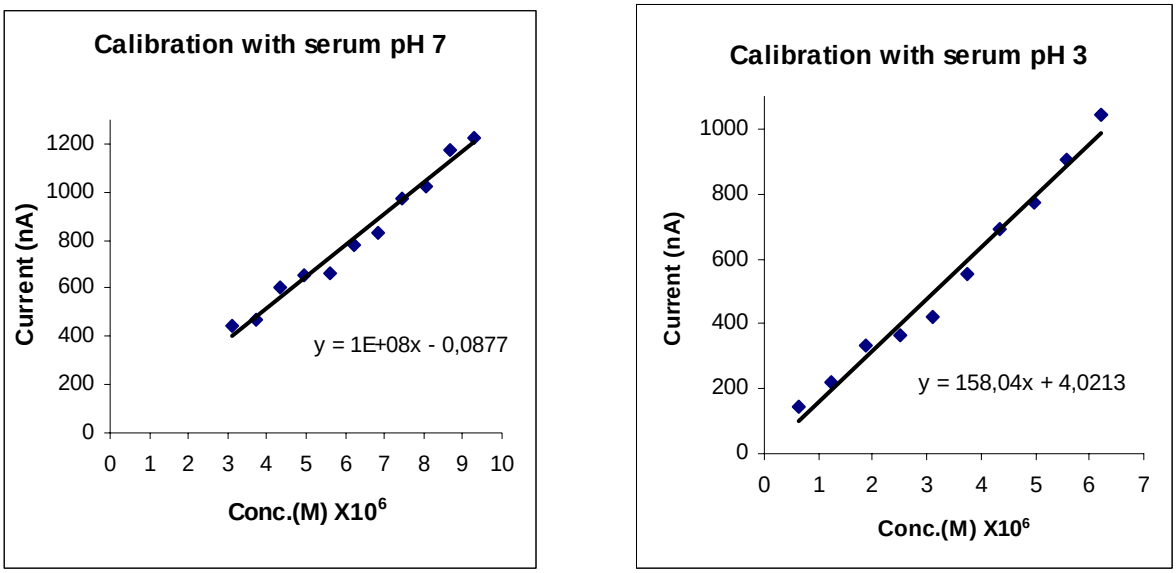
المنحنى القياسي للـديكساميثازون بوجود مصل الدم البشري

تم تسجيل البولاروكرام النبضي المشتق في (16) مل من محلول الفوسفات المنظم في كل من الدالة الحامضية (7و3) وبوجود (10) مايكروليتر من مصل الدم وبإضافة كميات متعاقبة من محلول(10^{-3}) مـن آلديكساميثازون ونلاحظ النتائج التي تم الحصول عليها في الجدول (6) حيث لوحظ زيادة في تيار الانتـشار مع زيادة التركيز عند موجة اختزال (-0.87) فولت عند الدالة الحامضية (3)، وعند جهـد (-1.08) فولـت عند الدالة الحامضية (7) ويلاحظ أن تيار الانتشار بوجود مصل الدم اقل من ذلك في المحلول المائي (وذلك لوجود الألبومين في مصل الدم والذي بدوره يؤدي إلى انخفاض في تيار الانتشار). تمـت القياسـات فـي الظروف المثلى المثبتة مسبقا وتم تسجيل النتائج في الجدول (6).

الجدول 6 : قراءات المنحنى القياسي للديكساميثازون بوجود مصل الدم البشري.

Conc.	**pH 7**	**pH 3**
($M \times 10^6$)	**Ip corr. (nA)**	**Ip corr. (nA)**
0.624	-----	142.6
1.248	-----	222.6
1.870	-----	332.6
2.492	-----	362.6
3.113	446.2	422.6
3.734	466.2	552.6
4.353	606.2	692.6
4.972	656.2	772.6
5.590	666.2	902.6
6.207	776.2	1042.3
6.824	826.2	-----
7.439	976.2	-----
8.055	1026.2	-----
8.669	1176.2	-----
9.282	1226.2	-----
R	0.9892	0.9905
R^2	7860.9	0.9810

وبرسم العلاقة بين التيار والتركيز تم الحصول على خط مستقيم كما هو موضح في الشكل(4) وبمعامل ارتباط مقداره (0.9892) و (0.9905) لكل من الدالة الحامضية (7و3) على التوالي.



الشكل4: المنحنى القياسي للـ ديكساميثازون بوجود مصل الدم البشري لكل من الدالة الحامضية(3 و7).

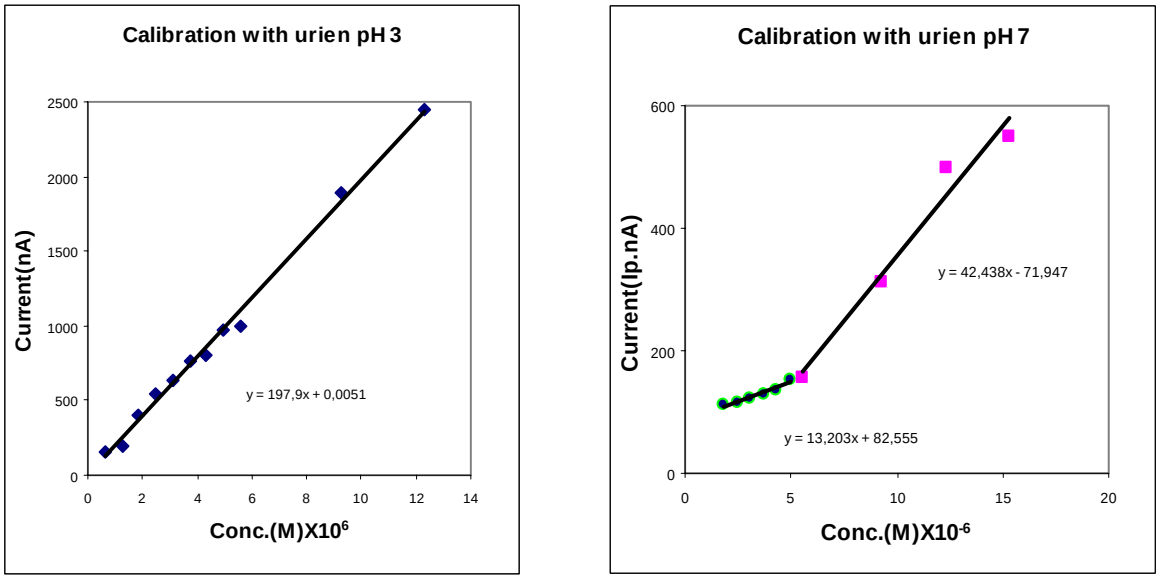
المنحنى القياسي للـ ديكساميثازون بوجود الإدرار

تم تسجيل البولاروكرام النبضي المشتق في (16) مل من محلول الفوسفات المنظم في كل من الدالـة الحامضية 7و3 وبوجود (50) مايكروليتر من مصل الدم وبإضافة كميات متعاقبة من محلـول(10^{-3}) مـن آلديكساميثازون ونلاحظ النتائج التي تم الحصول عليها في الجدول (6) حيث لوحظ زيادة في تيار الانتـشار مع زيادة التركيز عند موجة اختزال (-0.84) فولت عند الدالة الحامضية 3، وعند جهد (-1.12) فولت عند الدالة الحامضية 7 ويلاحظ أن تيار الانتشار بوجود الإدرار اقل من ذلك في المحلول المائي (وذلك لوجـود الألبومين بكميات قليلة و وجود أملاح وحامض اليوريك و اليوريا ومواد أخرى والتي بدورها قد تؤدي إلـى انخفاض في تيار الانتشار)، (Burtis and Ashwood, 1999). تمت القياسات في الظروف المثلى المثبتـة مسبقا وتم تسجيل النتائج في الجدول (7).

الجدول 7 : قراءات المنحنى القياسي للديكساميثازون بوجود الإدرار.

Conc. ($M \times 10^6$)	pH 7	pH 3
	Ip corr. (nA)	Ip corr. (nA)
0.623	-----	161.8
1.245	-----	191.8
1.865	110.6	401.8
2.486	113.6	541.8
3.106	122.6	631.8
3.724	129.6	761.8
4.342	136.6	801.8
4.959	152.6	971.8
5.576	154.6	1001.8
9.259	313.1	1886.8
12.308	498.1	2441.8
15.337	548.6	-----
R_1 =	0.9785	0.9974
R_2=	0.9824	-----
R_1^2=	0.9575	0.9948
R_2^2=	0.9656	-----

ويرسم العلاقة بين التيار والتركيز تم الحصول على خط مستقيم كما في الشكل (5).وبمعامل ارتباط مقداره (0.9974) عند الدالة الحامضية (3) وتم الحصول على خطين مستقيمين للتركيز من (0.623×10^{-6} إلى 4.959×10^{-6}) مولا ري ومعامل ارتباط (0.9785) وللتركيز من (5.58×10^{-6} إلى 15.34×10^{-6}) مولا ري ومعامل ارتباط (0.9824) عند الدالة الحامضية(7) كما موضح في الشكل (5).



الشكل5: المنحنى القياسي للـديكساميثازون بوجود الإدرار لكل من الدالة الحامضية (7و3).

الانحراف القياسي للـديكساميثازون Standard Deviation of Dexamethasone

تم تسجيل البولاروكرام النبضي المشتق لمحلول (1.24×10^{-5}) مولا ري من آلديكـساميثازون فـي (16) مل من محلول الفوسفات المنظم لكل من الدالتين الحامضيتين (7و3) عند الظروف المثلى وقد أعيـدت هذه التجربة 10مرات متتالية وسجلت النتائج في الجدول (8) ونستنتج من قيمـة الجـدول إن S.D. للدالـة الحامضية (7) أفضل من S.D. للدالة الحامضية (3) وان الطريقة المقترحة ذات توافق جيد.

الجدول 8: الانحراف القياسي والانحراف النسبي.

No.	pH 7		pH 3
	Ip.1 (nA)	Ip.2 (nA)	Ip. (nA)
1	2080	200	3150
2	2100	200	3175
3	2110	200	3100
4	2100	200	3125
5	2150	200	3325
6	2100	200	3325
7	2080	200	3275
8	2010	200	3025
9	2100	200	3025
10	2090	200	3200
S.D.*	60.15		±50. 816
R.S.D.	2.88 %		±1.604%

*ملاحظة:أن قيمة ال.S.D مرتفعة قليلا بسبب تذبذب الفولتية.

توافق الطريقة للـديكساميثازون Precision of the Method

تمت دراسة توافق الطريقة البولاروكرافية لتقدير آلديكساميثازون إذ تم تسجيل البولاروكرام النبـضي المشتق لمحلول (1.24×10^{-5}) مولا ري من آلديكساميثازون في (16) مل من محلول الفوسفات المنظم لكـل من الدالة الحامضية(7 و3) عند الظروف المثلى للقياس. وأعيد القياس(10) مرات متتالية.وتم تسجيل النتائج التي حصلنا عليها في الجدول (9) من خلال قيمة ال.S.D نستنتج إن القياس في الدالة الحامضية (7) أفـضل من القياس في الدالة الحامضية (3).

الجدول 9: دقة الطريقة.

No.	pH 7		pH 3
	Ip.1 (nA)	Ip.2 (nA)	Ip. (nA)
1	2090	200	3240
2	2100	200	3200
3	2080	200	3240
4	2100	200	3240
5	2150	200	3240
6	2100	200	3200
7	2080	200	3280
8	2010	200	3400
9	2100	200	3360
10	2110	200	3400
S.D.	±34.897	-----	±46.536
R.S.D.	±1.668%	-----	±1.450%

تقدير الـديكساميثازون في الشراب

تم تسجيل البولاروكرام النبضـي المشتق لمحـلول (10^{-3}) مولا ري مـن الشراب الحـاوي عـلى آلديكساميثازون في (16) مل من محلول الفوسفات المنظم ذي الدالة الحامضية (7)، وبعد تسجيل قيم التيار قدرت التراكيز المأخوذة (Taken conc.) لإيجاد النسبة المئوية للخطأ في الظروف المثلى المثبتة سُجلـت النتائج في الجدول (10).

الجدول 10: تقدير الديكساميثازون في الشراب.

Taken conc. ($M\times10^6$)	Found conc. ($M\times10^6$)	Ip corr. (nA)	Recovery	%. Error
3.115	3.217	394	103.28	3.279
3.736	4.023	464	107.69	7.692
6.211	6.708	844	108.00	8.000
6.828	6.983	889	102.27	2.273
9.288	8.737	1174	94.06	-6.623
9.901	9.709	1279	98.06	-5.312

إذ نلاحظ من خلال الجدول (10) التقارب الكبير بين التركيز المحسوب (found) والتركيز المأخوذ (Taken) مما يدل على الدقة العالية لطريقة القياس وكذلك على دقة إنتاج الدواء.

تقدير الـ ـ ديكساميثازون في الأقراص

تم تسجيل البولاروكرام النبضي المشتق لمحلـول(10^{-3}) مـولا ري مـن الأقـراص الحاويـة علـى آلديكساميثازون في (16) مل من محلول الفوسفات المنظم ذي الرقم الهيدروجيني (7) وبعد تسجيل قيم التيار قدرت التراكيز المأخوذة (Taken conc.) لإيجاد النسبة المئوية للخطأ. في الظروف المثلى المثبتـة مـسبقا سجلت النتائج في الجدول (11).

الجدول11: تقدير الديكساميثازون في الأقراص.

Taken conc. ($M \times 10^6$)	Found conc. ($M \times 10^6$)	Ip corr. (nA)	Recovery	%. Error
3.115	3.217	402	103.28	3.279
3.736	66.93	462	106.15	6.154
6.211	776.5	702	93.000	-6.999
6.828	536.6	777	95.715	-4.285
9.288	.4218	1132	90.666	-9.334
9.901	9.228	1212	93.204	-6.796

إذ نلاحظ من خلال الجدول (11) التقارب الكبير بين التركيـز المحـسوب (found) والتركيـز المـأخوذ (Taken) مما يدل على الدقة العالية لطريقة القياس وكذلك على دقة إنتاج الدواء.

المصادر الأجنبية

Balaji, K.; Raghunadha, G. V.; Madhusud, T.; Reddy, A.; Reddy, S. J. (2008) . Determination of prednisolone, dexamethasone and hydrocortisone in pharmaceutical formulations and biological fluid sample by voltammetric techniques using B-cyclodextrin modified carbon electrode. *African J. Pharm. Pharmacol*. **2**(8)**,** 157-166.

Burtis, C.A.; Ashwood, E.R. (1999). "Tietz Textbook of Clinical Chemistry". 3rd edn. W.B. Saunder, U.S.A., 185p.

Convigton, T. R.; Dipalma, J. R.; Hussar, D. A.; Lasagna, L.; Talro, D.S.(2002). "Drug Facts and Comparisons", Facts and Comparison®, St. Louis, pp. 358-359.

Eimal, F.; Alpdogan, G. ; Aycan, S.; Sungur, S.(2003). Differential pulse polarographic determination of enalapril maleate. *Turk J. Chem***., 27,** 65-69.

Haggag, R.; Belal, S.; Shaalan, R. (2008). Derivatization with 4-chloro-7-nitro-2,1,3-benzoxadiazole for the spectrophotometry and differential pulse polarography determination of acetylcysteine and captopril. *Sci. Pharm.*,**76,**33- 48.

Hannisdal, A.; Mikklsen, O.; Schrorer, K. H. (2007). Analysis of nicotine in antismoking pharmaceutical products by differential pulse polarography and voltametry. *Analysis of Nicotine*, **72**(9), 1207-1213.

Jain, R.; Mishra, R.; Duived, A. (2009). Voltammetric behaviour of nitrazepam insolubilized systems. *J. Sci. Ind. Rese*. **(68) ,** 540-547.

Kellner, R.; Merment, J. M.; Otto, M.; Widmer, H. M. (1998). "Analytical Chemistry". Wiley-VCH, New York, pp. 277- 281.

Meites, l. (1967). "Polarographic Techniques". 2nd Edn , John Wiley and Sons. Inc., New York, 682p.

Nagel, M. (2008). Criteria for the selection of a suitable RP phase in HPLC. *Shamed with Nucleodur ® examples* , 24.

Perrine, D. D.; Dempsey, B. (1974). "Buffers for pH and metal ion control". Halsted press, a Division of Wiley and Sons , Inc., New York , 138p.

Shareef , N. B. (2001). Polarographic Behavior of Salicyhidene Aniline and it´s Substitutents in Aqueous and Non- Aqueous Media, 2001. M.Sc. Thesis , University of Mosul, and references there in.

Sweetman, S. C. (2005). "Martindale", 34th edn., The Pharmaceutical Press, London, pp.1097-1099.

Tayside , N. (2006). Dexamethasone (DECADRON®): http://www.dundee.ac.uk/medtuer/tayendoweb images/dexamethasone.com.htm