

## دراسة كهروكيميائية لإرجاع المركب الدوائي سبيرونولاكتون على سطح مسرى الكربون الزجاجي GC في الوسط المعتدل

د. ديب باكير\* د. شعيب الأحمد\*\* عبدالله عريش\*\*\*

### ملخص البحث:

تناول هذا البحث دراسة الإرجاع الكهروكيميائي للمركب الدوائي سبيرونولاكتون بوجود وسط معتدل من ملح كلوريد البوتاسيوم بتركيز (0.5 M) ككهرليت داعم على مسرى GC (الكربون الزجاجي) بالاعتماد على الطريقة الفولتومترية الحلقية، وقد أظهرت الدراسة وجود موجة كاثودية-يعزى السبب في ذلك لنقل الكترولين- ناتجة عن عملية إرجاع مجموعة الكربونيل إلى مجموعة كحول ثانوي، كما تم تحديد الحركة التي يخضع لها تفاعل الإرجاع وتبين أنه يخضع للحركة الانتشارية، وكانت أفضل سرعة مسح كموني هي 100 mv/s، وتم دراسة تأثير تغير التركيز على عملية الإرجاع وكانت العلاقة بين التركيز والتيار خطية ضمن المجال المدروس، وكما تم تحديد سبيرونولاكتون كمياً في بعض المستحضرات الصيدلانية الحاوية عليه (ALCTONE 50mg و DIURACTNE 25mg) باستخدام تقانة الفولط أمبيرو مترية الحلقية واستخدمت طريقة الإضافات القياسية، وكانت الطريقة المقترحة متناسبة مع الدواء سبيرونولاكتون وتساهم في فهم سلوك الدواء داخل الخلية الكهروكيميائية.

**الكلمات المفتاحية:** سبيرونولاكتون، مسرى الكربون الزجاجي، الطريقة الفولتومترية الحلقية، الحركة الفيزيائية للسبيرونولاكتون.

\*أستاذ في الكيمياء الفيزيائية، كلية العلوم-جامعة البعث.  
\*\*عضو الهيئة التدريسية- في الجامعة الوطنية الخاصة في حماه.  
\*\*\*معيد في جامعة تشرين-كلية العلوم- قسم الكيمياء الفيزيائية.

## Electrochemical Study to Reduction pharmaceutical composite Spironolactone On The Surface Glass Carbon electrode in Moderate Medium

**Dr. Dib Baker.\***

**Dr. Shuaib Ahmad.\*\***

**Abdullah Arbish.\*\*\***

### Abstract

This research deals with the study of electrochemical reduction of spironolactone in the presence of an Moderate medium of potassium chloride with a concentration of (0.5 M) as a supporting electrolyte on the Glass Carbon electrode, depending on the cyclic voltammetric method. The study showed the presence of a cathodic wave-the reason for this is attributed to the transmission two electrons-resulting from the process of reduction a carbonyl Group to a secondary alcohol group, the kinetics to which the reduction reaction is subjected were also determined and it was found that it is subject to diffusional kinetics, the best potential scanning speed was 100 mv/s, the effect of the changing the concentration on the reduction process was studied and the relationship between the concentration and the current is linear within the studied range, Spironolactone was also determined quantitatively in some pharmaceutical preparations containing it (ALCTONE 50mg, DIURACTNE 25mg), Using the cyclic voltammetry technique and the standard addition method was used, the proposed method was compatible with the drug spironolactone and contributes to understanding the behavior of the drug inside the electrochemical cell.

**Key words:** spironolactone, Glass Carbon electrode, cyclic voltammetry, physical kinetic for spironolactone.

---

\*professor of physical chemistry, Faculty of science, AL-Baath University.

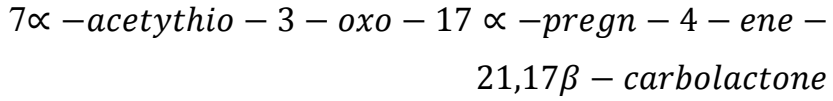
\*\*Member of the teaching staff at the National private University in Hama.

\*\*\*Teaching Assistant at Tishreen University faculty of Science.

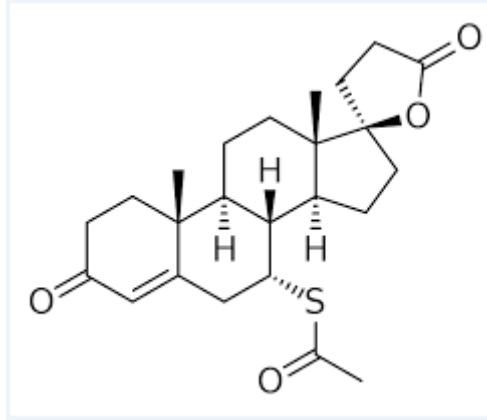
## 1- المقدمة:

يعتبر المركب سبيرونولاكتون استر حلقي يكون بشكل مسحوق أبيض أو أبيض مصفر عديم الرائحة غير ذائب في الماء وقليل الذوبان في الايتر ولكنه يذوب في الإيثانول والميثانول والكلوروفورم. [1]

الاسم العملي للسبيرونولاكتون: [17]



له الصيغة الكيميائية نصف المنشورة التالية:



يصنف الدواء سبيرونولاكتون علاجياً ضمن صنف المدررات وهي الأدوية التي تزيد إفراز وطرح الأدرار. [2]

يستخدم سبيرونولاكتون لعلاج ارتفاع ضغط الدم وقصور القلب، ويعمل على منع السكتات الدماغية والنوبات القلبية ومشاكل الكلى، يستخدم أيضاً لعلاج التورم (الوذمة) الناجم عن حالات معينة (مثل قصور القلب وأمراض الكبد). [3]

لجأ الكيميائيون الى تحديد سيبرونولاكتون في العديد من المستحضرات الصيدلانية سواء لوحده أو ضمن عينات حيوية حاوية عليه مستخدمين عدة طرائق مثل الطرائق الطيفية [4] وطريقة الكروموتوغرافيا السائلة [5] التي تتطلب الكثير من الوقت، لذا توجهت الأنظار الى استخدام تقنيات التحليل الكهربائي التي تميزت بحساسيتها العالية بالإضافة الى أنها لا تحتاج الى زمن طويل وأقل كلفة مقارنة بالطرائق الأخرى.[6]

تعد الطرائق الكهروكيميائية من أهم طرائق التحليل وذلك لدقتها العالية وفعاليتها الكبيرة في تحديد مادة كيميائية ضمن مزيج كبير من المواد المختلفة وهو ما يعرف بانتقائية الطريقة التحليلية، ومن أهم هذه الطرائق:

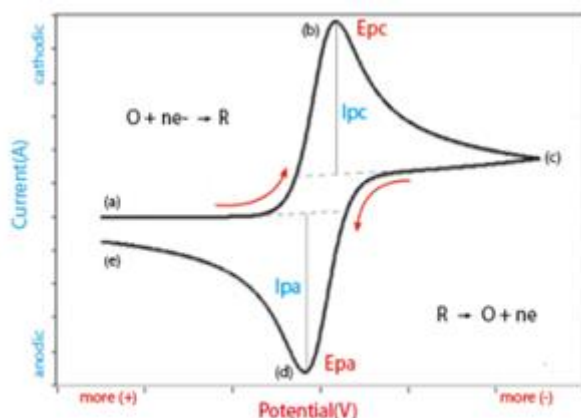
## 2- الطريقة الفولتومترية الحلقية **Cyclic Voltammetry Method**:

يُعد التحليل بالطريقة الفولط أمبيرو مترية الحلقية (CV) الأهم بين طرائق التحليل الفولط أمبيرو متري لأنه يمكن الاعتماد عليه في الحصول على معلومات عن المادة المدروسة وهي : طبيعة التفاعلات الكهروكيميائية الحاصلة عند سطح المسرى (هل هو تفاعل أكسدة أو تفاعل إرجاع أم كلاهما)، ويمكن معرفة ميكانيكية التفاعلات الكهروكيميائية الحاصلة، كما يمكن معرفة عدد الإلكترونات المتبادلة في التفاعل الكهروكيميائي وفي حساب بعض الثوابت الترموديناميكية وإجراء الدراسات الحركية [8] و [7] .

تعد الطريقة الفولتومترية الحلقية نوع من القياسات الكهروكيميائية الجهدية الحركية. وبداية ظهور هذه التقنية كان في عام 1938م عندما ذكره ووصفه Randles، وفي هذه الطريقة يتم قياس شدة التيار المتدفق بين الإلكترود العامل (الذي يتم مراقبة جهده بتوصيله بالإلكترود المرجعي) والإلكترود المساعد وذلك تحت تحكم مقياس الجهد potentiostat، ومن الفولتاموغرام يتم تقدير الجهود التي تحدث عندها العمليات الكهروكيميائية المختلفة [9].

في هذه التقنية يمسح الكمون باتجاه واحد ( باتجاه الكمونات الأكثر سلبية) أولاً ويدعى اصطلاحاً بالاتجاه الأمامي للمسح بعدها يمسح بالاتجاه الاخر ( باتجاه الكمونات الأكثر ايجابية يدعى بالاتجاه المعاكس) حيث يقاس التيار أثناء المسح ويمكن أن تستخدم حلقة كاملة أو جزئية أو عدة حلقات، يوضح الشكل رقم (1) شكل الموجة الفولتومترية : [11]

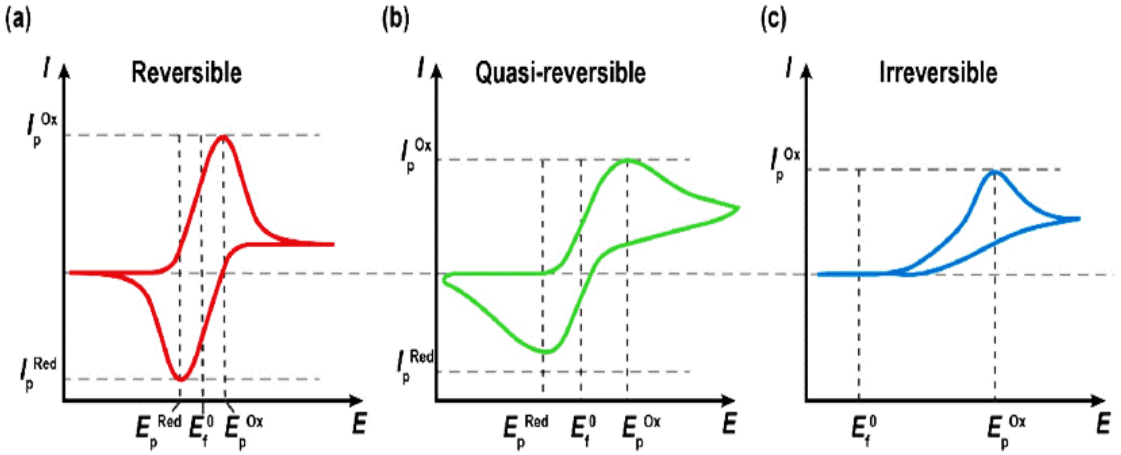
[10]



### الشكل (1) الموجة الفولط أمبيرو مترية بالطريقة الفولتومترية الحلقية

نلاحظ من الشكل أن المقادير المهمة في البولاروغرام الحلقي كمنون الذروة الكاثودي  $E_{pc}$  وكمون الذروة الأنودي  $E_{pa}$  فعندما يكون التفاعل عكوساً فإن تيار الذروة الكاثودي والأنودي يكونان متساويين تقريباً في القيمة المطلقة ولكنهما يتعاكسان في الإشارة.

توجد ثلاثة أشكال للمنحنيات الفولط أمبيرو مترية الحلقية وهي تختلف باختلاف نوع التفاعل الكهروكيميائي وهي: منحنى تفاعل عكوس (reversible) أو شبه عكوس (quasi-reversible) أو غير عكوس (irreversible) [12]. كما في الشكل



الشكل (2): أشكال منحنيات الفولط أمبيرومترية الحلقية

## 2-1 تطبيقات ومزايا الطريقة الفولتومترية الحلقية :

تستعمل هذه الطريقة لتمثيل نظام الأكسدة و الإرجاع، كما يسمح بإعطاء معلومات حول عدد مراحل التفاعلات الكهروكيميائية المدروسة، ويسمح بمعرفة ميكانيكية الانتقال الالكتروني، بالإضافة لدراسة الخواص الكهروكيميائية للمواد المراد تحليلها، والبحث عن المواد المقاومة للصدأ ( التآكل يكون نتيجة لسلسلة من التفاعلات الكهروكيميائية والكيميائية)، ومن أهم التطبيقات الفولط أمبيرومترية تحديد آثار المعادن مثل الذهب من أكسدة و إرجاع هذه المواد الكيميائية، وإنتاج أنواع جديدة من البطاريات التي يمكنها تخزين كميات كبيرة من الطاقة، كما استخدمت مؤخرا في تقدير فعالية المواد المضادة للأكسدة في المجال الحيوي [13].

## 3- الدراسات المرجعية:

❖ تم تطوير طريقة قياس الفولتيميتر الحساسة والموثوقة لتحديد عقار السبيرونولاكتون، تعتمد هذه الطريقة على التراكم الامتزازي للدواء عند مسرى من الزئبق (HDME) ومسرى مقارن من Ag/AgCl ثم بدء مسح سلبي مما ينتج عنه ذروة كاثودية عند 1000 mv. وكان تيار الامتزاز الذي تم تسجيله يتناسب بشكل خطي مع تركيز السبيرونولاكتون [14].

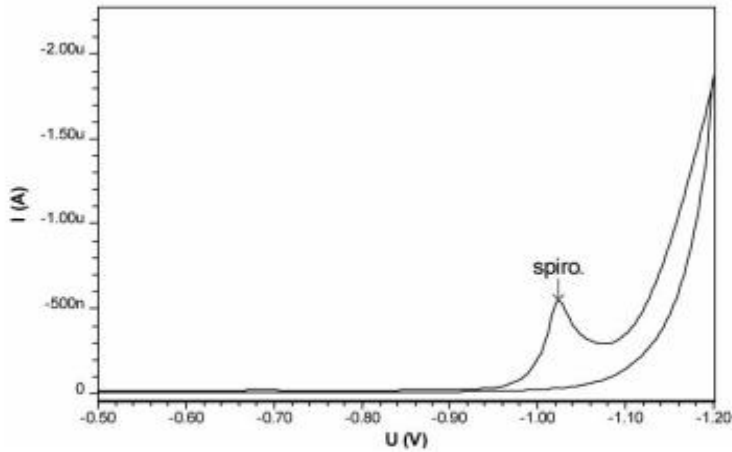


Figure 1. Cyclic voltammogram of  $1 \times 10^{-4} \text{ mol l}^{-1}$  spironolactone in pH 2.5 B-R buffer, scan rate  $50 \text{ mV sec}^{-1}$ .

❖ درس الارجاع الالكتروكيميائي لعقار سبيرونولاكتون في محلول برايتون-روبسون (BR) ذو درجة الحموضة PH تتراوح بين 2-11 عن طريق قياس الفولتيميتر التفاضلي للنبضة الكاثودية (DPCV<sub>s</sub>) وقياس الجهد الدوري (CV)، باستخدام المسرى الزئبقي (HDME) ومسرى Ag/AgCl كمسرى مقارن، تم تطبيق الطريقة بنجاح لتحليل بقايا السبيرونولاكتون في مياه الصرف الصناعي .

[15]

❖ درس السلوك الكهروكيميائي لمركب السبيرونولاكتون باستخدام العديد من التقنيات الكهروكيميائية (CV, DP) على مسرى كهربائي يعمل بأغشية ملغمة من الفضة HG(Ag)FE من أجل الحصول على حد منخفض للكشف عن السبيرونولاكتون، ودرست الحركية التي يخضع لها تفاعل الإرجاع وتبين أنه يخضع للامتزاز. كما تبين أن عملية الإرجاع تتعلق بدرجة حموضة الوسط وكانت أفضل النتائج عند (PH=4.6) [16].

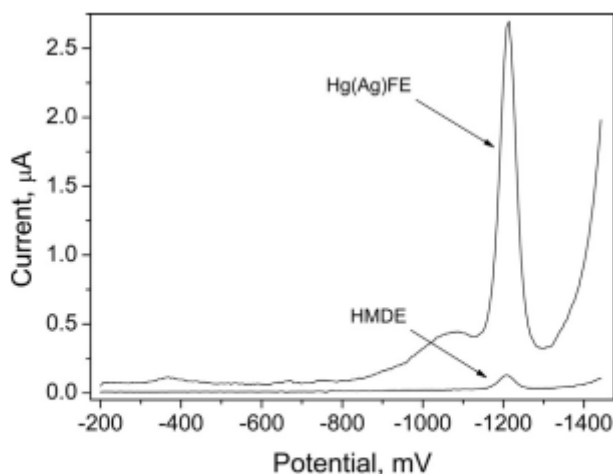


Fig. 1. Comparison of DP voltammograms obtained for 1.0  $\mu\text{M}$  spironolactone in 0.03 M acetate buffer (pH 4.6) for HMDE and Hg(Ag)FE electrode. The electrode areas were 15.3  $\text{mm}^2$  for the (Hg(Ag)FE) and 1.6  $\text{mm}^2$  for the HMDE.

❖ درس Gabriel H.Ribeiro وآخرون عام 2015 الكاتيكول الهيدروكينون باستخدام قطب كربون زجاجي معدل، عن طريق قياس الفولتميتر الدوري وأظهرت النتائج زوجين من قمم الأكسدة والإختزال المميزة جدا للعمليات الكهروكيميائية للكاتيكول الهيدروكينون [17].



## 4- الهدف من البحث :

- 1- دراسة الإرجاع الكهركيميائي للسبيرونولاكوتون في الوسط المعتدل باستخدام الطرائق الكهركيميائية والتي تعتبر من أهم الطرائق التحليلية وذلك بسبب كلفتها المنخفضة وسهولة استخدامها إضافة إلى بساطتها.
- 2- تحديد الحركة التي يخضع لها التفاعل الكهركيميائي.
- 3- دراسة تأثير تغير التركيز على عملية الإرجاع الكهركيميائي.
- 4- تطبيق الطريقة على المستحضرات الدوائية الحاوية على مادة السبيرونولاكوتون

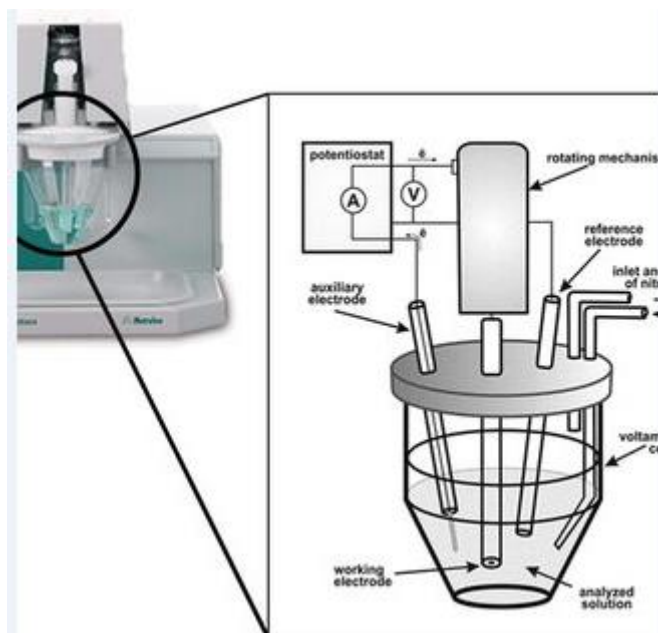
## 5- التجهيزات والأدوات المستخدمة:

استخدم في إنجاز هذا العمل المحطة الفولط-أمبير مترية باستخدام الطريقة الفولط-أمبير مترية الحلقية (Cyclic voltammetry) على جهاز Metrohm Computrace 797 VA السويسري الذي يعمل على مسرى الزئبق، بالإضافة إلى مجموعة من المساري الخارجية الصلبة مثل الذهب والبلاتين والكربون الزجاجي والجرافيت عالي الحساسية وكان المسرى المقارن (Ag/AgCL) ويمكن استخدام العديد من التطبيقات: Stripping, voltammetry, polarography كما تمكنا من رسم العديد من المخططات البولاروغرافية أهمها النبضي العادي (NPP)، والنبضي التفاضلي (DPP)، والمنحني الفولط أمبيرو متري الحلقي (Cyclic voltammetry). يمكن إجراء التحليل عند كمون ثابت أو تيار ثابت، أو تغير الكمون بالسرعة المطلوبة وتسجيل التيار المقابل بجملة إحداثيات (تيار-كمون).

ومن خلال نظام العمل يمكن وضع البارامترات المختلفة مثل كمون بداية وكمون نهاية المنحني الفولط أمبيرو-مترى وسرعة المسح وزمن القرقرة. يوضح الشكل رقم (3) صورة لجهاز Metrohm مع المساري الخارجية التي زود بها.



الشكل (3): صورة فوتوغرافية لجهاز Metrohm Computrace 797 VA المستخدم في التحليل.



الشكل(4): المساري الخارجية التي يزود بها جهاز Metrohm Computrace 797

.VA

### 6- المواد الكيميائية المستخدمة:

تمتاز جميع المواد المستخدمة بأنها عالية النقاوة، والماء المستخدم ماء ثنائي التقطير، وهي: المادة الدوائية سيبرونولاكتون **Spironolactone** نقاوته % 98، يكون على شكل مسحوق أبيض، من إنتاج شركة ميديكو (حمص-سوريا).

الكهرليات المستخدمة **KCL** نقاوته % 99، من إنتاج شركة MERCK الألمانية، الإيثانول **Ethanol** تركيزه 99 %، وكثافته  $0.791 \text{ g/cm}^3$  من إنتاج شركة Honeywell.

## 6-1 تحضير المحاليل القياسية:

أ- المحلول القياسي الأم للمادة الدوائية سبيرونولاكتون:

حضر محلول عياري من (SP) بتركيز ( $10^{-2}M$ ) عن طريق إذابة (0.0425g) من مسحوق (SP) في كمية قليلة من الإيثانول بعدها سخن المحلول عند درجة حرارة  $60^{\circ}C$  لمدة لا تتجاوز ثلاث دقائق (حتى انحلال السبيرونولاكتون) ثم أكمل الحجم الى 10 ml من الإيثانول.

ب- تحضير محلول ملح كلوريد البوتاسيوم KCL:

تم تحضير محلول ملح كلوريد البوتاسيوم بحجم (100 ml) وتركيز (1 M) عن طريق إذابة (7.5252 g) من ملح كلوريد البوتاسيوم الصلب في كمية قليلة من الماء ثنائي التقطير ثم نُقلت المحتويات الى دورق حجمي سعة 100 ml وأُكمل حتى علامة السعة بالماء ثنائي التقطير.

## 7- النتائج والمناقشة:

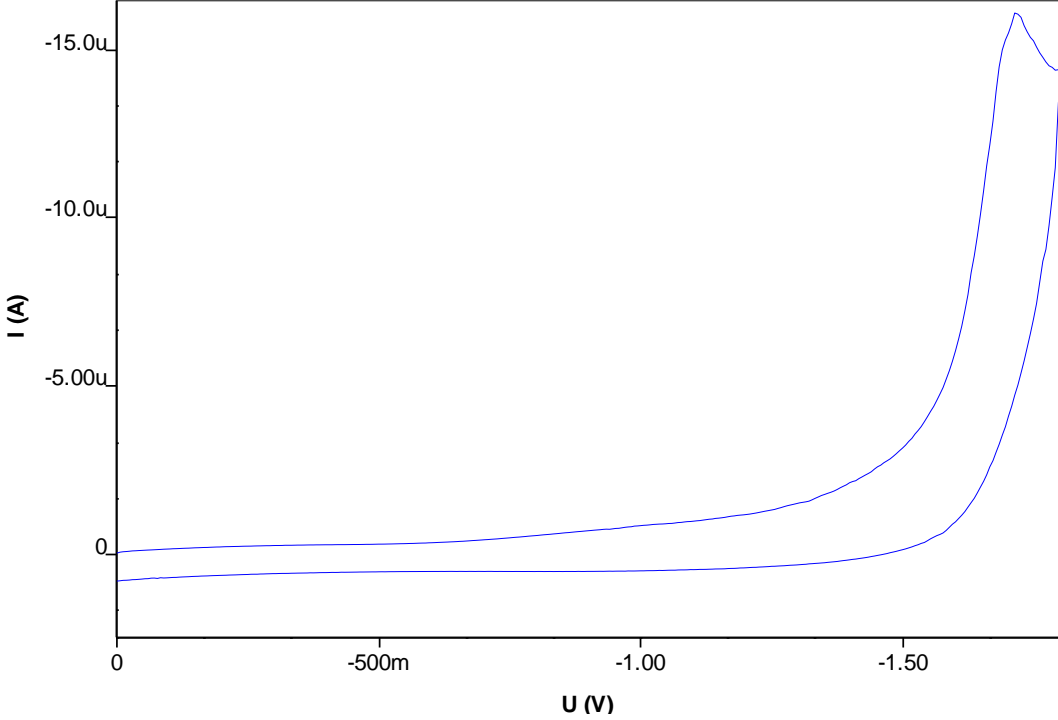
كانت النتائج والمناقشة على النحو الآتي:

أولاً: الإرجاع الكهروكيميائي للسبيرونولاكتون في الوسط المعتدل على مسرى الكربون الزجاجي:

درس الإرجاع الكهروكيميائي للمجموعة الكيتونية في السبيرونولاكتون بتركيز ( $10^{-3}M$ ) في الوسط المعتدل بوجود KCL ككهرليت داعم، على مسرى الكربون الزجاجي، معتمدين الطريقة الفولط-أمبيرو مترية الحلقية وحددت البارامترات التالية : كمون بداية الإرجاع (0.0 V)، كمون نهاية الإرجاع (V -1.8)، معدل المسح

(80 mv/s)

كما تم التخلص من الأكسجين المنحل بقرقرة المحلول بغاز الازوت النقي لمدة خمس دقائق، وتم الحصول على المنحني الموضح في الشكل:

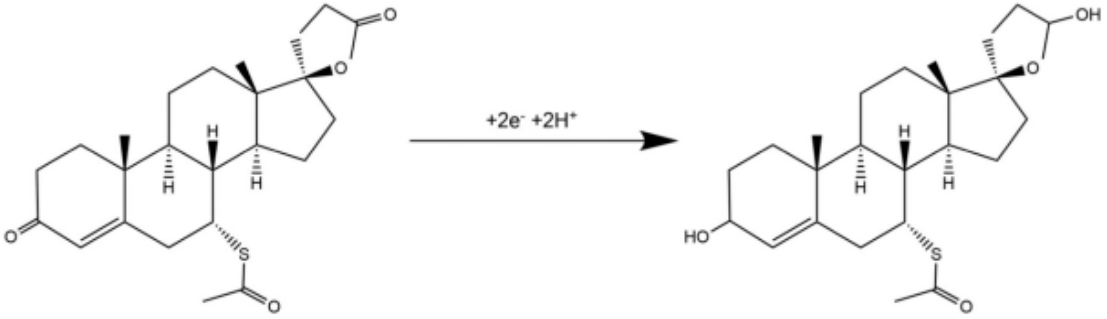


الشكل (5): المنحني الفولتامetri لإرجاع السيرونولاكوتون (3-10 M) في وسط معتدل (KCL 0.5 M) على مسرى الكربون الزجاجي باستخدام الطريقة الفولتومتريّة الحلقية.

يبين الشكل ظهور موجة كاثودية غير عكوسة عند المسح باتجاه الكمونات الأكثر سلبية حيث بدأ تيار هذه الموجة بالارتفاع تدريجياً واستمرت بالازدياد حتى ظهور التيار الحدي عند قيمة كمونية ( $-1.72 \text{ V}$ ).

كما يلاحظ من الشكل الموجة البولاروغرافية ثبات التيار الحدي عند هذه القيمة بينما لم يلاحظ ظهور أية موجة عند عودة المسح باتجاه الكمونات الأكثر ايجابية، ومن الشكل نجد أن قيمة التيار الحدي تساوي  $(-16.1 \mu A)$ .

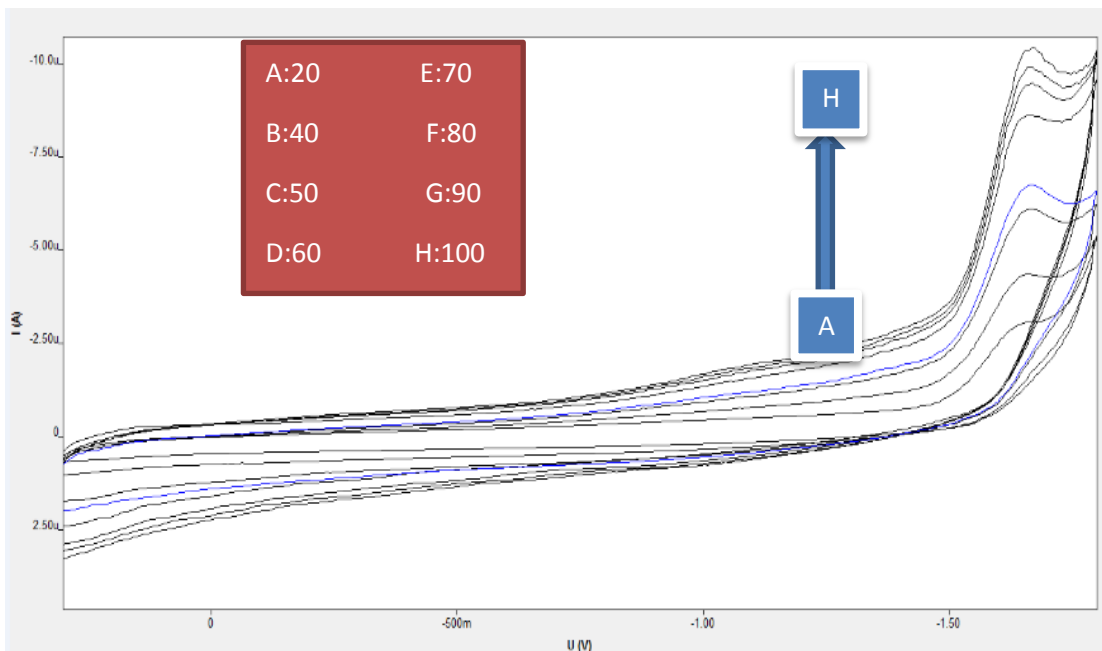
توافق هذه الموجة نقل الكترولين وهذا يوافق إرجاع مجموعة الكيتون إلى مجموعة كحول ثانوية وفق المعادلة التالية:



ثانياً: تأثير معدل المسح الكموني في الإرجاع الكهروكيميائي للسبيرونولاكتون في الوسط المعتدل على مسرى الكربون الزجاجي:

لتحديد آلية انتقال جزيئات السبيرونولاكتون من عمق المحلول إلى سطح المسرى درس تأثير معدل المسح على الإرجاع الكهروكيميائي للسبيرونولاكتون بوجود KCL على مسرى الكربون الزجاجي باستخدام الطريقة الفولط أمبير مترية الحلقية اعتماداً على دراسة ارتفاع تيار الذروة مع تغيير معدلات المسح وطبق من أجل ذلك سرعة المسح التالية (20 , 40 , 50, 60 , 70, 80 , 90, 100 mv/s)

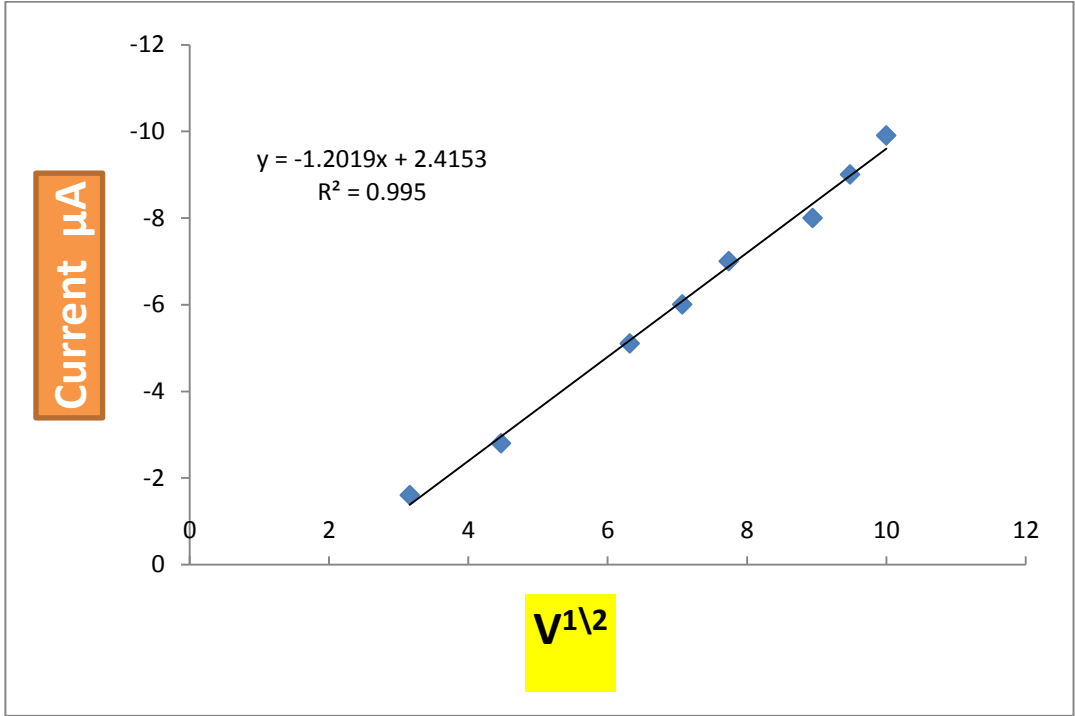
كما حدد كمون بداية الإرجاع (0.0 V) وكمون نهاية الإرجاع (V -1.8) وتم التخلص من الاكسجين المنحل بقرقرة غاز الازوت لمدة خمس دقائق فتم الحصول على الشكل التالي:



الشكل (6): المنحنيات الفولتومترية الحلقية لتأثير معدلات مسح كمونية مختلفة (20,40,60,80,100 mv/s) على الإرجاع الكهروكيميائي للسيرونولاكتون في وسط معتدل KCL(0.05 M) على مسرى الكربون الزجاجي.

- ❖ يبين الشكل ظهور موجة كاتودية غير عكوسة عند جميع معدلات المسح المطبقة كما لوحظ ارتفاع قيم التيار مع ازدياد معدلات المسح.
- ❖ وكما هو ملاحظ كانت أفضل سرعة مسح كموني عند 100 mv/s.

- ❖ ولتوضيح طبيعة العلاقة بين تغيرات القيم الحدية للتيار مع معدلات المسح، تم رسم تابعة القيم الحدية للتيار والجذر التربيعي لمعدلات المسح المختارة فصلنا على الشكل التالي:



الشكل (7): تابعة القيم الحدية للتيار إلى الجذر التربيعي لمعدلات المسح المطبقة عند إرجاع السبيرونولاكوتون ( $10^{-3} M$ ) على مسرى الكربون الزجاجي

- ❖ يبين الشكل أن العلاقة بين الجذر التربيعي لمعدلات المسح والقيم الحدية للتيار خطية، وكانت المعادلة الخطية من الدرجة الأولى

$$(y = -1.2019x + 2.4153) \text{ وبارتباط وثيق } (R^2 = 0.995)$$

- ❖ ومن هنا يمكننا القول أن تفاعل الإرجاع للسبيرونولاكوتون في الوسط المعتدل على الكربون الزجاجي وضمن الشروط المذكورة محكوم بالحركية الانتشارية.



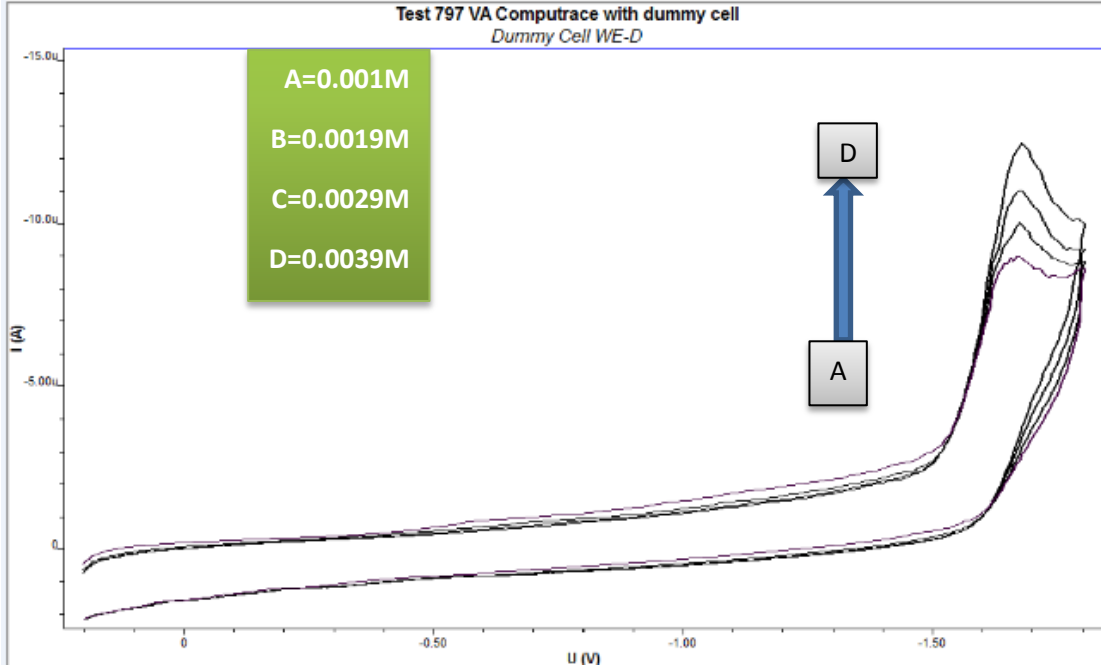
ثالثاً: دراسة تأثير تغير التركيز على الإرجاع الكهروكيميائي للسبيرونولاك톤 في

الوسط المعتدل على مسرى الكربون الزجاجي:

بما أن تفاعل الإرجاع يتم وفق الحركية الانتشارية، وبالتالي فإن عملية الإرجاع تتأثر بتركيز المادة الموجودة على سطح الإلكترود، لذا تم التأكيد على هذه النتيجة من خلال دراسة تغير التراكيز للسبيرونولاك톤 في الوسط المعتدل وذلك على مسرى الكربون الزجاجي بالطريقة الفولط-أمبير مترية الحلقية حيث تم اعتماد طريقة الاضافات القياسية بتراكيز مختلفة من السبيرونولاك톤:

(A=0.001M, B=0.0019M, C=0.0029M, D=0.0039M)

وقد تم الحصول على المنحنيات الموضحة في الشكل:



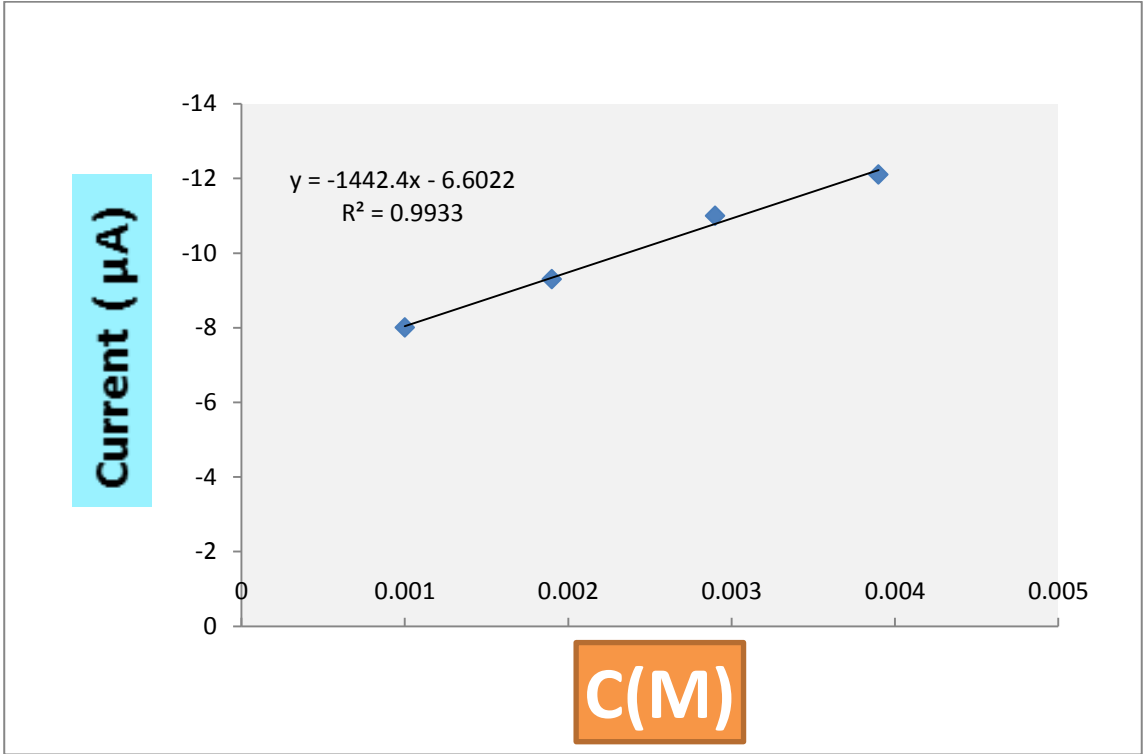
الشكل (8): المنحنيات الفولتومترية الحلقية لتراكيز مختلفة من

سبيرونولاك톤 (A=0.001M, B=0.0019M, C=0.0029M, D=0.0039M)

في وسط معتدل على مسرى الكربون الزجاجي

دراسة كهروكيميائية لإرجاع المركب الدوائي سبيرونولاك톤 على سطح مسرى الكربون الزجاجي  
GC في الوسط المعتدل

نلاحظ من الشكل زيادة القيم الحدية للتيار مع زيادة التركيز ولتحديد تابعة القيم الحدية للتيار الى التراكيز تم رسم العلاقة بين تغير التركيز وقيم التيار الموضحة كما هو في الشكل:



الشكل(9): تابعة القيم الحدية للتيار الى تراكيز مختلفة من السبيرونولاك톤 في وسط معتدل على مسرى الكربون الزجاجي

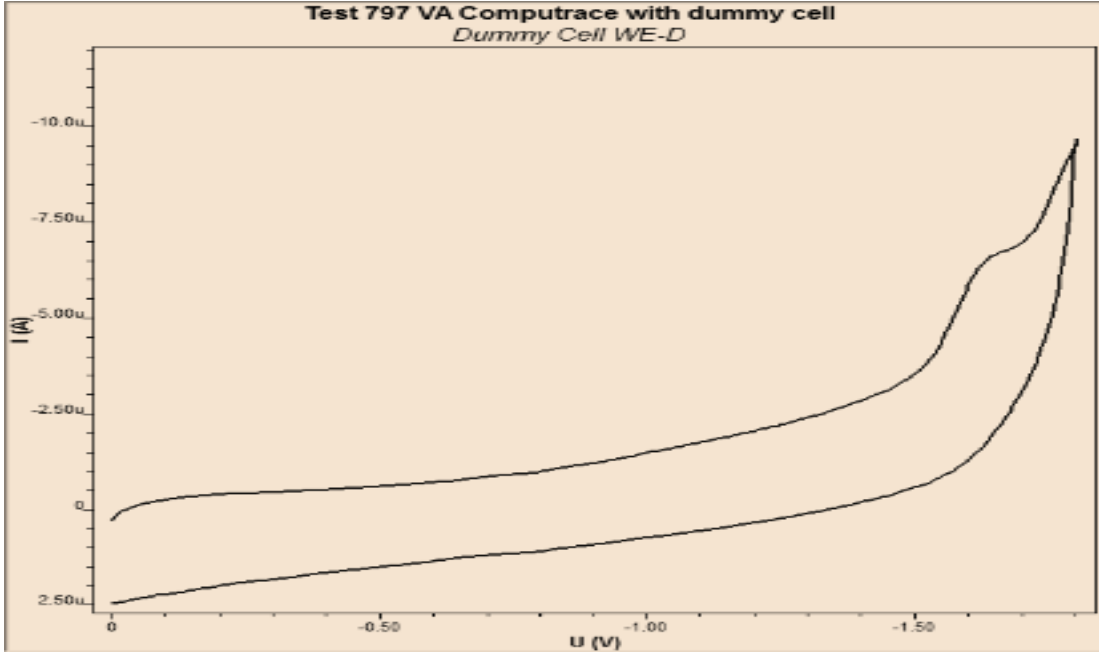
يوضح الشكل أن تابعة القيم الحدية للتيار والتركيز خطية ضمن المجال المذكور، المعادلة الخطية من الدرجة الأولى

$$(Y = -1442.4X - 6.6022) \text{ ومعامل الارتباط } (R^2 = 0.9933).$$

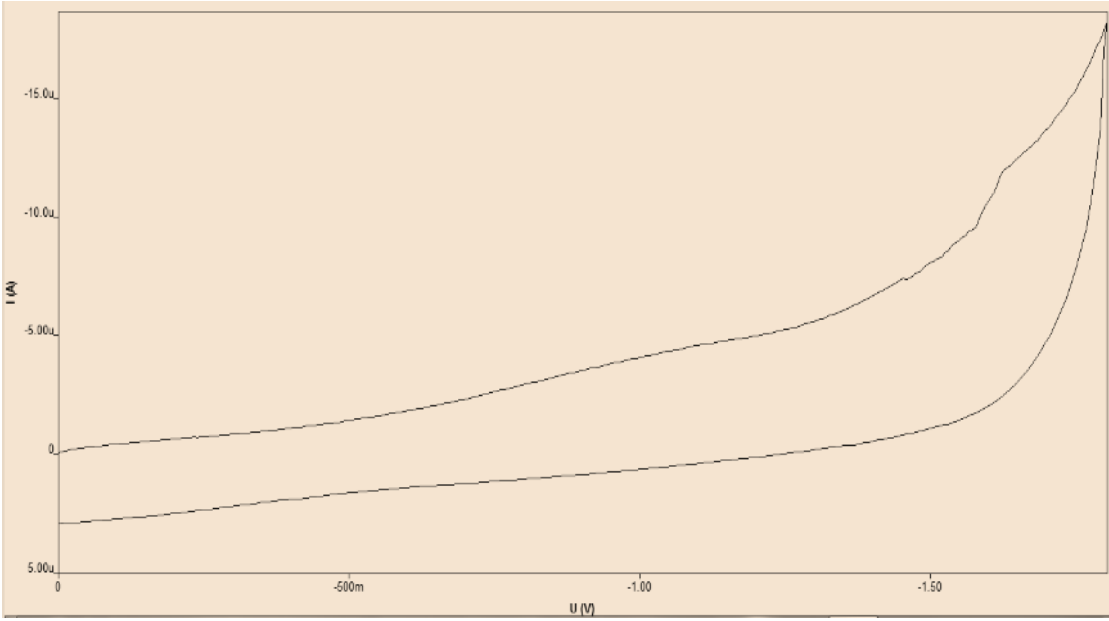
رابعاً: تحديد سيبرونولاكتون كميًا في العينة الواقعية في الوسط المعتدل على

### مسرى الكربون الزجاجي :

من اجل تحديد قابلية تطبيق الطريقة الكهروكيميائية المقترحة في تحليل العينات الدوائية تم تحليل عينتين دوائية تجاريتين تحتويان على سيبرونولاكتون (عينة A، عينة B) ومن أجل ذلك تم أخذ خمس حبات من الدواء طحنت إلى مسحوق ثم أخذت عينة وسطية منها، وأذيت ب(10 ml)إيثانول، وأكمل الحجم حتى 30 ml باستخدام محلول معتدل من ملح كلوريد البوتاسيوم (0.05 M) KCL. تم تحريك محتويات المحلول للتأكد من ذوبان العينة بشكل كامل، تم بعدها ترشيح المحلول ثم نقل (1 ml) من المحلول إلى دورق حجمي سعته 10 ml، وأكملنا الحجم باستخدام محلول معتدل من ملح كلوريد البوتاسيوم (0.5 M) KCL، ثم تم تسجيل المنحني الفولتومتري لكلا العينتين في الوسط المعتدل كما هو موضح في الشكلين (10) (11):



الشكل(10): المنحني الفولتامتري لإرجاع دواء سيبرونولاكتون (عينة A) في وسط معتدل، معدل المسح (100 mv/s) على مسرى الكربون الزجاجي.



الشكل (11): المنحني الفولتامتري لإرجاع دواء سبيرونولاكتون (عينة B) في وسط معتدل، معدل المسح (100 mv/s) على مسرى الكربون الزجاجي.

ثم باستخدام الشكلين السابقين تم تحديد قيمة التيار الحدي الموافق لإرجاع السبيرونولاكتون في العينتين التجاريتين، ثم تم حساب قيمة التركيز الموافقة للتيار وأخيرا تم تحديد النسبة المئوية للمادة الفعالة ضمن العينات التجارية وفق العلاقة:

$$\frac{I_p (\text{Sample})}{I_p (\text{st.})} \times \frac{C (\text{sample})}{C (\text{st.})} \times 100$$

حيث:

$I_p$  (sample) - شدة التيار للعينة.

$I_p$  (st.) - شدة التيار للعياري.

$C_{st}$  - تركيز العياري.

$C_{sample}$  - تركيز العينة.

وتبين أن الدواء عينة A يحتوي على % 98.1 نسبة مئوية من المادة الفعالة في حين يحتوي دواء عينة B على % 94.9 وبالتالي فإن هذه النسب تقع ضمن المجال النموذجي المسموح به وفق دستور الأدوية الأمريكي ( United States pharmacopeiao 41 and the National Formula 36 ) إذ حدد الدستور المجال النموذجي المسموح به لنسبة المادة الفعالة (سبيرونولاكتون) (% 90 - 110) ضمن العينات التجارية أي أن هذه الأدوية مطابقة للشروط [18].

#### الاستنتاجات:

اهتم هذا البحث بدراسة الإرجاع الكهروكيميائي للمجموعة الكيتونية في مركب السبيرونولاكتون في الأوساط المعتدلة حيث تم استخدام محلول من ملح كلوريد البوتاسيوم KCL بتركيز (0.5 M) ككهرليت داعم على مسرى الكربون الزجاجي GC باستخدام الطريقة الفوط أمبير مترية الحلقية فتم الحصول على النتائج التالية:

1- يعد الوسط المعتدل وسطاً مثالياً لإرجاع المجموعة الكيتونية إلى مجموعة كحول ثانوية في المركب الدوائي سبيرونولاكتون.

2- يخضع تفاعل الإرجاع الكهروكيميائي للسيبرونولاكتون في الوسط المعتدل إلى الحركية الانتشارية (هي المرحلة المحددة لسرعة التفاعل).

3- تم دراسة تأثير تغير التركيز على عملية الإرجاع الكهروكيميائي، حيث استخدمنا طريقة الإضافات القياسية، وكانت العلاقة بين تغير التركيز والتيار خطية ضمن المجال المدروس.

4- تحديد سيبرونولاكتون كمياً في عينة تجارية حاوية عليه، وكانت الطريقة المقترحة متناسبة مع الدواء سيبرونولاكتون وتساهم في فهم سلوك الدواء داخل الخلية الكهروكيميائية وتساعد الباحثين في المستقبل في إجراء دراسات أخرى.

#### التوصيات:

1- نوصي بتطبيق الطريقة الكهروكيميائية المذكورة أعلاه في التحديد الكيفي والكمي للمادة الفعالة دوائياً (سيبرونولاكتون) في العديد من المستحضرات الصيدلانية التجارية.

2- نوصي بتعديل المساري وتحضير مساري جديدة ودراسة السلوك الكهروكيميائي للسيبرونولاكتون عليها.

- [1] Hossain,F., (2008). **Determination of Micro Amount Of Spironolactone In Some Of pharmaceutical Prepare By Using a Molecular Luminescence Technique** Journal 5(1) 2008.
- [2] N.Chapman, J. Dobson, S. Wilson, B. Dahlof, P.S. Sever, H. Wedel, N. R. Poulter, (2007). **Effect of spironolactone on blood pressure in subjects with resistant hypertension**, Hypertension 49 (2007) 839–845.
- [3] I. Baranowska, A. Wilczek, J. Baranowski, **Rapid UHPLC method for simultaneous determination of vancomycin, terbinafine, spirononlactone, furosemide and their metabolites: application to human plasma and urine**, Anal. Sci. 26(2010) 755–759
- [4] V.R. Ram, P.N. Dave, H.S. Joshi, **Development and validation of a stability–indicating HPLC assay method for simultaneous determination of spironolactone and furosemide in tablet formulation**, J. Chromatoger. Sci. (2012) 721–726.
- [5] N. Sultana, M.S. Arayne, B. Iftikhar, **Simultaneous determination of atenolol, rosuvastatin, spironolactone,**

**glibenclamide and naproxen sodium in pharmaceutical formulations and human plasma by RB-HPLC**, Chin Chem. Soc. 55 (2008) 1022-1029.

[6] M.L. Luis, J. M. Garcia, F. Jimenez, et al., **Simultaneous determination of chlorthalidone and spironolactone with uni-variate and multivariate calibration: wavelength range selection**, J. AOAC Int. 82 (1999) 1054-1063.

[7] Alabid, K., & Nasser, H. (2023). **Determination of 2,4-dinitrophenylhydrazine using carbon paste modified with nanoparticles by cyclic voltammetry methods**. Analytical Methods in Environmental Chemistry Journal,6(03), 19-35.

<https://doi.org/10.24200/amecj.v6.i03.245>

[8] Alabid, K., & Naseer, H. (2023). **Modified carbon paste electrode based on nanotechnology for determination phenol in the liquid solutions by cyclic voltammetry and comparing to high-performance liquid Chromatography**. Analytical Methods in Environmental Chemistry Journal, 6(02), 55-70

<https://doi.org/10.24200/amecj.v6.i02.240>



- [9] jean-Louis Bagot, Methode electrochimiques d'analyse.
- [10] عصام القلق، جمال حمدو، التحليل الآلي (1)، منشورات جامعة دمشق -2011-2012.
- [11] Nicholson .R , 1965 , Theory and application of cyclic voltammetry for Measurement of electrode reaction Kinetics. Analytical chemistry, p.1351-1355.
- [12] العبيد خليل، ناصر هاجر، مله حسن كريمي، 2024 ، تصنيع مساري انتقائية لبعض الملوثات العضوية باستخدام تقانة الفولط أمبيرومترية ، أطروحة دكتوراه ، منشورات جامعة تشرين.
- [13] C. G. Granqvist, (2002). Handbook of Inorganic Electrochromic Materials, Elsevier Science B.V. Amsterdam. P 95.
- [14] Ahmad H.Al-Ghamdi, Ali F.Al-Ghamdi, and Mohammed A.Al-omar **Electrochemical Studies and Square-wave Adsorptive Stripping Voltammetry of Spironolactone Drug** Analytical Letters;41:90-103,2008
- [15] M.S.El-shahawi, A.S.bashammakh. A.A.Al-sibaa, E.A.Bahaidarah **Analysis of spironolactone residues in industrial wastewater and in drug formulations by cathodic stripping voltammetry.** Journal of pharmaceutical Analysis 2013;3(2):137-143.

[16] Joanna Smajdor, Robert Piech, Beata Paczosa–Bator

**Spirolactone voltametric determination on renewable  
amalgam film electrode**, Steroids 130(2018)1–6

[17] Gabriel H. Ribeiro Luana M. Vilarinho Thiago dos S.

Ramos Andre L. Bogado **glassy carbon electrode**

**modified by electropolymerization of tetra-ruthenated  
oxovanadium porphyrin** S0013–4686(15)30052–9

[18] united States Pharmacopeia 41 and the National Farmulary