

دراسة تحليلية لرفع حساسية تحليل عنصر البوتاسيوم بتقنية مطيافية اللهب وتطبيقها على عينات صيدلانية متوافرة في السوق المحلية

الدكتور محمد الشحنة*

الدكتور محمد هارون**

(تاريخ الإيداع 27/ ٤ / 2023 - تاريخ النشر ١٤ / 8 / 2023)

□ ملخص □

في هذا المقال تم دراسة نوع العلاقة الخطية بين تراكيز سلسلة عيارية C_i لعنصر البوتاسيوم وشدة إصدار I_i كل منها وذلك من أجل التأكد من وجود ارتباط بينهما وبالتالي تقييم نوع العلاقة الخطية . تمت دراسة تأثير عدد من الأيونات الموجبة والسالبة ونوع الوسط في شدة إشارة إصدار هذا العنصر وذلك من أجل إيجاد الشروط المثلى لتحديده بطريقة مطيافية اللهب لكي يصار إلى تحديده في عينات واقعية بدقة وحساسية تحليل عاليتين. تظهر النتائج التي تم التوصل إليها وجود علاقة خطية ممتازة بين شدة الإصدار وتراكيز هذا العنصر وقد تأكد ذلك من خلال قيمة معامل الارتباط $R^2 = 0.998$ للمنحنى العياري الناتج.

لوحظ وجود تأثير إيجابي لأيون الكلوريد Cl^- في شدة إصدار عنصر البوتاسيوم حيث بلغ أقصاه 6 % عند تركيز $500 \mu g/ml$ وسجل كل من أيون الكبريتات بتركيز $1000 \mu g/ml$ وحمض كلور الماء بتركيز 1.5 N وحمض الأزوت بتركيز 1.5 N وحمض الخل بتركيز 1.5 N و الإيثانول بتركيز 15% تأثيرات سلبية أدت إلى انخفاض في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم بالنسب المئوية التالية: 7.7 و 30.8 و 7.7 و 8.3 على التوالي، كما أشارت النتائج التي تم التوصل إليها إلى زيادة كبيرة في شدة إشارة إصدار هذا العنصر حيث بلغت 31.4 % عند تركيز $1500 \mu g/ml$ لأيون الكالسيوم و 31.4% للميثانول عند تركيز 80%. تم عند تطبيق الشروط المثلى رفع حساسية التحليل في بعض المستحضرات الصيدلانية بنسبة 23% والحصول على استرجاعية R بنسبة 1016%. وأشارت نتائج هذه الدراسة التوصل إلى حد كشف $0.16 \mu g/ml$ وذلك مقارنة مع نتائج الدراسة التي أجريت بدون تطبيق الشروط المثلى.

الكلمات المفتاحية: البوتاسيوم - حساسية التحليل - مطيافية اللهب - الأيونات السالبة - الأيونات الموجبة - الأوساط الحمضية - الأوساط العضوية.

*أستاذ- قسم الكيمياء كلية الصيدلة جامعة المنارة. Mohamad.alchahneh@manara.edu.sy

**أستاذ مساعد- قسم الكيمياء الصيدلانية والمراقبة الدوائية- كلية الصيدلة -جامعة تشرين وجامعة المنارة.

Analytical study to raise the sensitivity of potassium analysis using Flame Photometer method and its application on pharmaceutical preparation samples available in local market

Dr. Mohamad Al-Shahneh*
Dr. Mohammad Haroun**

(Received 27/4/2023.Accepted 14/8/2023)

□ABSTRACT □

The type of linear relationship was studied between the concentrations of a standard solutions C_i of the potassium element and the emission intensity of each of them in order to ensure that there is a correlation between them and also to evaluate the type of the linear relationship. The effect of the counting of positive and negative ions and the type of medium on the signal intensity of this element was studied in order to find the optimal conditions for its determination by flame spectroscopy and thus determining it in realistic samples with high accuracy and high analysis sensitivity. The results that were reached showed that there is an excellent linear relationship between the emission intensity and the concentrations of this element, and this was confirmed by the value of the correlation coefficient $R^2 = 0.998$ for the resulting standard curve. It was observed that there was a positive effect of the chlorine ion Cl^- on the emission intensity of potassium, reaching a maximum of 6% at a concentration of 500 $\mu\text{g/ml}$. Each of the sulphate ion at a concentration of 1000 $\mu\text{g/ml}$, hydrochloric acid at a concentration of 1.5 N, nitric acid at a concentration of 1.5 N, acetic acid at a concentration of 1.5 N, and ethanol at a concentration of 15% recorded negative effects that led to a decrease in the signal intensity of potassium emission intensity by the following percentages: 7.7, 30.8, 7.7, 7.7 and 8.3 respectively, and the results that were reached indicated a significant increase in the intensity of the signal for the release of this element, reaching 31.4% at a concentration of 1500 $\mu\text{g/ml}$ for calcium ion and 31.4% for methanol at a concentration of 80%.The sensitivity of the analysis in some pharmaceutical preparations was raised to 0.16 $\mu\text{g/ml}$ with recovery 1016%, in comparison with the results of the study conducted without applying the optimal conditions.

Key words: Potassium- sensitivity analysis- flame spectroscopy- negative electrolytes- positive electrolytes-acidic media-organic media.

*Professor-Department of chemistry- Faculty of Pharmacy - Al-Manara University.
Mohamad.alchahneh@manara.edu.sy

**Assistant Professor – Department of pharmaceutical chemistry and quality control- Faculty of Pharmacy – Tishreen and Al-Manara University

١- مقدمة نظرية : Introduction Theory

البوتاسيوم Potassium K⁺

البوتاسيوم هو عنصر كيميائي عدده الذري 19 ينتمي في الجدول الدوري إلى مجموعة الفلزّات القلوية، إذ هو ثالث عناصر المجموعة الأولى، كما يقع ضمن عناصر الدورة الرابعة . البوتاسيوم فلزّ لونه أبيض فضّي، وهو طري بالشكل الكافي بحيث يمكن قطعه بسكين [1]. يتفاعل البوتاسيوم بسرعة مع الأكسجين الموجود في الهواء الجوّي لتتشكّل عليه طبقة رقيقة من بيروكسيد البوتاسيوم الأبيض بعد ثوانٍ من التعرّض. عُزل هذا العنصر الكيميائي لأول مرّة من البوتاس، وهو رماذ يُستخرَج من بعض النباتات مثل أشنان القلي، وكان يسمّى بالعربية القلّية [2].

يتوفّر البوتاسيوم في جميع الفواكه والخضار واللحم والسّمك والأطعمة التي تحتوي على تراكيز عالية من

البوتاسيوم

مثل: الباميا

[https://ar.wikipedia.org/wiki/%D9%8A%D8%A7%D9%85_\(%D9%86%D8%A8%D8%A7%D8%AA\)](https://ar.wikipedia.org/wiki/%D9%8A%D8%A7%D9%85_(%D9%86%D8%A8%D8%A7%D8%AA))، ال

بقدونس وكذلك المشمش المجفّف، الحليب والشوكولاتة، جميع المكسرات وبشكل

خاص اللوز والفستق، البطاطس، الموز، الأفوكادو، ماء جوز الهند، فول الصويا والنخالة [3].

تدرج وزارة الزراعة الخاصّة بالولايات المتحدة الأطعمة التالية أيضاً: معجون الطماطم، عصير البرتقال، الشمندر الأحمر، الفاصوليا، البطاطس، الموز، المشمش وعدّة مصادر غذائية أخرى للبوتاسيوم، مرتبّة تنازلياً تبعاً لمحتواها من هذا العنصر. إنّ المقدار اليومي الكافي من البوتاسيوم يمكن تحصيله من ١١ حبة موز إنّ الحمية الغذائية التي فيها كمّية منخفضة من البوتاسيوم قد تسبّب ارتفاع ضغط الدم ونقص بوتاسيوم الدم [4].

يعدّ البوتاسيوم ذو أهمّية حيوية لجسم الإنسان على كافّة مستويات الخلايا في الجسم، فهو إلى جانب الصوديوم في مضخّة الصوديوم والبوتاسيوم، والتي تساعد في الحفاظ على جهد الراحة ونقل الإشارة وتنظيم أداء الخلية بشكل طبيعي. يؤدّي اختلال المستويات الطبيعية للبوتاسيوم في الجسم، سواءً في العوز (النقص) أو الفرط، إلى حدوث عوارض مرضية متعدّدة، تتضمّن على سبيل المثال الاختلال في نظم ضربات القلب [5].

يعتبر البوتاسيوم الأيون الموجب الرئيس داخل الخلايا وقياسه في الدم من أهم القياسات وأكثرها احتياجاً إلى الدقة وذلك للأهمية القصوى في تأثير البوتاسيوم على العضلة القلبية [6].

مستوى البوتاسيوم في السيروم أو البلازما يتراوح بين ٣.٥-٥ مللي مول/لتر، وهذا التركيز يحدد الاثارة العصبية العضلية، لذا فإن زيادة أو نقصان تركيز البوتاسيوم يعوق من قدرة العضلات على الانقباض [7].

يُزوّد الجسم بالبوتاسيوم بواسطة إضافته إلى النظام الغذائي، وهو أحد المواد الكيميائية المهمّة لوظائف الخلية ويتركز في داخلها، ويبلغ البوتاسيوم المتاح في مجرى الدّم ٢% فقط من إجمالي البوتاسيوم في الجسم، لذلك فإنّ أيّ تغييرات طفيفة في هذه المستويات يمكن أن تؤثر على وظائف الجسم، ويُعتبر الحفاظ على النشاط الكهربائي للخلايا إحدى أهم وظائفه، بينما يؤثر انخفاض مستوياته في الجسم بشكل خاص على الخلايا ذات النشاط الكهربائي المرتفع، مثل: الأعصاب، والعضلات بما فيها القلب [8].

ويخفف مركب Potassium Citrate من تشكل الحصاة في الكلى [٩] ولا بد من الإشارة إلى أن نقص

البوتاسيوم في الجسم يسبب ضمور العضلات وخللاً في النمو ويستخدم KCl لمنع نقص البوتاسيوم في الدم [١٠].

إن حدود البوتاسيوم الطبيعية في الجسم تتراوح ضمن المجال: 3.5 – 5 m mol/L ولكن بعض الاختلالات في الهرمونات، أو الأمراض، أو نقص التغذية تؤدي إلى اختلال توازن تركيز البوتاسيوم في الجسم [١١].

وقد تم تحديد عنصر البوتاسيوم باستخدام مجموعة من طرائق التحليل الكلاسيكية التي تستخدم الأدوات البسيطة، مثل: الوزنية و الحجمية وكذلك الآلية التي تستخدم الأجهزة والأدوات المرفقة، مثل: الكروماتوغرافيا، الطرائق الكهربائية والطيفية.

تتطلب طرائق التحليل الطيفية الذرية التي استخدمت في تحديد عنصر البوتاسيوم، بالحساب الآتي:

A. شروط العمل المثالية.

B. تأثيرات التداخل : يوجد أنواع عديدة من التداخلات التي تؤثر في نتائج تحليل المادة المدروسة ، مثل : تداخلات كيميائية - تداخلات طيفية - تداخلات التأين - تداخلات فيزيائية.

C. تكرارية طريقة التحليل.

يهدف عملنا إلى دراسة التداخلات الكيميائية التي قد تؤثر في حساسية تحليل عنصر البوتاسيوم.

يوضح الجدول الآتي حدود أو عتبات الكشف لهذه الطرائق :

جدول (١): حد الكشف (Detection Limit (ng/ml لعنصر البوتاسيوم بطرائق المطيافية الذرية

Element	Flame-AAS	Electro thermal-AAS	Flame Emission Spectroscopy	ICP-Emission Spectroscopy	ICP-Mass Spectroscopy	Flame photometer
K	2.0	0.1	3.0	75	1.0	200

إن الطريقة المستخدمة في تحديد العنصر المدروس هي طريقة مطيافية اللهب (الإصدار الذري

باللهب): Flame Photometer .

تعد مطيافية اللهب واحدة من أكثر التقنيات المستخدمة والثابتة في مجال التحليل الواسع الحيزي والبيئي ، حيث

أن مطيافية الإصدار الذري باللهب هي طريقة تحليلية تتمتع ب:

انتقائية جيدة - سهولة في الاستخدام - غير مكلفة نسبياً - دقتها جيدة - حساسية تحليل جيدة تصل

إلى مرتبة (ppm)

أصبحت تقنية مطيافية اللهب في السنوات السابقة أكثر شعبيةً وأوسع انتشاراً وذلك لأن استخدامها

سريع، ملائم، بسيط وتتمتع هذه التقنية بسرعة في إنجاز التحليل وأجهزتها رخيصة الثمن مقارنةً مع أجهزة

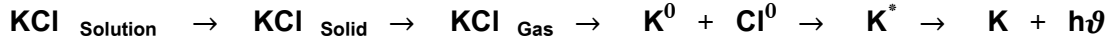
التحليل الأخرى. ويهدف عملنا إلى رفع حساسيتها وصولاً إلى حساسيات طرائق التحليل الأخرى .

إذ تعتبر هذه الطريقة ملائمة لتحديد العناصر القلوية في عينات الأغذية والمياه وتستخدم بشكل واسع في

التحاليل السريرية و الصيدلانية وتستخدم بكثرة في تقدير عناصر الصوديوم و البوتاسيوم والليثيوم والكالسيوم

والباريوم وذلك لسهولة إثارة هذه العناصر بواسطة طاقة اللهب [12].

مبدأ الطريقة: تعتمد هذه الطريقة على إمرار محلول يحتوي على مركب العنصر المدروس على لهب حيث يتبخر المذيب ويتحول إلى جزيئات صلبة والتي تتصهر وتتفكك بدورها إلى ذرات حرّة . تثار هذه الذرات في درجة حرارة اللهب وتتحوّل إلى الحالة المثارة غير المستقرة ثم لا تلبث هذه الذرات أن تفقد الطاقة التي امتصتها على هيئة شعاع كهربي وهذا ما يوضحه المخطط الآتي : [13]



أهمية البحث وأهدافه:

تكمن أهمية البحث في تطوير طريقة تحليلية انتقائية وفعالة من حيث سهولة التشغيل والاستخدام والتكلفة البسيطة والعمل على رفع حساسية (Sensitivity) ودقة (Precision) وصحة (Accuracy) التحليل بهذه الطريقة بحيث تقارب حساسية تحليل الطرائق الطيفية الذرية الأخرى التي تكون أجهزتها غالية الثمن مقارنة مع أجهزة هذه الطريقة ولكي يصار فيما بعد إلى تحديد الكميات الفعلية الحقيقية من البوتاسيوم في بعض المستحضرات الصيدلانية الموجودة في السوق المحلية والمستوردة وذلك من خلال دراسة تأثير بعض التداخلات التي يمكن أن تنتج عن المواد المرافقة والشوائب التي توجد في هذه المستحضرات وبالتالي في حساسية ودقة وصحة تحليل هذا العنصر والعمل على إزالة هذه التأثيرات ان وجدت بإضافة عوامل الحجب المناسبة [14].

٢- مواد وطرائق البحث : materials and methods

٢-١- المواد والأدوات الكيميائية عالية النقاوة: High purity chemical materials and tools

• (Hydrochloric acid) HCL - (Acetic acid) CH₃COOH - كلوريد البوتاسيوم (potassium Chloride) - كلوريد السترونتيوم (Strontium Chloride) - كلوريد الصوديوم (Sodium Chloride) - EDTA (Ethylen di amine tetra acetic Acid) - محاليل عيارية للبوتاسيوم - ماء ثنائي التقطير.

• كؤوس ، بياشر ، ماصات ، أنابيب مدرجة، دوارق حجمية، زجاجات كواشف، اسطوانات مدرجة، ماصات ميكروية، دوارق حجمية سعة (25ml) ، ماصات معيارية سعة (1ml) إلى (10ml) .

2-2- الأجهزة المستخدمة:

١- ميزان تحليلي حساس .

٢- جهاز مطيافية الإصدار الذري باللهب ، يمكن قياس كل من الصوديوم ، البوتاسيوم ، الليثيوم ، المغنيزيوم والكالسيوم باستخدام هذا الجهاز . يحتوي بداخله مرشح ضوئي عبارة عن موشور لكل عنصر من العناصر المذكورة الذي يقوم بتحليل الضوء الصادر عنها واختيار طول موجة الإصدار التي تملك شدة الإصدار العظمى . يتكون اللهب المستخدم من مزيج لغاز الأكسدة (هواء) وغاز الاحتراق (غاز المنازل) حيث تصل درجة حرارته إلى 1600⁰C [15]. وفيما يلي صورة لهذا الجهاز :



Jenway
PFP7
Clinical Flame
Photometer

٣-٢ - المستحضرات الصيدلانية المتوفرة في السوق المحلية :

اسم المستحضر	السيروم المختلط	السيروم الملحي	كلوريد البوتاسيوم	كلوريد الصوديوم	كيدلايت
--------------	-----------------	----------------	-------------------	-----------------	---------

٣ - نتائج العمل التدريبي:

درست نوع العلاقة الخطية بين تراكيز سلسلة عيارية C_i لعنصر البوتاسيوم وشدة إصدار I_i كل منها وذلك من أجل التأكد من وجود علاقة خطية بينهما. تمت دراسة تأثير عدد من الأيونات الموجبة والسالبة في إشارة إصدار هذا العنصر وذلك من أجل إيجاد الشروط المثلى لتحديده بطريقة مطيافية اللهب. وكانت نتائج هذه الدراسة وفق الآتي : [16]

٣-١- دراسة المنحني العياري للبوتاسيوم : حضرت محاليل عيارية تحتوي تراكيز متتالية من

البوتاسيوم:

10 , 20 , 40 , 50 ppm من محلول عياري أم تركيزه 1 g / l وتم قياس شدة إصدار كل

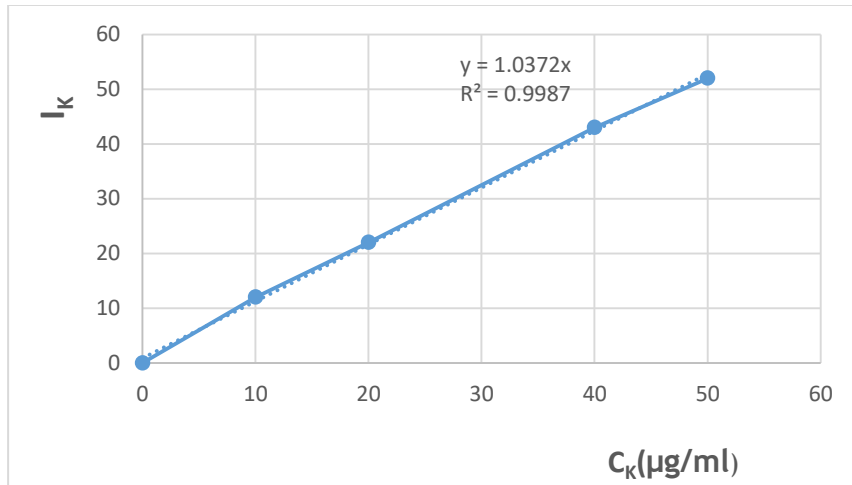
منها حيث دونت النتائج في الجدول الآتي :

جدول (٢): العلاقة بين تراكيز سلسلة عيارية للبوتاسيوم وشدة إصدار كل منها

St	C($\mu\text{g/ml}$)	شدة الإصدار I_i			\bar{I}
St ₁	10	13	12	12	12
St ₂	20	23	22	22	22
St ₃	40	43	42	43	43
St ₄	50	52	52	51	52

وقد تم تمثيل قيم التراكيز C_i وشدة الإصدار I_i الواردة في الجدول السابق بيانياً وذلك كما هو موضح

في الشكل الآتي :



شكل (1) : المنحني العياري لعنصر البوتاسيوم

تشير قيمة معامل الارتباط $R^2 = 0.998$ إلى وجود ارتباط تام بين شدة الإصدار والتركيز وتؤكد قيمة الميل $m=1.037$ أن العلاقة الخطية ممتازة.

٣-٢- دراسة تأثير بعض الأيونات الموجبة (Na^+ , Li^+ , Ca^{2+}) والأيونات السالبة (SO_4^{2-} , NO_3^- ,

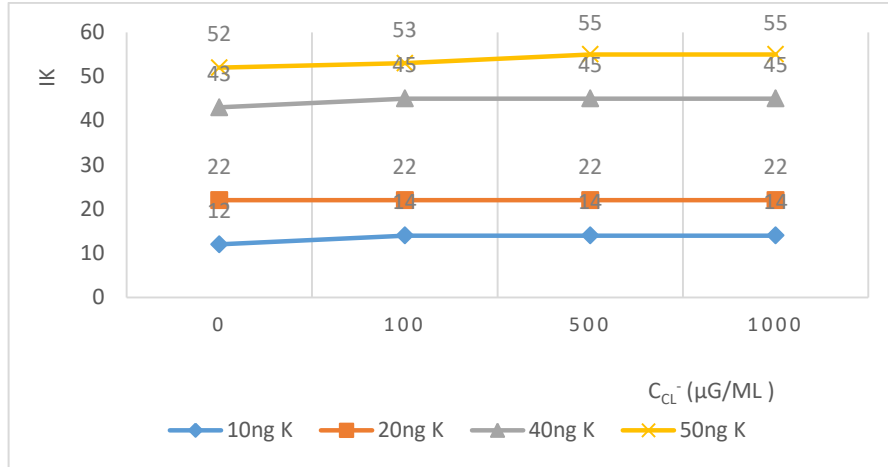
Cl^-) في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم :

تم ذلك بتحضير تراكيز متتالية : 2000 ppm , 1500 , 1000 , 500 , 100 من أملاح الأيونات

السالبة : $NaCl$, $Li_2(CO_3)$, $CaCl_2$ وأملاح الأيونات الموجبة NH_4Cl , $(NH_4)_2SO_4$, NH_4NO_3 وكذلك درس تأثير نوع الوسط فيما إذا كان حمضياً، مثل : HCl , HNO_3 , CH_3COOH أو عضوياً ، مثل : الإيثانول و الميثانول وذلك كما هو مبين في الخطوات الآتية :

٣-٢-١- دراسة تأثير أيون الكلوريد Cl^- في إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم:

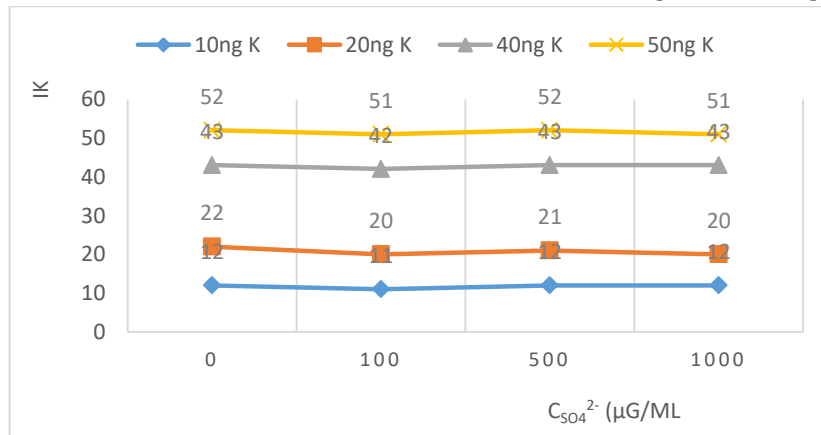
تم قياس شدة إصدار تراكيز محددة من عنصر البوتاسيوم قبل وبعد إضافة تراكيز متتالية من هذا الأيون، ويوضح الشكل ٢ نتائج هذه الدراسة.



شكل (٢) : تأثير تراكيز متتالية من أيون الكلوريد Cl^- في شدة إصدار عنصر البوتاسيوم I_K

يبين الشكل السابق وجود تأثير إيجابي لأيون الكلوريد Cl^- في شدة إصدار عنصر البوتاسيوم حيث بلغ أقصاه 6 % عند تركيز 500 $\mu g/ml$ لأيون الكلوريد وتركيز 50 $\mu g/ml$ لأيون البوتاسيوم.

٣-٢-٢-دراسة تأثير أيون الكبريتات SO_4^{2-} في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم :
تم قياس شدة إصدار تراكيز محددة من عنصر البوتاسيوم قبل وبعد إضافة تراكيز متتالية من هذا الأيون ، ويوضح الشكل ٣ نتائج هذه الدراسة :



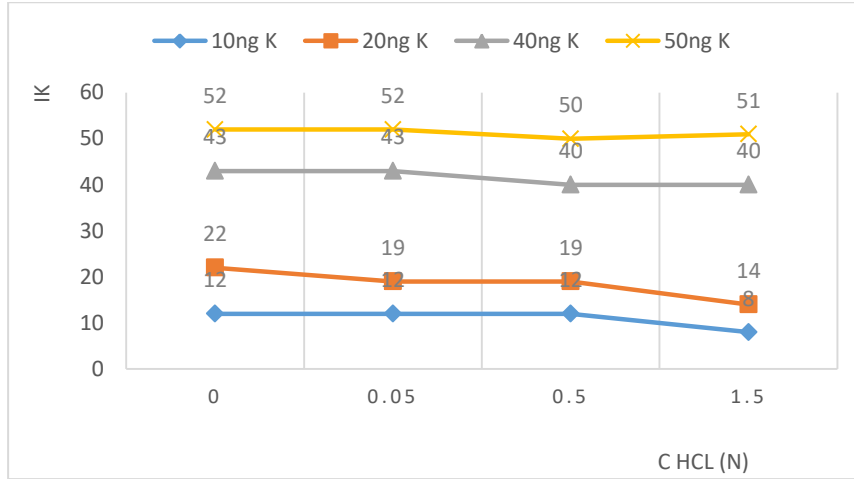
شكل (٣) : تأثير تراكيز متتالية من أيون الكبريتات SO_4^{2-} في شدة إصدار عنصر البوتاسيوم I_K

يبين الشكل السابق وجود تأثير سلبي لأيون الكبريتات SO_4^{2-} في شدة الإصدار لعنصر البوتاسيوم حيث بلغت نسبة الانخفاض في شدة إصدار عنصر البوتاسيوم 7.7 % عند تركيز 1000 $\mu g/ml$ لأيون الكبريتات وتركيز 20 $\mu g/ml$ لأيون البوتاسيوم.

٣-٢-٣-دراسة تأثير محلول HCl في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم :

تم قياس شدة إصدار تراكيز محددة من عنصر البوتاسيوم قبل وبعد إضافة تراكيز متتالية :

0.05 , 0.5 , 1.5 N من محلول HCl، ويوضح الشكل ٤ نتائج هذه الدراسة:



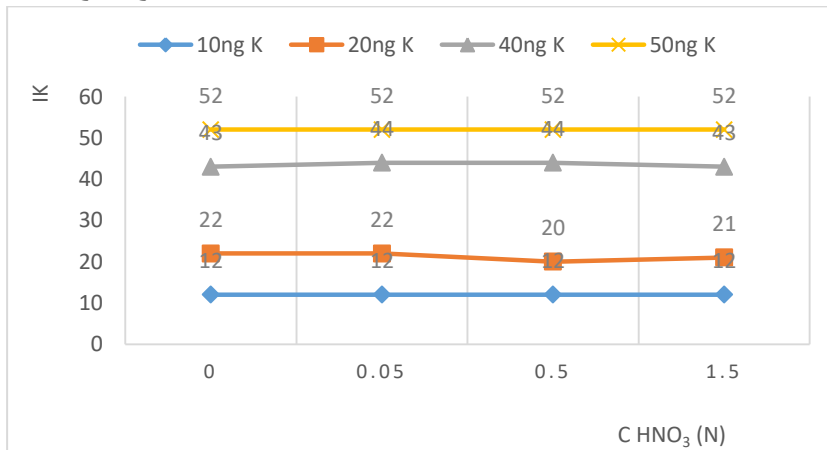
الشكل (٤) : تأثير تراكيز متتالية من حمض HCl في شدة إصدار عنصر البوتاسيوم I_K

تشير النتائج الموضحة في الشكل السابق إلى وجود تأثير سلبي في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم. حيث بلغت أعلى نسبة انخفاض في شدة إصدار البوتاسيوم % 30.8 عند تركيز (1.5 N) لحمض كلور الماء وتركيز 20 µg/ml لأيون البوتاسيوم.

٣-٢-٤-دراسة تأثير محلول HNO₃ في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم :

تم قياس شدة إصدار تراكيز محددة من عنصر البوتاسيوم قبل وبعد إضافة تراكيز متتالية :

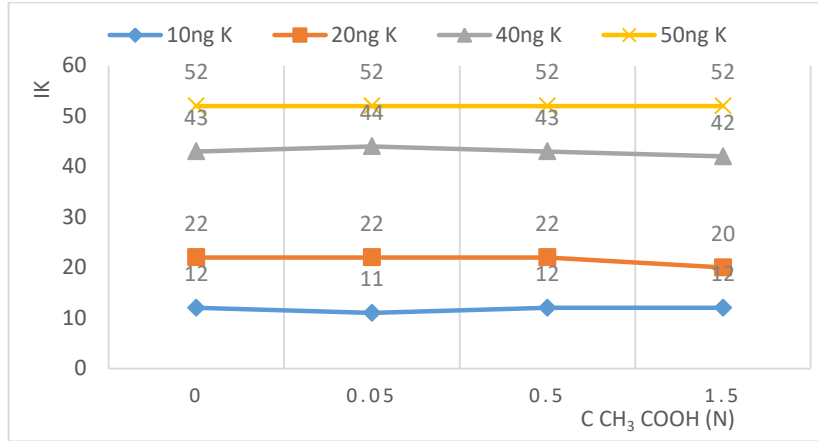
0.05 , 0.5 , 1.5 N من محلول حمض الآزوت، والشكل ٥ يوضح نتائج هذه الدراسة:



الشكل (٥) : تأثير تراكيز متتالية من حمض HNO₃ في شدة إصدار عنصر البوتاسيوم I_K

تشير النتائج المدونة في الشكل السابق إلى وجود تأثير سلبي على شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم. حيث بلغت أعلى نسبة انخفاض لهذه الإشارة % 7.7 عند تركيز (0.5N) لحمض الآزوت وتركيز 20 µg/ml لأيون البوتاسيوم.

٥-٢-٣ -دراسة تأثير محلول CH_3COOH في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم :
تم قياس شدة إصدار تراكيز محددة من عنصر البوتاسيوم قبل وبعد إضافة تراكيز متتالية :
0.05 , 0.5 , 1.5 N من محلول CH_3COOH ، والشكل ٦ يوضح نتائج هذه الدراسة:



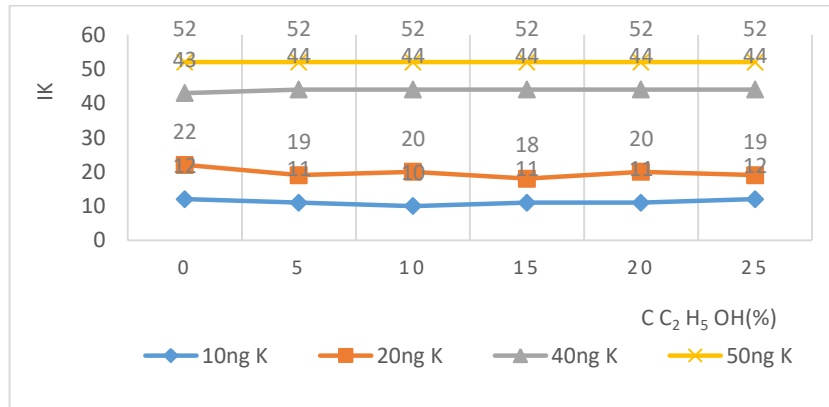
الشكل (٦) : تأثير تراكيز متتالية من حمض CH_3COOH في شدة إصدار عنصر البوتاسيوم I_K

تشير القيم الموضحة في الشكل السابق إلى وجود تأثير ضعيف على شدة إصدار عنصر البوتاسيوم. حيث بلغت أعلى نسبة انخفاض 7.7 % عند تركيز 1.5 N لحمض CH_3COOH وتركيز 20 $\mu\text{g/ml}$ لأيون الصوديوم.

٦-٢-٣ - دراسة تأثير محلول من الكحول الايثيلي $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ في شدة إشارة إصدار عنصر

البوتاسيوم:

تم قياس شدة إصدار تراكيز محددة لعنصر البوتاسيوم قبل وبعد إضافة تراكيز متتالية :
10 , 20 , 30 , 40 % من محلول $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ، ويوضح الشكل ٧ نتائج هذه الدراسة:



شكل (٧) : تأثير تراكيز متتالية من $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم I_K

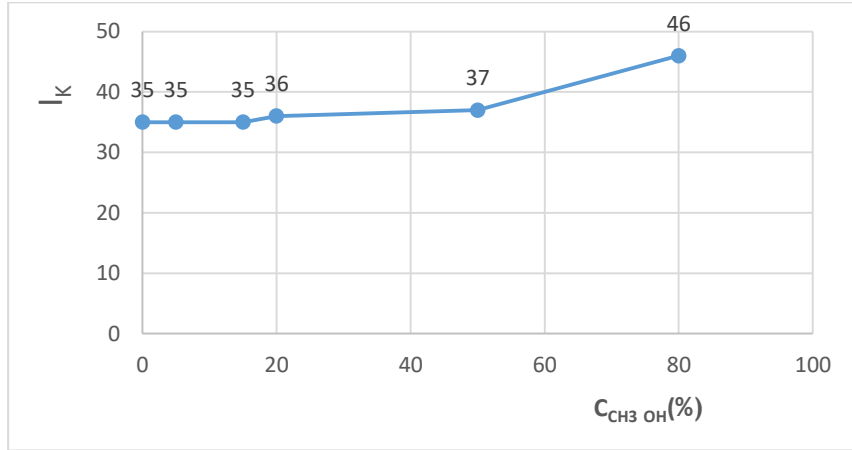
تشير القيم المدونة في الشكل ٧ إلى وجود تأثير ضعيف في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم. حيث بلغت أعلى نسبة لانخفاض هذه الإشارة 8.3 % عند تركيز 15% لمحلول الايثانول وتركيز 20 $\mu\text{g/ml}$ لأيون البوتاسيوم.

٣-٢-٧- دراسة تأثير محلول من الميثانول CH_3OH في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم :

تم قياس شدة إصدار تركيز محدد لعنصر البوتاسيوم قبل وبعد إضافة تراكيز متتالية :

٥ ، ١٥ ، ٢٠ ، ٥٠ ، ٨٠ % من محلول الميثانول $CH_3 OH$ ، يظهر الشكل ٨ نتائج هذه

الدراسة:



شكل (٨) : تأثير تراكيز متتالية من الميثانول CH_3OH في شدة إصدار عنصر البوتاسيوم I_K

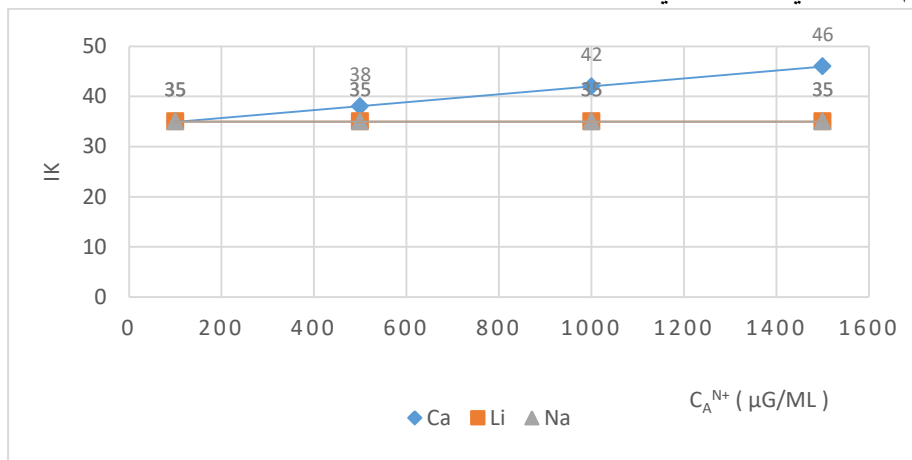
تشير القيم المدونة في الشكل ٨ إلى وجود تأثير إيجابي كبير على شدة إصدار عنصر البوتاسيوم، حيث بلغت أعلى نسبة للزيادة في شدة إصدار هذا العنصر 31.4% عند تركيز 80% لمحلول الميثانول وتركيز $30 \mu g/ml$ لأيون البوتاسيوم.

٣-٢-٨ - دراسة تأثير كل من أيونات Ca^{2+} ، Na^+ ، Li^+ في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم:

تم قياس شدة إصدار تركيز محدد من عنصر البوتاسيوم قبل وبعد إضافة تراكيز متتالية:

١٥٠٠ ، ١٠٠٠ ، ٥٠٠ ، ١٠٠ $\mu g/ml$ من محلول يحوي أيونات كل من الكالسيوم ، الليثيوم والصوديوم

، تم تمثيل القيم الناتجة في الشكل التالي:



شكل (٩): تأثير تراكيز متتالية من شوارد الكالسيوم والليثيوم والصوديوم في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم I_K

يشير الشكل ٩ إلى وجود تأثير إيجابي كبير من قبل أيون الكالسيوم في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم حيث بلغت أعلى نسبة لهذه الزيادة % 31.4 عند تركيز $1500 \mu\text{g/ml}$ لأيونات عنصر الكالسيوم مقابل $30 \mu\text{g/ml}$ لأيون البوتاسيوم. أشارت النتائج التي تم التوصل إليها إلى عدم وجود تأثير إيجابي أو سلبي في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم من قبل أيونات عنصري الليثيوم والصوديوم.

٣-٣- التراكيز الأفضل لتأثير بعض الأيونات والحموض والمذيبات المستخدمة لتحديد عنصر البوتاسيوم بطريقة مطيافية اللهب:

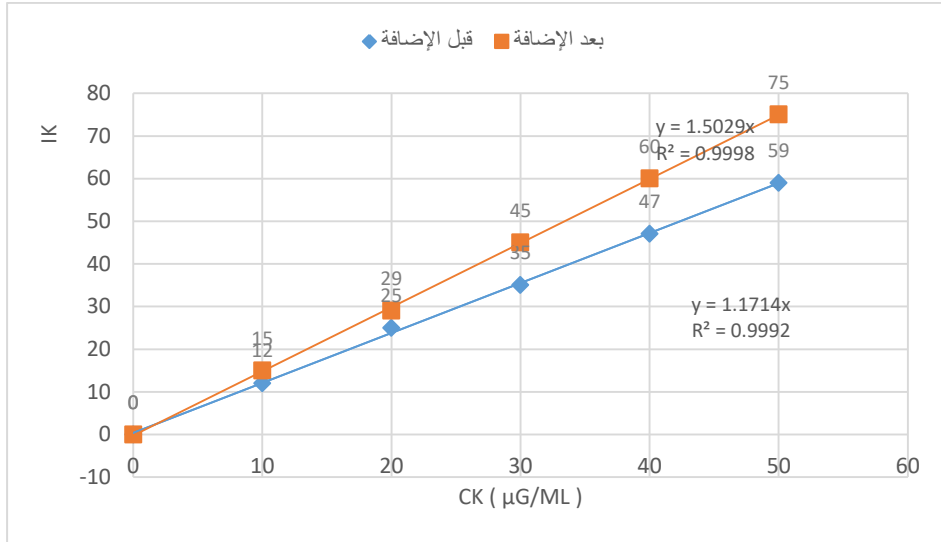
تم بعد اجراء الدراسة السابقة التوصل إلى الشروط الآتية:

جدول (٣): التراكيز الأفضل لتأثير بعض الأيونات والحموض والمذيبات المستخدمة لتحديد عنصر البوتاسيوم

تركيز البوتاسيوم $\mu\text{g/ml}$	التركيز المناسب	المركب الكيميائي
0-50	0-50 $\mu\text{g/ml}$	مجال الخطية
50	500 $\mu\text{g/ml}$	شاردة Cl^-
10	100 $\mu\text{g/ml}$	شاردة SO_4^{2-}
50	0.05 N	حمض كلور الماء HCl
40	0.05 N	حمض الأزوت HNO_3
50	0.05 N	حمض الخل CH_3COOH
50	5 %	الكحول الإيثيلي $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$
30	80 %	الكحول الميتيلي $\text{CH}_3 \text{OH}$
30	1500 $\mu\text{g/ml}$	شاردة Ca^{2+}
بعد 0.16	قبل 0.21	حد الكشف

٤- تحليل عينات واقعية:

تم تحديد عنصر البوتاسيوم في عينات من المستحضرات الصيدلانية المأخوذة من السوق المحلية (الفقرة ٣-٢) عند تطبيق أفضل التراكيز للأيونات والحموض والمذيبات التي تم التوصل إليها (محلول يحوي أيون الكالسيوم تركيزه $1500 \mu\text{g/ml}$ ومحلول الميتانول تركيزه 80% وحمض كلور الماء تركيزه 0.05N) والمدونة في الفقرة (٣-٣) وذلك من خلال دراسة العلاقة الخطية بين تراكيز سلسلة عيارية وشدة إصدار هذا العنصر وذلك كما هو مبين في الشكل الآتي :



شكل (١٠): المنحني العياري لعنصر البوتاسيوم قبل وبعد تطبيق أفضل التراكيز التي تم التوصل إليها

يشير الشكل (١٠) إلى أنه طرأ تحسن على إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم بنسبة % 22 وذلك بعد تطبيق أفضل التراكيز التي تم التوصل إليها .

و دون حد الكشف الذي تم التوصل إليه في الجدول الآتي :

جدول (٤) : حد الكشف (µg/ml) لعنصر البوتاسيوم قبل وبعد إضافة أفضل التراكيز

نسبة التحسن %	بعد الاضافة	قبل الاضافة	
23	0.16	0.21	حد الكشف الطبيعي
23	0.54	0.70	حد الكشف الكمي

*القانون المستخدم لحساب حد الكشف الطبيعي: $3SD/m$ وحد الكشف الكمي $10 SD/m$ و

$$SD_{BL}=0.082$$

تشير القيم المدونة في الجدول السابق إلى التوصل إلى حدود كشف منخفضة لعنصر البوتاسيوم وذلك بعد تطبيق التراكيز الأفضل التي تم التوصل إليها.

وقد تم تحديد تراكيز عنصر البوتاسيوم في عينات المستحضرات الصيدلانية بالاعتماد على معادلة الخط المستقيم للمنحنيات العيادية المدروسة وذلك قبل وبعد إضافة أفضل التراكيز التي تم التوصل إليها بموجب الدراسة التي أجريت. دونت النتائج في الجدول الآتي :

الجدول (٥) : تراكيز عنصر البوتاسيوم (µg/ml) في العينات المدروسة قبل وبعد إضافة أفضل التراكيز

المستحضرات الصيدلانية	شدة الإصدار قبل	التركيز قبل الاضافة	شدة الإصدار بعد الاضافة	التركيز بعد الاضافة	نسبة التحسن في الإشارة (%)
كلوريد الصوديوم	2.00	1.72	9.00	5.96	71.2
كلوريد البوتاسيوم	2.50	2.15	33.00	21.85	99.90
كيدلايت	13.00	11.2	27.00	17.88	99.37
السيروم الملحي	1.00	1.00	9.00	5.96	99.83
السيروم المختلط	1.00	0.86	13.00	8.60	99.9

تشير النتائج المدونة في الجدول ٥ إلى زيادة في تراكيز عنصر البوتاسيوم بعد إضافة التراكيز المثلى مقارنة مع التراكيز قبل الإضافة بلغت أقصاها %99.9.

دونت الدراسة الإحصائية لنتائج تحديد تراكيز من عنصر البوتاسيوم بعد إضافة أفضل التراكيز في الجدول الآتي:

جدول (٦) : الدراسة الإحصائية للنتائج التي تم التوصل إليها بعد الإضافة

R%	CL	RSD	SD	\bar{X}	المستحضرات الصيدلانية
346	05.80-06.11	2.0	0.1	05.96	كلوريد الصوديوم
1016	21.37-22.32	1.2	0.3	21.85	كلوريد البوتاسيوم
159	17.40-18.35	1.5	0.3	17.88	كيدلايت
490	05.80-06.11	2.0	0.1	05.96	السيروم الملحي
1000	08.28-08.91	2.5	0.2	08.60	السيروم المختلط

ملاحظة : أجريت الدراسة الإحصائية عند مستوى ثقة $p=95\%$ وعدد المكررات $n=4$

وكانت قيمة معامل ستيودنت فيشر $t = 3.18$

تشير الدراسة التي أجريت لتحديد البوتاسيوم في عينات المستحضرات الصيدلانية قبل وبعد تطبيق الشروط المثلى التي تم التوصل إليها إلى زيادة في استرجاعية تحديد تركيز هذا العنصر بلغت أقصاها %1016.

٥ - الاستنتاجات والمناقشة:

بموجب الدراسة السابقة تم التوصل إلى النتائج الآتية :

(a) سجل معامل الارتباط قيمة عالية $r > 0.99$ مما يدل على أن العلاقة الخطية بين شدة الإصدار والتركيز C ممتازة وينتج هذا عن النقل التام للعينة المدروسة إلى اللهب وتحويلها إلى ذرات حرة بشكل تام.

(b) وجود تأثير إيجابي لأيون الكلوريد Cl^- في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم حيث بلغ أقصاه % 6 عند تركيز $500\mu g/ml$ لأيون الكلوريد وتركيز $50\mu g/ml$ لأيون البوتاسيوم لأن هذه الشاردة لا تشكل مركبات صعبة التفكك مع البوتاسيوم

(c) وجود تأثير سلبي لأيون الكبريتات SO_4^{2-} في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم حيث بلغت نسبة الانخفاض في شدة الإشارة % 7.7 عند تركيز لأيون الكبريتات $100\mu g/ml$ وتركيز $20\mu g/ml$ لأيون البوتاسيوم، بسبب تشكل مركبات صعبة التفكك مع البوتاسيوم.

(d) وجود تأثير سلبي في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم، حيث بلغت أعلى نسبة انخفاض هذه الإشارة % 30.8 عند تركيز (1.5 N) لحمض كلور الماء وتركيز $20\mu g/ml$ لأيون البوتاسيوم.

- (e) وجود تأثير سلبي في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم، حيث بلغت أعلى نسبة انخفاض لهذه الإشارة 7.7% عند تركيز لحمض الأزوت (0.5 N) وذلك لنفس السبب الذي ذكر في البند c.
- (f) وجود تأثير سلبي ضعيف في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم حيث بلغت أعلى نسبة انخفاض لهذه الإشارة 7.7% عند تركيز لحمض الخل (1.5 N) وتركيز $20 \mu\text{g/ml}$ لأيون البوتاسيوم لأن العينة المدروسة تتحول كلياً إلى ذرات حرة في الوسط المائي المعتدل.
- (g) وجود تأثير ضعيف في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم، حيث بلغت أعلى نسبة انخفاض لهذه الإشارة 8.3% عند تركيز لمحلول الإيثانول 15% وتركيز $20 \mu\text{g/ml}$ لأيون البوتاسيوم، لأن الوسط العضوي يخفض اللزوجة ويؤدي إلى نقل تام للعينة المدروسة إلى اللهب .
- (h) وجود تأثير إيجابي قوي في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم حيث بلغت أعلى نسبة الزيادة لهذه الإشارة 31.4% عند تركيز لمحلول الميثانول 80% وتركيز $30 \mu\text{g/ml}$ لأيون البوتاسيوم. نفس السبب الذي ذكر في البند g .
- (i) وجود تأثير إيجابي كبير لأيون الكالسيوم في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم ، حيث بلغت أعلى نسبة الزيادة لهذه الإشارة 31.4% عند تركيز لأيون الكالسيوم قدره $1500 \mu\text{g/ml}$ وتركيز $30 \mu\text{g/ml}$ لأيون البوتاسيوم، لأن أيون الكالسيوم لا يشكل معها مركبات صعبة التفكك ويشكل أيون الكالسيوم راسب ضعيف الذوبان مع أيون الكبريتات إن وجدت وهذا يمنع تأثير هذا الأيون في شدة إشارة إصدار البوتاسيوم.
- (j) عدم وجود تأثير إيجابي أو سلبي لأيون الليثيوم في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم ، لأن تأينها ضعيف ولا تتداخل طيفياً أو كيميائياً مع هذه الإشارة.
- (k) لم يسجل أيون الصوديوم أي تأثير إيجابي أو سلبي في شدة إشارة إصدار عنصر البوتاسيوم، مما يدل على أن الذرات الحرة للبوتاسيوم لا تتعرض لعملية تأين.
- (l) بينت النتائج المدونة في الجدول السابق وجود تحسن في تحديد تركيز عنصر البوتاسيوم عند تطبيق أفضل الشروط التي تم التوصل إليها حيث بلغ أقصاه نسبة 23%.
- (m) رفع حساسية تحليل عنصر البوتاسيوم في عينات المستحضرات الصيدلانية المأخوذة من السوق المحلية بنسبة وسطية قدرها 99% والاسترجاعية بنسبة 1016% وذلك بعد تطبيق أفضل الشروط التي تم التوصل إليها.

التوصيات : تحليل عنصر البوتاسيوم في التربة والعينات البيئية والمائية والغذائية وفي مجالات التحاليل السريرية والطبية والصيدلانية بتطبيق أفضل الشروط التي تم التوصل إليها في هذا البحث .

ملاحظة : الأجهزة متوفرة في جامعة المنارة .

مكان تسجيل وإجراء البحث : كلية الصيدلة - جامعة المنارة.

Scientific references : المراجع العلمية: ٦ -

- [1]- J. Cabezas-Pizarroa; M. Redondo-Solano; C. Umana-Gamboaa; M. L. Arias-Echandib. (2018). “*Antimicrobial activity of different sodium and potassium salts of carboxylic acid against some common foodborne pathogens and spoilage-associated bacteria*”. Rev Argent Microbiol, Costa Rica, 50, 1, 56–61.
- [2]- G. Patel Salim; M. Siddaiah. (2018). “*Formulation and evaluation of effervescent tablets: a review*”. Journal of Drug Delivery & Therapeutics, India, 8, 6, 296–303.
- [3]- F. Büchele; M. Hackius; S. R. Schreglmann; W. Omlor; E. Worth; A. Marico; L. L. Impeach; S. Hägele-Link; D. Wald Vogel; C. R. Baumann. (2017). “*Sodium Ox bate for Excessive Daytime Sleepiness and Sleep Disturbance in Parkinson Disease*”. JAMA Neurology, Switzerland, 1–5.
- [4]- P. Andrzej; I. Karol; N. Magdalena; P. Ewa. (2014). “*The Excipients Used in the Non-coated Tablets*”. Medicine Internacia Revuo, Poland, 26, 10–18.
- [5]- M. Portalatin; N. Winstead. (2012). “*Medical Management of Constipation*”, Clinics in Colon and Rectal Surgery, New Orleans, 25, 1, 12–19.
- [6]- M. Amirpoura; A. Armanc; A. Yolmehd; M. A. Azamb; Z. Moradi-Khatoonabadia. (2015). “*Sodium benzoate and potassium sorbate preservatives in food stuffs in Iran*”. Food Additives & Contaminants: Part B, Iran, 1–7.
- [7]- R. O. Young. (2017). “*Using Sodium and Potassium Bicarbonates in the Prevention and Treatment of all Sickness and Disease*”. International Journal of Complementary & Alternative Medicine, USA, 9, 6, 1–5.
- [8]- A. M. Shea; B. G. Hammill; L. H. Curtis; L. A. Szczech; K. A. Schulman. (2008). “*Medical Costs of Abnormal Serum Sodium Levels*”. J Am Soc Nephrol, North Carolina, 19, 764–770.
- [9]- M. M. Braun; C. H. Barstow; N. J. Pyzocha. (2015). “*Diagnosis and Management of Sodium Disorders: Hyponatremia and Hypernatremia*”. American Family Physician, USA, 91, 5, 301–309
- [10]- R. D. Amrutkar; A.E.Thube, S. C. Kulkarni (2013). “*Determination of Sodium and Potassium Content Present in Water Sample Collected from Girna and Godavari River by Flame photometry*”. JPSBR, India, 3, 3, 105 – 107.
- [11]- E. Chaves; et al. (2008). “*Determination of Na and K in Biodiesel by Flame Atomic Emission Spectrometry and Micro emulsion Sample Preparation*”. J. Braz. Chem. Soc, Brazil, 19, 5, 856 – 861.
- [12]- M. Haroun; M. Al-Shahneh. (2023). “*Analytical study to raise the sensivity of sodium analysis using Flame Photometer method and its application on pharmaceutical preparation samples available in local market*”. Tishreen university journal for research and scientific studies-Health sciences series, Syria, 45, 1, 53-72.
- [13]- H. Chikhale; et al. (2017). “*Flame Photometric Estimation of Sodium and Potassium Ion Present In Water Sample of Darna and Godavari River*”. International Journal of Scientific & Engineering Research, India, 8, 1.
- [14]- P. Hald. (1946). “*The Flame Photometer for the Measurement of Sodium and Potassium in Biological Materials*”. J. Biol. Chem. New Haven, 167:499-510.
- [15]- K. Jankowski. (2001). “*Direct determination of trace amounts of sodium in water-soluble organic pharmaceuticals by microwave induced plasma atomic emission spectrometry*”. Talanta, Poland, 54, 855–862.

[16]- J. Junsomboon. (2011). “*Determination of Potassium, Sodium, and Total Alkali's in Portland Cement, Fly Ash, Admixtures, and Water of Concrete by a Simple Flow Injection Flame Photometric System*”. Journal of Automated Methods and Management in Chemistry, Thailand.