

Thesis Title Novel Flow Injection Techniques with Chemiluminescent and Spectrophotometric Detection for Trace Analysis

Author Mr. Wirat Ruengsitagoon

Degree Doctor of Philosophy (Chemistry)

Thesis Advisory

Asst. Prof. Dr. Saisunee Liawruangrath	Chairman
Assoc. Prof. Dr. Surasak Watanesk	Member
Prof. Dr. Alan Townshend	Member

ABSTRACT

A simple chemiluminometric flow injection(FI) system has been developed for the determination of tetracycline (TC), oxytetracycline (OTC) or chlortetracycline (CTC). The chemical and FI variables were established by using the univariate procedure. The method is based on the chemiluminescence produced by the reaction between tris(2,2'-bipyridyl)ruthenium(II); $\text{Ru}(\text{bpy})_3^{2+}$, with potassium permanganate in dilute acid solution, resulting in $\text{Ru}(\text{bpy})_3^{3+}$ which was then reduced by the analytes giving rise to excited species known as $\text{Ru}(\text{bpy})_3^{2+*}$. As soon as this excited species returns to its ground state light emission occurs. The chemiluminescence intensity is enhanced by the presence of manganese(II) ions.

Under the optimum conditions, calibration graphs were obtained with linear ranges $5 \times 10^{-5} - 5 \times 10^{-4} \text{ mol l}^{-1}$ of each tetracycline. The detection limits ($s/n=3$) were 2.0×10^{-6} , 1.9×10^{-6} and $1.0 \times 10^{-6} \text{ mol l}^{-1}$ for TC, CTC and OTC, respectively, and mid-calibration range standard deviations were not greater than 3.7% ($n=10$).

The recoveries were found to be 99.2% - 102.7% indicating that the proposed method was accurate. The method has been successfully applied to the determination of these drugs in pharmaceutical formulations with a sample throughput of 50 h⁻¹.

A simple chemiluminometric flow injection method has been also developed for the determination of paracetamol. Under the optimum conditions, calibration graph over the range of 0.3 to 50.0 µg ml⁻¹ was established and the detection limit was 0.2 µg ml⁻¹ (s/n=3). The relative standard deviation of 5 µg ml⁻¹ paracetamol was found to be 1.1 % (n=20). The mean recovery (± s.d.) for tablets and caplets paracetamol were found to be 100.5 ± 1.6 % and 101.2 ± 0.9 % , respectively. The method has been satisfactorily applied to the determination of paracetamol in commercial pharmaceutical formulations with a sample throughput of 90 h⁻¹.

A high performance liquid chromatographic (HPLC) procedure has been developed for determining aflatoxins B1, B2, G1 and G2 in dried food samples. The optimum conditions for aflatoxins determinations were investigated. The mixture consisting of 0.5 % trifluoroacetic acid : acetonitrile : methanol (65 : 20 : 15) was found to be the suitable mobile phase with the optimum flow rate of 1.5 ml/min. The optimum temperature and volume of trifluoroacetic acid used for the derivatization reaction were 70 °C and 100 µl, respectively. Under the optimum conditions satisfactory separation and determination of aflatoxins B1, B2, G1 and G2 was obtained with the retention times of 8.24, 16.30, 6.40 and 11.71 min, respectively.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์ เทคนิคทางโพลอินเจกชันแบบใหม่ที่ใช้การตรวจวัดแบบเคมีลูมิเนสเซนซ์ และสเปกโทรโฟโตเมตรีสำหรับการวิเคราะห์สารปริมาณน้อย

ผู้เขียน นายวิรัช เรืองศรีตระกูล

ปริญญา วิทยาศาสตร์ดุสิตบัณฑิต (เคมี)

คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ผศ. ดร. สายสุนีย์ เหลี้ยวเรืองรัตน์	ประธานกรรมการ
รศ. ดร. สุรศักดิ์ วัฒนเสถ์	กรรมการ
ศ. ดร. อลัน ทาวน์เซนต์	กรรมการ

บทคัดย่อ

ได้พัฒนาระบบโพลอินเจกชันเคมีลูมิโนเมตริกแบบง่าย สำหรับใช้ในการหาปริมาณเตตราไซคลิน ออกซีเตตราไซคลิน หรือคลอเตตราไซคลิน ได้ใช้วิธียูนิแวนิเอดในการหาค่าที่เหมาะสมของตัวแปรต่างๆในระบบ เอฟ ไอ และทางเคมี วิธีการวิเคราะห์ตั้งอยู่บนพื้นฐานของการเปล่งแสงทางเคมีที่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างทริส(2,2'-ไบไพริดีล)รูทีเนียม(II) ; Ru(bpy)₃²⁺ กับโพแทสเซียมเพอร์แมงกาเนตในสารละลายกรดเจือจางทำให้ได้ Ru(bpy)₃³⁺ ซึ่งจะถูกรีดิวส์ด้วยสารที่ต้องการวิเคราะห์ปริมาณจนเกิดเป็นสปีชีส์ Ru(bpy)₃^{2+*} ในสถานะเร้า และเมื่อกลับลงมาสู่สถานะพื้นก็จะคายแสงออกมา ปริมาณความเข้มของแสงเคมีลูมิเนสเซนซ์จะถูกกระตุ้นให้เกิดเพิ่มขึ้นด้วยไอออนแมงกานีส(II)

ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม จะสามารถสร้างกราฟมาตรฐานในช่วงความเข้มข้น 5×10^{-5} – 5×10^{-4} โมลต่อลิตร สำหรับเตตราไซคลินแต่ละตัว ค่าขีดจำกัดต่ำสุด(s/n=3)มีค่า 2.0×10^{-6} , 1.9×10^{-6} และ 1.0×10^{-6} โมลต่อลิตร สำหรับเตตราไซคลิน คลอเตตราไซคลิน และออกซีเตตราไซคลินตามลำดับ และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสำหรับค่าปานกลางในช่วงกราฟมาตรฐานมีค่าไม่มากกว่า 3.7 % (n=10) ค่าร้อยละการกลับคืนมีค่าอยู่ในช่วง 99.2 % - 102.7 % แสดงถึงความถูกต้องของวิธีที่เสนอ วิธีนี้ได้ประสบความสำเร็จอย่างดีเมื่อนำไปใช้กับตัวอย่างยาเตรียมทางเภสัชภัณฑ์ด้วยอัตราเร็วการวิเคราะห์ที่ 50 ตัวอย่างต่อชั่วโมง

วิธีโพลอินเจกชันเคมีลูมิโนเมตริกแบบง่ายได้พัฒนาขึ้นสำหรับการหาปริมาณของพาราเซตามอล ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมจะสามารถสร้างกราฟมาตรฐานในช่วงความเข้มข้น 0.3 ถึง

50 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ค่าขีดจำกัดต่ำสุดมีค่า 0.2 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร($s/n=3$) ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของพาราเซตามอล 5 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตรพบว่ามีค่า 1.1 % ($n=20$) ค่าเฉลี่ยร้อยละการกลับคืนของตัวอย่างยาเม็ดและแคปซูลของพาราเซตามอลมีค่า 100.5 ± 1.6 % และ 101.2 ± 0.9 % ตามลำดับ วิธีนี้ให้ผลเป็นที่น่าพอใจในการใช้หาปริมาณพาราเซตามอลในตัวอย่างยาเตรียมทางเภสัชภัณฑ์ด้วยอัตราเร็ว 90 ตัวอย่างต่อชั่วโมง

ได้พัฒนาระบบโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงสำหรับการหาปริมาณอะฟลาทอกซิน ชนิด บี1 บี2 จี 1 และ จี 2 ในตัวอย่างที่เป็นอาหารแห้ง ได้มีการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการหาปริมาณอะฟลาทอกซิน โดยใช้เฟสเคลื่อนที่เป็นสารละลายผสมของ 0.5 % กรดไตรฟลูออโรอะซิติก : อะซีโทไนไตรล์ : เมทานอล (65 : 20 : 15) ด้วยอัตราเร็วที่เหมาะสมที่ 1.5 มิลลิลิตรต่อนาที อุณหภูมิและปริมาตรที่เหมาะสมของกรดไตรฟลูออโรอะซิติกที่ใช้ในการทำปฏิกิริยานุพันธ์มีค่าที่ 70 องศาเซลเซียสและ 100 ไมโครลิตร ตามลำดับ ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมจะได้ผลการแยกที่น่าพอใจและการหาปริมาณอะฟลาทอกซินชนิด บี1 บี2 จี 1 และ จี 2 เกิดขึ้นที่เวลาริเทนชันเท่ากับ 8.24, 16.30, 6.40 และ 11.71 นาที ตามลำดับ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University

All rights reserved