231278

รหัสโครงการ: MRG5080277

ชื่อโครงการ: การพัฒนาระบบอัตโนมัติที่มีราคาถูกสำหรับการหาปริมาณสารประกอบไนไตรเจนบางชนิด

ชื่อนักวิจัย : ดร.กฤษณะ จิตมณี

E-mail Address : jitmanee@chiangmai.ac.th

ระยะเวลาโครงการ: 2 ปี

ได้พัฒนาระบบซีเควรเชียลอินเจคชันในการนำรีเอเจนต์กลับมาใช้ใหม่ในการสกัดพร้อมกับการหาปริมาณสารประกอบแอมโมเนียม การสกัดด้วยตัวทำละลายจะอาศัยการเกิดไอออนคู่ควบของเตตระโบรโมฟีนอฟทาลีนเอสทิลเอสเทอร์(ทีบีพีอีเอช)กับไอออนบวกของสารประกอบแอมโมเนียม โดยไอออนคู่ควบจะถูกสกัดไปในชั้นของ 1,2-ไดคลอโรอีเทน ซึ่งสีของชั้นตัวทำละลายอินทรีย์นี้จะเปลี่ยนเป็นสีเขียวโดยดูดกลืนแสงได้มากที่สุดที่ความยาวคลื่น 610 นาโนเมตรซึ่งเป็นความยาวคลื่นที่ใช้ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ ทีบีพีอีเอชสามารถละลายใน 1,2-ไดคลอโรอีเทน และกลายเป็นไอออนลบ(ทีบีพีอี) ละลายในน้ำได้เมื่อผสมกับสารละลายบัฟเฟอร์พีเอช 12 ดังนั้นเมื่อผสมกับสารละลายกรดที่มีพีเอชน้อยกว่า 2.0 จะทำให้ทีบีพีอีกลับไปละลายในชั้นตัวทำละลายอินทรีย์

การสกัด การวิเคราะห์เชิงปริมาณ และการนำรีเอเจนต์กลับมาใช้ใหม่สามารถทำได้แบบอัตโนมัติโดยอาศัยระบบซีเควนเชียลอินเจคชัน ได้มีการใช้ตัวแยกเฟสแบบกรวยแทนการใช้แบบเมมเบรนและเซลตรวจวัดแบบกรวยแทนแบบโฟลทรูเซล ตัวแยกเฟสและเซลตรวจวัดนี้ทำจากปิเปตทิปของไมโครปิเปต ได้ศึกษาผลของขนาดของปิเปตทิปต่อประสิทธิภาพการแยกเฟส ได้ใช้ตัวแยกเฟสแบบกรวยเพื่อลดปัญหาในปริมาณตัวทำละลายอินทรีย์ที่เคลื่อนผ่านเมมเบรนอีกทั้งการปนเปื้อนที่ผิวของเมมเบรน การใช้เซลตรวจวัดแบบกรวยช่วยแก้ปัญหากรณีมีหยดน้ำเคลื่อนที่ไปพร้อมกับโซนตัวทำละลายอินทรีย์เข้าสู่เซลตรวจวัดแบบโฟลทรูเซล ซึ่งจะรบกวนต่อสัญญาณที่ต้องการตรวจวัด

เพื่อทดสอบความใช้ได้ของระบบได้ใช้สารซีทิลพิริดิเนียมคลอไรด์(ซีพีซี) ซึ่งเป็นสารยับยั้งแบคทีเรียในยาอมเป็นสารทดสอบ ซีพีซีเป็นสารประกอบแอมโมเนียมที่สามารถเกิดไอออนคู่ควบกับทีบีพีอีและถูกสกัดไปในชั้นตัวทำละลายอินทรีย์เพื่อวิเคราะห์ปริมาณได้ เมื่อใช้สภาวะของระบบที่ได้พัฒนาขึ้นพบว่ากราฟมาตรฐานสำหรับซีพีซีมีความเป็นเส้นตรงในช่วง $2x10^{-5}$ to $10x10^{-5}$ M มีค่าความเบี่ยงเบนสัมพัทธ์ของความสูงของพีกเท่ากับ 1.2% (n=5) และสามารถวิเคราะห์ได้ 10 ตัวอย่างต่อชั่วโมง ได้เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์กับปริมาณที่ระบุที่ฉลากพบว่ามีค่าร้อยละการตรวจพบ (percentage label) เท่ากับ 100

231278

Project Code : MRG5080277

Project Title : Development of Cost-Effective Automation Systems for Determination of Some Nitrogen Compounds

Investigator : Dr. Kritsana Jitmanee

Department of Chemistry, Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai

E-mail Address : jitmanee@chiangmai.ac.th

Project Period : 2 years

A sequential injection system for reagent regeneration in the extraction and determination of quaternary ammonium compound was investigated. The solvent extraction was based on the ion-pair formation between anion of tetrabromophenolphthalein ethyl ester (TBPEH) and cationic ammonium compound and its extraction into 1,2-dichloroethane (DCE) which resulting in the green color of organic phase.The absoption maximum of the resulting organic phase was at 610 nm and was used for quantitative purpose. TBPEH can be dissolved in DCE and it was deprotonated after mixing with aqueous buffer pH 12. By adjusting the pH of aqueous phase to less than 2, TBPE was protonated and was then dissolved in organic phase.

By using SI system, the extraction, determination, and regeneration of ion-pairing agent could be performed automatically. Instead of using phase separation membrane, we proposed the cone-shape separation chamber and con-shape detection cell. This chamber and cell was a pipette tip of micropipette and it sized was study for good phase separation. The chamber used could overcome the mass transfer problem and membrane fouling. The used of pipette tip for detection cell in spectrophotometer provided the advantage which is the signals resulting from the water droplet accidentally flow with the organic zone did not interfere with the analytical signal where this interference would be observed in flow through cell system.

In order to demonstrate the feasibility of the system, cetylpyridium chloride (CPC), a antibacterial compound used in pharmaceutical products, was used as model analyte. CPC is a quaternary ammonium compound which can be formed ion-pair with TBPE. By using the developed system, the calibration graph was linear in the range of $2x10^{-5}$ to $10x10^{-5}$ M CPC. The precision of analytical peak height was 1.2 % RSD (n=5) with a sampling frequency of 10 analyses per hour. The developed system was applied to pharmaceutical tablet and the results were compared with the stated content where the percentage labels of 100 were obtained.