

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์ การศึกษาการรวมเทคนิคลิควิด โครมาโทกราฟีสมรรถนะสูงเชื่อมต่อกับ การวิเคราะห์แบบโพลินเจกชันเพื่อตรวจวัดปริมาณไอโอไดด์ที่ระดับ ความเข้มข้นต่ำ

ผู้เขียน นางสาวเสาวภา เมืองแก้ว

ปริญญา วิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต (เคมี)

คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.มงคล ราชะนาคร

ประธานกรรมการ

รองศาสตราจารย์ ดร.เกตุ กรุดพันธ์

กรรมการ

อาจารย์ ดร.จรรุญ จักรมณี

กรรมการ

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ดวงใจ นาคะปรีชา

กรรมการ

บทคัดย่อ

ได้ศึกษาการทำให้เกิดสารอนุพันธ์ในระบบโพลินเจกชันสำหรับการวิเคราะห์หา ปริมาณไอโอไดด์ด้วยวิธีลิควิด โครมาโทกราฟีสมรรถนะสูง วิธีที่พัฒนาขึ้นนี้อาศัยการทำปฏิกิริยา ระหว่างไอโอไดด์และ 2-ไอโอโดโซเบนโซเอทในสารละลายที่มีสถานะเป็นกรด ทำให้ได้ไอโอดีน และ 2-ไอโอโดเบนโซเอท ไอโอดีนที่เกิดขึ้นเข้าทำปฏิกิริยากับ 2,6-ไดเมทิลฟีโนล ได้ 4-ไอโอโด- 2,6-ไดเมทิลฟีโนลและไอโอไดด์ ทำการฉีดสารละลายที่ได้เข้าสู่คอลัมน์ลิควิด โครมาโทกราฟี สมรรถนะสูงเพื่อแยกไอโอโดฟีโนลก่อนการตรวจวัดด้วยวิธีเทคนิคเตอร์ ได้ออกแบบระบบโพลินเจกชัน สำหรับการทำให้เกิดสารอนุพันธ์แบบออนไลน์ก่อนฉีดเข้าสู่ระบบลิควิด โครมาโทกราฟีสมรรถนะสูง โดยฉีดสารมาตรฐาน ไอโอไดด์หรือสารละลายตัวอย่างเข้าสู่กระแสตัวพาซึ่งเป็นน้ำ จากนั้นจึงไหล ไปผสมกับกระแสของสารผสมของ 2-ไอโอโดโซเบนโซเอท 2,6-ไดเมทิลฟีโนล และสารละลาย ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ (พีเอช 6.4) หลังจากนั้นโซนของสารผสมระหว่างไอโอไดด์กับรีเอเจนต์ไหลผ่าน มิกซ์ซิงคอยล์ และต่อมาเลือกให้ส่วนที่มีความเข้มข้นของไอโอไดด์สูงสุดไหลเข้าสู่อินเจกชันลูพ ของระบบลิควิด โครมาโทกราฟีสมรรถนะสูง จากนั้นหยุดการไหลของสารผสมเป็นเวลา 20 นาทีที่

อุณหภูมิห้อง แล้วจึงฉีดสารผสมเข้าสู่ระบบลิวิดโครมาโทกราฟีสมรรถนะสูงและตรวจวัดที่ 244 นาโนเมตร ระบบโพลีอินเจกชันซึ่งเชื่อมต่อกับระบบลิวิดโครมาโทกราฟีสมรรถนะสูงนี้ได้ประยุกต์ใช้ในการตรวจวัดปริมาณไอโอไดด์ในน้ำแร่

นอกจากนี้ได้ศึกษาระบบโพลีอินเจกชันโพเทนซิโอเมตริกเพื่อการวิเคราะห์ไอโอไดด์ โดยฉีดสารละลายมาตรฐานหรือสารละลายตัวอย่างเข้าสู่กระแสของตัวพาและไหลไปยังหัวตรวจวัดที่มีความจำเพาะกับไอโอไดด์ซึ่งอยู่ในโพลีทรูเชลล์ ลักษณะของพีคที่ได้จากระบบโพลีอินเจกชันโพเทนซิโอเมตริกแบบสองไลน์จะขึ้นอยู่กับความแตกต่างของความแรงของไอออนในตัวอย่างและสารละลายตัวพา ได้นำวิธีโคอะลิซิสม่าใช้ในการเจือจางสารตัวอย่างแบบออนไลน์ และได้นำระบบที่พัฒนาขึ้นนี้มาใช้ในการตรวจวัดปริมาณไอโอไดด์ในยาเตรียมแบบของเหลว พบว่าจากตัวอย่างยา 10 ชนิด ให้ค่าร้อยละการคืนกลับในช่วง 87-115% และเปรียบเทียบปริมาณไอโอไดด์ที่ตรวจวัดได้ด้วยระบบโพลีอินเจกชันโพเทนซิโอเมตริกกับวิธี เอฟไอ-คัลเลอร์เมตริก และวิธีไอเอสอี โดยการทดสอบแบบที-เทสต์ พบว่าปริมาณไอโอไดด์ที่ตรวจวัดได้ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ นอกจากนี้ได้ศึกษาการหาปริมาณแบบบริเวอร์สโพลีอินเจกชันซึ่งอาศัยหลักการของวิธีวิงค์เลอร์สำหรับออกซิเจนที่ละลายในน้ำตัวอย่าง

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

Thesis Title Study of the Combined Techniques of High Performance Liquid Chromatography and Flow Injection Analysis for Determination of Iodide at Trace Level

Author Ms. Saowapha Muangkaew

Degree Doctor of Philosophy (Chemistry)

Thesis Advisory Committee

Asst.Prof.Dr.Mongkon Rayanakorn Chairperson

Assoc.Prof.Dr.Kate Grudpan Member

Dr.Jaroon Jakmunee Member

Asst.Prof.Dr. Duangjai Nacapricha Member

ABSTRACT

A flow injection derivatization for high performance liquid chromatographic (HPLC) determination of iodide was investigated. This proposed method was based on a reaction between iodide and 2-iodosobenzoate in an acid solution resulting in iodine and 2-iodobenzoate. The iodine was allowed to react with 2,6-dimethylphenol to yield 4-iodo-2,6- dimethylphenol and iodide. The solution obtained was injected into the HPLC column for separation of iodophenol before UV detection. The configuration of flow injection system was designed for precolumn on-line derivatization for HPLC. Standard or sample solution was injected into a water carrier stream via an injection valve of a 500 μ L sample loop and then flowed into a merged stream of 2-iodosobenzoate, 2,6-dimethylphenol and phosphate buffer (pH 6.4). The zone of mixture of standard and reagents was allowed to pass through a mixing coil and then the highest iodide

concentration zone was selected for filling the HPLC injection loop by a 3-way switching valve. When the HPLC injection loop was fully filled, peristaltic pumps were stopped and then the solution was kept in the HPLC injection loop for 20 minutes at room temperature. Then this solution was injected into the HPLC and iodophenol was detected at 244 nm. The proposed combined technique of HPLC and FIA was applied to determine iodide in mineral water.

In addition, a flow injection potentiometric system for determination of iodide was investigated. Standard or sample iodide solutions were injected into a carrier stream and flowed to a flow through iodide ion selective detector for continuous monitoring. A two-line FI offered better peak profiles due to the difference in ionic strength values of sample and carrier. The on-line dialysis dilution of samples was incorporated. This proposed method was applied to the determination of iodide in a liquid pharmaceutical preparation. It was found that the recoveries of this method were 87-115% (n=10). The results of this method based on the t-test were not different from those of the FI-colorimetric, and batch-ISE methods. Additionally, a reverse-flow injection determination of dissolved oxygen in water samples based on the Winkler's method was also studied.