

Thesis Title	Development of Sequential Injection Chromatography for Determination of Glucosamine, Benzoic and Sorbic Acids
Author	Mr. Witsanu Jangbai
Degree	Master of Science (Chemistry)
Thesis Advisor	Assistant Professor Dr. Somchai Lapanantnoppakhun

ABSTRACT

Two sequential injection chromatographic (SIC) systems were developed for the determination of glucosamine (GLcN), and for the determination of salicylic acid (SA), benzoic acid (BA) and sorbic acid (SOA)

The SIC for the determination of GLcN was based on derivatization with 9-fluorenylmethoxycarbonyl chloride (Fmoc-Cl). The GLcN derivative was detected by using UV detection at 265 nm. The chromatographic separation was performed on a Monolith[®] C-18 column (10.0 mm × 4.6 mm) which is usually used as a guard column in HPLC with a mobile phase consisting of acetonitrile : 0.01 mol/L of acetic acid (18:82, v/v) at a flow rate of 1.02 mL/min. The optimum temperature and time for derivatization of GLcN were 40 °C and 30 min, respectively. The method provides linearity in the range of 18-53 mg/L with a correlation coefficient (r^2) of 0.9954, limit of detection of 3 mg/L and the accuracy ranged from 94-102%. The method was successfully applied to the determination of glucosamine in dietary supplement samples.

Another SIC system was developed for simultaneous determination of SA, BA and SOA for application to food and beverages products. The SIC conditions employ a monolithic C-18 (5.0 mm × 4.6 mm) column for separation. The mobile phase consisted of 1% of acetonitrile and 0.01 mol/L of ammonium acetate buffer with pH 4.5. The flow rate was 1.20 mL/min and UV-detection was performed at 235 nm. Under these conditions, the separations of the three components were achieved in less than 2 min. Linear ranges were found to be 1-100 mg/L for SA, BA and SOA, with detection limits of 0.3, 1.9 and 0.7 mg/L and recoveries of 99-110%, 96-107% and 94-108%, respectively. The proposed SIC system was applied for the determination SA, BA and SOA in food, fruit juice, syrup and soft drink samples.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การพัฒนาซีเควนเซียลอินเจกชันโครมาโทกราฟีสำหรับการหาปริมาณกลูโคซามีน กรดเบนโซอิกและกรดซอร์บิก
ผู้เขียน	นายวิษณุ แจ่มใบ
ปริญญา	วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต (เคมี)
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	ผศ.ดร.สมชัย ลาภอนันต์นันทกุล

บทคัดย่อ

ซีเควนเซียลอินเจกชันโครมาโทกราฟี (เอสไอซี) ทั้ง 2 ระบบได้ถูกพัฒนาสำหรับการหาปริมาณกลูโคซามีน และหาปริมาณกรดซาลิไซลิก กรดเบนโซอิกและกรดซอร์บิก

การหาปริมาณกลูโคซามีนด้วยเทคนิคเอสไอซี อาศัยการเกิดอนุพันธ์กับ 9 -ฟลูออรีนิลเมทิลออกซีคาร์บอนิล คลอไรด์ (เอฟมีอก - คลอไรด์) อนุพันธ์กลูโคซามีนที่ได้จะถูกตรวจวัดโดยใช้ตัวตรวจวัดยูวีที่ความยาวคลื่น 265 นาโนเมตร โดยกระบวนการแยกเกิดบนคอลัมน์ชนิดโมโนลิติก ซี-18 (ยาว 10.0 มิลลิเมตรและเส้นผ่านศูนย์กลาง 4.6 มิลลิเมตร) ซึ่งปกติจะใช้เป็นการคัดคอลัมน์ในเอชพีแอลซี โดยเฟสเคลื่อนที่ประกอบด้วยอัตราส่วนของอะซีโตไนไตรต์ต่อกรดอะซีติกเข้มข้น 0.01 โมลลาร์ (18:82) อัตราการไหลที่ 1.02 มิลลิลิตรต่อนาที อุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมในการเตรียมอนุพันธ์กลูโคซามีนเท่ากับ 40 องศาเซลเซียสและเวลา 30 นาที ตามลำดับ โดยวิธีนี้ให้ค่าความเป็นเส้นตรงในช่วง 18 ถึง 53 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งค่าสัมประสิทธิ์ความเป็นเส้นตรงเท่ากับ 0.9954 ชีตความสามารถต่ำสุดที่ตรวจวัดได้เท่ากับ 3 มิลลิกรัมต่อลิตร และมีร้อยละของความถูกต้องในช่วง 94 ถึง 102 วิธีนี้ได้ประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณกลูโคซามีนในตัวอย่างผลิตภัณฑ์อาหารเสริมเอสไอซี อีกระบบได้ถูกพัฒนาเพื่อใช้ในการหาปริมาณกรดซาลิไซลิก กรดเบนโซอิกและกรดซอร์บิกในเวลาเดียวกันของผลิตภัณฑ์อาหารและเครื่องดื่ม โดยสถานะของเอสไอซีในการแยกใช้คอลัมน์ ชนิดโมโนลิติก ซี-18 (ยาว 5.0 มิลลิเมตร และเส้นผ่านศูนย์กลาง 4.6 มิลลิเมตร) เฟสเคลื่อนที่ประกอบด้วยร้อยละ 1 ของอะซีโตไนไตรต์ต่อสารละลายบัฟเฟอร์แอมโมเนียมอะซีเตตเข้มข้น 0.01 โมลลาร์ พีเอช 4.5 อัตราการไหลที่ 1.20 มิลลิลิตรต่อนาที และถูกตรวจวัดโดยใช้ตัวตรวจวัดยูวีที่ความยาวคลื่น 235 นาโนเมตร ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมพบว่า การแยกของสารทั้งสามชนิดใช้เวลาน้อยกว่า 2 นาที โดยกรดซาลิไซลิก กรดเบนโซอิก และกรดซอร์บิกให้ค่าความเป็นเส้นตรงในช่วง 1 ถึง 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ชีตความสามารถต่ำสุดที่ตรวจวัดได้เท่ากับ 0.3 1.9 และ

0.7 มิลลิกรัมต่อลิตร และร้อยละการกลับคืนเท่ากับ 99 ถึง 110 96 ถึง 107 และ 94 ถึง 108 ตามลำดับ ระบบเอสไอซีได้ถูกประยุกต์ใช้สำหรับหาปริมาณกรดซาลิไซลิก กรดเบนโซอิกและกรดซอร์บิกในตัวอย่างอาหาร น้ำผลไม้ น้ำเชื่อมและเครื่องดื่ม



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved