

บทที่ 3

ผลการทดลอง

Construction of calibration curve of single component (Aspirin and Salicylic Acid)

จาก spectrum ของ แอสไพรินและกรกซาลิไซลิกมาตรฐานใน chloro - form ได้เลือก maximum absorption สำหรับใช้ในการทดลองดังนี้

แอสไพริน ที่ 1750 cm^{-1} ซึ่งเป็น absorbant peak ที่เกิดจาก carbonyl ของ ester group และที่ 1690 cm^{-1} ซึ่งเป็น absorbant peak ที่เกิดจาก carbonyl ของ carboxylic group

กรกซาลิไซลิก ที่ 1657 cm^{-1} เป็น absorbant peak ที่เกิดจาก carbonyl ของ carboxylic group ค่า absorbance ต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 1 , 2 , 3 , นำ มา plot ได้ graph ดังรูปที่ 1, 2 , และ 3 จาก calibration curve นี้ จึงเลือกเอา baseline เนื่องจาก chloroform มาทำการทดลองต่อไป เพราะให้ค่า absorption สูงกว่า baseline อื่น และยังช่วยลดข้อผิดพลาดอันเนื่องมาจาก solvent อีกด้วย และช่วงความเข้มข้นที่เป็นไปตาม Beer's law และมีค่า absorbance มากกว่า 0.3 ที่จะใช้ในการวิเคราะห์ต่อไป สำหรับแอสไพรินคือ 2 - 3.5 % w/v และกรกซาลิไซลิก 1.5 - 2 % w/v เช่นเดียวกับความหนาของ cell ใช้เท่ากับ 0.1 mm แทน 0.05 mm เพราะให้ค่า absorbance มากกว่า

Analysis of Aspirin in the Presence of Salicylic Acid

เป็นการทดสอบว่า ถ้าปริมาณของกรดซาลิไซลิกเปลี่ยนแปลงไป จะมีผลต่อการหาปริมาณแอสไพรินที่ 1750 cm^{-1} หรือไม่ โดยการให้แอสไพรินมีปริมาณคงที่แล้วเปลี่ยนแปลงปริมาณของกรดซาลิไซลิกไปหรือเปลี่ยนแปลงปริมาณแอสไพรินไป ในขณะที่ปริมาณของกรดซาลิไซลิกคงที่ โคนดคามตารางที่ 4 แสดงว่าปริมาณของกรดซาลิไซลิกที่เปลี่ยนแปลงไปไม่มีผลต่อการหาปริมาณของแอสไพริน

Effect of Time on Analysis of Aspirin and Salicylic Acid

เป็นการทดสอบว่า เวลาที่เปลี่ยนแปลงไป เมื่อตั้งทิ้งไว้ จะมีผลต่อการหาปริมาณของแอสไพริน และ กรดซาลิไซลิก หรือไม่ โดยการ run สารละลายมาตรฐานในช่วงเวลาต่าง ๆ กัน จนถึง 4 ชั่วโมง โคนดการทดลอง ตามตารางที่ 5 และรูปที่ 4 แสดงให้เห็นว่า เกือบจะไม่มี การเปลี่ยนแปลงใด ๆ เกิดขึ้น สรุปได้ว่า การวิเคราะห์โดยใช้วิธี Infrared Spectrophotometry ไม่มีผลกับเวลาที่ทำการทดลอง

Percentage Recovery for the Assay of Aspirin and Salicylic Acid

by Infrared Spectrophotometry

การทดสอบหา % Recovery จากแอสไพริน และ กรดซาลิไซลิกมาตรฐาน โคนดออกมาตามตารางที่ 6 คือได้ % recovery ของแอสไพรินในช่วง 98.74 - 100.00 ส่วนกรดซาลิไซลิกได้ % recovery อยู่ในช่วง 98.72 - 101.08 ซึ่งเป็นผลที่น่าพอใจ แสดงว่าการวิเคราะห์แอสไพรินและกรดซาลิไซลิกบริสุทธิ์โดยใช้วิธี Infrared Spectrophotometry สามารถทำได้โดยไม่มีปัญหา

Preparation of Q - curve for the mixture of Aspirin and Salicylic Acid

แอสไพรินและกรดซาลิไซลิก มี isosbestic point ที่ wavenumber 1677 cm^{-1} ดังรูป (หน้า 25) หลังจากเตรียมสารผสมของแอสไพริน และ กรด - ซาลิไซลิก ในความเข้มข้นต่าง ๆ กันนำไป run IR spectrophotometer เช่นเดียวกับการทำ calibration curve แล้ววัด absorbent ratio มา plot graph ได้ Q - curve ดังแสดงในรูปที่ 5 ซึ่งเป็น graph เส้นตรงมี slope เท่ากับ 0.0102 และ intercept เท่ากับ 0.4651 เก็บไว้เป็น calibration Q - curve สำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่าง ต่อไป

Percentage Recovery for the Assay of a Mixture of Aspirin and Salicylic Acid by Infrared Spectrophotometry using Q - Analysis Method

การหา % recovery ของแอสไพรินและกรดซาลิไซลิก จากสารผสมโดยใช้ Q - analysis method โดยลดความยาวที่ 7 ซึ่งแอสไพรินมี % recovery อยู่ใน ช่วง 99.54 - 99.69 ส่วนกรดซาลิไซลิก มี % recovery อยู่ใน ช่วง 99.31 - 100.35 แสดงว่าการวิเคราะห์หาปริมาณของแอสไพรินและกรดซาลิไซลิกจากสารผสม สามารถทำได้ โดยไม่มีสิ่งมารบกวน

Comparison of Aspirin Tablet Assay by Infrared Spectrophotometry Method and official Method

วิธี Official method ที่เลือกใช้คือวิธี BP 1973 การที่เลือกใช้วิธีนี้ก็ เพราะเป็นวิธี back titration ที่สามารถทำได้สะดวก และไม่มีข้อผิดพลาดมากเท่ากับ วิธี USP XIX โดยการทดลองได้ % Labeled amount ของแอสไพรินและกรดซาลิไซลิก ตามตารางที่ 8 ซึ่งตามวิธี BP 1973 ได้ % Labeled amount ของแอสไพรินอยู่ใน ช่วง 99.44 - 104.70 และทุกตัวอย่างมีปริมาณของกรดซาลิไซลิกน้อยกว่า .15 mg % โดยการเปรียบเทียบความเข้มของสีม่วงกับมาตรฐาน ส่วนวิธี IR Spectrophotometry ได้ % Labeled amount ของแอสไพรินอยู่ในช่วง 96.40 - 103.61 และมีปริมาณ ของกรดซาลิไซลิกอยู่ในช่วง 0.1993 - 1.9518 mg ในตัวอย่างที่ 2,3,4,5, และ 8 ไม่สามารถหาปริมาณของกรดซาลิไซลิกได้ ซึ่งมาตรฐานของวิธี official กำหนดไว้ว่า จะต้องมีความแอสไพริน 95.0 - 105.0 % Labeled amount และปริมาณของกรด ซาลิไซลิก จะต้องไม่เกิน .15 mg % แสดงว่าตัวอย่างทั้งหมดที่นำมาวิเคราะห์เข้ามาตรฐาน และผลที่ได้แสดงให้เห็นว่า วิธี IR Spectrophotometry สามารถหาปริมาณ - แอสไพรินได้ดีพอ ๆ กับวิธี BP 1973 นอกจากนี้ยังสามารถหาปริมาณของกรดซาลิไซลิก ออกมาเป็นจำนวน mg. แน่แน่นอนด้วย

% Recovery of Aspirin for Aspirin Tablet by Infrared Spectrophotometry Method and Official Method

ตารางที่ 9 แสดงผลการทดลองหา % recovery ของแอสไพรินจากวิธี BP 1973 และวิธี Infrared Spectrophotometry ซึ่งตามวิธี BP 1973 ได้ % recovery อยู่ในช่วง 101.36 - 103.09 และวิธี Infrared Spectrophotometry ได้ % recovery อยู่ในช่วง 98.21 - 100.46 มีเพียงตัวอย่างเดียวที่ได้ % recovery 95.60 เป็นค่าเบี่ยงเบนไป แสดงว่าวิธี IR Spectrophotometry สามารถใช้หาปริมาณแอสไพรินในยาเม็ดได้ดีพอ ๆ กับวิธี BP 1973