การตรวจวัดแบบพัลส์แอมเพอโรเมทริกที่ขั้วไฟฟ้าทองสำหรับวิเคราะห์ยาปฏิชีวนะบางชนิด โดยประยุกต์ใช้ร่วมกับระบบโฟลว์อินเจคชัน

นาย สนิท ผลาหาญ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเคมี ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2545

ISBN 974-17-2158-7

PULSED AMPEROMETRIC DETECTION AT GOLD ELECTRODE FOR DETERMINATION OF SOME ANTIBIOTIC DRUGS APPLIED TO FLOW INJECTION SYSYEM

Mr. Sanit Palaharn

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science in Chemistry

Department of Chemistry

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2002

ISBN 974-17-2158-7

Thesis Title	Pulsed Amperometric Detection at Gold Electrode for Determination of Some Antibiotic Drugs Applied to Flow Injection System
By	Mr. Sanit Palaharn
Field of Study	Chemistry
Thesis Advisor	Assistant Professor Orawon Chailapakul, Ph.D.

Accepted by the Faculty of Science, Chulalongkorn University in Partial Fulfillment of the Requirement for the Master's Degree

Pipat Karntiang ..... Deputy Dean of Administrative Affairs, Acting Dean, Faculty of Science

(Associate Professor Pipat Karntiang, Ph.D.)

Thesis Committee

Siri Varothai ..... Chairman

(Associate Professor Siri Varothai, Ph.D.)

Orawon Chailapakul ..... Thesis Advisor

(Assistant Professor Orawon Chailapakul, Ph.D.)

W. Aeungmaitrepirom ..... Member

(Wanlapa Aeungmaitrepirom, Ph.D.)

N. Muangsin ..... Member

(Assistant Professor Nongnuj Muangsin, Ph.D.)

สนิท ผลาหาญ : การตรวจวัดแบบพัลส์แอมเพอโรเมทริกที่ขั้วไฟฟ้าทองสำหรับวิเคราะห์ยาปฏิชีวนะบางชนิดโดยประยุกต์ใช้ร่วมกับระบบโฟลว์อินเจคชัน (PULSED AMPEROMETRIC DETECTION AT GOLD ELECTRODE FOR DETERMINATION OF SOME ANTIBIOTIC DRUGS APPLIED TO FLOW INJECTION SYSYEM) อาจารย์ที่ปรึกษา : ผศ. ดร. อรวรรณ ชัยลภากุล; 121 หน้า. ISBN 974-17-2158-7

การตรวจวัดทางเคมีไฟฟ้าของยาปฏิชีวนะเตตร้าไซคลิน ได้แก่ เตตร้าไซคลินไฮโดรคลอไรด์ คลอร์เตตร้าไซคลินไฮโดรคลอไรด์ และด็อกซีไซคลินไฮโดรคลอไรด์ ได้กระทำโดยใช้การตรวจวัดแบบพัลส์แอมเพอโรเมทริกที่ประยุกต์ใช้ร่วมกับระบบโฟลว์อินเจคชัน ได้ศึกษาความเป็นกรด-เบสของสารละลายอิเล็กโทรไลต์เกื้อหนุน อัตราการสแกนของศักย์ไฟฟ้า และความเร็วของการหมุนของขั้วไฟฟ้า โดยใช้โรเตติ้งดิสก์โวลแทมเมทรีที่ขั้วไฟฟ้าทองชนิดแผ่นกลมแบบหมุน ซึ่งไซคลิกโวลแทมโมแกรมที่ได้แสดงสัญญาณที่ชัดเจนให้ค่ากระแสพีคออกซิเดชันสูงสุดเมื่อใช้สารละลายโพแทสเซียมไดไฮโดรเจนออร์โธฟอสเฟตที่ค่าความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 2, 2.5 และ 2 สำหรับเตตร้าไซคลินไฮโดรคลอไรด์ คลอร์เตตร้าไซคลินไฮโดรคลอไรด์ และด็อกซีไซคลินไฮโดรคลอไรด์ ตามลำดับ การศึกษาอิทธิพลอัตราการสแกนของศักย์ไฟฟ้า และความเร็วของการหมุนของขั้วไฟฟ้าบ่งบอกว่ากระบวนการส่งถ่ายมวลเป็นแบบคอนเวคทีฟ-ดิฟฟิวชันของสารที่ทำการศึกษาเป็นตัวควบคุมสัญญาณแอโนดิก ในระบบโฟลว์อินเจคชันได้ทำการหาค่าที่เหมาะสมสำหรับตัวแปรของพีเอดีเวฟฟอร์ม สำหรับใช้ในการตรวจวัดเตตร้าไซคลิน โดยทำการป้อนศักย์ไฟฟ้าชนิดพัลส์แบบต่อเนื่องให้กับขั้วไฟฟ้าทองชนิดแผ่นกลม สารละลายตัวพาคือสารละลายโพแทสเซียมไดไฮโดรเจนออร์โธฟอสเฟตความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ ใช้สภาวะค่าความเป็นกรด-เบสที่เหมาะสมของสารที่ทำการวิเคราะห์แต่ละตัวและอัตราการไหลเท่ากับ 1 มิลลิลิตรต่อนาที พีเอดีเวฟฟอร์มที่เหมาะสมได้ใช้ในการศึกษาทั้งประสิทธิภาพของการวิเคราะห์อันได้แก่ช่วงการตรวจวัดที่เป็นเส้นตรง ขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัดและความสามารถในการทำซ้ำของวิธีที่นำเสนอ และการหาปริมาณเตตร้าไซคลินในแคปซูลยาที่เป็นตัวอย่างจริง พบว่าผลการทดลองเป็นที่น่าพอใจ

ภาควิชา.....เคมี.....ลายมือชื่อนิสิต.....

สาขาวิชา.....เคมี.....ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....

ปีการศึกษา.....2545.....

4372431023 : MAJOR ANALYTICAL CHEMISTRY

KEY WORDS: TETRACYCLINES/GOLD ELECTRODE/PULSED AMPEROMETRIC DETECTION/ DRUGS/FLOW INJECTION SYSTEM

SANIT PALAHARN: PULSED AMPEROMETRIC DETECTION AT GOLD ELECTRODE FOR DETERMINATION OF SOME ANTIBIOTIC DRUGS APPLIED TO FLOW INJECTION SYSYEM.THESIS ADVISOR: ASSISTANT PROFESSOR ORAWON CHAILAPAKUL, Ph.D., 121 pp., ISBN 974-17-2158-7

The electrochemical determination of tetracycline antibiotics including tetracycline hydrochloride, chlortetracycline hydrochloride, and doxycycline hydrochloride was performed by pulsed amperometric detection (PAD) applied to flow injection system. The electrochemical behavior of these drugs was investigated by rotating disk voltammetry at gold rotating disk electrode (Au RDE) as a function of pH of supporting electrolyte, potential scan rate, and electrode rotation speed. The well-defined cyclic voltammograms provided highest oxidation peak current were obtained when using KH_2PO_4 solution pH 2, 2.5, and 2 for tetracycline hydrochloride, chlortetracycline hydrochloride, and doxycycline hydrochloride, respectively. The potential scan rate and electrode rotation speed dependence studies indicated that the convective-diffusion mass transport process controlled the anodic responses of all analytes. In flow injection system, the PAD waveform parameters were optimized for determination of tetracyclines by the application of continuous potential pulse to a gold disk electrode. The carrier solution was 0.1 M KH_2PO_4 solution at the optimal pH for each analyte and the flow rate was 1 ml min^{-1}. The optimized PAD waveforms were applied to the investigation of both analytical performances including linear range, detection limit, and repeatability of the proposed method and the amounts of tetracyclines in real sample drug capsules. It was found that the results were satisfactory, which provided good analytical performances and the percent recovery results.

Department.....Chemistry.....Student's signature.....Sanit Palaharn.....

Field of study.....Chemistry.....Advisor's signature.....Orawon Chailapakul.....

Academic Year.....2003.....

ACKNOWLEDGEMENTS

I would like to thank my academic adviser, Assistant Professor Dr. Orawon Chailapakul, for her invaluable advice and financial support during my postgraduate study at Chulalongkorn University. I also thank other members of the thesis committee for their extensive and excellent comments on early works and drafts of the thesis.

Special thanks are also extended to Dr. Duangjai Nakapricha (Mahidol University) and Dr. Veerasak Surareungchai (King Mongkut's University of Technology Thonburi, KMUTT) for their provision of equipment and constructive suggestions.

The financial support provided by the Thailand Research Fund (TRF) is appreciatively acknowledged.

Furthermore, my great thanks go to staffs of the department of chemistry, Chulalongkorn University for their helpfulness. Moral supports and encouragement of my friends and all members of the electroanalytical chemistry research group of Chulalongkorn University are truly appreciated.

Finally, I would like to express my deepest gratitude and sincerest thank to my parents and my sisters for their understanding and encouragement throughout the entire course of study.

CONTENTS

PAGE

CONTENTS (cont.)

PAGE

CONTENTS (cont.)

PAGE

CONTENTS (cont.)

PAGE

CONTENTS (cont.)

PAGE

LIST OF TABLES

TABLE **PAGE**

LIST OF FIGURES

FIGURE **PAGE**

ABBREVIATIONS

i	-	current (A)
i_{pa}	-	anodic peak current (A)
i_{pc}	-	cathodic peak current (A)
E_p	-	peak potential (V)
E_{pa}	-	anodic peak potential (V)
E_{pc}	-	cathodic peak potential (V)
RDE	-	rotating disk electrode
r.p.m.	-	revolution per minute
F	-	Faraday constant (96,484.6 C equiv^{-1})
A	-	area of electrode (cm^2)
D	-	diffusion coefficient (cm^2 s^{-1})
ν	-	kinematic viscosity of the liquid (cm^2 s^{-1})
υ	-	scan rate (V sec^{-1})
ω	-	angular velocity of the disk (radians per second)
C	-	solution concentration (mol dm$^{3-1}$)
E_{det}	-	detection potential (V)
E_{oxd}	-	oxidation potential (V)
E_{red}	-	reduction potential (V)
t_{det}	-	detection time (sec)
t_{del}	-	delay time (sec)
t_{int}	-	integration time (sec)
t_{oxd}	-	oxidation time (sec)
t_{red}	-	reduction time (sec)