

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าของยาปฏิชีวนะ Kitasamycin โดยใช้ขั้วไฟฟ้าฟิล์ม
บางเพชรเจือโบรอนประยุกต์ใช้กับ FIA



T107768

นางสาวพจนีย์ บุตรทรัพย์
นางสาวอรรณี กุลมาศย์

๒/๗
๖๖ ๑๗๖ ก
๖๖-๖๖

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน..... 107768
วัน,เดือน,ปี..... 10 พ.ค. 2553

b. 12210250
i.

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต
สาขาเคมีอุตสาหกรรม - เครื่องมือวิเคราะห์
ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2548

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**Electrochemical Analysis of Kitasamycin Antibiotic Drugs using
Boron-Doped Diamond Thin Film Electrode Applied to FIA**



**Phodchanee Budsab
Akaranaree Kunlamat**

**A Special Project Submitted in Partial Fulfillment of the Requirement for the Degree
of Bachelor of Science**

(Industrial Chemistry – Analytical Instrumentation)

Department of Chemistry

Faculty of Science

King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

Academic Year 2005

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษเรื่อง การวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าของยาปฏิชีวนะ KITASAMYCIN โดยใช้
ขั้วไฟฟ้าฟิล์มบางเพชรเจือโบรอนประยุกต์ใช้กับ FIA

นักศึกษา นางสาวพนีย์ บุตรทรัพย์ รหัสนักศึกษา 45050689
นางสาวอครนรี กุลมาตย์ รหัสนักศึกษา 45050712

ภาควิชา เคมี คณะวิทยาศาสตร์
สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม - เครื่องมือวิเคราะห์
ปีการศึกษา 2548
อาจารย์ที่ปรึกษา รศ.อรุณี คงศักดิ์ไพศาล

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้
โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการตรวจสอบ	ลายมือชื่อ
ประธานกรรมการ ดร.วิบูลย์ ประดิษฐ์เวียงคำ
กรรมการ รศ.อรุณี คงศักดิ์ไพศาล
กรรมการ อาจารย์พรทิพย์ ศัพทอนันต์

.....
(ผศ.ดร.ประยงค์ ดวงดี)
หัวหน้าภาควิชาเคมี

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ การวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าของยาปฏิชีวนะ Kitasamycin โดยใช้ขั้วไฟฟ้าฟิล์มบางเพชรเจือโบรอนประยุกต์ใช้กับ FIA

นักศึกษา นางสาวพจนีย์ บุตรทรัพย์ รหัสนักศึกษา 45050689
นางสาวอครนรี กุลมาตย์ รหัสนักศึกษา 45050712

ภาควิชา เคมี คณะวิทยาศาสตร์
สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม - เครื่องมือวิเคราะห์
ปีการศึกษา 2548
อาจารย์ที่ปรึกษา รศ. อรุณี คงศักดิ์ไพศาล

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาเซลล์เคมีไฟฟ้าสำหรับการวิเคราะห์ยาโดยใช้ขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มบางเพชรเจือโบรอน ด้วยการศึกษาคือ คีตาซาไมซิน โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีในการศึกษาด้วยคีตาซาไมซินในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.10 M พบว่าขั้วไฟฟ้าฟิล์มบางเพชรเจือโบรอนให้ค่าสัญญาณกระแสไฟฟ้าไซคลิกโวลแทมโมแกรมของยาเทียบกับสัญญาณกระแสไฟฟ้าพื้นสูงกว่าขั้วไฟฟ้ากลาสคาร์บอน อะซิโทรไนไตรด์ไม่มีผลกระทบกับค่ากระแสไฟฟ้า ปริมาณกระแสไฟฟ้ามีพีคสูงสุดที่ pH 8.5 ช่วง scan rate ที่ใช้ศึกษา คือ 25 – 500 mV/s มีช่วงความเป็นเส้นตรง คือ 5 – 200 ppm โดยมีค่า $R^2 = 0.9997$ การวิเคราะห์ในระบบชนิดไหลใช้เซลล์เคมีไฟฟ้าแบบ thin-layer ที่สร้างขึ้นกับขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มบางเพชรเจือโบรอน ศึกษาแอมเพอร์โรเมตรีของยาที่ได้จากไฮโดรไดนามิกโวลแทมโมแกรมของคีตาซาไมซินให้ศักย์ไฟฟ้าที่ 1.02 V ใช้อัตราเร็วในการไหลของสารเคลื่อนที่ คือ 1 ml/min ที่ pH 8.5 ความมีเสถียรภาพของขั้วไฟฟ้าทำงานโดยฉีดซ้ำจำนวน 30 ครั้ง ได้ค่าสัมประสิทธิ์การแปรผัน(% RSD) เท่ากับ 5.83 ซิดจำกัดการตรวจวัดของยา เท่ากับ 3.704 ppm และความเข้มข้นกับปริมาณกระแสไฟฟ้าที่มีความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรงในช่วง 10-150 ppm

จากการศึกษาการประยุกต์ใช้กับตัวอย่างยาคีตาซาไมซิน ผลการตรวจวัดปริมาณยาโดยวิธีเติมสารมาตรฐานพบว่ามีปริมาณยา 87.04 % ได้ % Recovery เท่ากับ 87.040 และโดยวิธีสร้างกราฟมาตรฐานพบว่ามีปริมาณยา 90.33 % ซึ่งให้ผลเป็นที่น่าพอใจ

Special Project Title Electrochemical Analysis of Kitasamycin Antibiotic Drugs
using boron-doped diamond thin film electrode applied to FIA

Name MissPhodchane Budsab ID 45050689

MissAkaranaree Kunlamat ID 45050712

Department Chemistry

Program Industrial Chemistry – Analytical Instrumentation

Academic Year 2005

Special Project Advisor Assoc. Prof. Arunee Kongsakphaisal

ABSTRACT

In this research, the electrochemical cell for electrochemical analysis of drugs using boron-doped diamond (BDD) thin film electrode has been studied. Drugs kitasamycin (KIT) investigated by cyclic voltammetry (CV) in 0.10 M phosphate buffer pH 8.5. At the BDD electrode, well-defined and highly reproducible cyclic voltammograms were obtained with current signal to background ratios (S/B) higher than that obtained from GC electrode. Flow injection analysis (FIA) with amperometric detection using home made thin-layer electrochemical flow through cell using BDD electrode was studied. The Hydrodynamic voltammograms of drugs exhibited at 1.02 V pH 8.5 phosphate buffer 0.1 M. A significant low detection limits at 3.704 ppm. The current-concentration relationships were found to be rectilinear over the range 10-150 ppm.

The purpose method was further applied to real drugs samples kitasamycin the results obtained were satisfactory (% Recovery 87.040)

KEYWORDS: Boron – doped diamond (BDD) thin film electrode, Kitasamycin (KIT),
Cyclic voltammetry (CV), Flow injection analysis (FIA)

II

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

การจัดทำโครงการพิเศษเล่มนี้ สำเร็จ และลุล่วงไปได้ด้วยดี เนื่องจากได้รับการดูแล เอาใจใส่ ช่วยเหลือ แนะนำ และอำนวยความสะดวกเป็นอย่างดียิ่งมาโดยตลอดจากคณาจารย์และผู้ที่มีส่วนเกี่ยวข้อง

ขอขอบพระคุณ รศ.อรุณี คงศักดิ์ไพศาล เป็นอย่างยิ่งสำหรับความช่วยเหลือ และกำลังใจที่มีให้เสมอมา อาจารย์ผู้เปรียบเสมือนแม่ของเราทำให้รู้สึกอบอุ่น และมั่นใจว่าจะสามารถจัดทำโครงการพิเศษนี้ได้สำเร็จ

ขอขอบพระคุณ คุณไพโรจน์ จันทร์หอม ผู้ที่เราเรียกว่าอาจารย์เสมอมา เนื่องจากความช่วยเหลือมากมายทั้งด้านวิชาการ และอื่นๆ

ขอขอบพระคุณอาจารย์ ดร.วิบูลย์ ประดิษฐ์เวียงคำ และอาจารย์พรทิพย์ ศัพทอนันต์ คณะกรรมการตรวจสอบ โครงการพิเศษที่ให้ความกรุณาแก้ไข โครงการพิเศษนี้ให้มีความสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ คณาจารย์ทุกท่านที่ประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ตั้งแต่เยาว์วัยจนกระทั่งสามารถทำโครงการพิเศษนี้ลุล่วงไปได้ด้วยดี

สุดท้ายกราบขอบพระคุณ บิดา มารดา ผู้ให้ทั้งชีวิต และทุกสิ่ง

นอกจากนี้ต้องขอขอบพระคุณบุคคลที่มีส่วนช่วยเหลือที่ได้กล่าวไว้ ณ ที่นี้ด้วย

นางสาวพจนีย์ บุตรทรัพย์

นางสาวอรนรี กุลมาตย์

สารบัญ

เนื้อหา	หน้า
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของโครงการพิเศษ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการพิเศษ.....	1
1.3 ขอบเขตของการศึกษา.....	2
1.4 คำจำกัดความ.....	2
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ	3
2.1 เทคนิคทางเคมีไฟฟ้า	3
2.1.1 Potential step voltammetry	3
2.1.2 Linear sweep voltammetry	6
2.1.3 ไชคลิกโวลแทมเมตรี	8
2.1.3.1 การแปรผลข้อมูล.....	9
2.1.3.2 ระบบที่เป็นปฏิกิริยาผันกลับได้	10
2.1.3.3 ระบบที่เป็นปฏิกิริยาผันกลับไม่ได้ และกึ่งผันกลับได้.....	12
2.2 การตรวจวัดด้วยแอมเพอโรเมทรีในระบบชนิดไหลต่อเนื่อง.....	13
2.3 ขั้วไฟฟ้าฟิล์มบางเพชรเจือ โบรอน.....	15
2.4 ยา.....	17
2.4.1 ยาคีตาซาไมซิน (Kitasamycin)	17
2.4.2 สมบัติทางเคมีของคีตาซาไมซิน(Kitasamycin).....	17
2.4.3 คุณสมบัติและการใช้ประโยชน์จากคีตาซาไมซิน(Kitasamycin).....	18
2.4.4 การใช้ยาคีตาซาไมซิน(Kitasamycin).....	18
2.4.5 ผลกระทบข้างเคียงและลักษณะเฉพาะของยาคีตาซาไมซิน(Kitasamycin)	18
2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	18
บทที่ 3 การดำเนินงานวิจัย	21
3.1 สารเคมี	21

สารบัญ (ต่อ)

เนื้อหา	หน้า
3.2 เครื่องมือ และอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย.....	21
3.3 เซลล์ที่ใช้ในการศึกษาทางเคมีไฟฟ้า.....	22
3.3.1 เซลล์สำหรับการศึกษาทางเคมีไฟฟ้าในระบบอยู่หนึ่ง.....	22
3.3.2 เซลล์สำหรับการศึกษาทางเคมีไฟฟ้าในระบบฉีดไหลต่อเนื่อง.....	22
3.4 การดำเนินการวิจัย.....	25
3.4.1 การเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์.....	25
3.4.1.1 การเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ 0.1 M.....	25
3.4.1.2 การเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์เพื่อศึกษาผลกระทบจากอะซิโตน ไนไตรด์ (CH_3CN).....	25
3.4.2 เตรียมสารละลายสต็อกมาตรฐานคิตาชาไมซิน.....	25
3.4.3 การศึกษาไซคลิกโวลแทมเมทรี.....	26
3.4.3.1 การศึกษากระแสพื้น.....	26
3.4.3.2 การศึกษาผลกระทบจาก % CH_3CN	26
3.4.3.3 การศึกษา pH ที่เหมาะสม.....	27
3.4.3.4 การศึกษา scan rate ที่เหมาะสม.....	27
3.4.3.5 การศึกษาช่วงของความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรง.....	27
3.4.4 การตรวจวัดยาในระบบฉีดไหลต่อเนื่องโดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรี.....	28
3.4.4.1 การศึกษาไฮโดรไดนามิกโวลแทมเมทรี.....	28
3.4.4.2 การศึกษาผลของอัตราเร็วในการไหลที่เหมาะสมของสารละลาย.....	28
3.4.4.3 การศึกษาความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน.....	29
3.4.4.4 การศึกษาขีดจำกัดของการวิเคราะห์.....	29
3.4.4.5 การศึกษาความเที่ยง.....	30
3.4.4.6 การศึกษาความเสถียรภาพของขั้วไฟฟ้าทำงาน.....	30
3.4.4.7 การศึกษาความแม่นยำ.....	30
3.4.4.8 การประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่างยาคิตาชาไมซิน.....	30
3.4.4.8.1 เทคนิคการเติมสารละลายมาตรฐาน (Standard addition)	30
3.4.4.8.2 เทคนิคการสร้างกราฟมาตรฐาน (Calibration curve)	31

สารบัญ (ต่อ)

เนื้อหา	หน้า
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผล.....	32
4.1 ไชคลิกโวลแทมเมตรี.....	32
4.1.1 การศึกษากระแสพื้น.....	32
4.1.2 การศึกษาผลกระทบจากอะซิโทรไนโตรไซด์.....	33
4.1.3 การศึกษา pH ที่เหมาะสม.....	33
4.1.4 ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของยามาตรฐาน.....	34
4.1.5 การศึกษา scan rate ที่เหมาะสม.....	36
4.1.6 การศึกษาช่วงของความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรง.....	37
4.2 การตรวจวัดยาในระบบบีดไหลต่อเนื่อง โดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมตรี.....	38
4.2.1 การศึกษาไฮโดรไดนามิกโวลแทมเมตรี (Hydrodynamic voltammetry)	38
4.2.2 การศึกษาผลของอัตราเร็วในการไหลที่เหมาะสมของสารละลายเคลื่อนที่	39
4.2.3 การศึกษาความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน.....	41
4.2.4 การศึกษาความสามารถในการวิเคราะห์.....	42
4.2.5 ความเที่ยง (Precision).....	42
4.2.6 การศึกษาความเสถียรภาพของขั้วไฟฟ้าทำงาน (Stability of electrode)	43
4.2.7 การประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ยาตัวอย่าง.....	43
4.2.7.1 ใช้วิธีเติมสารมาตรฐานในสารตัวอย่าง (standard addition method)	43
4.2.7.2 ใช้วิธีสร้างกราฟมาตรฐาน.....	44
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	46
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	46
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	46
เอกสารอ้างอิง.....	47
ภาคผนวก ก การศึกษา pH ที่เหมาะสม.....	49
ภาคผนวก ข การศึกษาการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน.....	52

สารบัญ (ต่อ)

เนื้อหา	หน้า
ภาคผนวก ค การศึกษา scan rate ที่เหมาะสม.....	54
ภาคผนวก ง การศึกษาช่วงของความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรง.....	57
ภาคผนวก จ การศึกษาไฮโดรไดนามิกโวลแทมเมตรี.....	60
ภาคผนวก ฉ การศึกษาผลของอัตราเร็วในการไหลที่เหมาะสมของสารละลาย.....	70
ภาคผนวก ช การศึกษาความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน.....	72
ภาคผนวก ซ การศึกษาความสามารถในการวิเคราะห์.....	75
ภาคผนวก ฌ ความเที่ยง.....	77
ภาคผนวก ฎ การศึกษาความเสถียรภาพของขั้วไฟฟ้าทำงาน.....	80
ภาคผนวก ฏ การประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่าง.....	82

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตาราง	หน้า
ก.1 ข้อมูลที่ได้จากการศึกษา scan rate ของสารละลายคีตาซาไมซิน 250 ppm ใน ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 และ scan rate ต่างๆที่ขั้วไฟฟ้าทำงาน ฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน.....	56
ง .1 ข้อมูลกระแสไฟฟ้าที่ได้จากไซคลิกโวลเทมโมแกรมของคีตาซาไมซินความเข้มข้น ต่างๆในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 และ 50 mV/s ที่ขั้วไฟฟ้าทำงาน ฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน.....	59
ง .2 ข้อมูลศักย์ไฟฟ้าที่ได้จากไซคลิกโวลเทมโมแกรมของคีตาซาไมซินความเข้มข้น ต่างๆในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 และ 50 mV/s ที่ขั้วไฟฟ้าทำงาน ฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน.....	59
จ.1 ข้อมูลสัญญาณตรวจวัด โดยเทคนิคแอมเพอร์เมทรีในระบบชนิดไหลต่อเนื่อง ด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนของคีโดโคนา โคลความเข้มข้น 100 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.70-1.20 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μ L และอัตราเร็วในการไหล ของสารละลายเคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.02 mL/min.....	62
ฉ.1 ข้อมูลจากสัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอร์เมทรีในระบบชนิดไหลต่อเนื่องด้วย ขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนของคีตาซาไมซินที่อัตราเร็วในการไหลของ สารละลายเคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 0.57 - 1.21 mL/min ความเข้มข้น 250 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.02 V และปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μ L.....	71
ช.1 ข้อมูลสัญญาณตรวจวัด โดยเทคนิคแอมเพอร์เมทรีในระบบชนิดไหลต่อเนื่องด้วย ขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนของคีโดโคนา โคลความเข้มข้น 10-500 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.02 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μ L และอัตราไหลของสารละลายเคลื่อนที่ ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M ในเมทานอล 20 % pH 7.5 ที่ 1 mL/min.....	74
ซ.1 แสดงการคำนวณหา Limit of detection ของยาคีตาซาไมซินโดยเทคนิคแอมเพอร์ โรเมทรีในระบบชนิดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน.....	76
ณ.1 แสดงการคำนวณหา ความเที่ยงในการวิเคราะห์ของยาคีตาซาไมซินโดยเทคนิค แอมเพอร์โรเมทรีในระบบชนิดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบาง เจือโบรอน.....	78

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตาราง	หน้า
ญ.1 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่วัดได้จากเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีในระบบไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนของสารละลายคีตาซาไมซินเข้มข้น 100 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.02 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μ L อัตราการไหลของฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.0 mL/min.....	81
ฎ.1 ข้อมูลสัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีในระบบไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน ของการเติมสารมาตรฐานคีตาซาไมซิล ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.02 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μ L และอัตราไหลของสารละลายเคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.0 mL/min.....	84



สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 การให้ศักย์ไฟฟ้าใน potential step Voltammetry	3
2.2 ความสัมพันธ์ของกระแสไฟฟ้ากับเวลาที่ได้จากการให้ศักย์ไฟฟ้าช่วง V_1 ถึง V_2 ของสารละลาย Fe^{3+}	4
2.3 ความเข้มข้นของ Fe^{3+} ในชั้นของการแพร่ที่ผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าทำงาน ณ เวลาต่างๆ...	4
2.4 รูปแบบการให้ศักย์ไฟฟ้าของ linear sweep voltammetry (A) แสดงศักย์ไฟฟ้าที่ เวลาต่าง ๆ และ(B) แสดง linear sweep voltammogram	6
2.5 linear sweep voltammograms ที่ scan rate ต่าง ๆ ของสารละลาย Fe^{3+}	7
2.6 การบันทึก linear sweep voltammogram โดยใช้ค่า voltage sweep rate ค่าเดียวกัน แต่มี ค่าคงที่ของ reduction rate (k_{red}) ต่างกัน	7
2.7 การให้ศักย์ไฟฟ้าที่สัมพันธ์กับเวลาของ ไซคลิก โวลแทมเมตรี.....	8
2.8 ไซคลิก โวลแทมโมแกรม.....	9
2.9 การแปรผลข้อมูลของ ไซคลิก โวลแทมโมแกรม.....	10
2.10 การเกิดปฏิกิริยาแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นบนขั้วไฟฟ้าของ Specie.....	10
2.11 รูปลักษณะของ ไซคลิก โวลแทมโมแกรมสำหรับปฏิกิริยาเคมีของ Nemst.....	11
2.12 เซลล์แบบ thin-layer ที่ใช้สำหรับเคมีไฟฟ้าแบบไหลต่อเนื่อง.....	14
2.13 รูปองค์ประกอบของเซลล์เคมีไฟฟ้าแบบไหลต่อเนื่องที่ออกแบบโดย S.M. Lunte C.E. Lunte และ P.T. Kissinger	14
2.14 องค์ประกอบของเครื่อง Microwave plasma-enhanced CVD สร้างโดย ASTeX.....	16
2.15 ภาพถ่ายจากเครื่อง SEM ของขั้วไฟฟ้าฟิล์มบางเพชรเจือโบรอนที่ก่อตัวบนซิลิกอน ชนิดพีสร้างโดยวิธี Microwave-enhanced CVD	16.
2.16 กระแสพื้นของขั้วไฟฟ้าทำงานในสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ความเข้มข้น 0.10 M pH 7.5 ขั้วฟิล์มบางเพชรเจือโบรอน และขั้วไฟฟ้ากลาสติคาร์บอน.....	17
2.17 โครงสร้างทางเคมีของยาคีตาซาไมซิน(Kitasamycin).....	17
2.18 โครงสร้างทางเคมีของยาในกลุ่ม macrolide.....	19
3.1 ส่วนประกอบของเซลล์เคมีไฟฟ้าระบบอยู่นิ่ง และภาพถ่ายเซลล์เคมีไฟฟ้า.....	22
3.2 องค์ประกอบเซลล์เคมีไฟฟ้าระบบฉีดไหลต่อเนื่อง.....	23

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.3 เซลล์เคมีไฟฟ้าระบบชนิดไหลต่อเนื่อง.....	23
3.4 ขนาดท่อและทิศทางการไหลของสารละลายภายในเซลล์เคมีไฟฟ้าระบบชนิดไหลต่อเนื่อง.....	24
3.5 ทิศทางการไหลของสารละลายในระบบชนิดไหลต่อเนื่องที่ใช้ศึกษาทางเคมีไฟฟ้าโดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรี.....	24
4.1 เปรียบเทียบไซคลิกโวลแทมโมแกรมของสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ได้จากขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรเจือโบรอน และกลาสคาร์บอน โดยใช้ scan rate 50 mV/s.....	32
4.2 พล็อตค่า pH กับค่าปริมาณกระแสไฟฟ้าและศักย์ไฟฟ้าที่ได้จากสัญญาณไซคลิกโวลแทมโมแกรมของสารละลายคิตาซาไมซินความเข้มข้น 100 ppm pH 7 – 10 และใช้ scan rate 50 mV/s.....	33
4.3 ไซคลิกโวลแทมโมแกรมของสารละลายคิตาซาไมซินความเข้มข้น 100 ppm ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ได้จาก ขั้วไฟฟ้าฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน โดยใช้ scan rate 50 mV/s.....	34
4.4 เปรียบเทียบไซคลิกโวลแทมโมแกรมของสารละลายคิตาซาไมซินความเข้มข้น 100 ppm กับสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ได้จากขั้วไฟฟ้าฟิล์มบางเพชรบางเจือโบรอน โดยใช้ scan rate 50 mV/s.....	35
4.5 แสดงการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของคิตาซาไมซิน.....	35
4.6 พล็อตค่า scan rate (25 – 500 mV/s) กับค่าปริมาณกระแสไฟฟ้าที่ได้จากสัญญาณไซคลิกโวลแทมโมแกรมของขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนในสารละลายคิตาซาไมซินความเข้มข้น 250 ppm ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5.....	36
4.7 พล็อตค่า scan rate ^{0.5} กับค่าปริมาณกระแสไฟฟ้าที่ได้จากสัญญาณไซคลิกโวลแทมโมแกรมของขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนในสารละลายคิตาซาไมซิน ความเข้มข้น 250 ppm ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5.....	36
4.8 พล็อตค่าความเข้มข้นของคิตาซาไมซิน (5 – 250 ppm) ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 กับค่ากระแสไฟฟ้าที่ได้จากสัญญาณไซคลิกโวลแทมโมแกรมของขั้วไฟฟ้าทำงาน ฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนและใช้ scan rate 100 mV/s.....	37

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า	
4.9	พลอตค่าความเข้มข้นของคีตาซา ไมซิน (5 – 250 ppm) ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 กับค่ากระแสไฟฟ้าที่ได้จากสัญญาณไซคลิกโวลแทมโมแกรมของขั้วไฟฟ้าทำงาน ฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนและใช้ scan rate 50 mV/s.....	37
4.10	พลอตค่าความเข้มข้นของคีตาซา ไมซิน (5 – 250 ppm) ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 กับค่าศักย์ไฟฟ้าที่ให้แกขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนจากสัญญาณ ไซคลิกโวลแทมโมแกรม โดยวัดที่ขั้วคอดพิก และใช้ scan rate 100 V/s.....	38
4.11	พลอตศักย์ไฟฟ้ากับค่ากระแสไฟฟ้าที่ได้จากสัญญาณ ในเทคนิคแอมเพอโรเมทรี ในระบบชนิดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนของสารละลาย คีตาซา ไมซินความเข้มข้น 250 ppm และอัตราเร็วในการไหลของฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.07 mL/min.....	39
4.12	พลอตศักย์ไฟฟ้ากับค่า (S/B) ที่ได้จากการคำนวณสัญญาณ ในเทคนิคแอมเพอโรเมทรี ในระบบชนิดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนของสารละลาย คีตาซา ไมซินความเข้มข้น 250 ppm และอัตราเร็วในการไหลของฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.07 mL/min.....	39
4.13	การพลอตอัตราเร็วในการไหลของฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 (0.57 - 1.21 mL/min) กับสัญญาณที่วัดได้จากเทคนิคแอมเพอโรเมทรีในระบบชนิดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้า ทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนของสารละลายคีตาซา ไมซินเข้มข้น 250 ppm ที่ ศักย์ไฟฟ้า 1.02 V และปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μ L	40
4.14	สัญญาณที่วัดได้จากเทคนิคแอมเพอโรเมทรีในระบบชนิดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้า ทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนของสารละลายคีตาซา ไมซินเข้มข้น 250 ppm ใน ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.02 V และปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μ L และใช้อัตราเร็วในการไหลของสารละลายเคลื่อนที่ 0.57 – 1.21 mL/min	40
4.15	พลอตค่าความเข้มข้นของคีตาซา ไมซิน (5 -500 ppm) กับค่ากระแสไฟฟ้าที่ได้จาก สัญญาณ ในเทคนิคแอมเพอโรเมทรีของระบบชนิดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงาน ฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μ L และใช้อัตราเร็วในการไหล ของสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1 ml/min.....	41

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.16	
ผลลดค่าความเข้มข้นของคีตาซาไมซิน (5 -150 ppm) กับค่ากระแสไฟฟ้าที่ได้จากสัญญาณในเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีของระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยปั๊มไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μ L และใช้อัตราเร็วในการไหลของฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1 mL/min.....	41
4.17	
แสดงผลจากการคำนวณหา Limit of detection ของยาคีตาซาไมซิน โดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยปั๊มไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือ โบรอน.....	42
4.18	
สัญญาณที่วัดได้จากเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยปั๊มไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือ โบรอนศักย์ไฟฟ้า ของสารละลายคีตาซาไมซินเข้มข้น 100 ppm ทศกัณฐ์ไฟฟ้า 1.02 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μ L อัตราการไหลของฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.0 mL/min.....	43
4.19	
กราฟมาตรฐานแบบการเติมสารมาตรฐานของการวิเคราะห์ยาคีตาซาไมซิน โดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยปั๊มไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือ โบรอน	44
4.20	
กราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์ยาคีตาซาไมซิน โดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยปั๊มไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือ โบรอน.....	45
ก.1	
ไซคลิกโวลเทมโมแกรมจากการศึกษา pH ที่เหมาะสมของสารละลายคีตาซาไมซิน 100 ppm ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M scan rate 50 mV/s และ pH 7 – 10 ที่ปั๊มไฟฟ้าฟิล์มเพชรบางเจือ โบรอน.....	50
ค .1	
ไซคลิกโวลเทมโมแกรมที่ได้จากการศึกษา scan rate ของสารละลายคีตาซาไมซิน ความเข้มข้น 250 ppm ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 และ scan rate ต่างๆ ที่ปั๊มไฟฟ้า ทำงานฟิล์มเพชรบางเจือ โบรอน.....	55
ง.1	
ไซคลิกโวลเทมโมแกรมของคีตาซาไมซินความเข้มข้น ต่างๆในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 และ 50 mV/s ที่ปั๊มไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือ โบรอน.....	58
จ.1	
สัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยปั๊มไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือ โบรอนของคีโต โคนา โขลความเข้มข้น 100 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.70-1.20 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μ L และอัตราเร็วในการไหลของสารละลายเคลื่อนที่ ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.02 mL/min.....	61

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
จ. 2	64
จ. 3	64
จ. 4	65
จ. 5	65
จ. 6	66
จ. 7	66

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
จ. 8	67
จ. 9	67
จ. 10	68
จ. 11	68
จ. 12	69
ข. 1	73

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
ฉ.1 สัญญาณตรวจวัด โดยเทคนิคแอมเพอโรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยปั๊มไฟฟ้า ทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน ของการเติมสารมาตรฐานคีตาซาไมซิล ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.02 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μ L และอัตราไหลของสารละลายเคลื่อนที่ฟอสเฟต บัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1 mL/min.....	83



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของโครงการพิเศษ

ยาปฏิชีวนะถูกใช้อย่างแพร่หลายในวงการแพทย์ซึ่งให้ผลการรักษาแตกต่างกันไปตามคุณสมบัติของตัวยานั้นๆซึ่งล้วนแต่เกี่ยวข้องกับกลไกการทำงานของร่างกายมนุษย์และสัตว์ทั้งสิ้น ฉะนั้นการควบคุมคุณภาพยาจึงเป็นสิ่งที่มีความสำคัญซึ่งจำเป็นต้องคำนึงถึงปริมาณของตัวยาที่อยู่ในยานั้น ดังนั้นการวิเคราะห์ปริมาณยาที่ผลิตจากโรงงานควรมีความถูกต้องในการวิเคราะห์ เพื่อให้ยาที่ผลิตมีคุณภาพ และได้มาตรฐานตามสำนักงานคณะกรรมการอาหารและยากำหนด ทั้งต้องมีความรวดเร็วในการวิเคราะห์เพื่อความเหมาะสมกับการทำงานของโรงงานยาด้วย

การวิเคราะห์ปริมาณยาที่ผลิตจากโรงงานนั้นพบข้อจำกัดในการวิเคราะห์หลายประการด้วยกัน เช่น เทคนิคในการวิเคราะห์ที่ต้องมีความจำเพาะสูงทำให้ต้องอาศัยเครื่องมือวิเคราะห์ที่มีความสามารถสูงด้วยซึ่งเครื่องมือดังกล่าวมีราคาแพงจึงเป็นอุปสรรคสำหรับโรงงานผลิตยาที่จะจัดหามาใช้งาน นอกจากนี้ผู้ทำการวิเคราะห์ต้องมีประสบการณ์ และความชำนาญสูงด้วย ทั้งหมดนี้ส่งผลให้ความถูกต้องในการวิเคราะห์ของโรงงานขาดลง

จากความสำคัญในเรื่องคุณภาพและปัญหาที่พบจึงเป็นประเด็นสำคัญของการศึกษาโดยการนำเครื่องมือวิเคราะห์ที่เพิ่งถูกพัฒนาและสามารถสร้างขึ้นมาได้เองมาใช้สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณยา

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการพิเศษ

1. ศึกษาการนำขั้วไฟฟ้าฟิล์มบางเพชรเจือ โบรอนมาใช้ในการวิเคราะห์ยาปฏิชีวนะคิตาซาไมซิน (Kitsamycin) โดยใช้เทคนิคทางเคมีไฟฟ้า
2. นำเทคนิคการวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าที่ใช้ร่วมกับระบบฉีดไหลมาใช้เพื่อวิเคราะห์ปริมาณยาปฏิชีวนะคิตาซาไมซิน (Kitsamycin)

1.3 ขอบเขตของการศึกษา

การศึกษาทางเคมีไฟฟ้าและการตรวจวัดยาปฏิชีวนะคิตาซาไมซิน (Kitsamycin) โดยใช้ขั้วไฟฟ้าฟิล์มบางเพชรเจือ โบรอน มีขอบเขตการวิจัยดังต่อไปนี้

1. ศึกษาการวิเคราะห์โดยเทคนิคเคมีไฟฟ้าทั้งระบบที่อยู่นิ่ง และในระบบฉีดไหลต่อเนื่อง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของอิเล็กโทรไลต์ช่วย และสารละลายเคลื่อนที่ที่ใช้ในเทคนิคทางไซคลิกโวลแทมเมตรี เพื่อใช้ในการตรวจวัดยาปฏิชีวนะคีตาซาไมซิน (Kitsamycin)

3. ศึกษาการนำขั้วไฟฟ้าฟิล์มบางเพชรเจือโบรอนเพื่อใช้ในการตรวจวัดยาปฏิชีวนะคีตาซาไมซิน (Kitsamycin) โดยใช้เทคนิคทางแอมเพอโรเมตรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่อง

1.4 คำจำกัดความ

ยาปฏิชีวนะคีตาซาไมซิน (Kitsamycin) เป็นยาปฏิชีวนะในกลุ่ม macrolide ใช้สำหรับสัตว์ปีกและสุกร

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถนำขั้วไฟฟ้าชนิดฟิล์มบางเพชรเจือโบรอนมาประยุกต์ใช้งานวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าได้
2. สามารถวิเคราะห์หาปริมาณของยาปฏิชีวนะคีตาซาไมซิน โดยใช้เซลล์เคมีไฟฟ้าที่ใช้วัสดุภายในประเทศ ราคาถูก ใช้งานง่าย สะดวก และใช้ระยะเวลาในการวิเคราะห์สั้น
3. เพื่อเป็นข้อมูลอ้างอิงของการนำขั้วไฟฟ้าฟิล์มบางเพชรเจือโบรอน และเซลล์เคมีไฟฟ้ามาประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ยาในกลุ่มต่าง ๆ ต่อไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

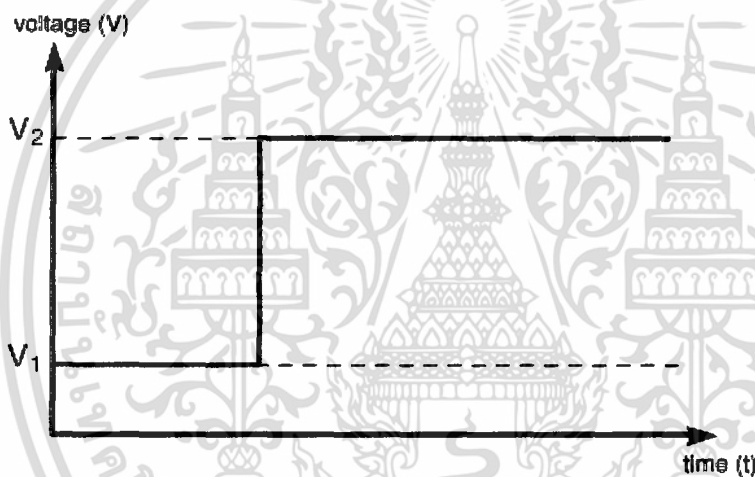
บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการ

2.1 เทคนิคทางเคมีไฟฟ้า

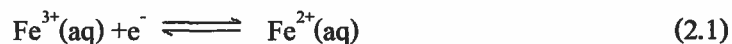
2.1.1 Potential step voltammetry

เป็นเทคนิคที่ให้ศักย์ไฟฟ้าแก่ขั้วไฟฟ้าทำงานในระบบสารละลายอยู่นิ่ง โดยให้ศักย์ไฟฟ้าจาก V_1 ถึง V_2 ดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 การให้ศักย์ไฟฟ้าใน potential step Voltammetry [1]

โดยพิจารณาการเกิดปฏิกิริยาของ Fe^{3+}

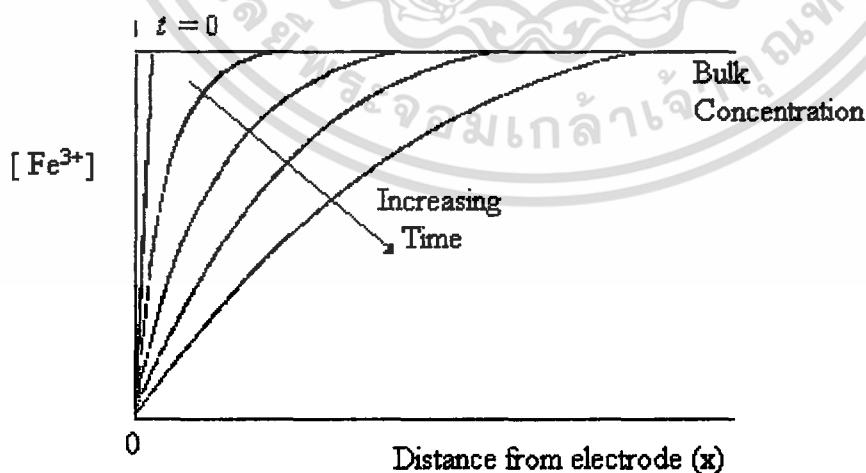


การให้ศักย์ไฟฟ้าในช่วง V_1 ถึง V_2 โดยที่ศักย์ไฟฟ้า V_1 คงที่ Fe^{3+} ไม่เกิดปฏิกิริยารีดักชัน ส่วนศักย์ไฟฟ้า V_2 คงที่เป็นศักย์ไฟฟ้าที่ทำให้ Fe^{3+} เป็น Fe^{2+} ซึ่งเกิดปฏิกิริยารีดักชันภายใต้สภาวะนี้ จะเกิดสัญญาณกระแสไฟฟ้าเทียบกับเวลาที่ให้ศักย์ไฟฟ้า ดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 ความสัมพันธ์ของกระแสไฟฟ้ากับเวลาที่ได้จากการให้ศักย์ไฟฟ้าช่วง V_1 ถึง V_2 ของสารละลาย Fe^{3+} [1]

จะเห็นได้ว่าเมื่อเริ่มให้ศักย์ไฟฟ้าคงที่ V_2 จะเกิดสัญญาณกระแสไฟฟ้าเกิดขึ้น ซึ่งศักย์ไฟฟ้า V_2 เป็นศักย์ไฟฟ้าที่เกิดปฏิกิริยาของ Fe^{3+} เป็น Fe^{2+} และเมื่อให้ศักย์ไฟฟ้า V_2 ต่อเนื่องไป Fe^{3+} ที่บริเวณผิวหน้าขั้วไฟฟ้าทำงานจะลดลงทำให้เกิดความแตกต่างของความเข้มข้นของ Fe^{3+} ในชั้นการแพร่ โดยอัตราการแพร่จะถูกควบคุมด้วยความแตกต่างของความเข้มข้นในชั้นการแพร่กับความเข้มข้นของสารละลาย bulk ดังนั้นจะเกิดการแพร่ของ Fe^{3+} มาสู่ผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าทำงาน การแพร่นี้จะเร็วหรือช้าขึ้นอยู่กับค่า diffusion flux เช่น ที่ระยะเวลาเวลาสั้น ๆ ค่าของ diffusion flux จะมีค่าสูงทำให้ระยะห่างของชั้นการแพร่กับความเข้มข้นของ bulk มีระยะห่างน้อย ถ้ายังคงให้เกิดปฏิกิริยา อิเล็กโทรไลซิสโดยให้ศักย์ไฟฟ้า V_2 ต่อไปจะทำให้ความเข้มข้นที่ผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าทำงานลดลง และส่งผลทำให้กระแสไฟฟ้าลดลง ดังแสดงในรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.3 ความเข้มข้นของ Fe^{3+} ในชั้นของการแพร่ที่ผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าทำงาน ณ เวลาต่างๆ [1]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 2.3 จะเห็นได้ว่าความเข้มข้นในชั้นการแพร่มีการเปลี่ยนแปลงตามระยะห่างที่ผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าทำงาน ณ เวลาต่าง ๆ ความเข้มข้นของ Fe^{3+} ในชั้นการแพร่จะค่อย ๆ ลดลงเมื่อเวลาเพิ่มขึ้นซึ่งสังเกตจากปริมาณกระแสไฟฟ้าที่วัดได้ ณ เวลาต่าง ๆ แสดงในรูปที่ 2.2 และใช้สมการที่ (2.2-2.5) ในการอธิบาย

เมื่อพิจารณาการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของ Fe^{3+} เทียบกับเวลา จะสามารถอธิบายได้ว่าความเข้มข้นของ Fe^{3+} จะแปรผกผันกับเวลาที่เพิ่มขึ้น และแปรผกผันกับระยะห่างในชั้นการแพร่ดังแสดงในสมการที่ (2.2)

$$\frac{\delta [Fe^{3+}]}{\delta t} = D_{Fe^{3+}} \left(\frac{\delta^2 [Fe^{3+}]}{\delta x^2} \right) \quad (2.2)$$

เมื่อ x คือระยะห่างระยะห่างจากผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าทำงาน

เมื่อพิจารณาปริมาณกระแสไฟฟ้าของการเกิดอิเล็กโทรไลซิสในปฏิกิริยารีดักชันแล้วจะเห็นได้ว่าปริมาณกระแสไฟฟ้าจะเป็นปฏิกิริยาโดยตรงกับความเข้มข้นของ Fe^{3+} ดังแสดงในสมการที่ (2.3)

$$i_c = -nFAk_{red} [Fe^{3+}]_{surface} \quad (2.3)$$

เมื่อพิจารณาปริมาณกระแสไฟฟ้ากับความเข้มข้นของ Fe^{3+} ในสารละลาย bulk แล้วพบว่าปริมาณกระแสไฟฟ้าจะแปรผันตรงกับความเข้มข้นของ Fe^{3+} ในสารละลาย bulk โดยเกิดจากการเคลื่อนที่ของมวลในเทอมของ flux โดยใช้สมการที่ (2.4) ในการอธิบาย

$$|i_c| = nFAk_{red} [Reactant]_{bulk} \left(\frac{D}{\pi t} \right)^{1/2} \quad (2.4)$$

และเมื่อพิจารณาสมการที่ (2.4) พบว่าปริมาณกระแสไฟฟ้าที่วัดได้จะเป็นฟังก์ชันแปรผกผันกับรากที่สองของเวลา (\sqrt{t}) ดังแสดงในสมการที่ (2.5)

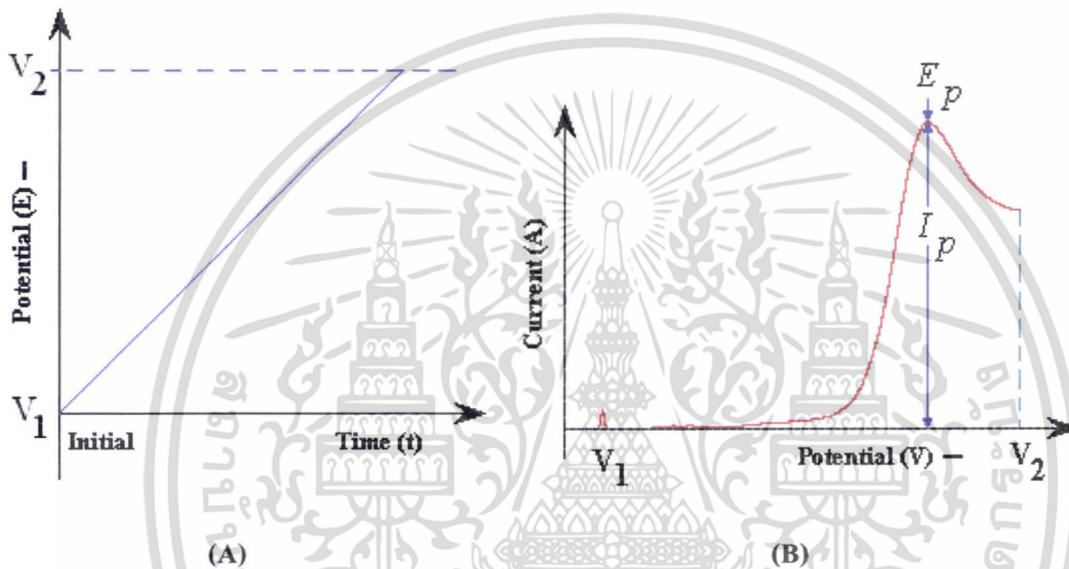
$$i \text{ vs. } \frac{1}{\sqrt{t}} \quad (2.5)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.2 Linear sweep voltammetry

เป็นเทคนิคที่กำหนดช่วงศักย์ไฟฟ้าแก่ขั้วไฟฟ้าทำงาน โดยเพิ่มค่าศักย์ไฟฟ้าจาก V_1 ถึง V_2 ในลักษณะที่เป็นเส้นตรงตามเวลาที่เพิ่มขึ้น ซึ่งค่าศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่ขั้วไฟฟ้าทำงานจะเพิ่มตามระยะเวลาที่เพิ่มขึ้น โดยค่าอัตราศักย์ไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นตามเวลาเรียกว่าค่า scan rate ซึ่งสามารถคำนวณจากค่าความชันของการให้ศักย์ไฟฟ้า

ในการบันทึกโวลแทมโมแกรมสามารถบอกคุณสมบัติของสารได้ คือ (1) อัตราเร็วของการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนในการเกิดปฏิกิริยา (2) ความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า และ (3) บอกระยะศักย์ไฟฟ้าที่เกิดปฏิกิริยาเมื่อใช้ scan rate ค่าหนึ่ง ๆ



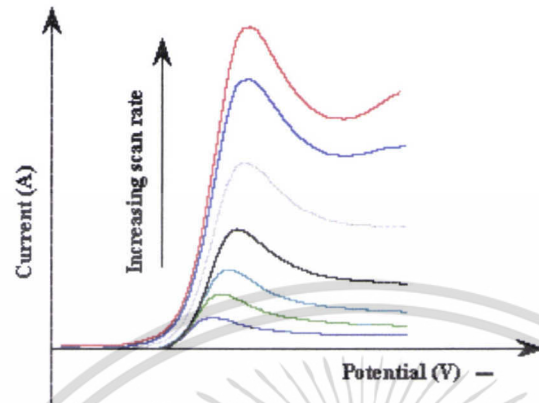
รูปที่ 2.4 รูปแบบการให้ศักย์ไฟฟ้าของ linear sweep voltammetry (A) แสดงศักย์ไฟฟ้าที่เวลาต่าง ๆ และ(B) แสดง linear sweep voltammogram [1]

การวัดกระแสไฟฟ้าของ linear sweep voltammetry จะเป็นการบันทึกค่ากระแสไฟฟ้าเทียบกับศักย์ไฟฟ้าที่ให้ ยกตัวอย่างเช่นในการเกิดปฏิกิริยาของ Fe^{3+} เป็น Fe^{2+} ($Fe^{3+} + e^- \longrightarrow Fe^{2+}$) โดยให้ scan rate คงที่ค่าเดียวตลอดการทดลอง ดังรูป 2.4 (A) และทำการพลอตค่ากระแสไฟฟ้ากับศักย์ไฟฟ้าจากซ้ายไปขวา ค่ากระแสไฟฟ้าจะเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับศักย์ไฟฟ้า และให้ค่ากระแสไฟฟ้าสูงสุด หลังจากนั้นก็ลดลง ซึ่งศักย์ไฟฟ้าที่ให้กระแสไฟฟ้าสูงสุดคือศักย์ไฟฟ้าของการเกิดปฏิกิริยาจาก Fe^{3+} เป็น Fe^{2+} ณ กระแสไฟฟ้าสูงสุดนั้นจะมีการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนที่เร็วมากเมื่อเทียบกับค่า voltage sweep rate ดังนั้นบริเวณผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าทำงานจะเกิดสมดุลไดนามิกเกิดขึ้น ซึ่งเราเรียกว่าสมดุลเคมีไฟฟ้าโดยใช้สมการสมดุลของ Nernst ในการอธิบาย ดังแสดงในสมการที่ (2.6)

$$E = E^o + \frac{RT}{nF} \ln \left(\frac{[Fe^{3+}]}{[Fe^{2+}]} \right) \quad (2.6)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

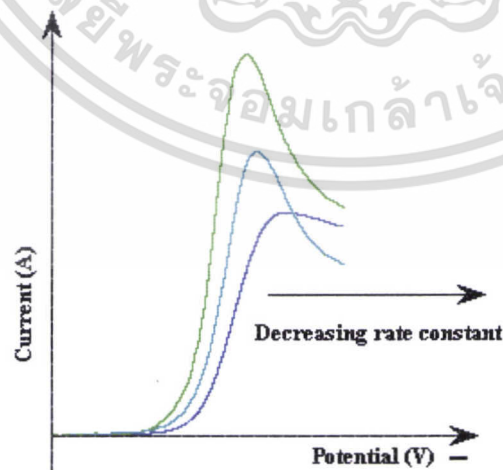
จากสมการที่ (2.6) สามารถอธิบายความสัมพันธ์ของความเข้มข้น Fe^{3+}/Fe^{2+} กับศักย์ไฟฟ้าที่ตำแหน่งต่าง ๆ (E) และ E^o เป็นค่าศักย์ไฟฟ้ามาตรฐาน โดยตำแหน่งศักย์ไฟฟ้าที่สมดุลจะเกิดการเลื่อนไปตาม E^o



รูปที่ 2.5 linear sweep voltammograms ที่ scan rate ต่าง ๆ ของสารละลาย Fe^{3+}

รูปที่ 2.5 แสดง linear sweep voltammogram ที่ scan rates ต่าง ๆ ของสารละลาย Fe^{3+} พบว่าปริมาณกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้นตามค่า scan rate ที่เพิ่มขึ้น เมื่อพิจารณาขนาดของ diffusion layer ที่บริเวณผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าทำงานแล้วจะเห็นว่า ค่าของ diffusion layer จะแปรผันตรงกับค่า scan rate เมื่อค่า scan rate มีค่ามากขึ้น ค่าของ diffusion layer สูงขึ้นตาม เป็นผลทำให้เกิดการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนที่ผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าทำงานได้เร็วมากขึ้นส่งผลทำให้มีปริมาณกระแสไฟฟ้าสูงขึ้น

ในกรณีที่ปฏิกิริยาเกิดการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนเร็ว ปฏิกิริยานั้นจะเป็นปฏิกิริยาที่ย้อนกลับได้ และในกรณีที่ปฏิกิริยามีการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนช้าจะเกิดปฏิกิริยาแบบกึ่งย้อนกลับหรือแบบย้อนกลับไม่ได้



รูปที่ 2.6 การบันทึก linear sweep voltammogram โดยใช้ค่า voltage sweep rate ค่าเดียวกัน แต่

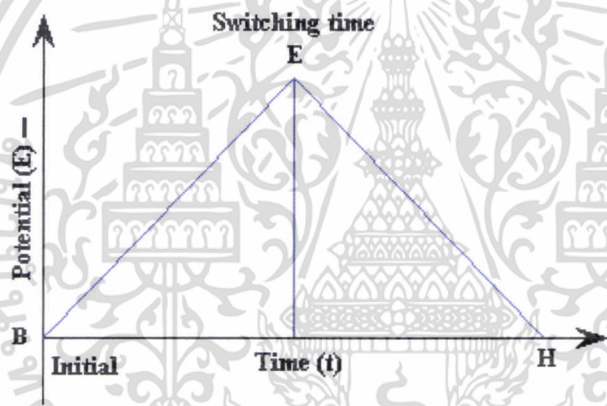
มีค่าคงที่ของ reduction rate (k_{red}) ต่างกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 2.6 แสดงผลการให้ voltage sweep rate คงที่ค่าเดียว แต่มีค่าคงที่ของอัตราการเกิดปฏิกิริยารีดักชัน (k_{red}) ต่างกัน จะทำให้ปริมาณกระแสไฟฟ้าต่างกัน และตำแหน่งของ E_p เลื่อนตำแหน่งไป และเมื่อค่าของ k_{red} สูงปริมาณกระแสไฟฟ้างี้จะสูงด้วย

2.1.3 ไชคลิกโวลแทมเมตรี [2, 3]

ไชคลิกโวลแทมเมตรีเป็นเทคนิคที่ให้ศักย์ไฟฟ้าในลักษณะสามเหลี่ยมหน้าจั่วแก่ขั้วไฟฟ้าทำงาน ดังแสดงตามรูปที่ 2.7 ซึ่งพัฒนาโดย Nicholson และ Shain [2] เป็นเทคนิคที่ได้รับความนิยมอย่างมาก เพื่อใช้ในการศึกษาการเกิดปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้าของสารบริเวณผิวหน้าขั้วไฟฟ้าทำงาน ตลอดจนใช้ในการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของการวิเคราะห์โดยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าอื่น ๆ ต่อไป การบันทึกกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการให้ศักย์ไฟฟ้าแก่ขั้วไฟฟ้าทำงาน โดยจะทำการพลอตค่ากระแสไฟฟ้ากับศักย์ไฟฟ้า ซึ่งเรียกว่าไชคลิกโวลแทมโมแกรม (cyclic voltammogram) ดังรูปที่ 2.8



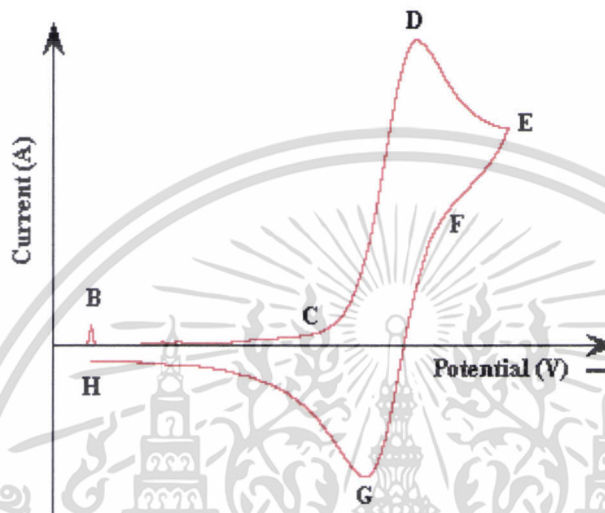
รูปที่ 2.7 การให้ศักย์ไฟฟ้าที่สัมพันธ์กับเวลาของไชคลิกโวลแทมเมตรี

การให้ศักย์ไฟฟ้าในไชคลิกโวลแทมเมตรีจะเป็นการให้ศักย์ไฟฟ้าตามค่า scan rate เมื่อเทียบกับเวลาจนถึงจุดสูงสุดและลดศักย์ไฟฟ้าในทิศทางตรงข้ามด้วย scan rate เดียวกัน ซึ่งสามารถอธิบายสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่ขั้วไฟฟ้าทำงานกับเวลา ณ จุดต่าง ๆ ตามความสัมพันธ์ในสมการที่ (2.7)

$$V = \frac{dE}{dt} \quad (2.7)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ในเคมีไฟฟ้า เช่นการให้ศักย์ไฟฟ้าในทิศทางที่เป็นลบแก่ขั้วไฟฟ้าทำงาน สารที่อยู่ในรูปของออกซิไดซ์ตอนเริ่มแรกของการให้ศักย์ไฟฟ้ายังไม่เกิดปฏิกิริยารีดักชัน จนกระทั่งให้ศักย์ไฟฟ้าใกล้จะถึง E° จะเริ่มเกิดกระแสแคโทดิกเกิดขึ้น ($O + e^- \rightarrow R$) จนกระทั่งมีการให้ศักย์ไฟฟ้าในทิศทางย้อนกลับจะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ($R \rightarrow e^- + O$) และให้กระแสแอโนดิก



รูปที่ 2.8 ไซคลิกโวลแทมโมแกรม

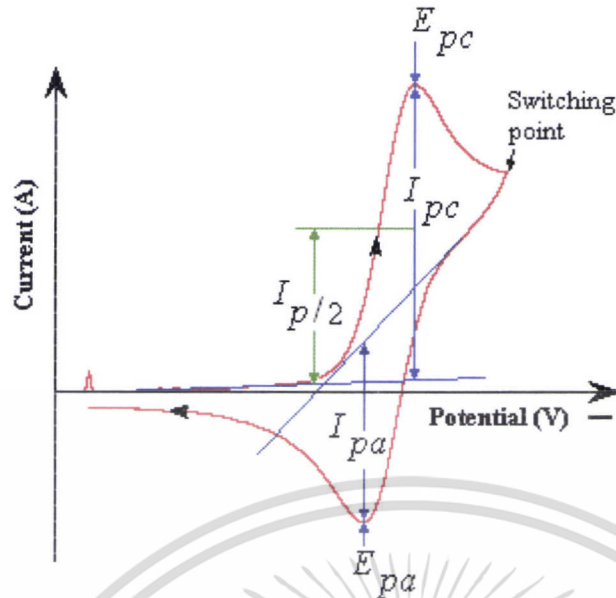
จากรูปที่ 2.8 สามารถแสดงตำแหน่งในไซคลิกโวลแทมโมแกรมของการเกิดปฏิกิริยาที่ตำแหน่งศักย์ไฟฟ้าต่าง ๆ

- B เป็นจุดเริ่มการให้ศักย์ไฟฟ้า
- C เป็นจุดที่เริ่มเกิดปฏิกิริยารีดักชัน
- D เป็นพีคแอโนดิก
- E เป็นจุดที่เปลี่ยนศักย์ไฟฟ้าในทิศทางบวก
- F เป็นจุดที่เริ่มเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน
- D เป็นพีคแคโทดิก
- H เป็นจุดสิ้นสุดการให้ศักย์ไฟฟ้า

2.1.3.1 การแปรผลข้อมูล

การแปรผลข้อมูลของไซคลิกโวลแทมโมแกรมจะแปรผลเพื่อหาค่าของศักย์ไฟฟ้าที่ให้จากค่ากระแสไฟฟ้าสูงสุด ดังแสดงในรูปที่ 2.9 ซึ่งพัฒนาโดย Nicholson และ Shain

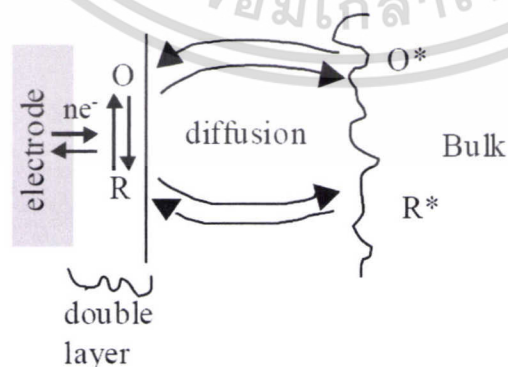
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.9 การแปรผลข้อมูลของไซคลิกโวลแทมโมแกรม

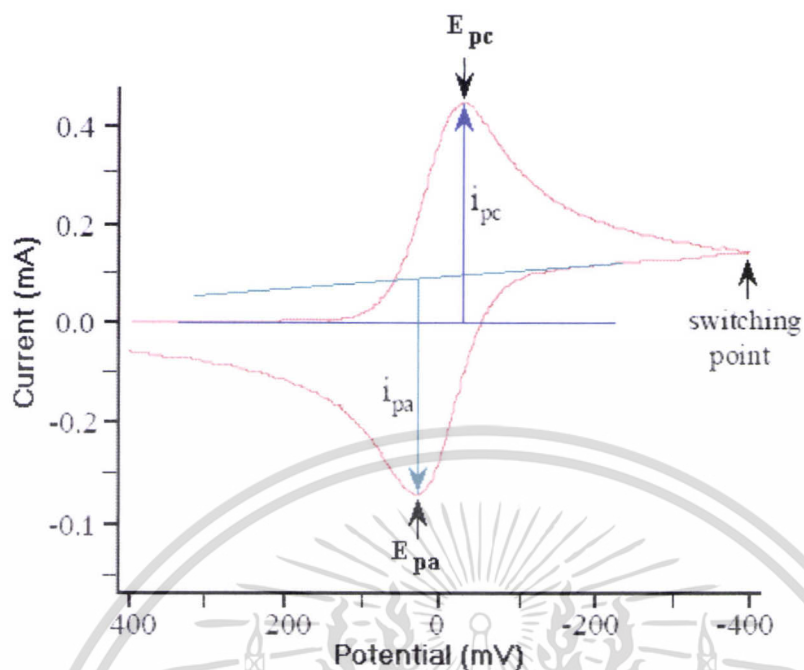
2.1.3.2 ระบบที่เป็นปฏิกิริยาผันกลับได้ [4]

ในระบบที่เป็นปฏิกิริยาที่ผันกลับได้ (reversible reaction) จะต้องเป็นระบบที่มีการเกิดปฏิกิริยาแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนอย่างรวดเร็ว ดังนั้นเมื่อพิจารณาสมการ $O + ne^- \rightleftharpoons R$ ตามรูปที่ 2.10 แสดงปฏิกิริยาของสารออกซิไดส์ที่อยู่ในรูป O รับอิเล็กตรอนจากขั้วไฟฟ้าเปลี่ยนอยู่ในรูป R และเกิดการแพร่ของของสารในชั้นการแพร่ของสารละลาย กระแสไฟฟ้าที่เกิดจากการแพร่นี้เรียกว่ากระแสแคโทดิก (cathodic current) ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น เรียกว่า ปฏิกิริยารีดักชัน (reduction) และเมื่อให้ศักย์ไฟฟ้าในทิศทางตรงข้ามจะเกิดปฏิกิริยาของสารรีดิวส์ (reduced) ที่อยู่ในรูปของ R ให้อิเล็กตรอนเปลี่ยนไปเป็น O กระแสไฟฟ้าที่เกิดจากการแพร่นี้เรียกว่ากระแสแอนอดิก (anodic current) ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเรียกว่า ปฏิกิริยาออกซิเดชัน (oxidation)



รูปที่ 2.10 การเกิดปฏิกิริยาแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นบนขั้วไฟฟ้าของ Specie [4]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.11 รูปลักษณะของ ไซคลิก โวลแทมโมแกรมสำหรับปฏิกิริยาเคมีของ Nernst

รูปที่ 2.11 แสดงไซคลิกโวลแทมโมแกรมของปฏิกิริยาที่ผันกลับได้ จากการให้ศักย์ไฟฟ้าตามรูปที่ 2.7 ซึ่งสามารถใช้สมการของ Randles-Sevcik ในการอธิบายดังแสดงในสมการที่ (2.8)

$$i_p = (2.69 \times 10^5) n^{3/2} A C D^{1/2} \nu^{1/2} \quad (2.8)$$

เมื่อค่า	n	คือ จำนวนของอิเล็กตรอน
	A	คือ พื้นที่ของอิเล็กโทรดในการเกิดปฏิกิริยา (cm^2)
	C	คือ ความเข้มข้นของสารละลาย (mol/cm^3)
	D	คือ diffusion coefficient (cm^2/s)
	ν	คือ scan rate (V/s)

เงื่อนไขการพิจารณาของการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าที่ผันกลับได้ของ Nernst สามารถแสดงได้ดังต่อไปนี้

1. การแยกกันของ $\Delta E_p = (E_{pa} - E_{pc})$ ซึ่ง $\Delta E_p = 59/n$ mV ที่ 25°C
2. ค่าของ E_p ไม่ขึ้นกับ scan rate

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. i_p นั้นจะเป็นฟังก์ชันเส้นตรงกับค่า $v^{1/2}$
4. อัตราส่วนของพิก $\frac{i_{pa}}{i_{pc}}$ ต้องมีค่าเท่ากับ 1 ทุก scan rate
5. ค่าของ $E^o = \frac{(E_{p,a} + E_{p,c})}{2}$
6. ค่าของ $E_{p/2} = E_{1/2} \pm \frac{0.028}{n} V$

2.1.3.3 ระบบที่เป็นปฏิกิริยาผันกลับไม่ได้ และกึ่งผันกลับได้ [5,6]

ในกระบวนการที่เป็นปฏิกิริยาผันกลับไม่ได้ (Irreversible reaction) จะมีการแลกเปลี่ยนของอิเล็กตรอนในการเกิดปฏิกิริยาที่ช้าทำให้เกิดพีกเดี่ยว และเกิดการเลื่อนของศักย์ไฟฟ้า โดยการเลื่อนของศักย์ไฟฟ้านั้นขึ้นอยู่กับค่า scan rate ที่ใช้ สามารถใช้สมการที่ (2.9) ในการอธิบาย

$$E_p = E^o + \left(\frac{RT}{\alpha n_a F} \right) \left[-0.78 + \ln \left(\frac{k^o}{D^{1/2}} \right) - \frac{1}{2} \ln \left(\frac{\alpha n_a F v}{RT} \right)^{1/2} \right] \quad (2.9)$$

เมื่อ α คือ transfer coefficient

k^o คือ ค่าคงที่ของปฏิกิริยาการเคลื่อนที่อิเล็กตรอน (heterogeneous rate)

n_a คือ จำนวนอิเล็กตรอนในขั้นตอนการกำหนดอัตราการเกิดปฏิกิริยาของกระบวนการอิเล็กโทรด (the number of electrons in the rate-determination step of electrode process)

E_p คือ ค่าศักย์ไฟฟ้าที่มีกระแสสูงสุด

ซึ่งค่าศักย์ไฟฟ้าของพีก (peak potential) (E_p) และค่าศักย์ไฟฟ้าครึ่งพีก (half-peak potential) ($E_{p/2}$) ที่ 25 °C จะแตกต่างกันเท่ากับ $|E_p - E_{p/2}| = \frac{1.857RT}{\alpha F} = \frac{47.7}{\alpha} \text{ mV}$ และปริมาณกระแสไฟฟ้าสามารถใช้สมการที่ (2.9) ในการอธิบาย

$$i_p = (2.99 \times 10^5) n (\alpha n_a)^{1/2} A C D^{1/2} v^{1/2} \quad (2.10)$$

ค่าปริมาณกระแสจะเป็นปฏิกิริยาโดยตรงกับความเข้มข้นสารละลาย แต่ปริมาณกระแสที่เกิดจากการให้ศักย์ไฟฟ้าในทิศทางย้อนกลับจะลดลง ซึ่งขึ้นอยู่กับค่าของ α เช่น ถ้าค่าของ $\alpha = 0.5$ อัตราส่วนของกระแสไฟฟ้าในปฏิกิริยาผันกลับได้หารด้วยกระแสในปฏิกิริยาที่ผันกลับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไม่ได้ (reversible/irreversible) จะมีค่าเท่ากับ 1.27 ซึ่งค่าของกระแสไฟฟ้าในปฏิกิริยาที่ผันกลับไม่ได้ จะมีค่าเป็น 80% ของกระแสไฟฟ้าในปฏิกิริยาที่ผันกลับได้ ส่วนในกรณีปฏิกิริยาที่ผันกลับได้ค่า k^0 จะอยู่ระหว่าง $10^{-5} - 10^{-1}$ cm/s ปริมาณของกระแสไฟฟ้าจะถูกควบคุมโดยความเร็วในการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอน และการเคลื่อนที่ของมวล รูปร่างของไซคลิกโวลแทมโมแกรมจะเป็นฟังก์ชันของ $k^0 / \sqrt{\pi a D}$ (เมื่อ $a = nFv / RT$) เมื่ออัตราส่วนของ $k^0 / \sqrt{\pi a D}$ มีค่าเพิ่มขึ้นจะเป็นปฏิกิริยาที่ย้อนกลับได้ ถ้าอัตราส่วนมีค่าลดลงจะเป็นปฏิกิริยาที่ย้อนกลับไม่ได้

2.2 การตรวจวัดด้วยแอมเพอโรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่อง [5, 7, 8,9]

เป็นวิธีการทางเคมีไฟฟ้าใช้ร่วมกับการวิเคราะห์ในระบบฉีดไหล (FIA) เพื่อใช้ตรวจวัดปริมาณสารเคมี และโดยใช้ระยะเวลาในการวิเคราะห์สั้น เริ่มเกิดขึ้นในกลางปี ค.ศ. 1970 ใช้หลักการทาง electrochemical voltammetry (อาศัยหลักที่ว่าเมื่อความเข้มข้นของสารเพิ่มขึ้น ปริมาณกระแสไฟฟ้าที่วัดได้จะแปรผันตรงกับความเข้มข้นของสาร) กระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นมาจากกระบวนการแพร่ (diffusion) และการนำพาไอออน (convection) ที่ผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าทำงานโดยเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันหรือรีดักชันของสารที่ทำกรวิเคราะห์เรียกกระบวนการนี้ว่าไฮโดรไดนามิกโวลแทมเมทรี (hydrodynamic voltammetry) ในสถานะที่ทำกรวิเคราะห์ต้องมีการเคลื่อนที่ของสารละลายอยู่ตลอดเวลา และเกิด polarizing ขึ้น ขั้วไฟฟ้าที่ใช้ในการวัดประกอบด้วยขั้วหลัก 3 ขั้วคือ

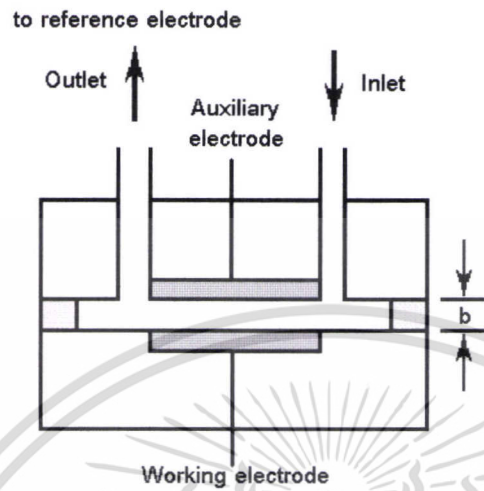
1. ขั้วไฟฟ้าทำงาน (working electrode)
2. ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (reference electrode)
3. ขั้วไฟฟ้าช่วย (auxiliary electrode)

การตรวจวัดในแอมเพอโรเมทริกเป็นการให้ศักย์ไฟฟ้าคงที่ และวัดปริมาณกระแสจำกัดหรือกระแสสูงสุด ซึ่งจะเป็นไปตามสถานะไฮโดรไดนามิกที่เกิดขึ้นบริเวณผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าทำงาน ในการอธิบายปริมาณกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นในขั้วไฟฟ้าทำงานชนิดขั้วของแข็งในระบบไหลต่อเนื่อง

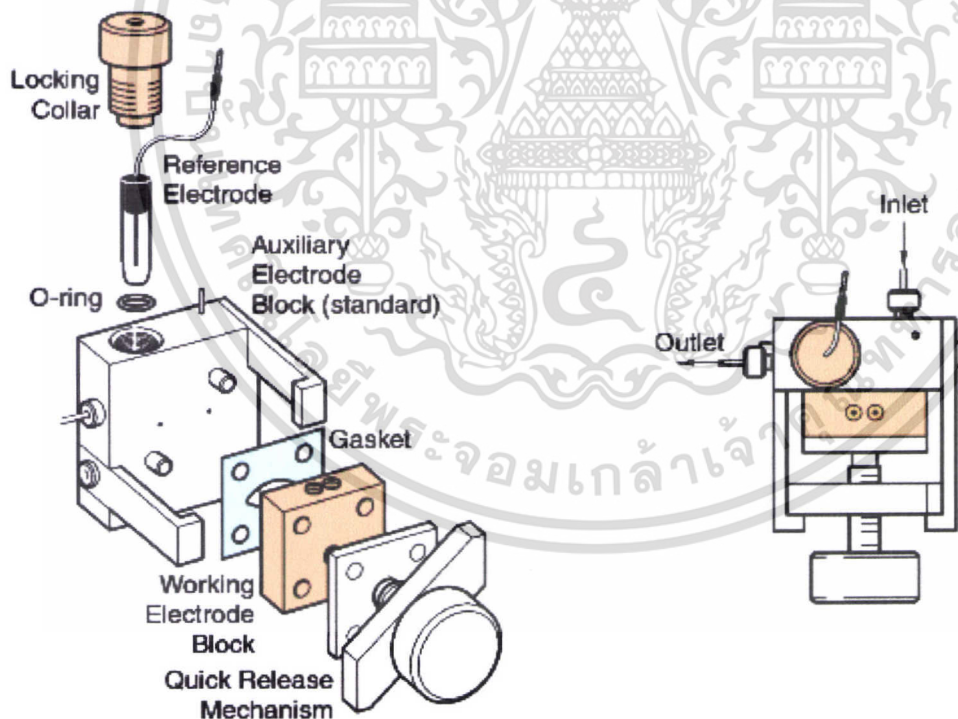
ในสถานะแอมเพอโรเมทริกที่มีการเคลื่อนที่ของสารละลายตลอดเวลา นั้น ทำให้ความหนาของชั้น boundary ที่ผิวหน้าขั้วไฟฟ้าทำงานลดลง เป็นผลให้วัดปริมาณกระแสไฟฟ้ามีค่าสูงขึ้น และจะมีค่ามากเพิ่มขึ้นตามอัตราการไหลของสารละลายในระบบฉีดไหลต่อเนื่อง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เซลล์เคมีไฟฟ้าในระบบชนิดไหลต่อเนื่องแบบ thin-layer ที่ออกแบบโดย S.M. Lunte C.E. Lunte และ P.T. Kissinger มีลักษณะตามรูปที่ 2.12-2.13



รูปที่ 2.12 เซลล์แบบ thin-layer ที่ใช้สำหรับเคมีไฟฟ้าแบบไหลต่อเนื่อง



รูปที่ 2.13 รูปองค์ประกอบของเซลล์เคมีไฟฟ้าแบบไหลต่อเนื่องที่ออกแบบโดย S.M. Lunte C.E.

Lunte และ P.T. Kissinger [10]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

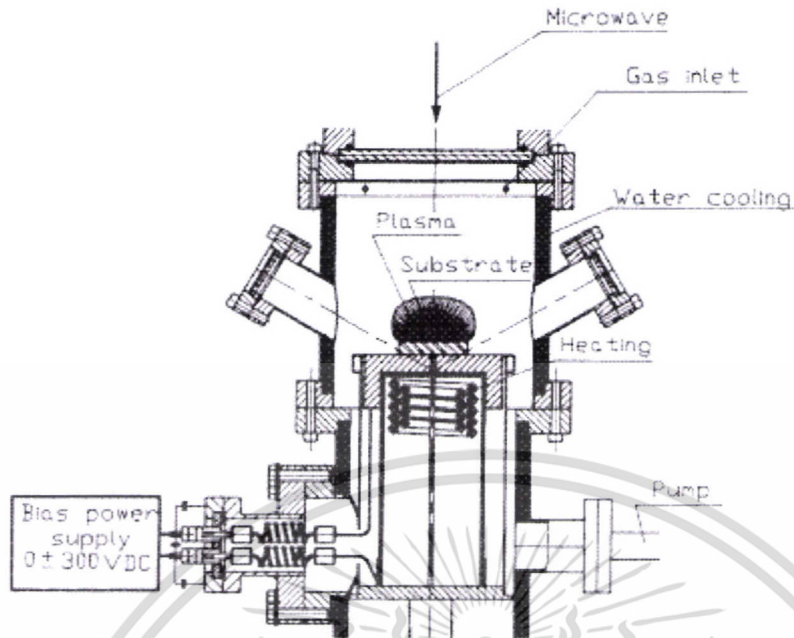
2.3 ขั้วไฟฟ้าฟิล์มบางเพชรเจือโบรอน [11]

วัสดุที่นิยมใช้เป็นขั้วไฟฟ้าทางเคมีไฟฟ้าส่วนใหญ่จะเป็นวัสดุที่มีคาร์บอนเป็นองค์ประกอบ เช่น carbon fiber glassy carbon และ graphite เป็นต้น เมื่อพิจารณาโครงสร้างในระดับ 10^6 เมตรแล้ว จะเห็นได้ว่าการรวมตัวกันเป็นลักษณะแบบ six-membered aromatic rings ซึ่งคาร์บอนสร้างพันธะแบบ sp^3 ส่งผลทำให้อิเล็กตรอนภายในโมเลกุล หรือระหว่างโมเลกุลสามารถเคลื่อนได้

การศึกษาประสิทธิภาพของการใช้วัสดุที่มีคาร์บอนเป็นองค์ประกอบมาใช้ในทางเคมีไฟฟ้านั้น ได้มีการศึกษามานานกว่า 30 ปี โดยมีการศึกษาในโครงสร้างลักษณะต่าง ๆ โดยพิจารณาจากความสามารถการนำไฟฟ้า และในลักษณะของสารกึ่งตัวนำ โดยเฉพาะในฟิล์มบางเพชรเจือโบรอน มีผู้สนใจอย่างมากที่จะนำมาเป็นวัสดุทางเคมีไฟฟ้า โดยพิจารณาความสัมพันธ์ระหว่างสมบัติทางเคมี ทางฟิสิกส์ และทางอิเล็กทรอนิกส์ให้มีความเหมาะสมมาเป็นขั้วไฟฟ้าทำงาน จะต้องมีความหนาของโบรอนที่เจืออยู่มากกว่าหรือเท่ากับ $10^{19}/\text{cm}^3$

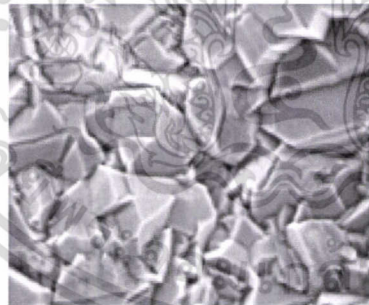
เหตุผลที่นำฟิล์มบางเพชรเจือโบรอนมาใช้ในทางเคมีไฟฟ้านั้นมาจากสมบัติที่ดีหลายประการของฟิล์มบางเพชรเจือโบรอน ได้แก่ มีความแข็งแรง ความต้านทานต่ำ ไม่ทำปฏิกิริยาทางเคมี ความสามารถนำความร้อนได้ดี มีความสามารถให้แสงผ่านได้ ตลอดจนมีค่า $E_g = 5.5 \text{ eV}$ ซึ่งเป็นค่าที่กว้างมาก เป็นต้น และโครงสร้างของคาร์บอนในโมเลกุลของเพชรนั้นมีการจัดเรียงตัวที่เป็นแบบ six-member rings และสร้างพันธะแบบ sp^3 โดยแต่ละวงจะมีการใช้อิเล็กตรอนร่วมกัน ส่วนการเจือโบรอนในเพชรนั้น โบรอนจะอยู่ระหว่างอะตอมภายใน โมเลกุล โดยไม่สร้างพันธะกับโมเลกุลของคาร์บอน ซึ่งจะเกิดลักษณะของ electron hole ขึ้น ทำให้อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ภายในโมเลกุลได้ และระหว่างโมเลกุลดียิ่งขึ้น การเจือโบรอนจะทำในขั้นตอนการสร้างเพชร เพื่อให้มีสมบัติการนำไฟฟ้า โดยปริมาณของการเจือโบรอนจะต้องมีปริมาณ 10,000 ppm B/C ส่งผลทำให้ความต้านทานของฟิล์มเพชรเจือโบรอนมีความต้านทานน้อยกว่า $0.1 \Omega\text{-cm}$ เพื่อให้มีสมบัติที่เหมาะสมในการนำมาประยุกต์ใช้เป็นขั้วไฟฟ้าทำงาน วิธีการที่นิยมในการสร้างเพชรคือ hot-filament หรือ microwave-assisted chemical vapor deposition (CVD) ดังแสดงในรูปที่ 2.14

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.14 องค์ประกอบของเครื่อง Microwave plasma-enhanced CVD สร้างโดย ASTeX [12]

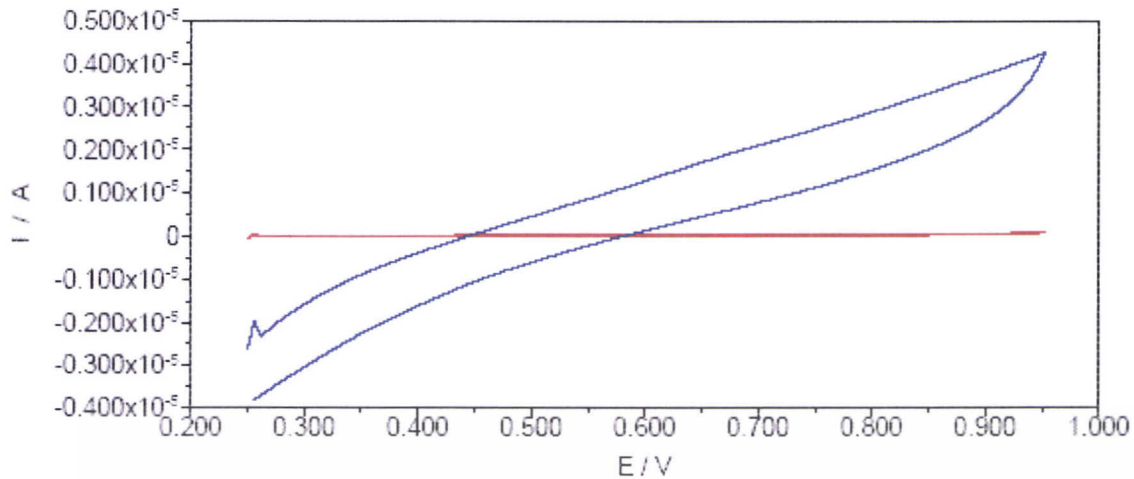
รูปที่ 2.15 เป็นรูปที่แสดงผิวของฟิล์มบางเพชรเจือโบรอนที่ก่อตัวบนซิลิกอนชนิดพีสร้างโดยวิธี Microwave-enhanced CVD และถ่ายภาพโดยใช้เครื่อง SEM (Scanning electron micrograph)



รูปที่ 2.15 ภาพถ่ายจากเครื่อง SEM ของชั้นไฟฟ้าฟิล์มบางเพชรเจือโบรอนที่ก่อตัวบนซิลิกอนชนิดพีสร้างโดยวิธี Microwave-enhanced CVD [11]

ในการพิจารณาสมบัติทางเคมีไฟฟ้าของฟิล์มบางเพชรเจือโบรอนจะเห็นได้ว่า ค่ากระแสพื้น (Background current) ของชั้นไฟฟ้าฟิล์มบางเพชรเจือโบรอนมีค่ากระแสพื้นที่น้อยมากเมื่อเปรียบเทียบกับชั้นไฟฟ้าทำงานที่เป็นคาร์บอนดังแสดงได้ดังรูปที่ 2.16

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.16 กระแสพื้นของขั้วไฟฟ้าทำงานในสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ความเข้มข้น 0.10 M pH 7.5 (—) ขั้วฟิล์มบางเพชรเจือโบรอน และ (—) ขั้วไฟฟ้ากลาสคาร์บอน [16]

2.4 ยา

2.4.1 ยาคีตาซาไมซิน (Kitasamycin) [13]

ยาคีตาซาไมซิน (Kitasamycin) เป็นยาปฏิชีวนะในกลุ่ม macrolide เป็นยาที่ใช้ในสัตว์ปีก และสุกร

2.4.2 สมบัติทางเคมีของยาคีตาซาไมซิน (Kitasamycin)

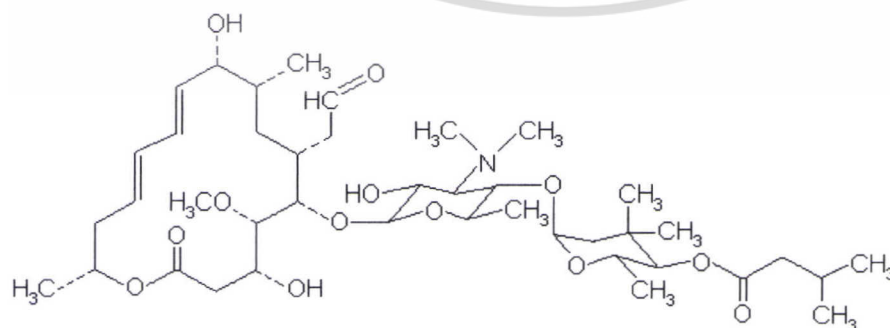
ยาคีตาซาไมซิน (Kitasamycin) เป็นสารต้านแบคทีเรียซึ่งได้มาจากการเพาะเลี้ยงเชื้อ

Streptomyces kitasatoensis

ชื่อทางเคมี : Leucomycin

สูตรเคมี : $C_{34}H_{56}NO_{13}$

มวลโมเลกุล : 686.82



รูปที่ 2.17 โครงสร้างทางเคมีของยาคีตาซาไมซิน (Kitasamycin)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 107768
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.3 คุณสมบัติและการใช้ประโยชน์จากคีตาซาไมซิน(Kitasamycin)

ยาคีตาซาไมซิน (Kitasamycin) ได้ถูกพัฒนาขึ้นเพื่อประโยชน์ทางการค้าโดยจะใช้สำหรับรักษาโรคเกี่ยวกับระบบทางเดินหายใจที่ติดเชื้อ *Mycoplasma* โรคปอดบวมในสัตว์ปีกและโรคท้องร่วงที่เกิดจากแบคทีเรียในหมู

เป็นยาปฏิชีวนะที่มีความเป็นพิษต่ำปลอดภัยสูงสำหรับการใช้งานในปศุสัตว์และไม่มีสารตกค้างในเนื้อเยื่อของสัตว์ที่เลี้ยง

2.4.4 การให้ยาคีตาซาไมซิน (Kitasamycin)

การให้ยาคีตาซาไมซิน(Kitasamycin) จะใช้ละลายผสมในน้ำดื่มสำหรับสัตว์เนื่องจากยามีความเสถียรในน้ำและมีการสลายตัวน้อยมากที่อุณหภูมิห้อง

2.4.5 ผลกระทบข้างเคียงและลักษณะเฉพาะของยาคีตาซาไมซิน(Kitasamycin)

- การให้ยาปริมาณมากเกินไปจะมีผลกระทบต่อปริมาณเลือดในปอดและอวัยวะต่างๆ
- Antimicrobial ที่เข้มข้นมากๆ จะสามารถต่อต้าน แบคทีเรีย Gram-positive, *mycoplasma* และ *spirochaetes*
- การให้ยาแม้จะเป็นปริมาณที่น้อยก็ตามแต่ก็จะส่งผลกระทบต่อแบคทีเรีย Gram-negative ในลำไส้
- เป็นยาที่มีความเป็นพิษต่ำปลอดภัยสูงสำหรับการใช้ในปศุสัตว์ไม่ตกค้างในเนื้อเยื่อ
- มีความเสถียรเมื่อละลายในน้ำ

2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

María José González de la Huebra และคณะ [14] ได้ศึกษาวิธีการวิเคราะห์ยาปฏิชีวนะกลุ่ม macrolide ทั้ง 10 ตัวในปัสสาวะด้วยเทคนิค HPLC-ECD

macrolide เป็นยาปฏิชีวนะ ชนิดใหม่มีความ active สูง ไม่เฉพาะเจาะจงกับแบคทีเรีย gram – positive หรือ gram – negative เท่านั้น แต่จะต่อต้าน pathogens ทุกจำพวก

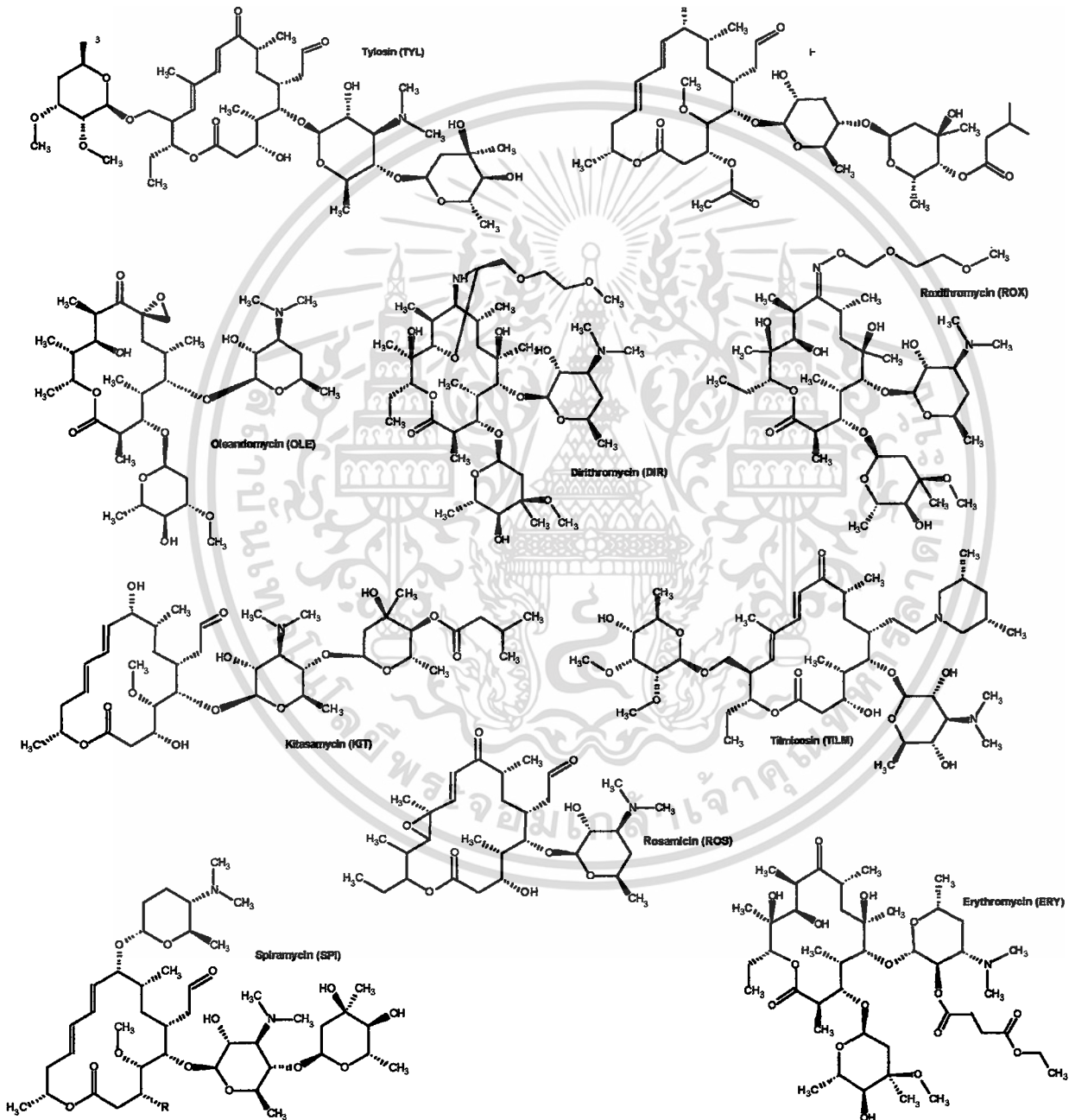
ระยะแรกๆการศึกษา macrolide ทำโดยวิธี microbiological ซึ่งใช้เวลาค่อนข้างมากและไม่มีความเฉพาะเจาะจงพอจึงใช้วิธีการวิเคราะห์ทางเคมีโดยอาศัยเทคนิค Chromatography ซึ่งสามารถใช้วิเคราะห์ macrolide ได้เพราะการดูดกลืน UV ที่แตกต่างกันตาม electroactive site ของแต่ละโครงสร้าง macrolide

นิยมใช้เทคนิคทางเคมีไฟฟ้าร่วมกับ liquid chromatography แต่เทคนิคทางเคมีไฟฟ้ากับกรดเดียนต์อีลูชันแทบจะเข้ากันไม่ได้เลย ปัญหาในการตรวจวัดด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้านั้นมีเพียงการแยก macrolide ที่ผสมกันอยู่ให้ออกมาเดี่ยวๆเพื่อใช้ single run เท่านั้น ฉะนั้นจึงได้มีการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

พัฒนาการเทคนิค HPLC เพื่อแยก macrolide 5 ตัว ด้วยวิธี isocratic โดยใช้เทคนิคแอมเพอโรเมทรี ในการตรวจวัด ความสำเร็จครั้งนี้ทำให้สามารถแยก macrolide ที่มีขนาดใหญ่ขึ้นได้และตรวจวัดโดยใช้เทคนิคทางเคมีไฟฟ้า จากนั้นได้มีการพัฒนาต่อโดยการเอา เกรเดียนต์อีลูชันใน HPLC มาต่อเชื่อมกับเทคนิคคลอสมเมทรีซึ่งทำให้สามารถแยก macrolide ที่มีขนาดใหญ่ขึ้นได้ซึ่งนับว่าเป็นครั้งแรกที่มีการเอาเทคนิคคลอสมเมทรีมาต่อเชื่อมกับเกรเดียนต์อีลูชัน

ยาปฏิชีวนะ macrolide ทั้ง 10 ตัวมีโครงสร้างที่แตกต่างกันแสดงตามรูปที่ 3.2



รูปที่ 2.18 โครงสร้างทางเคมีของยาในกลุ่ม macrolide[14]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Yong-Hak Kim และคณะ [15] ได้ศึกษาวิธีการวิเคราะห์ยาปฏิชีวนะ
กลุ่ม Macrolide ด้วยเทคนิค Voltammetry ร่วมกับ HPLC

การวิเคราะห์ยาในกลุ่ม macrolides ซึ่งประกอบด้วย anhydroerythromycin A , azithromycin , erythromycin A , erythromycin A enol ether , pseudoery thromycin A enol ether oleandomycin และ tylocin โดยใช้เทคนิค Voltammetry ซึ่งสามารถตรวจสอบโดยใช้ dual electrode cell เชื่อมต่อกับระบบ LC ศักย์ไฟฟ้าครึ่งคลื่น ($E_{1/2}$) ของ macrolides ทั้ง 7 ตัว มีช่วงของการวิเคราะห์อยู่ที่ 0.734 – 0.866 V และการตรวจวัดกระแสไฟฟ้าสูงสุด 1 V กระแสที่ได้จากขั้วด้านล่าง แสดงลักษณะไม่เป็นเส้นตรงในระดับที่สูงกว่า +0.75 V การวิเคราะห์โดย HPLC – Coulometric จะทำให้ได้ประสิทธิภาพสูงสุด ต้องปรับระดับของขั้วด้านบน และขั้วด้านล่าง ที่ +0.65 V และ +0.85 V ตามลำดับ

Macrolides เป็นกลุ่มของ antibiotic ประกอบด้วย ketolide ring 12-16 วง มีน้ำตาล 1 โมเลกุลหรือมากกว่าเข้าแทนที่ ใช้กันอย่างแพร่หลายในผลิตภัณฑ์อาหารสัตว์ และการรักษาสัตว์

การวิเคราะห์ด้วยเคมีไฟฟ้าจะใช้ในการตรวจวัดกระแสและปริมาณไฟฟ้า ซึ่งเป็นวิธีมาตรฐานที่ใช้ในการวิเคราะห์ macrolides เพราะว่ายาปฏิชีวนะ macrolide จะมี tertiary amines ซึ่งมีความว่องไวสูงต่อการวิเคราะห์ด้วยเคมีไฟฟ้า การวิเคราะห์ด้วยเคมีไฟฟ้าจะใช้ขั้ว 2 ขั้วที่ต่างกัน คือ ขั้วด้านบน (screening) และขั้วด้านล่าง (working) ใน mode ของ oxidation ขั้ว ด้านบนจะมี ศักย์ไฟฟ้าต่ำกว่าขั้วด้านล่าง ในระบบ HPLC ขั้วด้านล่างจะเกิด oxidation น้อยลงเมื่อมี องค์ประกอบมากและมีสิ่งเจือปน ปัจจุบันวิธี HPLC-coulometric ที่ใช้วิเคราะห์ erythromycin A , erythromycin A -1-carboxylic acid , anhydroerythromycin A erythromycin A enol ether , pseudoery throycin A enol ether และอื่น ๆ ที่เกิดจากการสลายตัว โดยเกิดปฏิกิริยาจากกรดหรือเบส ในสารละลาย ซึ่งผลการวิเคราะห์ด้วยเคมีไฟฟ้านี้จะให้สัญญาณตอบสนองที่ดี

เป้าหมายหลักที่ศึกษากระแสของ macrolide ด้วยเคมีไฟฟ้านี้เพราะ electrochemical นี้จะ active กับ tertiary amones ที่มีอยู่ในซากกลุ่ม macrolide ซึ่งระบบ HPLC – Coulometric สำหรับการวิเคราะห์ azithromycin , erythromycin , oleandomycin , tylosin เป็นระบบที่มีประสิทธิภาพและ high - throughput ความต่างศักย์ของขั้ว upstream และ downstream ของ dualelectrode cell จะมี ประสิทธิภาพสูงสุดสำหรับการตรวจวัดกับ macrolide ระบบนี้เป็นการรับรองว่าใช้ได้สำหรับยา macrolide และที่ผสมเติมลงในเซรัม พลาสมา เลือดหมู และปัสสาวะมนุษย์

บทที่ 3

การดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมี

1. คีตาซาไมซิน (Ketasamycin)
2. ไดโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (Di-potassium hydrogen phosphate; K_2HPO_4) 98 % (w/w) (CARLO ERBA, Italia)
3. กรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid; H_3PO_4) 87 % (w/v) (J.B.Baker, USA)
4. โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (Potassium Hydroxide; KOH): 99.5 % (w/w) (BDH, UK)
5. อะซิโตนไทรล์ (Acetonitrile; CH_3CN)
6. เมทานอล (Methanol; CH_3OH) (LAB-SCAN, Thailand)
7. ตัวอย่างยาคีตาซาไมซิน ตาเตรท (Ketasamycin tartrate):100% (w/w) (OLIC, Thailand)

3.2 เครื่องมือ และอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

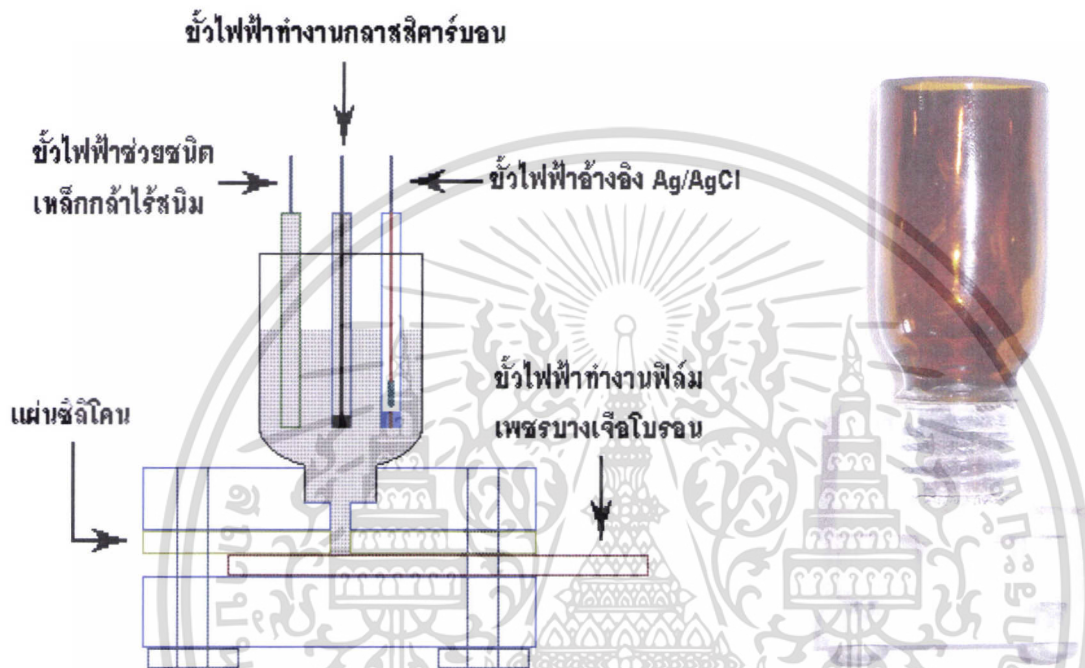
1. ขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือ โบรอน (Boron-doped diamond thin films electrode) บนแผ่นซิลิกอน ไดออกไซด์ขนาดกว้าง 1cm ยาว 3cm ของ (Professor A. Fujishima (The university of Tokyo))
2. ขั้วไฟฟ้าทำงานกลาสคาร์บอน (Glassy carbon electrode)
3. ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (Reference Electrodes) รุ่น MF-2078 ของ BAS ชนิด Ag/AgCl
4. เซลล์เคมีไฟฟ้าระบบยูนิ่ง
5. เซลล์เคมีไฟฟ้าระบบฉีดไหลต่อเนื่อง
6. เครื่องควบคุมศักย์ไฟฟ้า และวัดปริมาณกระแสไฟฟ้า (Autolab Potentiostat) รุ่น PGSTAT20 ของบริษัท Ecochemie
7. เครื่องวัด pH รุ่น 716 DMS Titrino ของบริษัท Metrohm
8. เครื่องทำน้ำที่ปราศจากไอออน (Deionized water) ที่ผลิตจากเครื่อง Milli-Q (Milford, MA, USA)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3 เซลล์ที่ใช้ในการศึกษาทางเคมีไฟฟ้า

เซลล์สำหรับการวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้า ซึ่งประกอบด้วย 2 ระบบ คือ ระบบที่อยู่หนึ่ง และระบบชนิดไหลต่อเนื่อง เพื่อใช้ในการศึกษาการเกิดปฏิกิริยาของยามาตรฐาน และใช้วิเคราะห์หาปริมาณยาแต่ละชนิด

3.3.1 เซลล์สำหรับการศึกษาทางเคมีไฟฟ้าในระบบอยู่หนึ่ง



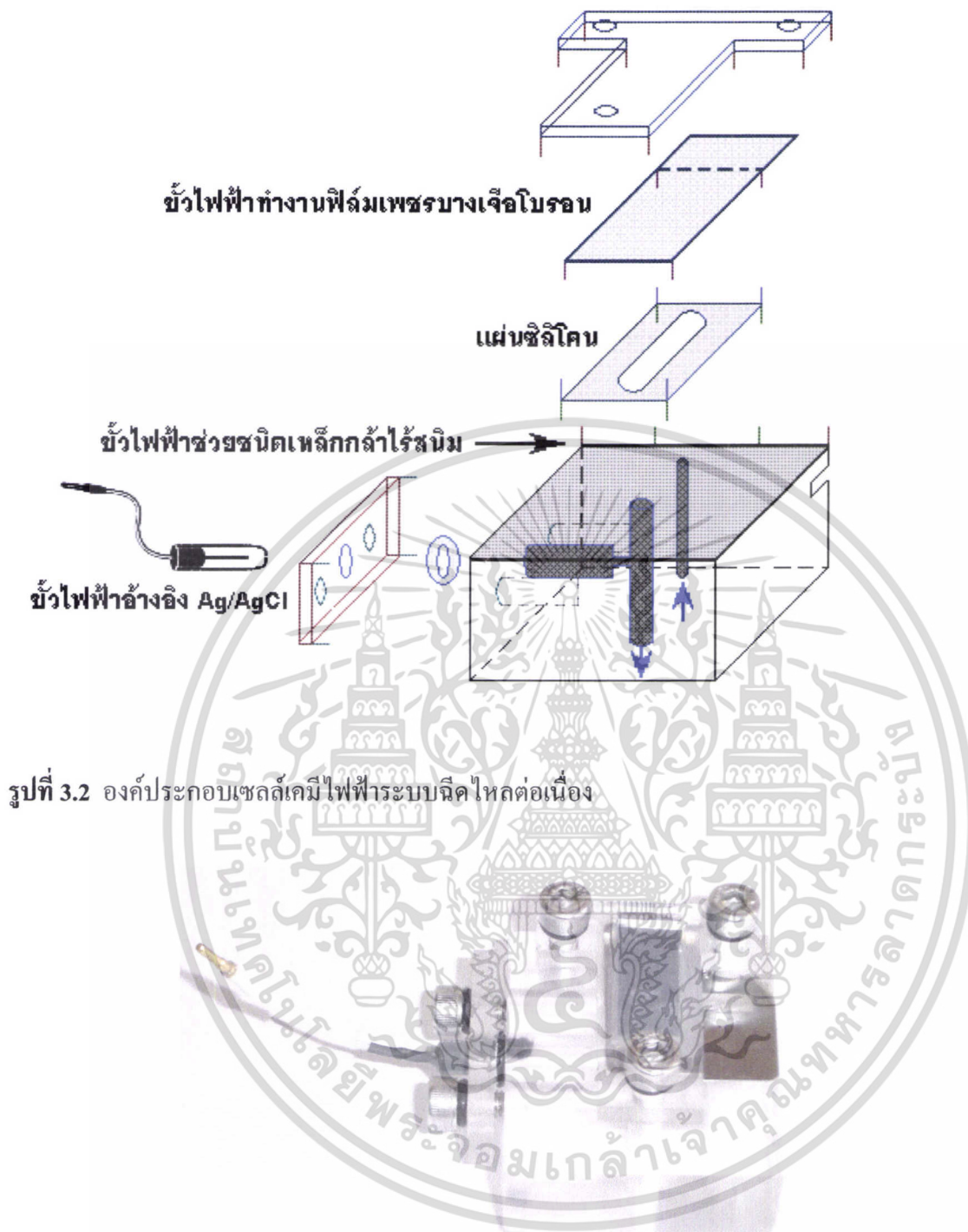
รูปที่ 3.1 ส่วนประกอบของเซลล์เคมีไฟฟ้าระบบอยู่หนึ่ง และภาพถ่ายเซลล์เคมีไฟฟ้า [16]

ขั้วไฟฟ้าที่ใช้ในเซลล์ในระบบอยู่หนึ่งประกอบด้วย 3 ขั้ว คือขั้วไฟฟ้าทำงาน (ขั้วฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน และขั้วกลาสติคาร์บอน) ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง Ag/AgCl และขั้วไฟฟ้าช่วยชนิดแท่งเหล็กกล้าไร้สนิม ดังแสดงในรูปที่ 3.1

3.3.2 เซลล์สำหรับการศึกษาทางเคมีไฟฟ้าในระบบชนิดไหลต่อเนื่อง [16]

สำหรับการศึกษาทางเคมีไฟฟ้าโดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีในระบบชนิดไหลต่อเนื่อง ดังแสดงในรูปที่ 3.2-3.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

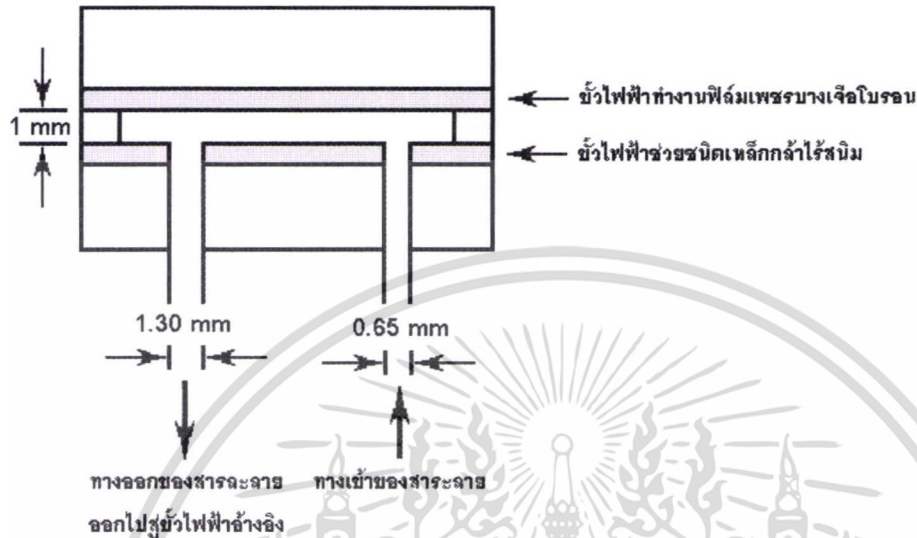


รูปที่ 3.3 เซลล์เคมีไฟฟ้าระบบชนิดไหลต่อเนื่อง

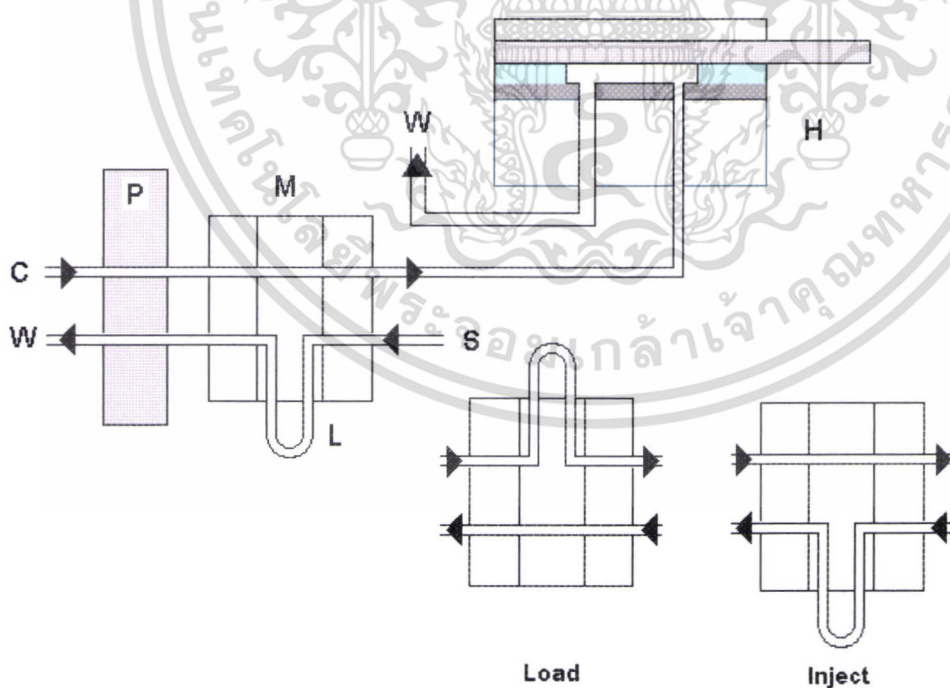
เมื่อประกอบเซลล์เคมีไฟฟ้าในระบบชนิดไหลต่อเนื่องแล้วจะประกอบไปด้วยขั้วไฟฟ้า 3 ขั้ว คือ ขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง Ag/AgCl และขั้วไฟฟ้าช่วยชนิดแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม ดังแสดงในรูปที่ 3.2-3.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทิศทางการไหลของสารละลายในเซลล์เคมีไฟฟ้าระบบชนิดไหลต่อเนื่องนั้นมีทิศทางการไหล 2 ทิศทาง คือทางไหลเข้าของสารละลายมีเส้นผ่าศูนย์กลางกลาง 0.65 mm และทางไหลออกของสารละลายมีเส้นผ่าศูนย์กลางกลาง 1.30 mm ดังแสดงในรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 ขนาดท่อและทิศทางการไหลของสารละลายภายในเซลล์เคมีไฟฟ้าระบบชนิดไหลต่อเนื่อง [15]



รูปที่ 3.5 ทิศทางการไหลของสารละลายในระบบชนิดไหลต่อเนื่องที่ใช้ศึกษาทางเคมีไฟฟ้าโดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมตรี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

C คือ ทางเข้าของสารละลายเคลื่อนที่ P คือ Peristaltic pump M คือ Manual injection H คือ เซลล์เคมีไฟฟ้าระบบชนิดไหลต่อเนื่อง W คือ ทางออกของสารละลาย L คือ ปริมาตรของสารละลาย ตัวอย่างที่ฉีดเข้าไปในระบบ และ S คือ ทางเข้าของสารละลายตัวอย่าง

ในรูปที่ 3.4 แสดงทิศทางการไหลของสารละลายในระบบชนิดไหลต่อเนื่องที่ใช้ศึกษาทางเคมีไฟฟ้าโดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือ โบรอน ประกอบด้วย Peristaltic pump ยี่ห้อ GILSON อุปกรณ์ฉีดสารตัวอย่าง และตัวเซลล์เคมีไฟฟ้าต่อกับเครื่อง Autolab Potentiostat รุ่น PGSTAT20

3.4 การดำเนินการวิจัย

3.4.1 การเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์

สารละลายบัฟเฟอร์ที่เตรียมขึ้นใช้น้ำปราศจากไอออน (Deionized water) ที่ผลิตจากเครื่อง Milli-Q (Milford, MA, USA) ในการเตรียม

3.4.1.1 การเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ 0.1 M เพื่อศึกษาการทดลองอื่นๆ

ซังไดโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (Di-potassium hydrogen phosphate; K_2HPO_4) 1.74 g ใส่ขวดวัดปริมาตร 100 mL ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้ใกล้ 100 mL ปรับ pH ตามสถานะในแต่ละหัวข้อด้วย KOH หรือ H_3PO_4 แล้วปรับปริมาตรให้เป็น 100 mL

3.4.1.2 การเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ที่มีอะซิโตนในไตรด์เข้มข้น 0, 5, 10, 15, 20 และ 25 %V/V เพื่อศึกษาผลกระทบจากอะซิโตนในไตรด์ (CH_3CN)

ปิเปตอะซิโตนในไตรด์ (CH_3CN) 0, 5, 10, 15, 20 และ 25 mL ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL ซังไดโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (Di-potassium hydrogen phosphate; K_2HPO_4) 1.74 g ใส่ลงไปทุกขวด ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนใกล้ 100 mL ปรับเป็น pH 7.5 ด้วย KOH 0.5 M หรือ H_3PO_4 0.5 M ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนได้ 100 mL จะได้บัฟเฟอร์ที่มีอะซิโตนในไตรด์เข้มข้น 0, 5, 10, 15, 20 และ 25 %V/V ตามลำดับ

3.4.2 เตรียมสารละลายสต็อกมาตรฐานคิตาซาไมซิน (1000 ppm)

ซังสารมาตรฐานมา 100 mg ใส่ขวดวัดปริมาตร 100 mL ปรับปริมาตรด้วยอะซิโตนในไตรด์ (CH_3CN) จนครบ 100 mL

3.4.3 การศึกษาไซคลิกโวลแทมเมทรี

การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาของยาคีตาชาไมซิน โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรีโดยการวัดกระแสไฟฟ้าเทียบกับศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่ระบบ ด้วยเครื่องควบคุมศักย์ไฟฟ้าและวัดปริมาณกระแสไฟฟ้า AUTOLAB PGSTAT20

ช่วงของศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการศึกษาในเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรีของยาคีตาชาไมซิน คือ 0.50 – 1.20 V เมื่อเทียบกับศักย์ไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าอ้างอิง Ag/AgCl

3.4.3.1 การศึกษากระแสพื้น

การศึกษากระแสพื้นในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ช่วยที่เป็นตัวทำละลายของยาคีตาชาไมซิน จะศึกษาโดยเปรียบเทียบปริมาณกระแสพื้นที่วัดจากขั้วไฟฟ้าทำงาน 2 ชนิด คือ ขั้วฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน และขั้วกลาสติคาร์บอน

ตารางที่ 3.1 สภาวะที่ใช้ในการทดลองศึกษากระแสพื้น

สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์	Scan rate (mV/s)
0.1 M pH 7.5	50

3.4.3.2 การศึกษาผลกระทบจาก % CH₃CN

เตรียมสารละลายมาตรฐานคีตาชาไมซิน 100 ppm โดยใช้ บัฟเฟอร์ที่มีอะซิโตนไนไตรด์ (CH₃CN) ที่ความเข้มข้นต่างๆ วัดกระแสไฟฟ้าเทียบกับศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่ระบบ 1 ครั้ง ทิ้งไว้ที่ 24 ชั่วโมงแล้วทำการวัดซ้ำอีกครั้งซึ่งสภาวะที่ใช้แสดงดังตาราง

ตารางที่ 3.2 สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาผลกระทบจาก % CH₃CN

สาร	ความเข้มข้น (ppm)	Scan rate (mV/s)	สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ ที่ [CH ₃ CN] ต่างๆ(%v/v)	pH
คีตาชาไมซิน	100	50	0, 5, 10, 15, 20, 25	7.5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.3.3 การศึกษา pH ที่เหมาะสม

การศึกษา pH ที่เหมาะสมจะศึกษาปริมาณกระแสไฟฟ้าที่ได้จากขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนของสารละลายยามาตรฐานคีตาซาไมซิน เตรียมสารมาตรฐาน โดยเตรียมให้มีความเข้มข้นของอะซิโทรไนโทลด์เป็น 0% แล้วทำการวิเคราะห์ซึ่งสภาวะที่ใช้ในการทดลองดังแสดงในตาราง

ตารางที่ 3.3 แสดงสภาวะที่ใช้ในการทดลองศึกษา pH ที่เหมาะสม

สาร	ความเข้มข้น (ppm)	Scan rate (mV/s)	สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์	pH
คีตาซาไมซิน	100	50	0.1 M	7, 7.5, 8, 8.5, 9, 10

3.4.3.4 การศึกษา scan rate ที่เหมาะสม

การศึกษา Scan rate ที่เหมาะสมจะศึกษาโดยการเปรียบเทียบปริมาณกระแสไฟฟ้าที่วัดได้กับค่า Scan rate ที่ให้แก่ขั้วไฟฟ้าทำงานที่ตรวจวัดยามาตรฐานคีตาซาไมซิน โดยใช้ขั้วไฟฟ้าทำงาน คือขั้วฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน

เตรียมสารละลายมาตรฐาน 250 ppm ปิเปิดสารละลายมาตรฐาน 1000 ppm มา 25 mL ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL ปรับปริมาตรด้วยสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M (K_2HPO_4) แล้วนำไปวิเคราะห์โดยสภาวะที่ใช้ในการทดลองดังแสดงในตาราง

ตารางที่ 3.4 แสดงสภาวะที่ใช้ในการทดลองศึกษา Scan rate ที่เหมาะสม

สาร	ความเข้มข้น (ppm)	สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์	Scan rate (mV/s)
คีตาซาไมซิน	250	0.1 M ที่ pH จากการทดลองที่ 3.4.3.3	10, 25, 50, 75, 100, 150, 200, 250, 500

3.4.3.5 การศึกษาช่วงของความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรง

การศึกษาช่วงความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรงในระบบอยู่นิ่งของสารละลายยามาตรฐานคีตาซาไมซิน จะศึกษาโดยการเปรียบเทียบปริมาณกระแสไฟฟ้ากับความเข้มข้นของยามาตรฐานระหว่าง 5 -250 ppm โดยใช้ขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนเป็นขั้วไฟฟ้าทำงาน ซึ่งสภาวะที่ใช้ในการทดลองดังแสดงในตาราง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.5 แสดงสภาวะที่ใช้ในการทดลองศึกษาช่วงของความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรง

สาร	ความเข้มข้น (ppm)	สารละลายฟอสเฟต บัฟเฟอร์	Scan rate (mV/s)
คีตาซาไมซิน	5, 10, 25, 50, 75, 100, 150, 200, 250	0.1 M ที่ pH จากการ ทดลองที่ 3.4.3.3	50

3.4.4 การตรวจวัดยาในระบบฉีดไหลต่อเนื่องโดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรี

การนำระบบฉีดไหลต่อเนื่องมาใช้ร่วมกับเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรี ประกอบด้วยอุปกรณ์คือ injection port ที่สำหรับนำสารละลายเคลื่อนที่ขนาดต่าง ๆ และ Peristaltic pump ดังแสดงในรูปที่ 3.4

3.4.4.1 การศึกษาไฮโดรไดนามิกโวลแทมเมทรี

การศึกษาไฮโดรไดนามิกโวลแทมเมทรีเป็นการศึกษาเพื่อหาค่าศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมในระบบฉีดไหลต่อเนื่องก่อนการตรวจวัดปริมาณยา โดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรี โดยบันทึกปริมาณกระแสไฟฟ้าที่เทียบกับปริมาณกระแสไฟฟ้าของยามาตรฐานคีตาซาไมซิน ปริมาตรของยามาตรฐานที่ฉีดเข้าระบบ 50 μL และอัตราการไหล 1.02 mL/min โดยสภาวะที่ใช้ในการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.6 สภาวะที่ใช้ในการทดลองศึกษาไฮโดรไดนามิกโวลแทมเมทรี

สาร	ความเข้มข้น (ppm)	สารละลายฟอสเฟต บัฟเฟอร์	ศักย์ไฟฟ้า (V)
คีตาซาไมซิน	250	0.1 M ที่ pH จากการ ทดลองที่ 3.4.3.3	0.70, 0.80, 0.90, 1.00, 1.05, 1.08, 1.10, 1.13, 1.15, 1.18, 1.20

3.4.4.2 การศึกษาผลของอัตราเร็วในการไหลที่เหมาะสมของสารละลาย

การศึกษาผลของอัตราเร็วในการไหลที่เหมาะสมของสารละลายในระบบฉีดไหลต่อเนื่อง จะทำการศึกษาปริมาณกระแสไฟฟ้าของสารละลายยามาตรฐาน 250 ppm เทียบกับอัตราเร็วในการไหลของสารละลายในระบบ สภาวะที่ใช้ในการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.7 สภาพที่ใช้ในการทดลองศึกษาผลของอัตราเร็วในการไหลที่เหมาะสมของสารละลาย

สาร	ความเข้มข้น (ppm)	สารละลาย ฟอสเฟตบัพเฟอร์	ศักย์ไฟฟ้า (V)	อัตราเร็วในการไหล (mL/min)
คีตาซาไมซิน	250	0.1 M ที่ pH จาก การทดลองที่ 3.4.3.3	ศักย์ไฟฟ้าของสาร แต่ละชนิดได้จากการทดลองที่ 3.5.2.1	0.57, 0.71, 0.86, 0.93, 1.00, 1.07, 1.14, 1.21

3.4.4.3 การศึกษาความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน

การศึกษาความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานในระบบฉีดไหลต่อเนื่องของสารละลายยามาตรฐานจะศึกษาโดยการเปรียบเทียบปริมาณกระแสไฟฟ้ากับความเข้มข้นของยามาตรฐาน (10 – 500 ppm) โดยวัดปริมาณกระแสที่ได้จากขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนของสารละลายคีตาซาไมซิน สภาพที่ใช้ในการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.8

ตารางที่ 3.8 สภาพที่ใช้ในการทดลองศึกษาความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน

สาร	ความเข้มข้น (ppm)	สารละลายฟอสเฟต บัพเฟอร์	ศักย์ไฟฟ้า (V)	อัตราเร็วในการไหล (mL/min)
คีตาซาไมซิน	10, 25, 50, 75, 100, 125, 150, 200, 250, 500	0.1 M ที่ pH จาก การทดลองที่ 3.4.3.3	ศักย์ไฟฟ้าของสารแต่ละชนิดได้จากการทดลองที่ 3.5.2.1	อัตราเร็วในการไหล ได้จากการทดลองที่ 3.5.2.2

3.4.4.4 การศึกษาขีดจำกัดของการวิเคราะห์

การศึกษาขีดจำกัดของการวิเคราะห์ (Detection limit) จะเป็นการศึกษาปริมาณของยามาตรฐานที่น้อยที่สุดที่สามารถวิเคราะห์ได้ โดยอาศัยกราฟมาตรฐานในการทดลองที่ 3.5.3.3 เพื่อหาความเข้มข้นของขีดจำกัดการวิเคราะห์ของยาแต่ละชนิด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.4.5 การศึกษาความเที่ยง

การศึกษาความเที่ยง (Precision) ของการวิเคราะห์สามารถหาได้จากค่า Repeatability โดยค่าของ Repeatability หาได้จากการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานคิตาซาไมซิน ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ในการทดลอง 3.5.3.3 นีคจำนวน 5 ซ้ำ และค่า Reproducibility หาได้จากการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานคิตาซาไมซิน ที่ความเข้มข้น 100 ppm จำนวน 30 ซ้ำ โดยทำการทดลอง 2 ชุดการทดลองใช้สภาวะในการทดลองที่ 3.5.3.3 และผลของค่า Repeatability ที่ได้จากการทดลองพิจารณาจากค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) และสัมประสิทธิ์ของการผันแปร (% RSD) ของการวิเคราะห์

3.4.4.6 การศึกษาความเสถียรภาพของขั้วไฟฟ้าทำงาน

การศึกษาความเสถียรภาพของขั้วไฟฟ้าทำงานทำการศึกษาปริมาณกระแสไฟฟ้าที่วัดได้จากขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน โดยใช้สภาวะในการทดลองที่ 3.5.3.3 ของสารละลายมาตรฐานคิตาซาไมซิน ความเข้มข้น 100 ppm นีค 30 ซ้ำ และทำการคำนวณค่าเปอร์เซ็นต์การลดลงของสัญญาณในเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีของระบบนีดไหลต่อเนื่อง

3.4.4.7 การศึกษาความแม่นยำ

การศึกษาความแม่นยำ (Accuracy) ของการวิเคราะห์พิจารณาจากค่า % recovery ที่ได้จากการคำนวณการเติมสารละลายมาตรฐานคิตาซาไมซิน ในเทคนิคการเติมสารมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นที่แน่นอนลงในสารละลายตัวอย่างตามการทดลองที่ 3.5.3.8

3.4.4.8 การประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่างยาคิตาซาไมซิน

การวิเคราะห์ปริมาณยาในระบบนีดไหลต่อเนื่องด้วยเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีของยาคิตาซาไมซิน สามารถที่จะหาปริมาณยาในตัวอย่างโดยใช้เทคนิคการเติมสารละลายมาตรฐาน (Standard addition) และเทคนิคการสร้างกราฟมาตรฐาน (Calibration curve)

3.4.4.8.1 เทคนิคการเติมสารละลายมาตรฐาน (Standard addition)

ซึ่งผงยาคิตาซาไมซินให้มีปริมาณยา 100 mg โดยประมาณให้มีน้ำหนักที่แน่นอน มาละลายในอะซิโตนในไทรค์จำนวน 25 mL กรองด้วยเมมเบรน ขนาด 0.45 μm และนำสารละลายที่ได้จากการกรองมาปรับปริมาตรให้เป็น 100 mL ในขวดปริมาตรด้วยอะซิโตนในไทรค์ ความเข้มข้นสุดท้ายของสารละลายตัวอย่างมีคิตาซาไมซิน 1000 ppm โดยประมาณ

นำสารละลายตัวอย่างกิตาซาไมซินมา 1 mL ใส่ขวดปริมาตรขนาด 25 mL จำนวน 7 ขวด แต่ละขวดเติมสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.10 M pH 8.50 จำนวน 1 mL และเติมสารละลายยามาตรฐานกิตาซาไมซินความเข้มข้น 1000 ppm จำนวน 0 2.5 5.0 7.5 10.0 12.5 และ 15 mL ในแต่ละขวดตามลำดับ ปรับปริมาตรด้วยสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.10 M pH 8.5 ให้ถึงขีดปริมาตรสุดท้ายแต่ละขวดจะมีความเข้มข้นของสารยามาตรฐานกิตาซาไมซิน ในสารละลาย คือ 0 25 50 75 100 125 และ 150 ppm ตามลำดับ

3.4.4.8.2 เทคนิคการสร้างกราฟมาตรฐาน (Calibration curve)

ซึ่งผงกิตาซาไมซินให้มีปริมาณยา 100 mg โดยประมาณให้มีน้ำหนักที่แน่นอน มาละลายในอะซิโทรไนโตรลจำนวน 25 mL กรองด้วยเมมเบรน ขนาด 0.45 μm และนำสารละลายที่ได้จากการกรองมาปรับปริมาตรให้เป็น 100 mL ในขวดปริมาตรด้วยอะซิโทรไนโตรล ความเข้มข้นสุดท้ายของสารละลายตัวอย่างมีกิตาซาไมซิน 1000 ppm โดยประมาณ

นำสารละลายตัวอย่างกิตาซาไมซินมา 2.5 mL ใส่ขวดปริมาตรขนาด 25 mL จำนวน 2 ขวด ปรับปริมาตรด้วยสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.10 M pH 8.50 จะได้สารละลายตัวอย่างเข้มข้น 100 ppm

เตรียมสารละลายยามาตรฐานกิตาซาไมซินความเข้มข้น 1000 ppm จำนวน 0.5 2.5 5.0 7.5 10.0 12.5 และ 15 mL ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 25 mL ปรับปริมาตรด้วยสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.10 M pH 8.5 ให้ถึงขีดปริมาตร สุดท้ายแต่ละขวดจะมีความเข้มข้นของสารยามาตรฐานกิตาซาไมซิน ในสารละลาย คือ 5 25 50 75 100 125 และ 150 ppm ตามลำดับ

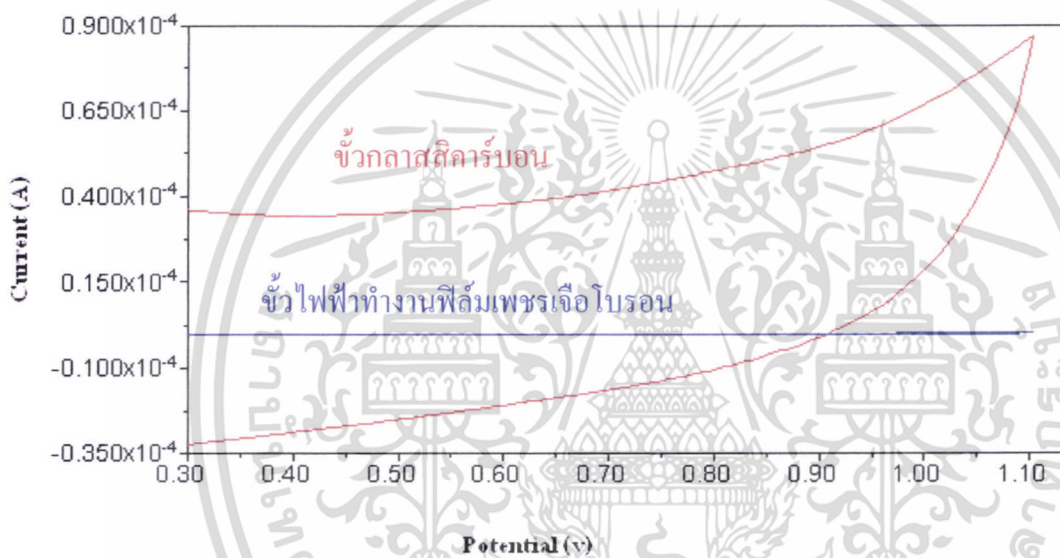
บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

4.1 ไชคลิกโวลแทมเมตรี

4.1.1 การศึกษากระแสพื้น

ผลการทดลองศึกษากระแสพื้นของขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน และ กลาสติคาร์บอนโดยใช้สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ซึ่งในที่นี้ใช้เป็นสารละลายเคลื่อนที่ (mobile phase) ของคีตาซาไมซิน ซึ่งแสดงไชคลิกโวลแทมโมแกรมแสดงดังรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1

เปรียบเทียบไชคลิกโวลแทมโมแกรมของสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ได้จากขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรเจือโบรอน (—) และ กลาสติคาร์บอน (—) โดยใช้ scan rate 50 mV/s

จากไชคลิกโวลแทมโมแกรมที่รูปที่ 4.1 แสดงให้เห็นความแตกต่างของกระแสพื้นที่วัดจากขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน และกลาสติคาร์บอนในสารละลายเคลื่อนที่ของคีตาซาไมซินจะเห็นได้ว่ากระแสพื้นของขั้วกลาสติคาร์บอนมีค่าสูงกว่าเมื่อเทียบกับขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน ส่งผลทำให้ปริมาณกระแสไฟฟ้าของการเกิดปฏิกิริยาจากสารที่ขั้วไฟฟ้าฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนมีสัญญาณที่ชัดเจนกว่าขั้วไฟฟ้าทำงานกลาสติคาร์บอน

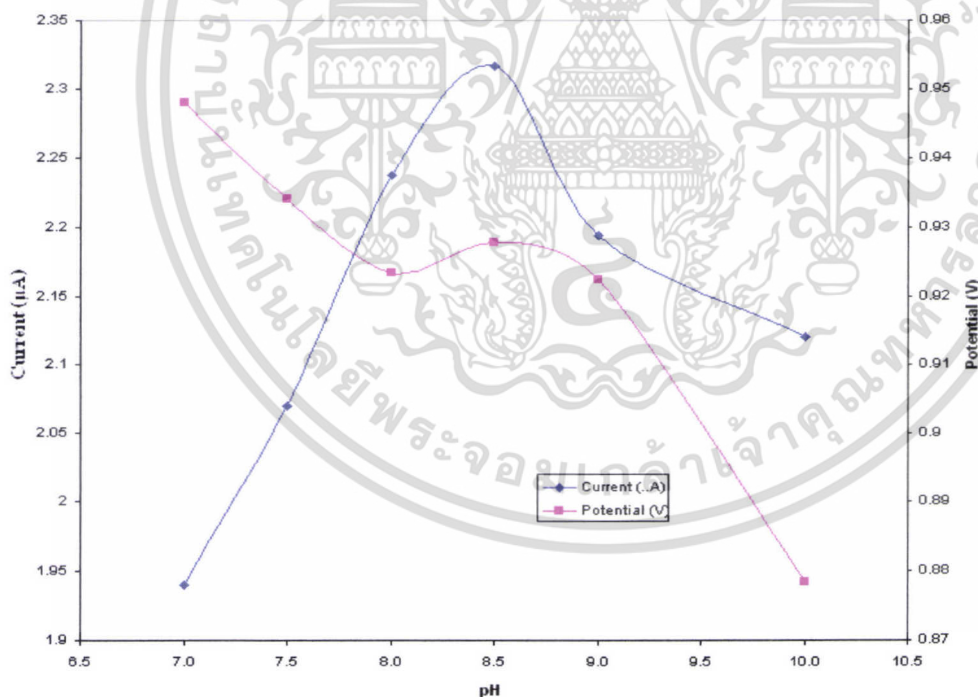
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.2 การศึกษาผลกระทบจากอะซิโทรไนไทรด์

ผลจากการศึกษาผลกระทบจากอะซิโทรไนไทรด์พบว่าอะซิโทรไนไทรด์ไม่มีผลกระทบกับค่ากระแสไฟฟ้าที่วัดได้

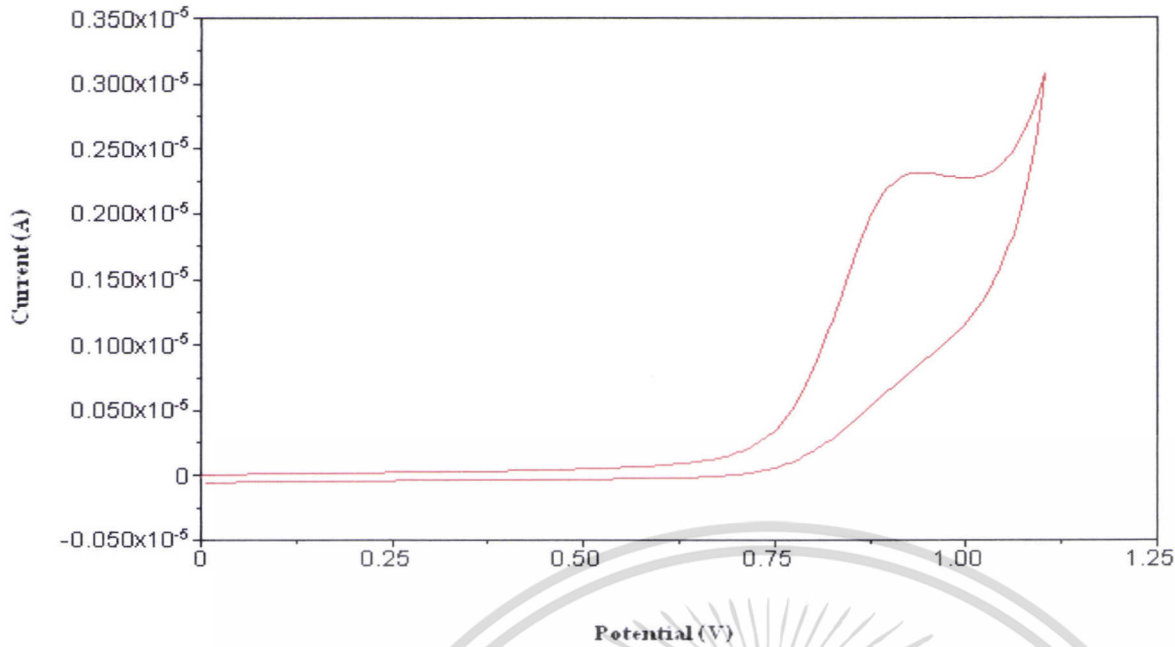
4.1.3 การศึกษา pH ที่เหมาะสม

ผลจากการศึกษา pH ที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของคีตาซาไมซินที่ความเข้มข้น 100 ppm ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M ที่ pH ต่างๆ ซึ่งในที่นี้เริ่มจาก pH = 7 ซึ่งนับว่าสูงพอสมควรเนื่องจากที่ pH เนื่องจากที่ pH ต่ำกว่านี้ไม่สามารถอ่านสัญญาณจากไซคลิกโวลแทมโมแกรมได้ และเมื่อพลอตค่า pH เทียบกับศักย์ไฟฟ้าที่ให้และปริมาณกระแสสูงสุด ดังแสดงในรูปที่ 4.2 จะเห็นได้ว่าเมื่อ pH สูงขึ้นจะให้ปริมาณกระแสไฟฟ้าที่มีพิกสูงสุดขึ้นจนกระทั่งสูงที่สุดที่ pH 8.5 เนื่องจากคีตาซาไมซินมี $pK_a \approx 8.3$ ทำให้คีตาซาไมซินแตกตัวได้ดีที่ pH มากกว่า 8.3 ส่วนศักย์ไฟฟ้านั้นเมื่อ pH เพิ่มขึ้นศักย์ไฟฟ้าจะเลื่อนไปในทิศทางที่มีค่าลดลงแล้วเพิ่มขึ้นที่ pH 8.5 หลังจากนั้นค่าศักย์ไฟฟ้าจะลดลงที่ pH เพิ่มขึ้นเนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาของคีตาซาไมซินซึ่งแสดงตามรูปที่ 4.5 และเมื่อ pH สูงขึ้นไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาย้อนกลับได้



รูปที่ 4.2 พลอตค่า pH กับค่าปริมาณกระแสไฟฟ้าและศักย์ไฟฟ้าที่ได้จากสัญญาณไซคลิกโวลแทมโมแกรมของสารละลายคีตาซาไมซินความเข้มข้น 100 ppm pH 7 – 10 และใช้ scac rate 50 mV/s

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.3 ไชคลิกโวลแทมโมแกรมของสารละลายคีตาชาไมซินความเข้มข้น 100 ppm ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ได้จาก ขั้วไฟฟ้าฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน โดยใช้ scan rate 50 mV/s

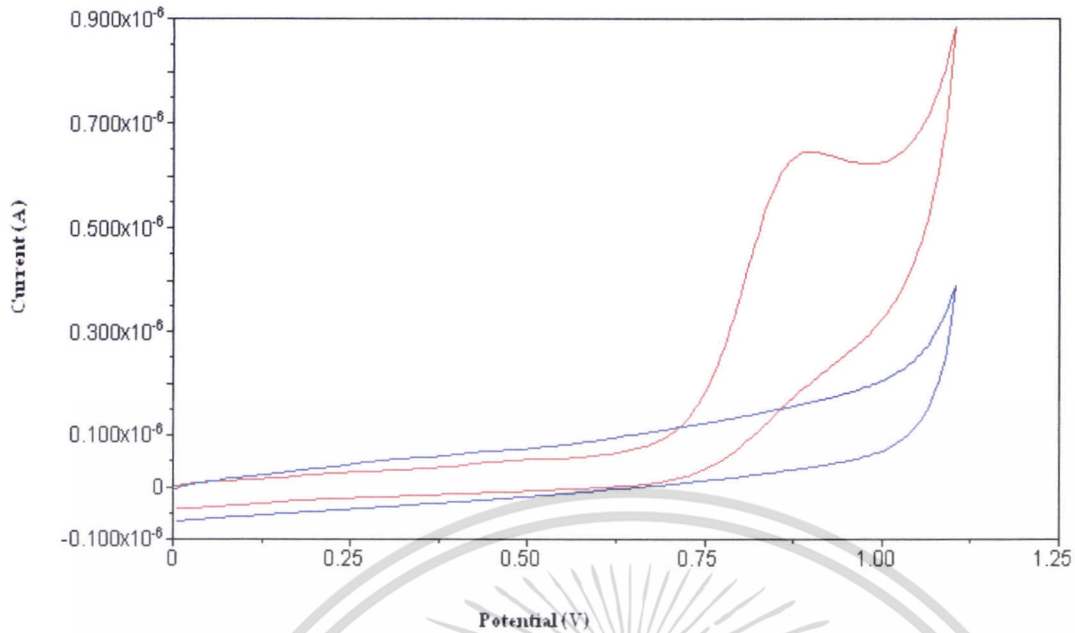
4.1.4 ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของยามาตรฐาน

ไชคลิกโวลแทมโมแกรมของการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของคีตาชาไมซิน ความเข้มข้น 100 ppm ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 โดยใช้ scan rate 50 mV/s ที่ได้จากขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือ โบรอน ดังแสดงจากรูปที่ 4.4 สามารถสรุปศักย์ไฟฟ้าของการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ปริมาณกระแสไฟฟ้าและค่า S/B ตามตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ข้อมูลที่ได้จากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารละลายคีตาชาไมซิน 100 ppm ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ scan rate 50 mV/s ที่ได้จากขั้วไฟฟ้าฟิล์มบางเพชรบางเจือโบรอน

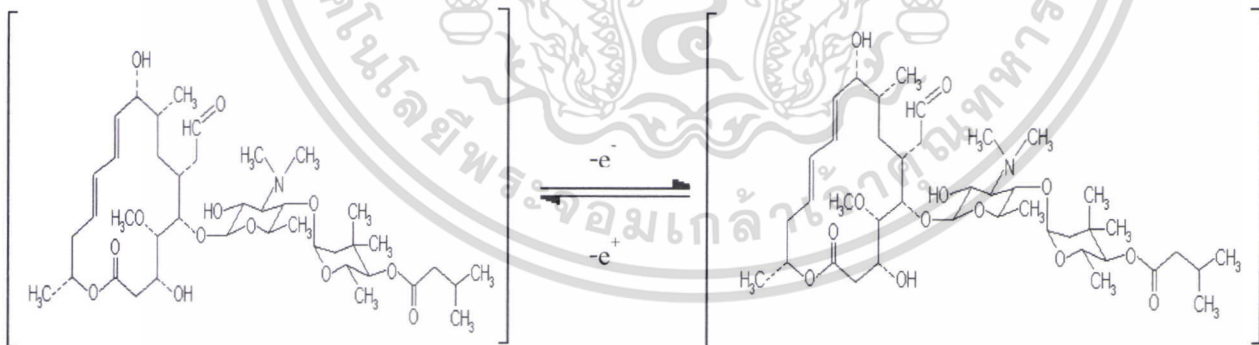
ศักย์ไฟฟ้า (V)	ค่ากระแสไฟฟ้า (μA)	S/B
0.928 ± 0.001	2.317 ± 0.012	12.870 ± 0.064

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.4 เปรียบเทียบไซคลิกโวลแทมโมแกรมของสารละลายคีตาซาไมซินความเข้มข้น 100 ppm (—) กับสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 (—) ที่ได้จากขั้วไฟฟ้าฟิล์มบางเพชรบางเฉียบโบรอน โดยใช้ scan rate 50 mV/s

การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของคีตาซาไมซินโดยเสียอิเล็กตรอน 1 ตัว จากคีตาซาไมซิน (KIT) เป็น (KIT⁺) ซึ่งเกิดใน (N) ซึ่งแสดงตามรูปที่ 4.5



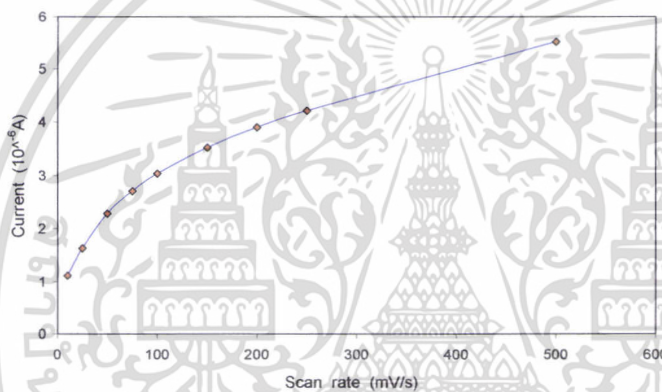
รูปที่ 4.5 แสดงการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของคีตาซาไมซิน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

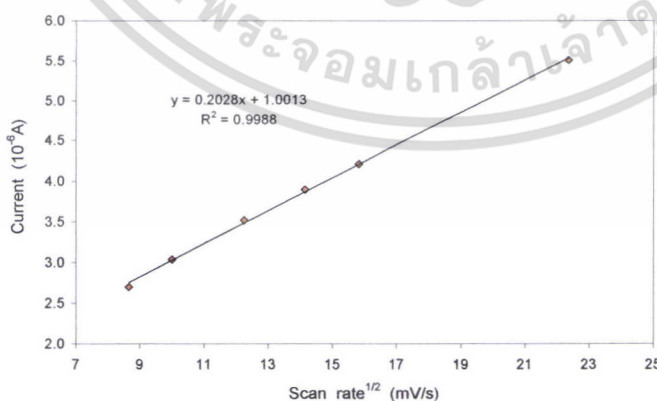
4.1.5 การศึกษา scan rate ที่เหมาะสม

ผลการศึกษา scan rate ที่เหมาะสมของสารละลายมาตรฐานคีตาชาไมซินความเข้มข้น 250 ppm ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.50 และช่วง scan rate ที่ใช้ศึกษา คือ 25 – 500 mV/s

เมื่อนำค่า scan rate ที่ให้แก่ขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนมาพลอตกับค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้จากไซคลิกโวลแทมโมแกรม ดังแสดงในรูปที่ 4.6 จะเห็นได้ว่าค่ากระแสไฟฟ้าจะเพิ่มขึ้นตามค่า scan rate ในลักษณะเป็นเส้นโค้ง (ภาคผนวก ก.1) และเมื่อพลอตค่ากระแสไฟฟ้ากับค่า scan rate^{1/2} ดังแสดงในรูป 4.12 จะเห็นได้ว่าค่ากระแสไฟฟ้าจะเพิ่มขึ้นตามค่า scan rate ในลักษณะเป็นเส้นตรง โดยมีค่า R² = 0.9988 ของขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน จากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นปฏิกิริยาที่ย้อนกลับไม่ได้ และเมื่อพิจารณาค่า R² ที่มีค่าประมาณ 1 แสดงว่าค่ากระแสที่เกิดขึ้นมีความสัมพันธ์เชิงเส้นกับการแพร่ของยาที่ผิวหน้าขั้วไฟฟ้าทำงาน



รูปที่ 4.6 พลอตค่า scan rate (25 – 500 mV/s) กับค่าปริมาณกระแสไฟฟ้าที่ได้จากสัญญาณไซคลิกโวลแทมโมแกรมของขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนในสารละลายคีตาชาไมซินความเข้มข้น 250 ppm ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5

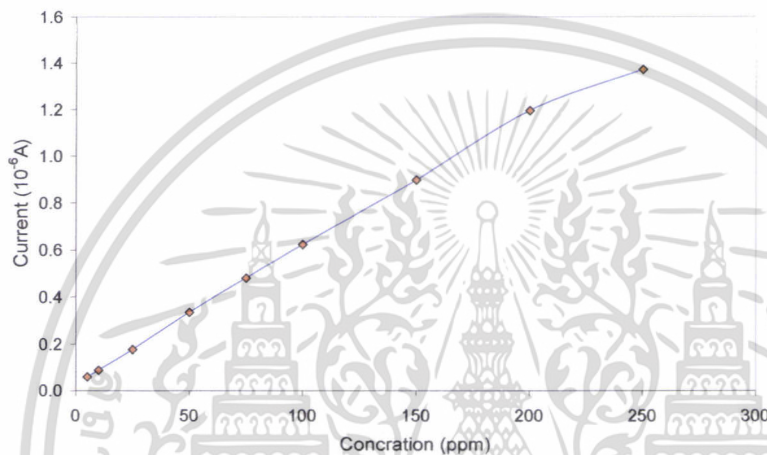


รูปที่ 4.7 พลอตค่า scan rate^{0.5} กับค่าปริมาณกระแสไฟฟ้าที่ได้จากสัญญาณไซคลิกโวลแทมโมแกรมของขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนในสารละลายคีตาชาไมซิน ความเข้มข้น 250 ppm ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5

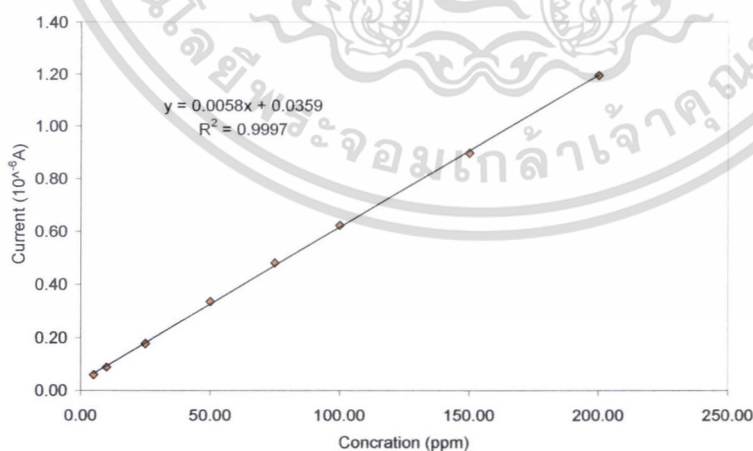
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.6 การศึกษาช่วงของความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรง

ผลการศึกษาช่วงความเข้มข้นของคีตาซาไมซินที่เป็นเส้นตรงโดยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 การศึกษาโดยใช้ขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนในช่วงความเข้มข้น 5 - 250 ppm ดังแสดงในรูปที่ 4.8 พบว่า มีช่วงความเป็นเส้นตรง คือ 5 – 200 ppm โดยมีค่า $R^2 = 0.9997$ ดังแสดงในรูปที่ 4.9 และเมื่อทำการพลอตค่าความเข้มข้นของคีตาซาไมซินกับศักย์ไฟฟ้าดังแสดงในรูป 4.10 จะเห็นได้ว่าเมื่อความเข้มข้นของคีตาซาไมซินเพิ่มขึ้นค่าของศักย์ไฟฟ้าก็จะเกิดการเลื่อนในทิศทางที่เป็นบวกมากขึ้นจาก 0.887 – 0.943 V ดังรูปที่ 4.12

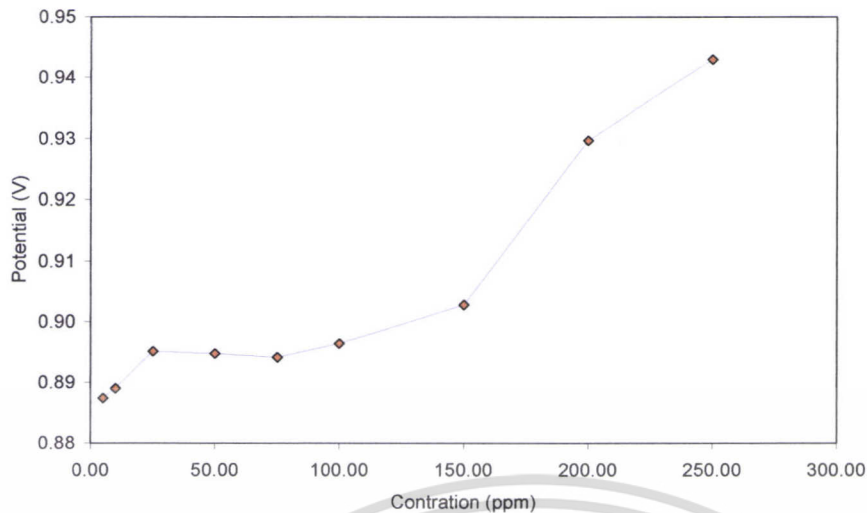


รูปที่ 4.8 พลอตค่าความเข้มข้นของคีตาซาไมซิน (5 – 250 ppm) ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 กับค่ากระแสไฟฟ้าที่ได้จากสัญญาณไซคลิกโวลแทมโมแกรมของขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนและใช้ scan rate 100 mV/s



รูปที่ 4.9 พลอตค่าความเข้มข้นของคีตาซาไมซิน (5 – 250 ppm) ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 กับค่ากระแสไฟฟ้าที่ได้จากสัญญาณไซคลิกโวลแทมโมแกรมของขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนและใช้ scan rate 50 mV/s

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.10 พล็อตค่าความเข้มข้นของคิตาซาไมซิน (5 – 250 ppm) ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 กับค่าศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่วัดไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนจากสัญญาณไซคลิกโวลเทมโมแกรม โดยวัดที่ขั้วคัพิก และใช้ scan rate 100 mV/s

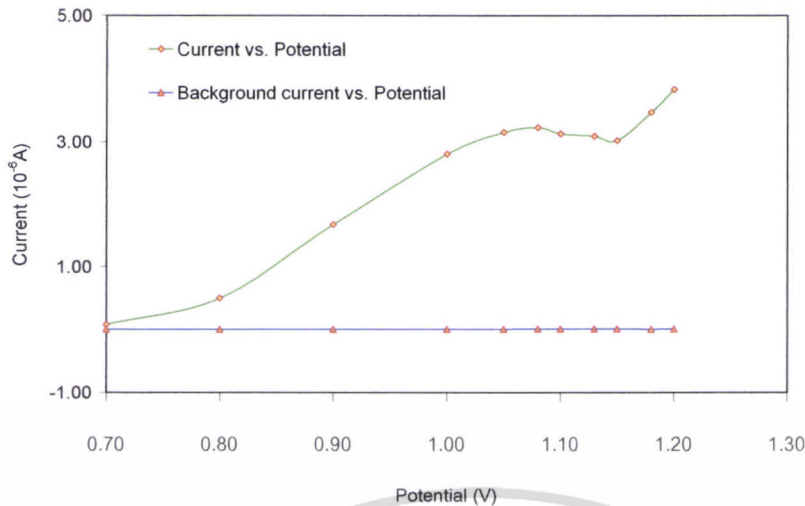
4.2 การตรวจวัดยาในระบบชนิดไหลต่อเนื่องโดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมตรี

4.2.1 การศึกษาไฮโดรไดนามิกโวลเทมเมตรี (Hydrodynamic voltammetry)

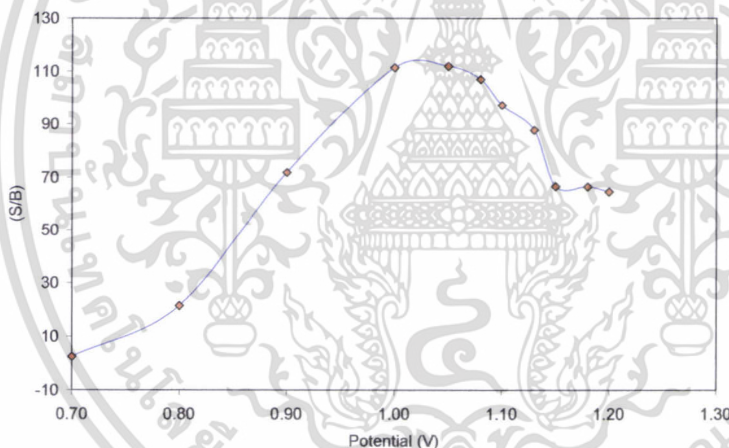
ผลจากการศึกษาไฮโดรไดนามิกโวลเทมเมตรีของสารละลายมาตรฐานคิตาซาไมซินเข้มข้น 250 ppm ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ในช่วงศักย์ไฟฟ้า 0.887 – 0.943 V โดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมตรีด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนในระบบชนิดไหลต่อเนื่อง

เมื่อนำค่าศักย์ไฟฟ้ากับค่ากระแสไฟฟ้าที่วัดได้จากสัญญาณแอมเพอร์โรเมตรีของคิตาซาไมซิน และสัญญาณกระแสพื้น (background current) มาพลอตดังแสดงในรูปที่ 4.11 จะเห็นได้ว่าเมื่อค่าศักย์ไฟฟ้าเพิ่มขึ้นกระแสไฟฟ้าที่วัดได้ก็เพิ่มตามศักย์ไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น ซึ่งเป็นผลจากกระแสพื้นรวมกับค่ากระแสไฟฟ้าในการเกิดปฏิกิริยาของคิตาซาไมซิน และเพื่อแสดงให้เห็นความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้ากับกระแสไฟฟ้าที่เกิดจากเกิดปฏิกิริยาของคิตาซาไมซินอย่างแท้จริง สามารถทำการพลอตค่าศักย์ไฟฟ้ากับค่าอัตราส่วนสัญญาณของกระแสไฟฟ้าที่วัดได้ต่อกระแสพื้น (S/B) ดังแสดงในรูปที่ 4.12 จะพบว่าเมื่อเพิ่มศักย์ไฟฟ้าค่าของ (S/B) จะเพิ่มขึ้นและมีค่าสูงสุดที่ 1.02 V และหลังจากนั้นก็ลดลง ดังนั้นค่าศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการตรวจวัดคิตาซาไมซินโดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมตรีด้วยระบบชนิดไหล คือ 1.02 V

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.11 พล็อตศักย์ไฟฟ้ากับค่ากระแสไฟฟ้าที่ได้จากสัญญาณในเทคนิคแอมเพอโรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนของสารละลายคีตาซาไมซินความเข้มข้น 250 ppm และอัตราเร็วในการไหลของฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.07 mL/min



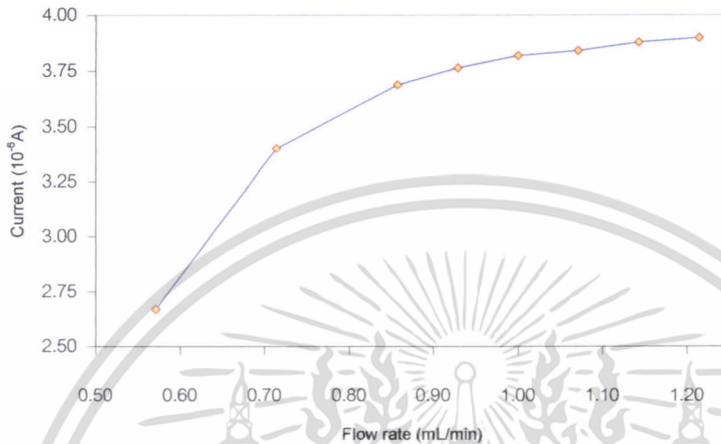
รูปที่ 4.12 พล็อตศักย์ไฟฟ้ากับค่า (S/B) ที่ได้จากการคำนวณสัญญาณในเทคนิคแอมเพอโรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนของสารละลายคีตาซาไมซินความเข้มข้น 250 ppm และอัตราเร็วในการไหลของฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.07 mL/min

4.2.2 การศึกษาผลของอัตราเร็วในการไหลที่เหมาะสมของสารละลายเคลื่อนที่

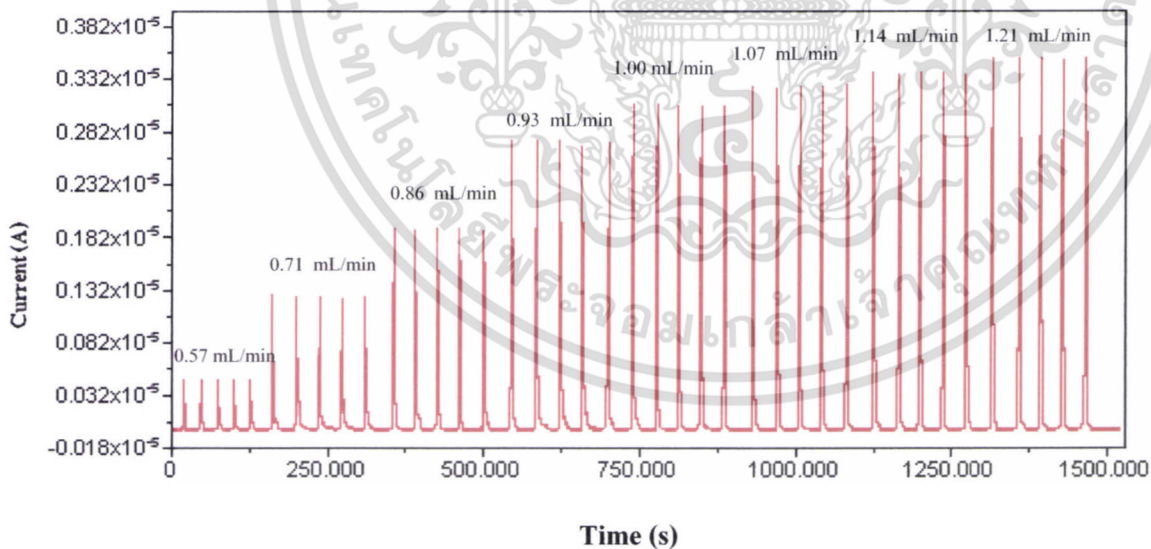
จากการศึกษาอัตราเร็วในการไหลของสารละลายเคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 (0.570 – 1.21 mL/min) ของสารละลายเคลื่อนที่จากสารละลายมาตรฐานคีตาซาไมซิน 250 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.02 V โดยเทคนิคแอมเพอโรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน จะพบว่ากระแสที่วัดได้ในเทคนิคแอมเพอโรเมทรีด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเอกสารนี้เป็นเอกสารที่ส่งวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยามให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เพชรบางเจือโบรอนในระบบฉีดไหลต่อเนื่อง จะมีกระแสสูงสุดที่ 1 mL/min ดังแสดงในรูปที่ 4.13 และ 4.14

ดังนั้นสำหรับเซลล์ที่ออกแบบนี้ใช้อัตราเร็วในการไหลของสารเคลื่อนที่สำหรับการตรวจวัดคิตาซาไมซินโดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนในระบบฉีดไหลต่อเนื่อง คือ 1 ml/min



รูปที่ 4.13 การพลอตอัตราเร็วในการไหลของฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 (0.57 - 1.21 mL/min) กับสัญญาณที่วัดได้จากเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนของสารละลายคิตาซาไมซินเข้มข้น 250 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.02 V และปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μ L

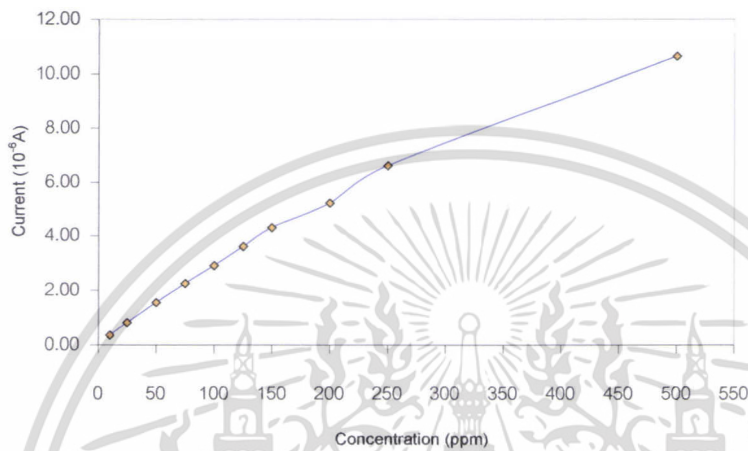


รูปที่ 4.14 สัญญาณที่วัดได้จากเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนของสารละลายคิตาซาไมซินเข้มข้น 250 ppm ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.02 V และปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μ L และใช้อัตราเร็วในการไหลของสารละลายเคลื่อนที่ 0.57 - 1.21 mL/min

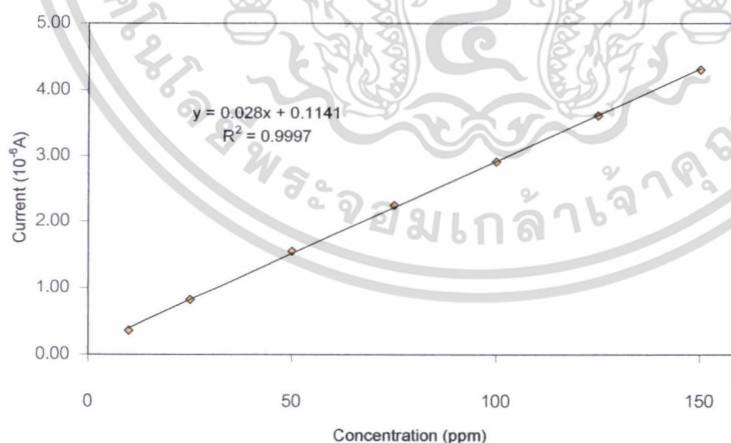
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.3 การศึกษาความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน

ผลการศึกษาความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานคีตาชาไมซินที่ศักย์ไฟฟ้า 1.02 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL และอัตราเร็วในการไหลของฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.0 mL/min โดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนในระบบฉีดไหลต่อเนื่อง พบว่ามีช่วงความเป็นเส้นตรงที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 5 – 150 ppm โดยมีค่า $R^2 = 0.9997$ ดังแสดงในรูป 4.15 และ 4.16



รูปที่ 4.15 พล็อตค่าความเข้มข้นของคีตาชาไมซิน (5 -500 ppm) กับค่ากระแสไฟฟ้าที่ได้จากสัญญาณในเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีของระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL และใช้อัตราเร็วในการไหลของฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1 ml/min

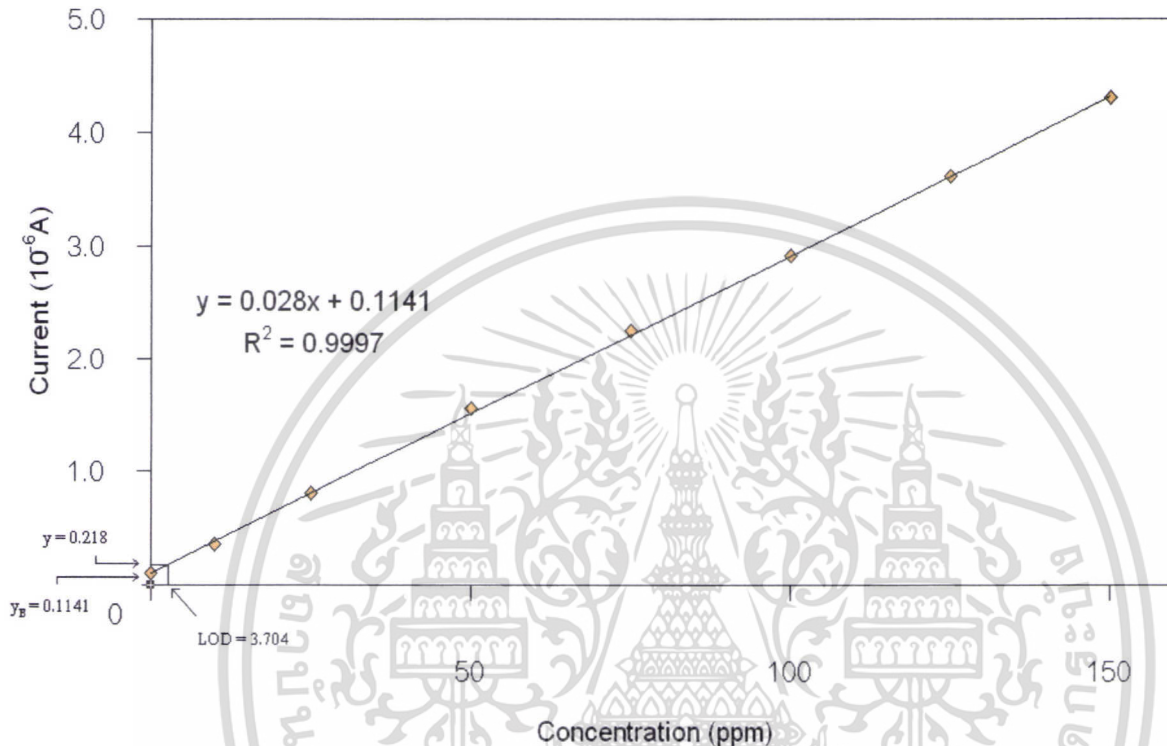


รูปที่ 4.16 พล็อตค่าความเข้มข้นของคีตาชาไมซิน (5 -150 ppm) กับค่ากระแสไฟฟ้าที่ได้จากสัญญาณในเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีของระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL และใช้อัตราเร็วในการไหลของฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1 mL/min

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.4 การศึกษาความสามารถในการวิเคราะห์

ความสามารถในการตรวจวัดคีตาชาไมซินในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนสามารถคำนวณได้จากสัญญาณกระแสไฟฟ้าซึ่งเป็นสามเท่าจากสัญญาณกระแสไฟฟ้ารบกวน ซึ่งสามารถคำนวณหาค่า Limit of detection ได้เท่ากับ 3.704 ppm ซึ่งแสดงให้เห็นดังรูปที่ 4.17



รูปที่ 4.17 แสดงผลจากการคำนวณหา Limit of detection ของยาคีตาชาไมซินโดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน

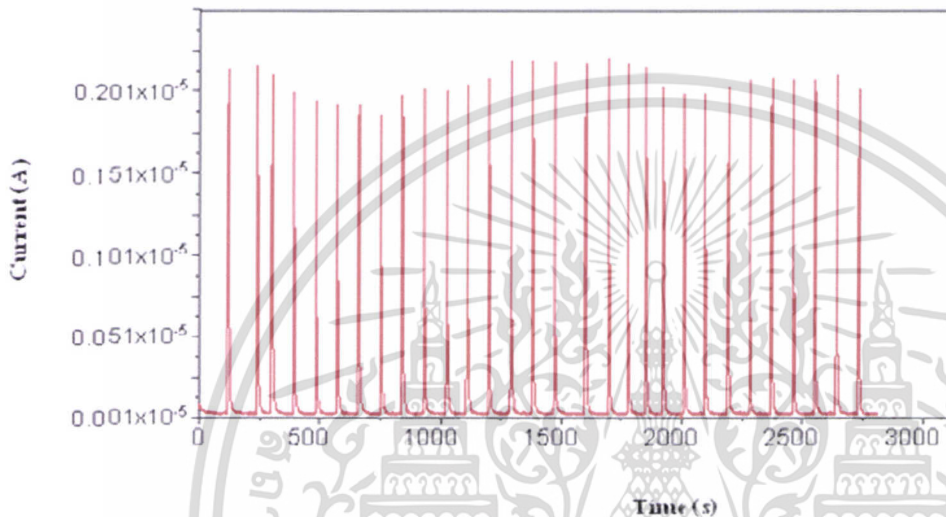
4.2.5 ความเที่ยง (Precision)

ความเที่ยงในการวิเคราะห์สามารถหาได้จากค่า repeatability พิจารณาจากค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) และสัมประสิทธิ์การแปรผัน (% RSD) ของการวัด 5 ซ้ำจากกราฟมาตรฐาน คีตาชาไมซินที่ความเข้มข้น 10 - 150 ppm พบว่าได้ค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) คือ 0.010 - 0.089 และค่าสัมประสิทธิ์การแปรผัน (% RSD) คือ 1.057 - 4.514 ซึ่งค่า % RSD ค่อนข้างสูงเป็นผลมาจากการฉีดสารตัวอย่างเข้าไปในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยระบบมือเป็นผลทำให้ค่า %RSD สูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.6 การศึกษาความเสถียรภาพของขั้วไฟฟ้าทำงาน (Stability of electrode)

การศึกษาความเสถียรภาพของขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนในการตรวจวัดคีตาซาไมซิน โดยศึกษาที่ความเข้มข้น 100 ppm ฉีดซ้ำจำนวน 30 ครั้ง พบว่าขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนมีความเสถียรภาพค่อนข้างสูง ซึ่งพิจารณาจากค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) = 0.12 และค่าสัมประสิทธิ์การแปรผัน (% RSD) คือ 5.83 ซึ่งเมื่อสังเกตจากสัญญาณไฟฟ้าพบว่าสัญญาณมีลักษณะเพิ่มขึ้นและลดลงเป็นช่วง ดังแสดงตามรูปที่ 4.18



รูปที่ 4.18 สัญญาณที่วัดได้จากเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนของสารละลายคีตาซาไมซินเข้มข้น 100 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.02 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL อัตราการไหลของฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.0 mL/min

4.2.7 การประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่าง

สามารถตรวจวัดปริมาณยาในยาตัวอย่างได้ 2 วิธีคือ ใช้วิธีเติมสารมาตรฐานในสารตัวอย่าง (standard addition method) และ วิธีสร้างกราฟมาตรฐาน (calibration curve)

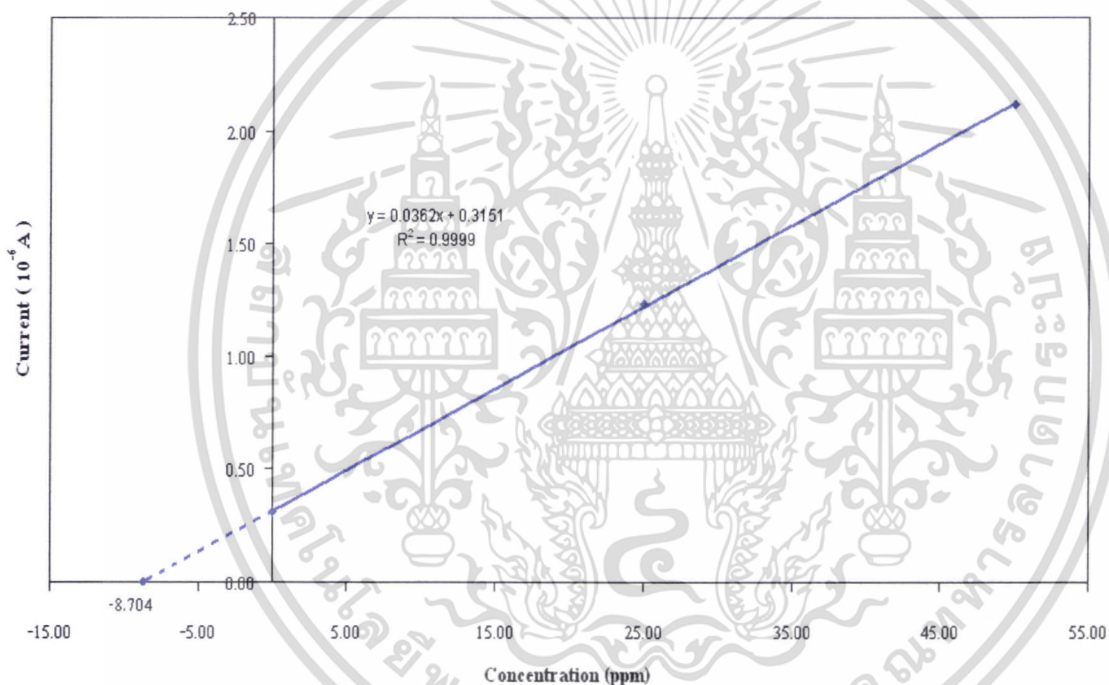
4.2.7.1 ใช้วิธีเติมสารมาตรฐานในสารตัวอย่าง (standard addition method)

ผลการตรวจวัดปริมาณยาโดยวิธีเติมสารมาตรฐานได้แสดงในรูปที่ 4.19 แสดงกราฟของวิธีการเติมสารมาตรฐานของยาคีตาซาไมซินตัวอย่าง ซึ่งจากกราฟสามารถหาความชันได้ $0.0362 \mu\text{A mL}/\mu\text{g}$ และจุดตัดแกน y เท่ากับ $0.3151 \mu\text{A}$ ความเข้มข้นของยาคีตาซาไมซินที่ได้จากจุดตัดแกน x คือ -8.704 ppm และได้ % Recovery เท่ากับ 87.040

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตาราง 4.2 ค่า recovery ของยาคีตาชาไมซินตัวอย่าง 10 ppm โดยการตรวจวัดด้วยเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่อง

สารที่เติม	ความเข้มข้นที่เติม (ppm)	ความเข้มข้นที่วัดได้ (ppm)	% recovery
สารมาตรฐานยาคีตาชาไมซิน	10.000	8.704	87.040
สารมาตรฐานยาคีตาชาไมซิน	25.110	25.301 ± 0.039	99.225 ± 3.012
สารมาตรฐานยาคีตาชาไมซิน	50.220	49.870 ± 0.098	100.668 ± 7.102



รูปที่ 4.19 กราฟมาตรฐานแบบการเติมสารมาตรฐานของการวิเคราะห์ยาคีตาชาไมซิน โดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน

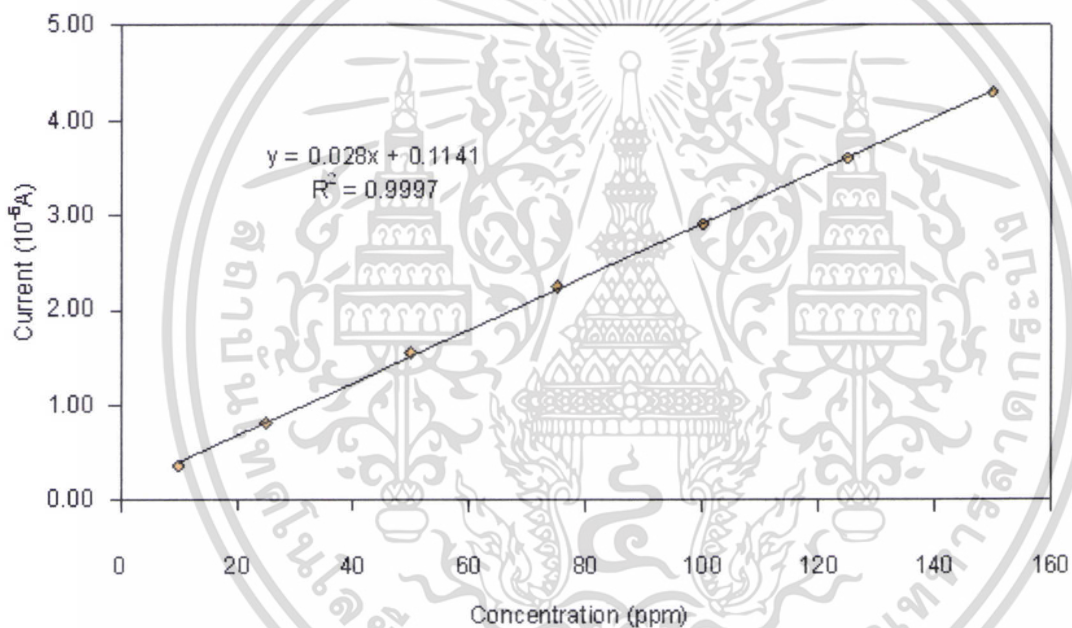
4.2.7.2 ใช้วิธีสร้างกราฟมาตรฐาน

ผลการตรวจวัดปริมาณยาโดยวิธีสร้างกราฟมาตรฐานได้แสดงในรูปที่ 4.20 แสดงกราฟของวิธีการสร้างกราฟมาตรฐานของยาคีตาชาไมซินตัวอย่าง ซึ่งจากกราฟสามารถหาความชันได้ 0.028 $\mu\text{A mL}/\mu\text{g}$ และได้ความเข้มข้นของสารตัวอย่าง เท่ากับ 90.332 และ 108.250 ppm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.3 ค่าความเข้มข้นของสารตัวอย่างที่หาได้จากการใช้วิธีสร้างกราฟมาตรฐานด้วยการตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีในระบบชนิดไหลต่อเนื่อง

สาร	กระแสไฟฟ้า (10^{-6} A)					กระแสไฟฟ้าเฉลี่ย (10^{-6} A)	ความเข้มข้นจากกราฟ (ppm)
	1	2	3	4	5		
ตัวอย่างยา กิตาชาไมซิน	2.756	2.607	2.618	2.700	2.536	2.643 ± 0.086	90.332



รูปที่ 4.20 กราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์ยาคีตาชาไมซิน โดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีในระบบชนิดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

การวิเคราะห์ยาคีตาชาไมซิน โดยใช้เทคนิคทางเคมีไฟฟ้าที่มีขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนทั้งในระบบอยู่นิ่งและระบบฉีดไหลต่อเนื่องนั้นนับว่ามีประสิทธิภาพ และมีความเสถียรในการวิเคราะห์สูงซึ่งพิจารณาจากค่าอัตราส่วนของ S/B (signal to background ratio) และเมื่อพิจารณาเปรียบเทียบกระแสพื้นของไซคลิกโวลแทมโมแกรมระหว่างขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน และขั้วไฟฟ้าทำงานกลาสคาร์บอนจะเห็นได้ว่าขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนนั้นให้ค่ากระแสพื้นที่ต่ำกว่าขั้วไฟฟ้าทำงานกลาสคาร์บอนมาก

ผลจากการหาสภาวะที่เหมาะสมของการใช้สารละลายฟอสเฟตมีฟเฟออร์ 0.1 M ในการวิเคราะห์ยาคีตาชาไมซินนั้นพบว่า มีความเหมาะสมที่ pH 8.5 ที่ศักย์ไฟฟ้าที่ 1.02 V ให้จะให้กระแสไฟฟ้าที่มีค่าสูงสุดโดยช่วงความเข้มข้น 10 – 150 ppm มีความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงกับปริมาณกระแสไฟฟ้า ชัดจำกัดในการการตรวจวัดยาคีตาชาไมซินเท่ากับ 3.704 ppm และการศึกษาความเสถียรภาพของขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนโดยฉีดซ้ำจำนวน 30 ครั้งพบว่าค่าสัมประสิทธิ์การแปรผัน (% RSD) เท่ากับ 5.83

จากการนำสภาวะที่ได้มาประยุกต์ใช้กับการวิเคราะห์ยาคีตาชาไมซินตัวอย่างโดยวิธีสร้างกราฟมาตรฐานพบว่ามีความแม่นยำ 90.33 % และโดยวิธีเติมสารมาตรฐานในสารตัวอย่างพบว่ามีความแม่นยำ 87.04 % ซึ่งใช้ flow rate 50 mV/s

5.2 ข้อเสนอแนะ

ในการวิเคราะห์ปริมาณยาโดยใช้เทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนมีปัญหาที่สำคัญประการหนึ่ง คือมีสัญญาณรบกวนที่สูงจึงทำให้ไม่สามารถตรวจวัดปริมาณที่มีความเข้มข้นต่ำมากๆในระดับ ppb ได้

สารที่จะสามารถนำมาวิเคราะห์ในเทคนิคนี้ได้จำเป็นต้องเป็นสารที่เกิดปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้าเท่านั้นจึงจะสามารถนำมาวิเคราะห์ได้

การวิเคราะห์ต้องระวังเรื่องสิ่งปนเปื้อนเป็นพิเศษทั้งจากเครื่องแก้วและสิ่งแวดล้อมเนื่องจากมีผลทำให้สัญญาณรบกวนสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง(Reference)

- [1] Joseph Wang. 2000. *Analytical Electrochemistry*. 2nd ed. New York : Wiley-VCH.
- [2] Richard S. Nicholson and Irving Shain. 1964. "Theory of stationary electrode polarography" *Analytical Chemistry* 36(4) : 706-723.
- [3] Enzyme Electrode "Cyclic Voltammet" [Online]. Available :
http://www.biol.paisley.ac.uk/marco/Enzyme_Electrode/Chapter1/Cyclic_Voltammetry.Htm.2005.
- [4] Department of Chemistry Michigan State University "EXPERIMENT 5. CYCLIC VOLTAMMETRY." [Online]. Available:
<http://poohbah.cem.msu.edu/courses/cem419/cem372cyclicvoltammetry.pdf.2005>.
- [5] Allen J. Bard and Larry R. Faulkner. 2001. *Electrochemical methods*. 2nd ed. New York : John Wiley & Sons.
- [6] Department of Chemistry & Biochemistry "Introduction". [Online]. Available :
<http://www.chemistry.nmsu.edu/studentres/chem435/Lab13/intro.html.2005>.
- [7] Marek Trojanowicz. 2000. *Flow injection analysis*. 1st ed. New Jersey : World scientific Publishing.
- [8] Jaromir Ruzika. 1988. *Flow injection analysis*. 2nd Ed. New York : John Wiley & Sons.
- [9] Flow injection "Flow injection" [Online]. Available : <http://www.flowinjection.com.2005>.
- [10] BASi "BaSi LCEC Flowcells" [Online]. Available :
<http://www.bioanalytical.com/products/lc/flocells.html.2005>.
- [11] Analysis Chemistry "Boron doped-diamond thin film electrodes" [Online]. Available :
<http://pubs.acs.org/hotartcl/ac/97/oct/boron.html>.
- [12] S.-Tong Lee, Zhangda Lin and Xin Jiang. 1999. "CVD diamond films: nucleation and growth" *Materials Science and Engineering*. 25: 123-145.
- [13] TOYO JOZO CO.,LTD. *Animal Health Use, Kitasamycin Macrolide Antibiotic*.
- [14] María José González de la Huebra, Guy Bordin and Adela Rosa Rodríguez, *Analytical Chimica*, 2004 , 53-63.
- [15] Yong-Hak Kim, Jairaj V. Pothuluri and Carl E. Cerniglia, Division of Microbiology, National Center for Toxicological Research, U.S. Food and Drug Administration, 3900 NCTR Road, Jefferson, AR 72079, USA.

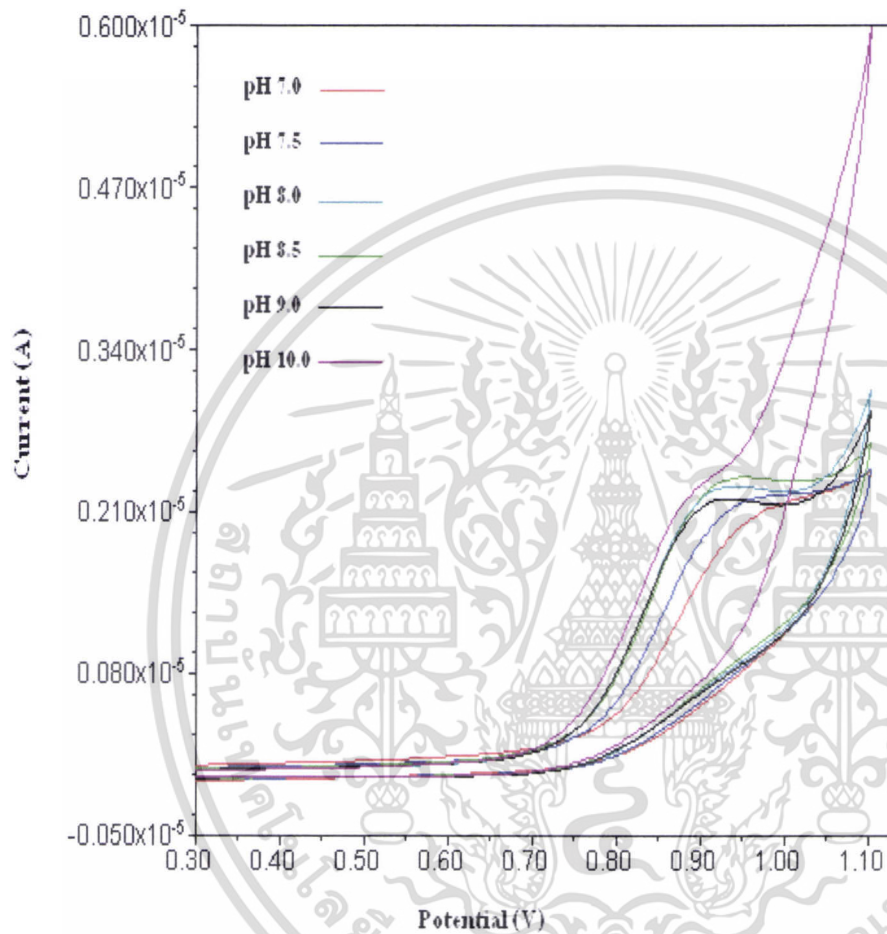
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [16] ไพโรจน์ จันทร์หอม, (2548) การวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าของยาด้านเชื้อรา Ketoconazole และยาปฏิชีวนะ Enrofloxacin โดยใช้ขั้วไฟฟ้าฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนประยุกต์ใช้กับ เซลล์ที่ประดิษฐ์ขึ้น, วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาเคมี บัณฑิตวิทยาลัย สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ก.1 ไชคลิกโวลเทมโมแกรมและข้อมูลที่ได้จากการศึกษา pH ที่เหมาะสมของสารละลาย คีตาซาไมซิล 100 ppm ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M scan rate 50 mV/s และ pH 7–10 ที่ขั้วไฟฟ้าฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน



รูปที่ ก.1 ไชคลิกโวลเทมโมแกรมจากการศึกษา pH ที่เหมาะสมของสารละลายคีตาซาไมซิล 100 ppm ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M scan rate 50 mV/s และ pH 7–10 ที่ขั้วไฟฟ้าฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก.1 ข้อมูลที่ได้จากการศึกษา pH ที่เหมาะสมของสารละลายคีตาชาไมชนิด 100 ppm ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M scan rate 50 mV/s และ pH 7–10 ที่ขั้วไฟฟ้าฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน

pH	ศักย์ไฟฟ้า (V)	ค่าศักย์ไฟฟ้าเฉลี่ย (V)	กระแสไฟฟ้า (μA)	ค่ากระแสไฟฟ้าเฉลี่ย (μA)
7.0	0.948	0.948 ± 0.000	1.940	1.940 ± 0.000
	0.948		1.940	
	0.948		1.940	
7.5	0.934	0.934 ± 0.000	2.070	2.070 ± 0.000
	0.934		2.070	
	0.934		2.070	
8.0	0.913	0.923 ± 0.009	2.250	2.237 ± 0.001
	0.928		2.230	
	0.929		2.230	
8.5	0.928	0.927 ± 0.001	2.310	2.317 ± 0.001
	0.927		2.310	
	0.928		2.330	
9.0	0.923	0.922 ± 0.001	2.210	2.193 ± 0.002
	0.921		2.1900	
	0.923		2.180	
10.0	0.879	0.878 ± 0.001	2.110	2.120 ± 0.001
	0.877		2.120	
	0.879		2.130	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ข.1 ข้อมูลที่ได้จากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารละลายคีตาชาไมซิน 100 ppm ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ scan rate 50 mV/s ที่ได้จากขั้วไฟฟ้าฟิล์มบางเพชรบางเจือโบรอน

สารมาตรฐานคีตาชาไมซิน (S)		สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ (B)	
ศักย์ไฟฟ้า (V)	ค่ากระแสไฟฟ้า (μA)	ศักย์ไฟฟ้า (V)	ค่ากระแสไฟฟ้า (μA)
0.928	2.310	0.929	0.180
0.927	2.310		
0.928	2.330		

ตารางที่ ข.2 แสดงการคำนวณค่าศักย์ไฟฟ้าและกระแสไฟฟ้าจากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารละลายคีตาชาไมซิน 100 ppm ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ scan rate 50 mV/s ที่ได้จากขั้วไฟฟ้าฟิล์มบางเพชรบางเจือโบรอน

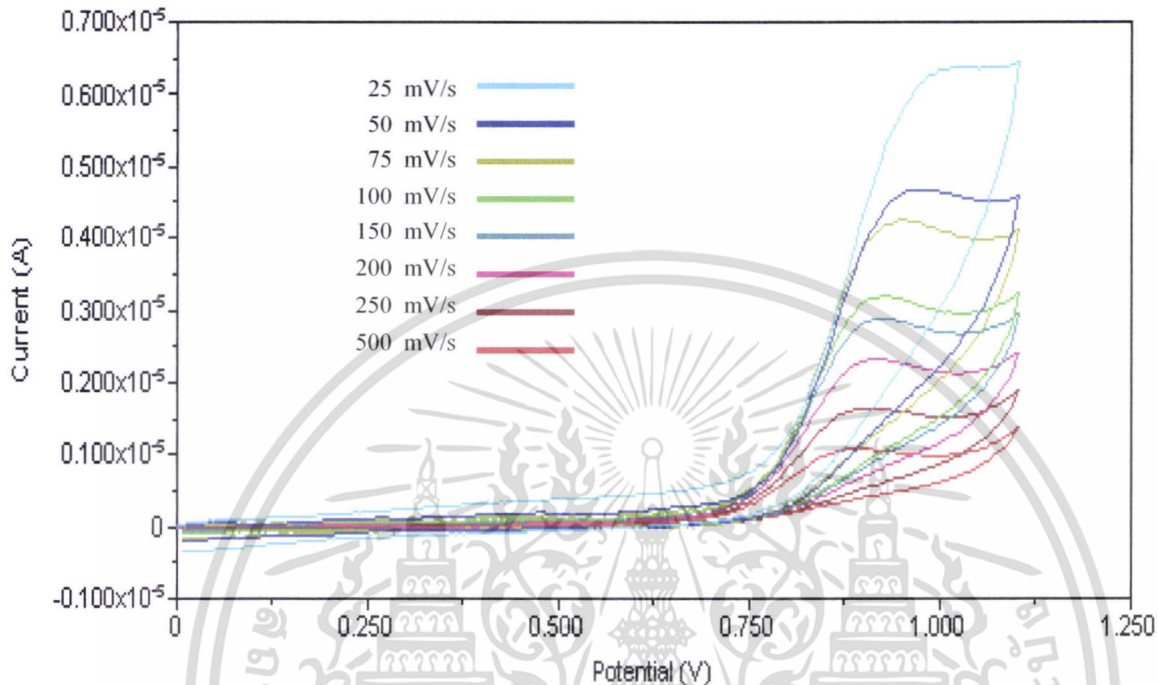
S/B	S/B		ศักย์ไฟฟ้า (V)		ค่ากระแสไฟฟ้า (μA)	
	เฉลี่ย	SD	เฉลี่ย	SD	เฉลี่ย	SD
12.833	12.870	0.064	0.927	0.001	2.317	0.012
12.833						
12.944						

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ค.1 ไชคคลิกโวลเทมโมแกรม และข้อมูลที่ได้จากการศึกษา scan rate ของสารละลายคีตาซา ไมซินความเข้มข้น 250 ppm ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 และ scan rate ต่างๆ ที่ขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน



รูปที่ ค.1 ไชคคลิกโวลเทมโมแกรมที่ได้จากการศึกษา scan rate ของสารละลายคีตาซาไมซิน ความเข้มข้น 250 ppm ในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 และ scan rate ต่างๆ ที่ ขั้วไฟฟ้า ทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ค.1 ข้อมูลที่ได้จากการศึกษา scan rate ของสารละลายกิตาชาไมซิน 250 ppm ใน ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 และ scan rate ต่างๆที่ขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชร บางเจือโบรอน

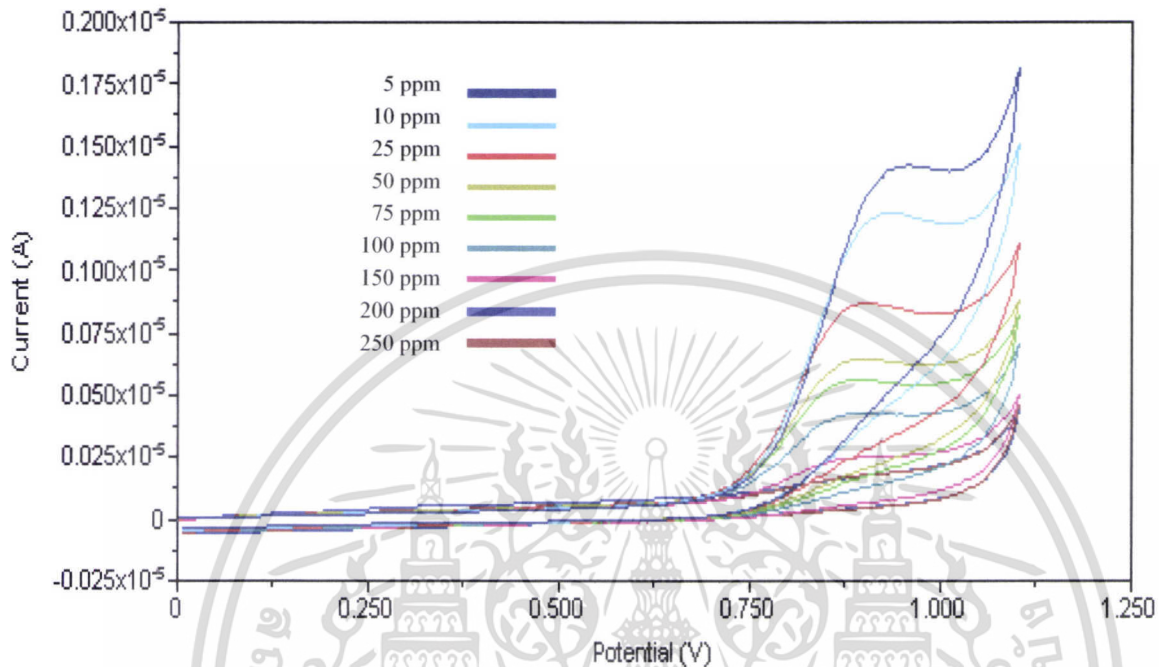
Scan rate (mV/s)	ศักย์ไฟฟ้า (V)	ค่าเฉลี่ยศักย์ไฟฟ้า (V)	กระแสไฟฟ้า (μ A)	ค่าเฉลี่ยกระแสไฟฟ้า (μ A)
10	0.899	0.900 ± 0.002	1.105	1.115 ± 0.010
	0.902		1.125	
	0.900		1.115	
25	0.908	0.905 ± 0.003	1.623	1.624 ± 0.009
	0.903		1.633	
	0.905		1.615	
50	0.909	0.908 ± 0.001	2.269	2.285 ± 0.016
	0.907		2.286	
	0.908		2.300	
75	0.913	0.912 ± 0.001	2.683	2.702 ± 0.017
	0.912		2.708	
	0.911		2.716	
100	0.916	0.916 ± 0.004	3.052	3.039 ± 0.011
	0.920		3.033	
	0.913		3.032	
150	0.942	0.942 ± 0.003	3.534	3.522 ± 0.012
	0.940		3.511	
	0.945		3.522	
200	0.957	0.959 ± 0.003	3.900	3.897 ± 0.004
	0.962		3.899	
	0.957		3.892	
250	0.997	0.998 ± 0.002	4.198	4.213 ± 0.014
	1.000		4.216	
	0.996		4.225	
500	1.104	1.104 ± 0.000	5.520	5.512 ± 0.009
	1.104		5.513	
	1.104		5.502	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ง.1 ไชคติกโวลเทมโมแกรม และข้อมูลของไชคติกโวลเทมโมแกรมของคีตาซาไมซินความเข้มข้นต่างๆในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 และ 50 mV/s ที่ขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน



รูปที่ ง.1 ไชคติกโวลเทมโมแกรมของคีตาซาไมซินความเข้มข้นต่างๆในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 และ 50 mV/s ที่ขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ง.1 ข้อมูลกระแสไฟฟ้าที่ได้จากไซคลิกโวลเทมโมแกรมของคีตาซาไมซินความเข้มข้นต่างๆในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 และ 50 mV/s ที่ขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน

ความเข้มข้น (ppm)	กระแสไฟฟ้า (μA)			ค่าเฉลี่ยกระแสไฟฟ้า (μA)
	1	2	3	
5	0.060	0.058	0.059	0.059 ± 0.001
10	0.092	0.085	0.089	0.089 ± 0.004
25	0.174	0.181	0.179	0.178 ± 0.004
50	0.331	0.332	0.344	0.336 ± 0.007
75	0.486	0.480	0.476	0.481 ± 0.005
100	0.643	0.603	0.624	0.623 ± 0.020
150	0.899	0.903	0.893	0.898 ± 0.005
200	1.194	1.196	1.199	1.196 ± 0.003
250	1.374	1.334	1.410	1.373 ± 0.038

ตารางที่ ง.2 ข้อมูลศักย์ไฟฟ้าที่ได้จากไซคลิกโวลเทมโมแกรมของคีตาซาไมซินความเข้มข้นต่างๆในฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 และ 50 mV/s ที่ขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน

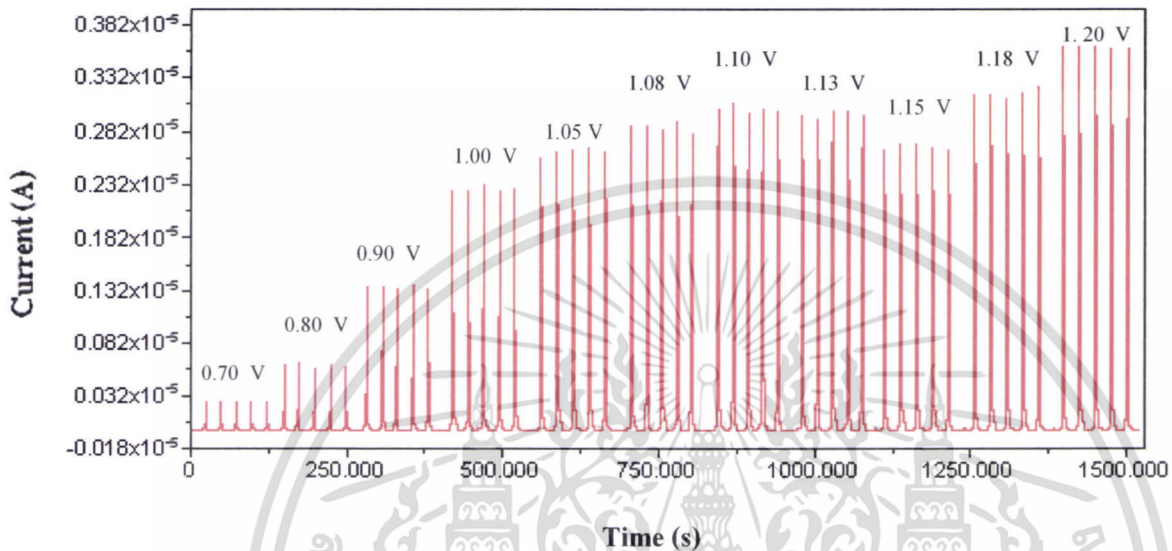
ความเข้มข้น (ppm)	ศักย์ไฟฟ้า (v)			ค่าเฉลี่ยศักย์ไฟฟ้า (v)
	1	2	3	
5	0.887	0.888	0.887	0.887 ± 0.001
10	0.890	0.890	0.887	0.889 ± 0.002
25	0.894	0.894	0.897	0.895 ± 0.002
50	0.894	0.897	0.893	0.895 ± 0.002
75	0.893	0.897	0.892	0.894 ± 0.003
100	0.897	0.896	0.896	0.896 ± 0.001
150	0.905	0.901	0.902	0.903 ± 0.002
200	0.933	0.928	0.928	0.930 ± 0.003
250	0.943	0.942	0.944	0.943 ± 0.001

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จ. 1 สัญญาณ และข้อมูลการตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วย
 ขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน และข้อมูลของสารละลายคีโตโคนาโซลความเข้มข้น
 100 ppm ศักย์ไฟฟ้า 0.7-1.20 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL และอัตราเร็วในการไหลของ
 สารละลายเคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.02 mL/min



รูปที่ จ. 1 สัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงาน
 ฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนของคีโตโคนาโซลความเข้มข้น 100 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.70-
 1.20 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL และอัตราเร็วในการไหลของสารละลายเคลื่อนที่
 ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.02 mL/min

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ จ. 1 ข้อมูลสัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอร์เมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วย
ขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนของคีโตโคนาโซลความเข้มข้น 100 ppm ที่
ศักย์ไฟฟ้า 0.70-1.20 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μ L และอัตราเร็วในการไหลของ
สารละลายเคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.02 mL/min

ศักย์ไฟฟ้า (v)	กระแสไฟฟ้า (10^{-6} A)	ค่าเฉลี่ย กระแสไฟฟ้า (10^{-6} A)	กระแสพื้น (10^{-6} A)	S-B	(S-B)/B ratio	ค่าเฉลี่ย (S-B)/B ratio
0.70	0.0789	0.074 ± 0.006	0.001	0.078	119.046	112.038
	0.0652			0.065	98.254	
	0.0773			0.077	116.702	
	0.0725			0.072	109.274	
	0.0775			0.077	116.915	
0.80	0.5153	0.493 ± 0.012	0.001	0.514	436.392	417.701
	0.4881			0.487	413.304	
	0.4876			0.486	412.880	
	0.4902			0.489	415.087	
	0.4852			0.484	410.843	
0.90	1.7100	1.675 ± 0.090	0.001	1.709	1507.069	1475.850
	1.7810			1.780	1569.685	
	1.6990			1.698	1497.368	
	1.6450			1.644	1449.745	
	1.5380			1.537	1355.381	
1.00	2.7910	2.805 ± 0.040	0.001	2.790	3302.741	3319.313
	2.8690			2.868	3395.070	
	2.7600			2.759	3266.045	
	2.7940			2.793	3306.292	
	2.8110			2.810	3326.415	
1.05	3.2130	3.156 ± 0.148	0.001	3.212	2721.881	2673.576
	3.0440			3.043	2578.661	
	3.2650			3.264	2765.949	
	2.9580			2.957	2505.780	
	3.3000			3.299	2795.610	
1.08	3.3990	3.231 ± 0.139	0.002	3.397	1406.453	1336.805
	3.2040			3.202	1325.708	
	3.0270			3.025	1252.416	
	3.2140			3.212	1329.849	
	3.3100			3.308	1369.600	
1.10	3.1730	3.134 ± 0.099	0.003	3.170	1142.918	1129.002
	3.0210			3.018	1088.120	
	3.1530			3.150	1135.708	
	3.0550			3.052	1100.377	
	3.2700			3.267	1177.888	

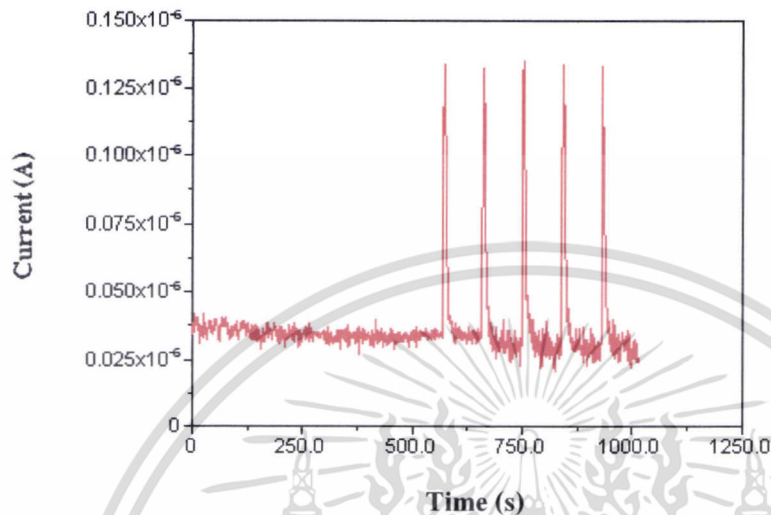
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

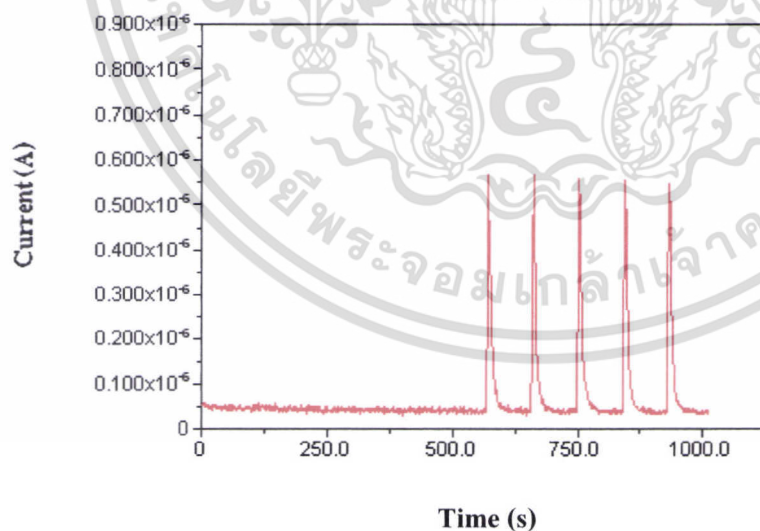
ศักย์ไฟฟ้า (v)	กระแสไฟฟ้า (10 ⁻⁶ A)	ค่าเฉลี่ย กระแสไฟฟ้า (10 ⁻⁶ A)	กระแสพื้น (10 ⁻⁶ A)	S-B	(S-B)/B ratio	ค่าเฉลี่ย (S-B)/B ratio
1.13	3.1810	3.091 ± 0.058	0.002	3.179	1581.430	1536.558
	3.1010			3.099	1541.633	
	3.0420			3.040	1512.282	
	3.0920			3.090	1537.155	
	3.0380			3.036	1510.292	
1.15	3.1060	3.021 ± 0.055	0.002	3.104	1318.456	1282.517
	3.0350			3.033	1288.295	
	3.0200			3.018	1281.923	
	2.9800			2.978	1264.930	
	2.9660			2.964	1258.983	
1.18	3.5870	3.478 ± 0.066	0.002	3.585	2157.243	2091.419
	3.4090			3.407	2050.143	
	3.4710			3.469	2087.448	
	3.4650			3.463	2083.838	
	3.4560			3.454	2078.422	
1.20	3.7840	3.835 ± 0.081	0.003	3.781	1467.830	1487.471
	3.7550			3.752	1456.573	
	3.8800			3.877	1505.094	
	3.8010			3.798	1474.429	
	3.9530			3.950	1533.431	
1.25	4.4820	4.309 ± 0.160	0.001	4.481	3072.863	2954.490
	4.4750			4.474	3068.062	
	4.1310			4.130	2832.139	
	4.2370			4.236	2904.836	
	4.2220			4.221	2894.549	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จ. 2 สัญญาณ และข้อมูลการตรวจวัด โดยเทคนิคแอมเพอร์เมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยปั๊มไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน และข้อมูลของสารละลายคีตาซาไมซิน ความเข้มข้น 100 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.70-1.20 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL และอัตราเร็วในการไหลของสารละลายเคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.07 mL/min

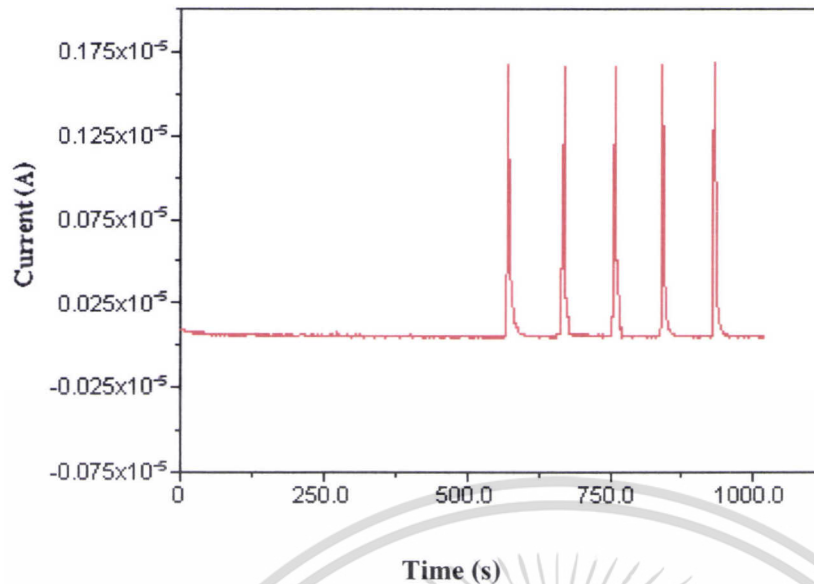


รูปที่ จ. 2 สัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอร์เมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยปั๊มไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนและข้อมูลของสารละลายคีตาซาไมซิน ความเข้มข้น 100 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.70 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL และอัตราเร็วในการไหลของสารละลายเคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.07 mL/min

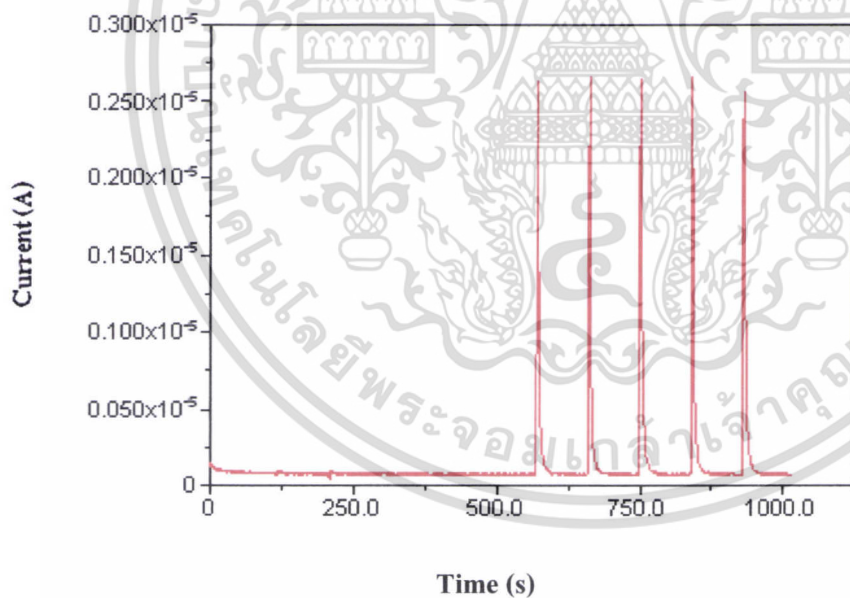


รูปที่ จ. 3 สัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอร์เมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยปั๊มไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนและข้อมูลของสารละลายคีตาซาไมซิน ความเข้มข้น 100 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.80 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL และอัตราเร็วในการไหลของสารละลายเคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.07 mL/min

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

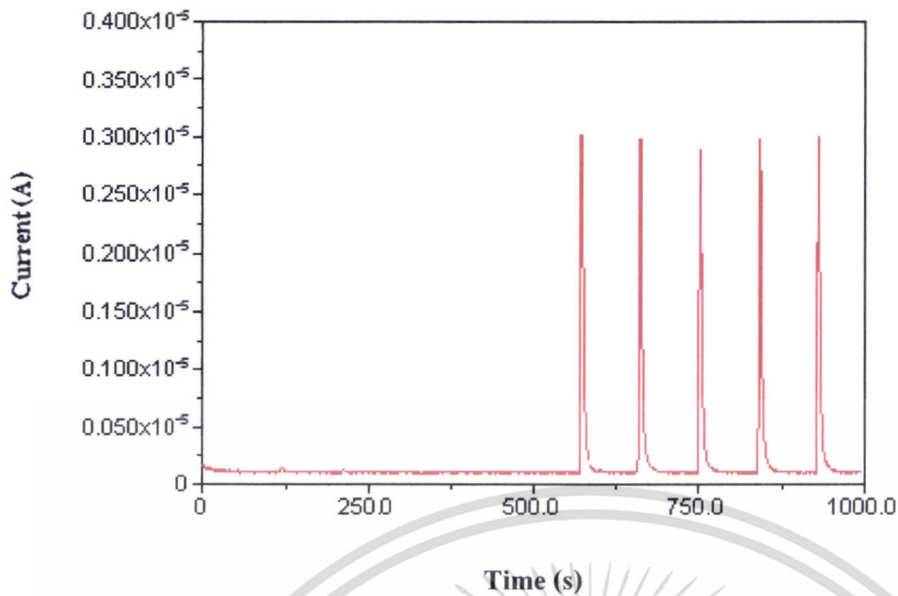


รูปที่ จ. 4 สัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอร์เมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนและข้อมูลของสารละลายคีตาซาไมซิน ความเข้มข้น 100 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.90 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL และอัตราเร็วในการไหลของสารละลายเคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.07 mL/min

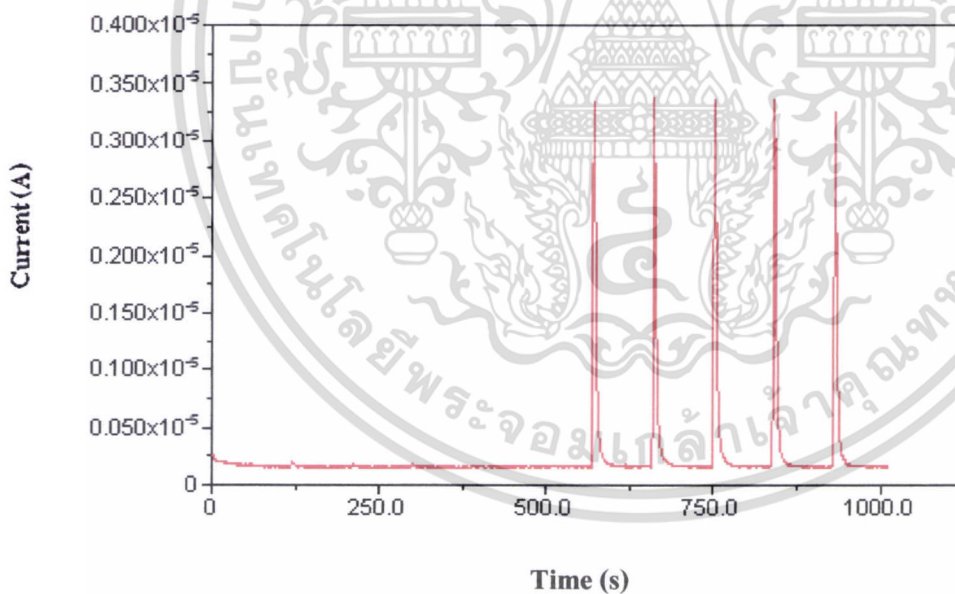


รูปที่ จ. 5 สัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอร์เมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนและข้อมูลของสารละลายคีตาซาไมซิน ความเข้มข้น 100 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.00 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL และอัตราเร็วในการไหลของสารละลายเคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.07 mL/min

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

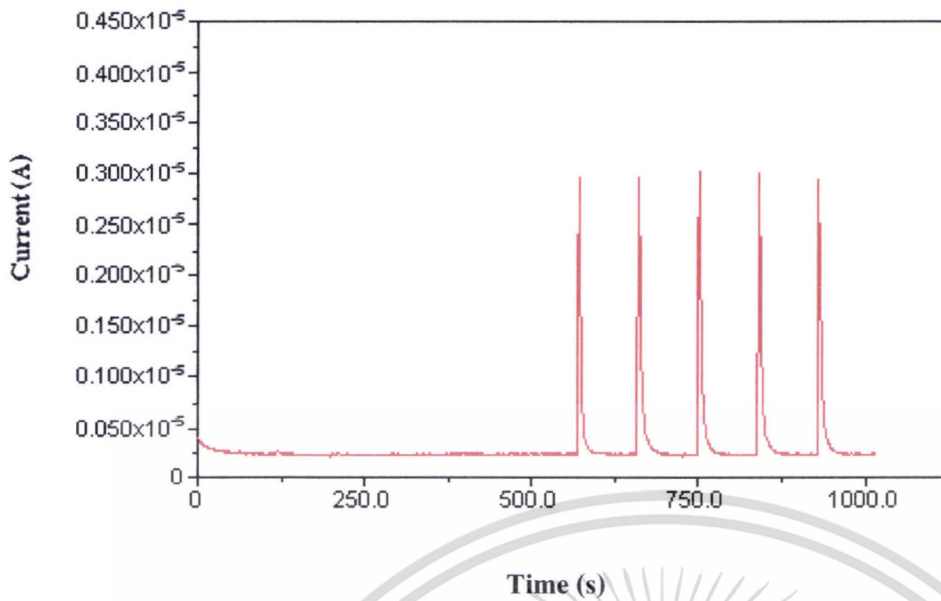


รูปที่ จ. 6 สัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอร์เมทรีในระบบชนิดไหลต่อเนื่องด้วยปั๊มไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนและข้อมูลของสารละลายกิตาซาไมซิน ความเข้มข้น 100 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.05 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL และอัตราเร็วในการไหลของสารละลายเคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.07 mL/min

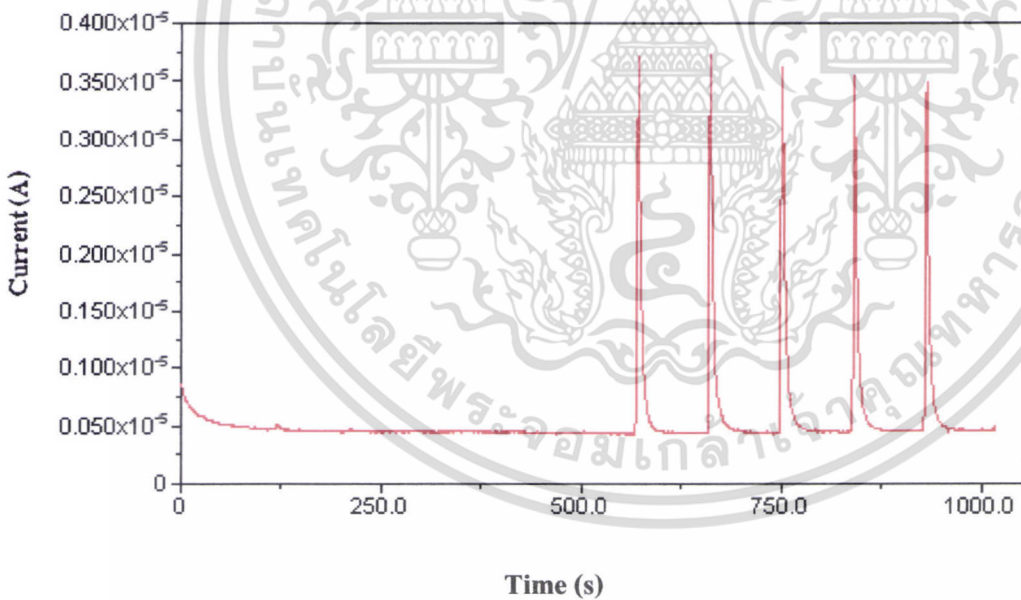


รูปที่ จ. 7 สัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอร์เมทรีในระบบชนิดไหลต่อเนื่องด้วยปั๊มไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนและข้อมูลของสารละลายกิตาซาไมซิน ความเข้มข้น 100 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.08 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL และอัตราเร็วในการไหลของสารละลายเคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.07 mL/min

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

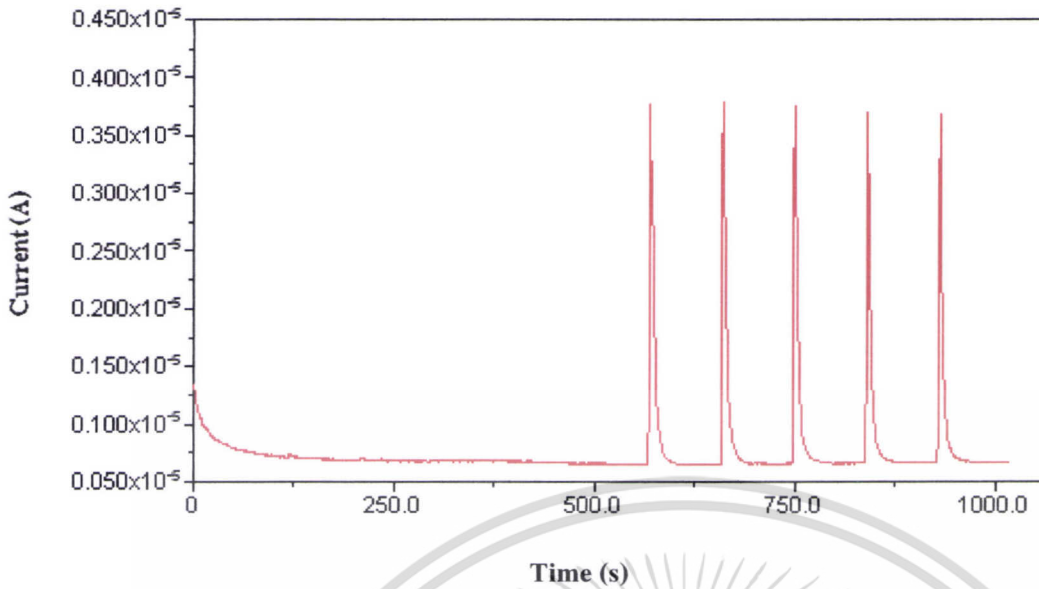


รูปที่ ๘ สัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอร์เมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนและข้อมูลของสารละลายคีตาซาไมซิน ความเข้มข้น 100 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.10 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL และอัตราเร็วในการไหลของสารละลายเคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.07 mL/min

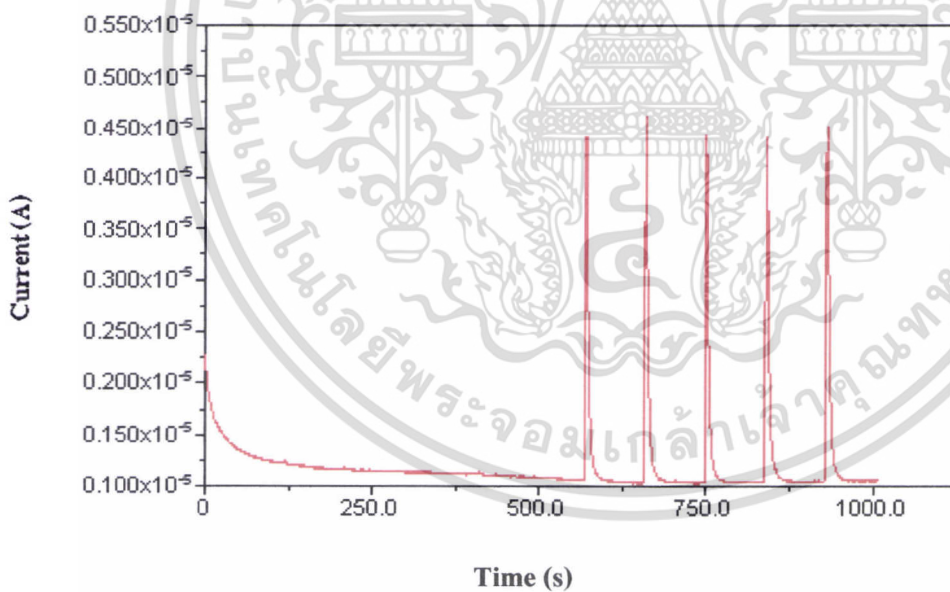


รูปที่ ๙ สัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอร์เมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนและข้อมูลของสารละลายคีตาซาไมซิน ความเข้มข้น 100 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.13 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL และอัตราเร็วในการไหลของสารละลายเคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.07 mL/min

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

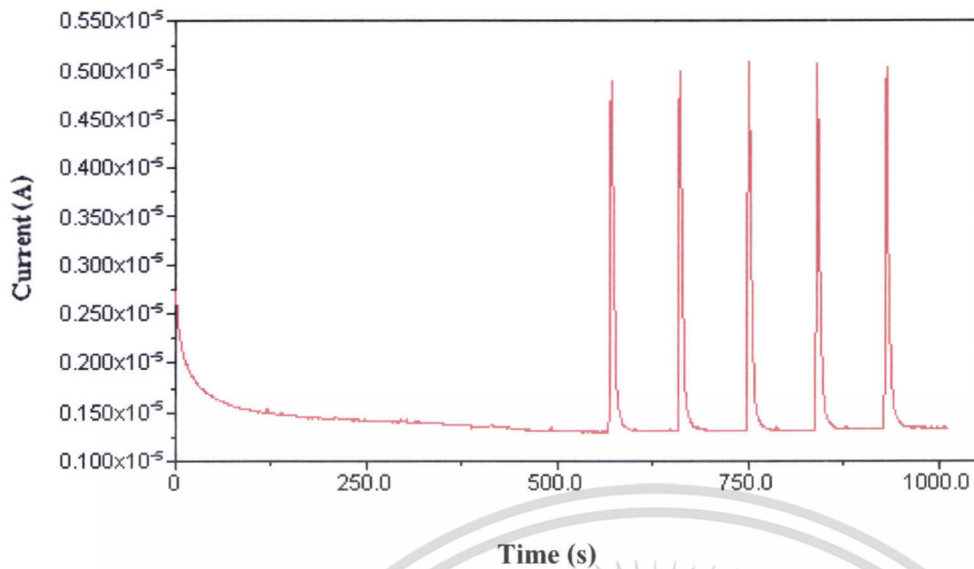


รูปที่ ๑. 10 สัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอร์เมทรีในระบบจลน์ไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนและข้อมูลของสารละลายคิตาชาไมซิน ความเข้มข้น 100 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.15 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL และอัตราเร็วในการไหลของสารละลาย เคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.07 mL/min



รูปที่ ๑. 11 สัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอร์เมทรีในระบบจลน์ไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนและข้อมูลของสารละลายคิตาชาไมซิน ความเข้มข้น 100 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.18 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL และอัตราเร็วในการไหลของสารละลาย เคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.07 mL/min

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ จ. 12 สัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอร์เมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยปั๊มไฟฟ้า ทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนและข้อมูลของสารละลายคีตาซาไมซิน ความเข้มข้น 100 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.20 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL และอัตราเร็วในการไหลของสารละลาย เคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.07 mL/min

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



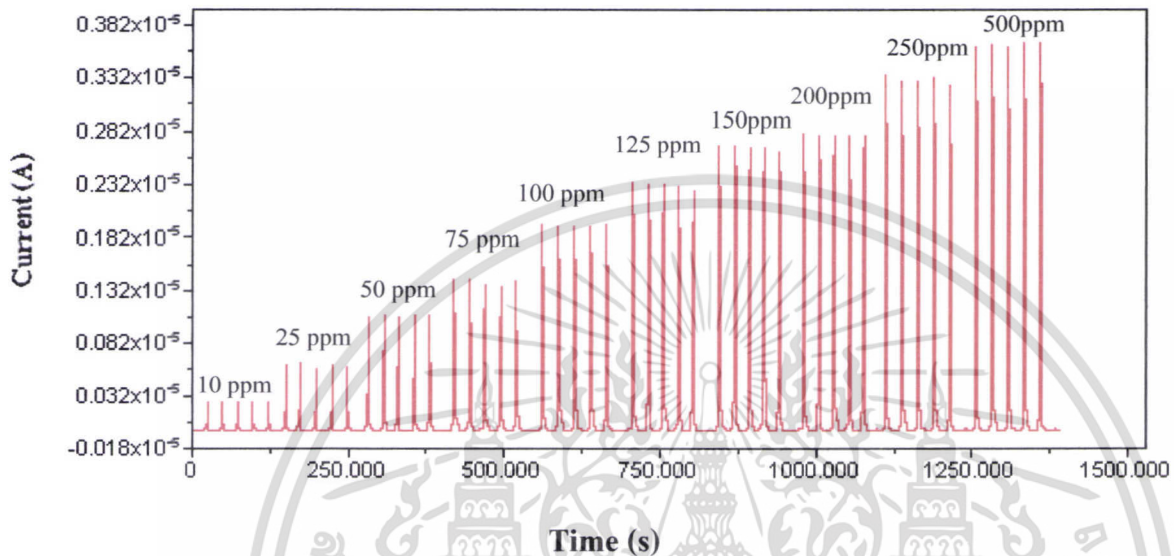
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ๑.1 ข้อมูลจากสัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอร์เมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วย
ขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนของคิตาซาโมชินที่อัตราเร็วในการไหล
ไหลของสารละลายเคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 0.57 - 1.21 mL/min
ความเข้มข้น 250 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.02 V และปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μ L

อัตราเร็วในการไหล (mL/min)	กระแสไฟฟ้า (10^{-6} A)					ค่าเฉลี่ย กระแสไฟฟ้า (10^{-6})A
	1	2	3	4	5	
0.57	2.774	2.731	2.662	2.588	2.601	2.671 \pm 0.081
0.71	3.485	3.465	3.396	3.444	3.215	3.401 \pm 0.109
0.86	3.783	3.667	3.719	3.510	3.757	3.687 \pm 0.108
0.93	3.806	3.764	3.721	3.786	3.802	3.776 \pm 0.035
1.00	3.850	3.797	3.831	3.802	3.811	3.818 \pm 0.022
1.07	3.806	3.855	3.859	3.883	3.845	3.850 \pm 0.028
1.14	3.932	3.910	3.856	3.888	3.803	3.878 \pm 0.050
1.21	3.904	3.911	3.865	3.900	3.912	3.898 \pm 0.019

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ข. 1 สัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอร์เมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยปั๊มไฟฟ้าทำงานที่ฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนและข้อมูลของสารละลายคีตาซาไมซิน ความเข้มข้น 10-500 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.02 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL และอัตราเร็วในการไหลของสารละลายเคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 7.5 ที่ 1 mL/min



รูปที่ ข. 1 สัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอร์เมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยปั๊มไฟฟ้าทำงานที่ฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนของคีโตโคนาโซลความเข้มข้น 10-500 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.02 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL และอัตราไหลของสารละลายเคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 7.5 ที่ 1 mL/min

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตาราง ข.1 ข้อมูลสัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอร์เมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วย
 ขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนของคีโตโคนาโซลความเข้มข้น
 10-500 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.02 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL และอัตราไหลของ
 สารละลายเคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M ในเมทานอล 20 % pH 7.5 ที่ 1 mL/min

ความเข้มข้น (ppm)	กระแสไฟฟ้า (10^{-6}A)					ค่าเฉลี่ยกระแสไฟฟ้า (10^{-6}A)
	1	2	3	4	5	
10	0.369	0.370	0.353	0.351	0.349	0.358 ± 0.010
25	0.820	0.836	0.794	0.805	0.802	0.812 ± 0.017
50	1.576	1.555	1.523	1.604	1.484	1.548 ± 0.047
75	2.321	2.281	2.222	2.249	2.170	2.249 ± 0.057
100	3.029	2.835	2.969	2.900	2.819	2.910 ± 0.089
125	3.655	3.642	3.589	3.599	3.563	3.610 ± 0.038
150	4.459	4.343	4.463	4.247	3.993	4.301 ± 0.194
200	5.306	5.032	5.348	5.433	5.037	5.231 ± 0.185
250	6.547	6.839	6.732	6.501	6.517	6.627 ± 0.150

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ๗.1 แสดงการคำนวณหา Limit of detection ของยาคีตาซาไมซิน โดยเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน

xi	xi ²	yi	\hat{y}	yi- \hat{y}	(yi- \hat{y}) ²
10	100	0.336	0.3941	0.058	0.0033989
25	625	0.811	0.8141	0.003	0.0000096
50	2500	1.548	1.5141	0.034	0.0011492
75	5625	2.249	2.2141	0.035	0.0012180
100	10000	2.910	2.9141	0.004	0.0000168
125	15625	3.610	3.6141	0.004	0.0000168
150	22500	4.301	4.3141	0.013	0.0001716
$\sum_i x_i^2 = 56975$		$\sum_i (y_i - \hat{y})^2 = 0.00598$		$S_{xy} = 0.034586$	
$y = 0.028x + 0.1141$		LOD = 3.704			

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ๗.1 แสดงการคำนวณหา ความเที่ยงในการวิเคราะห์ของยาตีตาซา ไมซิน โดยเทคนิค แอมเพอร์โรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบาง เจือโบรอน

ความเข้มข้น (ppm)	ค่ากระแส ที่วัดได้ (μA)	ค่าเฉลี่ย	SD	%RSD
10.000	0.369	0.358	0.010	2.875
	0.370			
	0.353			
	0.351			
	0.349			
25.000	0.820	0.812	0.017	2.055
	0.836			
	0.794			
	0.805			
	0.802			
50.000	1.576	1.548	0.047	3.010
	1.555			
	1.523			
	1.604			
	1.484			
75.000	2.321	2.249	0.057	2.553
	2.281			
	2.222			
	2.249			
	2.170			
100.000	3.029	2.910	0.089	3.056
	2.835			
	2.969			
	2.900			
	2.819			

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความเข้มข้น (ppm)	ค่ากระแส ที่วัดได้ (μA)	ค่าเฉลี่ย	SD	%RSD
125.000	3.655	3.610	0.038	1.057
	3.642			
	3.589			
	3.599			
	3.563			
150.000	4.459	4.301	0.194	4.514
	4.343			
	4.463			
	4.247			
	3.993			

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ๑.1 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่วัดได้จากเทคนิคแอมเพอร์โรเมทรีในระบบจลิตไหลต่อเนื่อง ด้วยขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอนของสารละลายคีตาซา ไมซินเข้มข้น 100 ppm ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.02 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μ L อัตราการไหลของ ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.0 mL/min

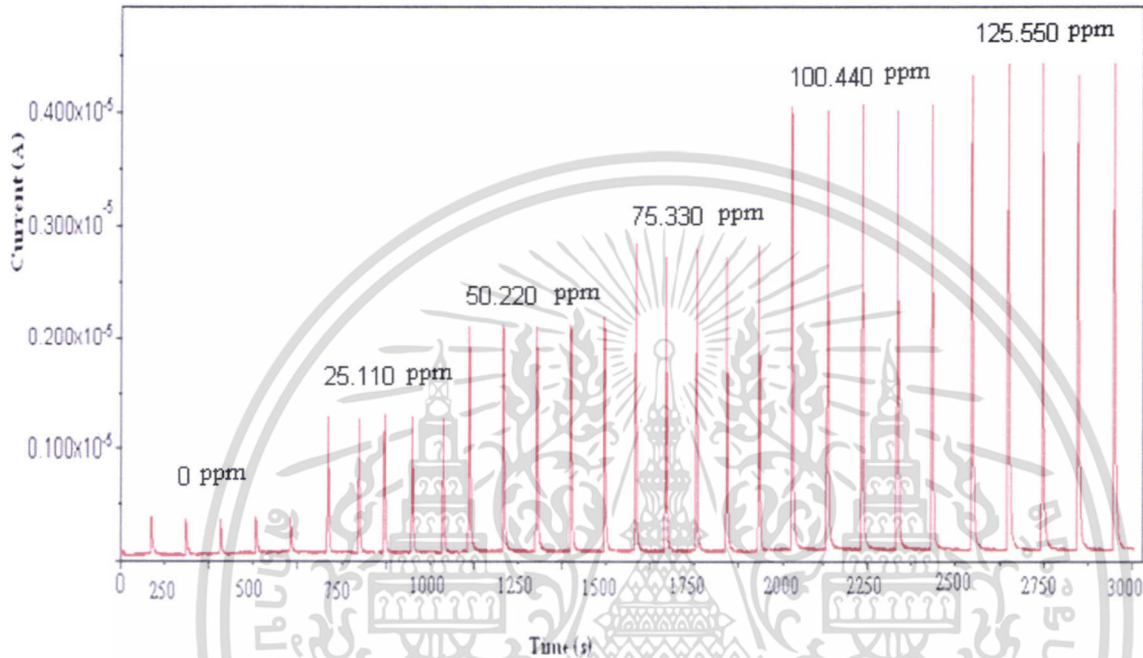
พิกที่	กระแสไฟฟ้า (10^{-6} A)	พิกที่	กระแสไฟฟ้า (10^{-6} A)
1	2.330	16	2.180
2	2.200	17	2.180
3	2.160	18	2.210
4	1.970	19	2.210
5	1.920	20	2.160
6	1.900	21	2.040
7	1.890	22	2.000
8	1.840	23	1.990
9	1.950	24	2.040
10	2.000	25	2.090
11	1.980	26	2.090
12	2.020	27	2.080
13	2.090	28	2.080
14	2.280	29	2.120
15	2.190	30	2.130

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ฉ.1 สัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอโรเมทรีในระบบบดไหลต่อเนื่องด้วยปั๊มไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเฉียบโบรอน ของการเติมสารมาตรฐานคิตาซาไมซิด ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.02 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL และอัตราไหลของสารละลายเคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1 mL/min



รูปที่ ฉ.1 สัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอโรเมทรีในระบบบดไหลต่อเนื่องด้วยปั๊มไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเฉียบโบรอน ของการเติมสารมาตรฐานคิตาซาไมซิด ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.02 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μL และอัตราไหลของสารละลายเคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1 mL/min

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ๑.1 ข้อมูลสัญญาณตรวจวัดโดยเทคนิคแอมเพอโรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่องด้วย
 ขั้วไฟฟ้าทำงานฟิล์มเพชรบางเจือโบรอน ของการเติมสารมาตรฐานคีตาซาไมซิด
 ที่ศักย์ไฟฟ้า 1.02 V ปริมาตรสารตัวอย่าง 50 μ L และอัตราไหลของสารละลาย
 เคลื่อนที่ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 M pH 8.5 ที่ 1.0 mL/min

เติมสารละลาย มาตรฐาน ความเข้มข้น 1004.4 ppm (mL)	ความเข้มข้น ที่เติม (ppm)	กระแสไฟฟ้า (10^{-6} A)					ค่า กระแสไฟฟ้า เฉลี่ย (10^{-6} A)
		1	2	3	4	5	
0	0.000	0.305	0.308	0.308	0.319	0.310	0.310 ± 0.005
2.5	25.110	1.295	1.229	1.232	1.203	1.196	1.231 ± 0.039
5	50.220	2.210	2.204	2.158	2.003	2.030	2.121 ± 0.098
7.5	75.330	2.492	2.648	2.517	2.704	2.636	2.599 ± 0.091
10	100.440	3.948	3.912	4.049	3.716	4.061	3.937 ± 0.139
12.5	125.550	4.719	4.153	4.529	4.233	4.331	4.393 ± 0.230

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้