

50310202 : สาขาวิชาเคมีวิเคราะห์

คำสำคัญ : ทองแดง / กรดอะมิโน / สารประกอบเชิงซ้อน / HPLC

ลัดดาวัลย์ ศรีวิณะ : การวิเคราะห์ปริมาณสารประกอบเชิงซ้อนของทองแดงกับกรดอะมิโนบางชนิดด้วยเทคนิค HPLC. อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ : อ.ดร.ศุภชัย สุกถักษณ์นารี และ อ.ดร.ศิริรัตน์ ชุสกุลเกรียง. 88 หน้า.

งานวิจัยนี้ได้เตรียมสารประกอบเชิงซ้อนของทองแดงกับกรดอะมิโน ได้แก่ glycine, glutamine, methionine, leucine และ phenylalanine โดยเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนในสารละลายผสมของน้ำกับเอทานอลอัตราส่วน 1 : 1 โดยปริมาตร และพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared spectroscopy (FT-IR) และ Differential Scanning Calorimetry (DSC) จากการเปรียบเทียบ IR สเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อนกับกรดอะมิโนอิสระ พบว่าเกิดการเลื่อน (shift) ของพีคในย่าน N-H stretching และ C=O stretching และจากเทคนิค DSC พบว่าจุดหลอมเหลวของสารประกอบเชิงซ้อนต่างจากจุดหลอมเหลวของกรดอะมิโนอิสระ ดังนั้นเทคนิคทั้งสองสามารถยืนยันได้ว่าการสร้างพันธะระหว่างไอออนทองแดงกับกรดอะมิโน

การวิเคราะห์ปริมาณสารประกอบเชิงซ้อนของทองแดงกับกรดอะมิโนสามารถวิเคราะห์ได้ทางอ้อมโดยอาศัยข้อมูลจากการศึกษาอัตราส่วนการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างทองแดงกับกรดอะมิโนด้วยวิธี continuous variation และ mole ratio method ร่วมกับการวิเคราะห์ปริมาณกรดอะมิโนที่เกิดจากการแตกตัวของสารประกอบเชิงซ้อนด้วยเทคนิค High Performance Liquid Chromatography (HPLC) โดยใช้ trifluoroacetic acid (TFA) เป็น ion-pair reagent ผสมในสารละลายเคลื่อนที่ จากการศึกษ้อัตราส่วนการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างทองแดงกับกรดอะมิโน พบว่ามีอัตราส่วนเท่ากับ 1:2 และกราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณ methionine, leucine และ phenylalanine ด้วยเทคนิค HPLC มีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ ( $R^2$ ) มากกว่า 0.98 โดยมีช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานเท่ากับ 5.2–25.8 mg/L, 24.8–49.7 mg/L และ 4.2–12.6 mg/L ตามลำดับ และพบว่า methionine มีความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์ได้ (limit of detection; LOD) เท่ากับ 0.56 mg/L และความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์เชิงปริมาณได้ (limit of quantification; LOQ) เท่ากับ 1.50 mg/L ส่วน leucine และ phenylalanine มีค่า LOD เท่ากับ 7.64 mg/L และ 29.5 mg/L และค่า LOQ เท่ากับ 0.111 mg/L และ 2.78 mg/L ตามลำดับ และจากการวิเคราะห์ปริมาณทองแดงในตัวอย่างสารประกอบเชิงซ้อนที่เตรียมขึ้น พบว่าเทคนิคนี้สามารถหาปริมาณทองแดงได้ใกล้เคียงกับเทคนิค Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometer (ICP-OES) ซึ่งเป็นเทคนิคมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณทองแดง ดังนั้นเทคนิคที่พัฒนาขึ้นนี้สามารถวิเคราะห์ปริมาณสารประกอบเชิงซ้อนของทองแดงกับกรดอะมิโน

ภาควิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัยมหาวิทยาลัยศิลปากร

ปีการศึกษา 2554

ลายมือชื่อนักศึกษา.....

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ 1..... 2.....

50310202 : MAJOR : ANALYTICAL CHEMISTRY

KEY WORD : COPPER / AMINO ACID / COMPLEX / HPLC

LADDAWAN SRIWATTANA : DETERMINATION OF COMPLEXES OF COPPER AND SOME AMINO ACIDS BY HPLC TECHNIQUE : SUPHACHAI SUPALAKNARI, Ph.D., AND SIRIRAT CHOOSAKOONKRIANG, Ph.D.. 88 pp.

Complexes of copper and amino acids, namely, glycine, glutamine, methionine, leucine and phenylalanine were prepared and characterized by Fourier Transform Infrared spectroscopy (FT-IR) and Differential Scanning Calorimetry (DSC). The complexes were prepared in a mix solvent of water and ethanol. The volume of water to ethanol ratio was 1:1 (v/v). By comparison with the IR spectra of the free amino acids the spectra of the complexes displayed shifts of the IR band of N-H stretching and C=O stretching. In the DSC thermograms, the melting points of the complexes were observed at different temperatures from those of the corresponding free amino acids. The results from both techniques thus confirmed coordinated bonding between Cu(II) ion and the amino acid.

Indirect analysis of a copper complex was made by using the content of amino acid of the complex and stoichiometric ratio of the complex. The stoichiometric ratios of the complexes were determined by using method of continuous variation and mole ratio method. The mole ratio of Cu (II) to amino acid was found to be 1:2. High Performance Liquid Chromatography (HPLC) was developed for determination of amino acids of the complexes by using trifluoroacetic acid (TFA) as an ion-pair reagent in the mobile phase. In the HPLC method analysis, the regression data for the complexes of Cu(II) and methionine, leucine and phenylalanine showed a good linear relationship with correlation coefficient ( $R^2$ ) >0.98 over the concentration ranges of 5.2-25.8 mg/L, 24.8-49.7 mg/L and 4.2-12.6 mg/L, respectively, the limit of detection (LOD) and limit of quantification (LOQ) were in the ranges of 0.11–7.64 mg/L and 1.50–29.5 mg/L, respectively. The amounts of amino acids measured by HPLC were taken to calculate Cu content by using the mole ratio Cu : amino acid of 1:2. The amounts of copper in the samples were also determined by Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometer (ICP-OES). The results from the two techniques were in good agreement. Thus, the developed method can be used to measure the amounts of copper complexes.



---

Department of Chemistry Graduate School, Silpakorn University Academic Year 2011

Student's signature .....

Thesis Advisors' signature 1. .... 2. ....

## กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยครั้งนี้สามารถสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดีเนื่องจากได้รับความร่วมมือและช่วยเหลือจากบุคคลหลายท่านที่ได้สละเวลามาให้คำแนะนำ ข้อคิดและความรู้ต่างๆ อันเป็นประโยชน์ต่อการทำวิจัยครั้งนี้เป็นอย่างยิ่ง

ขอขอบพระคุณ ผศ. ดร.นรงค์ นิมพาลี และ ผศ. ดร.ชลฤดี นิมพาลี ที่ให้กรุณาช่วยเหลือและแนะนำในการวิเคราะห์ ทำให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้มีความสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ ดร.ศุภชัย ศุภลักษณ์นารี และดร.ศิริรัตน์ ชูสกุลเกรียง ที่ได้กรุณาเป็นที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ให้คำแนะนำ ช่วยเหลือ และตรวจแก้ไขข้อบกพร่องต่างๆ ผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้งและขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูงมา ณ โอกาสนี้

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณ ครอบครัว เพื่อนๆ และผู้ที่มีได้เอ่ยนามมา ณ ที่นี้ทุกท่าน ที่กรุณาให้ความช่วยเหลือ แนะนำ และเป็นกำลังใจให้จนวิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

