

بهینه‌سازی آماری ریز استخراج فاز مایع توخالی برای پیش تغلیظ و تعیین مقدار بویی‌واکائین

آمنه دری (دانشجوی دکتر تخصصی)^۱، فریبا صفا (دکترای تخصصی)^{۱*}، شهاب شریعتی (دکترای تخصصی)^۱، فاطمه شریعتی (دکترای تخصصی)^۲، حسن کفایتی (دکترای تخصصی)^۱

۱- گروه شیمی، واحد رشت، دانشگاه آزاد اسلامی، رشت، ایران

۲- گروه محیط زیست، واحد لاهیجان، دانشگاه آزاد اسلامی، لاهیجان، ایران

آمنه دری: amenehdorry@gmail.com

چکیده

هدف: بویی‌واکائین بی‌حس‌کننده موضعی قوی با عوارض جانبی مانند انقباض عضلانی و ضربان قلب نامنظم است. در این تحقیق، یک روش استخراج حساس و قابل اعتماد مبتنی بر ترکیب ریز استخراج فاز مایع با فیبر توخالی (HF-LPME) دو فازی و مدل‌سازی سطح پاسخ، برای پیش تغلیظ بویی‌واکائین قبل از تعیین مقدار آن به‌وسیله کروماتوگرافی گازی-طیف‌سنج جرمی (GC-MS) ارائه می‌شود.

مواد و روش‌ها: ریز استخراج فاز مایع با فیبر توخالی برای پیش تغلیظ بویی‌واکائین با استفاده از فیبر توخالی پلی‌پروپیلن (با طول ۸/۸ سانتی‌متر، قطر داخلی، ضخامت و اندازه منافذ به ترتیب: ۶۰۰، ۲۰۰ و ۰/۲ میکرومتر) که با حلال اکتانول به‌عنوان فاز پذیرنده پر می‌شود انجام و دستگاه کروماتوگراف گازی (Agilent 7890A) مجهز به آشکارگر انتخاب‌گر جرمی GC-MS 5975C، سانتاکلارا، کالیفرنیا، ایالات متحده آمریکا) برای تعیین مقدار آنالیت، استفاده شد. برای بهینه‌سازی فرآیند، طرح آزمایشی باکس-بنکن با متغیرهای زمان استخراج (۳۰، ۶۰ و ۹۰ دقیقه)، pH (۷، ۹ و ۱۱)، و قدرت یونی (۱، ۲ و ۳ مول بر لیتر) مورد استفاده قرار گرفت.

یافته‌ها: مساحت پیک‌های کروماتوگرافی بویی‌واکائین به‌عنوان پاسخ، به‌طور رضایت‌بخشی با یک مدل رویه پاسخ مرتبه دوم ($F=21/98$ و $R^2=0/9658$) مطابقت داده شدند که شرایط بهینه را به صورت: زمان استخراج: ۸۸،۹ دقیقه، pH=۱۱ و قدرت یونی ۲،۱ مولار پیش‌بینی نمود. بر اساس نتایج، تمام فاکتورهای اصلی و برهم‌کنش pH-زمان استخراج، اثر معنی‌داری بر پاسخ داشتند. منحنی کالیبراسیون در محدوده ۱-۱۰۰۰ میکروگرم بر لیتر، خطی بود ($R^2=0/9980$) و حدود تشخیص و کمی بودن، به ترتیب ۰/۴ و ۱/۸ میکروگرم بر لیتر به‌دست آمدند. این روش منجر به حصول کارایی بالای ۱۰۰/۰٪-۹۷/۹٪ برای HF-LPME بویی‌واکائین در نمونه‌های حقیقی گردید.

نتیجه‌گیری: نتایج این مطالعه، روش پیشنهادی را به‌عنوان یک روش تجزیه کارآمد و سازگار با محیط‌زیست، برای استخراج بویی‌واکائین در مایعات بیولوژیکی که تنها ۲۵ میکرولیتر حلال آلی را مصرف می‌کند، پیشنهاد می‌نماید.

واژه‌های کلیدی: ریزاستخراج فاز مایع با فیبر توخالی، GC-MS، بویی‌واکائین، طرح باکس-بنکن



Statistical Optimization of Hollow Fiber Liquid Phase Microextraction for Preconcentration and Determination of Bupivacaine

Ameneh Dorri (Ph.D student)¹, Fariba Safa (Ph.D)^{*1}, Shahab Shariati (Ph.D)¹, Fatemeh Shariati (Ph.D)², Hassan Kefayati (Ph.D)¹

1- Department of Chemistry, Rasht Branch, Islamic Azad University, Rasht, Iran

2- Department of Environment, Lahijan Branch, Islamic Azad University, Lahijan, Iran

Ameneh Dorri: amehdorry@gmail.com

Introduction: Bupivacaine is a potent local anesthetic with side effects such as muscle twitching and irregular heartbeats. In the research, a sensitive and reliable extraction method based on the combination of the two-phase hollow fiber liquid-phase microextraction (HF-LPME) and response surface modeling is presented for preconcentration of bupivacaine prior to its determination by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS).

Methods and Materials: HF-LPME of bupivacaine was conducted using the polypropylene hollow fiber pieces (length of 8.8 cm, I.D=600 μ m, thickness of 200 μ m, and pore size of 0.2 μ m) filled by 1-octanol as the acceptor phase, and a gas chromatograph (Agilent 7890A) coupled with a mass selective 5975C detector (GC-MS, Santa Clara, California, USA) was employed for analyte determination. To optimize the process, a Box-Behnken design with the variables of the extraction time (30, 60, and 90 min), pH (7, 9, and 11), and ionic strength (1, 2, and 3 mol L⁻¹) was utilized.

Results: The chromatographic peak areas of bupivacaine as the response were satisfactorily fitted to a quadratic response surface model ($R^2=0.9658$ and $F=21.98$) which predicted the optimum conditions as the extraction time of 88.9 min, pH=11, and ionic strength of 2.1 mol L⁻¹. Based on the results, all the main factors and pH-extraction time interaction significantly affected the response. The calibration curve was linear in the range of 1-1000 μ g L⁻¹ ($R^2=0.9980$), and detection and quantitation limits were obtained as 0.4 and 1.8 μ g L⁻¹, respectively. The method resulted in the high-efficiency range of 97.9%-100.0% for HF-LPME of bupivacaine in the actual samples.

Conclusion: The results of this study suggested the proposed method as an efficient and environmentally friendly analytical method, just consuming 25 μ L of the organic solvent for extraction of bupivacaine in the biological fluids.

Keywords: Hollow fiber liquid phase microextraction, GC-MS, bupivacaine, Box-Behnken design

