

ریز استخراج فاز مایع با فیبر توخالی در ترکیب با کروماتوگرافی گازی-طیف‌سنجی جرمی برای پیش‌تغلیظ و تعیین مقدار هم‌زمان بنزوکائین و پروکائین: بهینه‌سازی با مدل‌سازی سطح پاسخ

آمنه دری دانشجوی (دکترای تخصصی)^۱، فریبا صفا (دکترای تخصصی)^{۲*}، 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: amenehdorri@gmail.com

چکیده

هدف: بنزوکائین و پروکائین بی‌حس‌کننده‌های موضعی با عوارض جانبی چون واکنش‌های بیش‌دفعی و اختلالات قلبی می‌باشند. در این پژوهش، روشی قابل اعتماد مبتنی بر ریزاستخراج فاز مایع با فیبر توخالی (HF-LPME) در ترکیب با کروماتوگرافی گازی-طیف‌سنجی جرمی (GC-MS) برای پیش‌تغلیظ و اندازه‌گیری داروها ارائه شده است. بهینه‌سازی فرایند به‌وسیله روش مدل‌سازی سطح پاسخ (RSM) انجام شد

مواد و روش‌ها: پیش‌تغلیظ با استفاده از فیبرهای توخالی پلی‌پروپیلن و اکتانول به عنوان حلال استخراج‌کننده انجام گردید. سطح بهینه متغیرها (زمان استخراج، pH و قدرت یونی) با روش RSM تعیین شد. از دستگاه کروماتوگراف گازی (Agilent 7890A) مجهز به ستون HP5-MS و آشکارساز انتخاب‌گر جرمی 5975C برای تعیین مقدار داروها استفاده شد و سطح زیر پیک (پاسخ)، به‌وسیله یون-کروماتوگرام استخراج شده (EIC) در مقادیر نسبت جرم به بار اختصاصی ۱۲۰ و ۸۶ به ترتیب برای بنزوکائین و پروکائین تعیین گردید.

یافته‌ها: پاسخ‌ها، به‌طور رضایت‌بخشی با مدل‌های سطح پاسخ مرتبه دوم $R^2=0/9610$ برای بنزوکائین و $R^2=0/9417$ برای پروکائین) مطابقت داده شدند و شرایط بهینه پیش‌بینی شده عبارت بود از: زمان استخراج: ۹۰ دقیقه، pH=۱۱ و قدرت یونی ۲/۴ مولار. بر اساس نتایج، برای بنزوکائین، فاکتورهای اصلی و برهم‌کنش‌ها اثر معنی‌داری بر پاسخ داشتند. پاسخ پروکائین نیز به‌طور معنی‌داری تحت تأثیر فاکتورهای pH و زمان، و برهم‌کنش آن‌ها قرار داشت. منحنی‌های کالیبراسیون در محدوده ۱-۱۰۰۰ میکروگرم بر لیتر خطی بودند $R^2=0/9993$ و $R^2=0/9983$ ، به‌ترتیب برای بنزوکائین و پروکائین) و حدود تشخیص و کمی بودن، برای بنزوکائین به‌ترتیب ۱/۰ و ۰/۳۵، و برای پروکائین به‌ترتیب ۰/۳۶ و ۱/۲۱ میکروگرم بر لیتر به‌دست آمدند. با استفاده از این روش، کارایی بالایی در محدوده ۹۸/۹٪-۹۷/۶٪ برای HF-LPME داروها در نمونه‌های حقیقی حاصل گردید.

نتیجه‌گیری: براساس نتایج، روش معرفی شده، به‌عنوان یک روش استخراج کارآمد و دوست‌دار محیط‌زیست برای استخراج بنزوکائین و پروکائین در مایعات بیولوژیکی پیشنهاد می‌گردد.

واژه‌های کلیدی: بنزوکائین، پروکائین، ریزاستخراج فاز مایع با فیبر توخالی، یون کروماتوگرام، مدل‌سازی سطح پاسخ



Hollow Fiber Liquid Phase Microextraction combined with Gas Chromatography-Mass Spectrometry for Simultaneous Preconcentration and Determination of Benzocaine and Procaine: Optimization by Response Surface Modeling

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: amenehdorri@gmail.com

Introduction: Benzocaine and procaine are local anesthetics with side effects such as hyperdefensive reactions and cardiac disorders. This research presents a reliable method based on the combination of hollow fiber liquid phase microextraction (HF-LPME) and gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) for preconcentration and determination of the medicines. Optimization of the process was performed by the response surface modeling (RSM) method.

Methods and Materials: Preconcentration was conducted using polypropylene hollow fibers and octanol as extracting solvents. The RSM method determined the optimized level of the variables (extraction time, pH, and ionic strength). A gas chromatograph (Agilent 7890A) equipped with an HP5-MS column and a 5975C mass selector detector was used for the determination of the medicines, and the peak areas (response) were determined by the extracted ion-chromatogram (EIC) at the specific m/z values of 120 and 86 for benzocaine and procaine, respectively.

Results: The responses were satisfactorily fitted to the second-order response models ($R^2=0.9610$ for benzocaine and $R^2=0.9417$ for procaine), and the predicted optimal conditions were as extraction time=90 minutes, pH=11, and ionic strength of 2.4 mol L⁻¹. Based on the results, the primary factors and interactions significantly affected the response to benzocaine. The response of procaine was also significantly affected by the factors of pH and time, as well as their interaction. The calibration curves were linear in the range of 1-1000 µg L⁻¹ ($R^2=0.9993$ and $R^2=0.9983$, for benzocaine and procaine, respectively), and the limits of detection and quantification were 0.1 and 0.35 µg L⁻¹ for benzocaine, and 0.36 and 1.21 µg L⁻¹ for procaine, respectively. Using the method, high efficiencies in the range of 97.6%-98.9% were obtained for HF-LPME of the medicines in the actual samples.

Conclusion: According to the results, the introduced method is suggested for efficient and environmentally friendly extraction of benzocaine and procaine in the biological fluids.

Keywords: Benzocaine, Procaine, Hollow fiber liquid phase microextraction, Ion Chromatogram, Response Surface Modeling

