

DEVELOPMENT OF FLUOROMETRIC METHOD FOR CARBARYL
DETERMINATION USING MCM-41 CONTAINING
CETYLTRIMETHYLAMMONIUM BROMIDE

Suranaree University of Technology has approved this thesis submitted in partial fulfillment of the requirements for a Master's Degree.

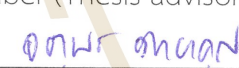
Thesis Examining Committee


(Asst. Prof. Dr. Natkanin Supamathanon)

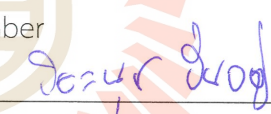
Chairperson


(Assoc. Prof. Dr. Sanchai Prayoonpokarach)

Member (Thesis advisor)


(Prof. Dr. Jatuporn Wittayakun)

Member


(Asst. Prof. Dr. Piyanut Pinyou)

Member


(Assoc. Prof. Dr. Yupaporn Raksakulpiwat)

Vice Rector for Academic Affairs
and Quality Assurance


(Prof. Dr. Santi Maensiri)

Dean of Institute of Science

ธิดา อุ่นใจดี : การพัฒนาวิธีวัดฟลูออเรสเซนส์สำหรับหาปริมาณคาร์บาร์ลโดยใช้ MCM-41 ที่มีเซทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (DEVELOPMENT OF FLUOROMETRIC METHOD FOR CARBARYL DETERMINATION USING MCM-41 CONTAINING CETYLTRIMETHYLAMMONIUM BROMIDE)

อาจารย์ที่ปรึกษา : รองศาสตราจารย์ ดร.สัญญา ประยูรโกศราช, 46 หน้า.

คำสำคัญ: ซิลิกาเมโซพอร์ MCM-41 เซทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ ฟลูออเรสเซนซ์ คาร์บาร์ล

งานวิจัยนี้ประสบความสำเร็จในการพัฒนาวิธีฟลูออเรสเซนซ์สำหรับตรวจวัดสารตกค้างคาร์บาร์ลในผัก วิธีนี้อาศัยปฏิกิริยาระหว่างคาร์บาร์ลกับวัสดุเมโซพอร์ส Mobil Composition of Matter No. 41 (MCM-41) ที่มีเซทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB) ซึ่งเรียกว่า MCM-41-CTAB ทำให้เกิด 1-แนฟทอล ซึ่งสามารถตรวจวัดได้ด้วยเทคนิคสเปกโทรฟลูออโรเมตรี โดยสาร 1-แนฟทอลที่เกิดขึ้นให้สัญญาณฟลูออเรสเซนซ์ที่มีความยาวคลื่น 485 นาโนเมตร เมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสงที่มีความยาวคลื่น 335 นาโนเมตร

MCM-41 สังเคราะห์ได้โดยใช้เตตระเอทอกซีไซเลนเป็นแหล่งให้ซิลิกาและ CTAB เป็นสารแม่แบบ MCM-41 ที่สังเคราะห์ได้นำมาวิเคราะห์ลักษณะด้วย เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FTIR) เทคนิคเอ็กซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปี (XPS) เทคนิคเทอร์โมกราวิเมตรี (TGA) และเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ผลการวิเคราะห์ยืนยันว่า MCM-41-CTAB มีโครงสร้างมีโซพอร์สที่เป็นระเบียบ มีหมู่ฟังก์ชัน มีพื้นผิวของหมู่เบส และมีเสถียรภาพทางความร้อน

ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสระหว่างคาร์บาร์ลกับ MCM-41-CTAB ได้รับการปรับให้เหมาะสมอย่างเป็นระบบ พบว่าสภาวะที่มีประสิทธิภาพสูงสุดคือการใช้ MCM-41-CTAB ปริมาณ 100 มิลลิกรัม ทำปฏิกิริยากับสารละลายคาร์บาร์ลในเอทานอล 50% เป็นเวลา 60 นาที ภายใต้สภาวะเหล่านี้ วิธีที่พัฒนาขึ้นแสดงความสัมพันธ์เชิงเส้นในช่วงความเข้มข้นของคาร์บาร์ล 0.12–10 ไมโครโมลาร์ โดยมีขีดจำกัดการตรวจวัดที่ 0.11 ไมโครโมลาร์

นำวิธีที่พัฒนาขึ้นมาไปใช้กับตัวอย่างจริงเพื่อตรวจวัดสารตกค้างของคาร์บาร์ลในพริกและมะเขือเปราะไทย ผลที่ได้นำไปเปรียบเทียบกับผลที่ได้จากเทคนิคโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงแบบอัลตรา (UHPLC) พบว่าทั้งสองวิธีให้ผลลัพธ์ที่สอดคล้องกันเป็นอย่างดี นอกจากนี้ศึกษาการนำ MCM-41-CTAB กลับมาใช้ใหม่ พบว่าประสิทธิภาพของวัสดุลดลงตามจำนวนครั้งที่ใช้ ซึ่งเกิดจากการชะล้างของ CTAB ออกจากโครงสร้างของวัสดุ นอกจากนี้มีการศึกษาการรบกวนจากสารอื่นพบว่าไม่มีผลกระทบอย่างมีนัยสำคัญต่อสัญญาณฟลูออเรสเซนซ์ของ 1-แนฟทอล ซึ่งยืนยันความจำเพาะของ

วิธีการ ผลการศึกษาบ่งชี้ว่าวิธีที่พัฒนาขึ้นมาสามารถใช้สำหรับการตรวจวัดคาร์บอนไดออกไซด์ใน
ผลิตภัณฑ์ทางการเกษตรอย่างมีประสิทธิภาพและแม่นยำ



สาขาวิชาเคมี

ปีการศึกษา 2567

ลายมือชื่อนักศึกษา จิรา อุ่นใจดี

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา ส.อ.

THIDA OUNJAIDEE : DEVELOPMENT OF FLUOROMETRIC METHOD FOR CARBARYL DETERMINATION USING MCM-41 CONTAINING CETYLTRIMETHYLAMMONIUM BROMIDE. THESIS ADVISOR : ASSOC. PROF. SANCHAI PRAYOONPOKARACH, Ph. D. 46 PP.

Keywords: mesoporous silica, MCM-41, fluorescence, carbaryl

This research successfully developed a fluorometric method to determine carbaryl residues in vegetables. The method is based on the reaction of carbaryl with Mobil Composition of Matter No. 41 (MCM-41) containing cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) denoted as MCM-41-CTAB, which produces 1-naphthol. The generated 1-naphthol exhibited a strong fluorescence signal at 485 nm when excited at 335 nm, enabling its spectrofluorometric detection.

MCM-41 was synthesized using tetraethoxysilane as the silica source and CTAB as the template. The MCM-41 was characterized using X-ray diffraction (XRD) analysis, Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy, X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), thermogravimetric analysis (TGA), and scanning electron microscopy (SEM), confirming its ordered mesoporous structure, functional groups, basic species on the as-synthesized MCM-41, and thermal stability.

The hydrolysis reaction between carbaryl and MCM-41-CTAB was systematically optimized, revealing that the most effective conditions involved 100 mg of MCM-41-CTAB in a carbaryl solution containing 50% ethanol, with a reaction time of 60 min. Under these conditions, the developed method showed a linear response for carbaryl concentration ranging from 0.12 to 10 μM , with a detection limit of 0.11 μM .

The developed method was successfully applied to real sample analysis, where carbaryl residues in chili and Thai eggplant were quantified. The results were validated against ultra-high-performance liquid chromatography (UHPLC), demonstrating strong agreement between the two methods. Additionally, the reusability of MCM-41-CTAB was investigated, showing a gradual decline in activity after multiple uses due to the leaching of CTAB. Furthermore, an interference study confirmed that the presence of tested species had negligible effects on the

fluorescence signal of 1-naphthol, highlighting the method's selectivity. The findings suggest that the developed method is a promising tool for efficiently and accurately detecting carbaryl residues in agricultural products.



School of Chemistry
Academic Year 2024

Student's Signature อิชฎา อยู่ใจดี
Advisor's Signature สมชาย