



โครงการ

การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

ชื่อโครงการ การแยก BTEX ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟีที่ใช้อนุพันธ์ปีตาไซโคลเดกซ์ทริน เป็นเฟสคงที่

Gas chromatographic separation of BTEX using derivatized beta-cyclodextrins as stationary phases

ชื่อนิสิต นายธีระภรณ์ เสงี่ยมสุข

ภาควิชา เคมี

ปีการศึกษา 2558

ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การแยก BTEX ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟีที่ใช้อนุพันธ์บีตาไซโคลเดกซ์ทรินเป็นเฟสคงที่

Gas chromatographic separation of BTEX

using derivatized beta-cyclodextrins as stationary phases



โดย

นายธีระภาชน์ เสงี่ยมสุข

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

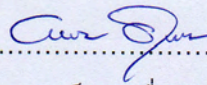
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

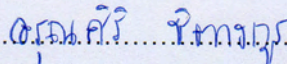
ปีการศึกษา 2558

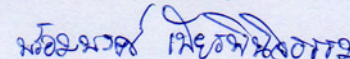
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

เรื่อง การแยก BTEX ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟีที่ใช้อนุพันธ์ปีตาไซโคลเดกซ์ทรินเป็นเฟสคงที่
โดย นายธีระภาษณ์ เสี่ยงมสุข
ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ

.....  ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เฟื่องฟ้า อุ่นอบ)

.....  อาจารย์ที่ปรึกษา
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อรุณศิริ ชิตางกูร)

.....  กรรมการ
(อาจารย์ ดร.พร้อมพงศ์ เพียรพิณิชธรรม)

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดยหัวหน้าภาควิชาเคมี

.....
(รองศาสตราจารย์ ดร.วุฒิชัย พาราสุข)
หัวหน้าภาควิชาเคมี
วันที่ เดือน พ.ศ.

คุณภาพของการเขียนรายงานเล่มนี้อยู่ในระดับ ดีมาก ดี พอใช้

Title Gas chromatographic separation of BTEX using derivatized beta-cyclodextrins as stationary phases

Student names Mr. Teerapas Sangiamsuk ID 553 31004 23

Advisor Assistant Professor Dr. Aroonsiri Shitangkoon

Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Academic Year 2015

Abstract

BTEX consists of benzene, toluene, ethylbenzene and xylenes. They are volatile organic compounds and are widely used in petrochemical industries. BTEX can cause harmful effects to humans and environments; therefore, a fast and accurate technique for BTEX analysis is needed. In this work, BTEX separation was studied by gas chromatography using three different beta-cyclodextrin (β -CD) derivatives as stationary phases: 2,3-di-*O*-methyl-6-*O*-*tert*-butyldimethylsilyl- β -CD (diMe); 2-*O*-methyl-3-*O*-acetyl-6-*O*-*tert*-butyldimethylsilyl- β -CD (MeAc) and 2,3-di-*O*-acetyl-6-*O*-*tert*-butyldimethylsilyl- β -CD (diAc). The results showed that diAc column could not provide complete separation of the BTEX mixture even at low temperature of 40 °C. Both diMe and MeAc columns could completely separated BTEX at 85 °C in less than two minutes but they gave different elution order. Compared to previous work, MeAc column used in this work provided complete separation of BTEX with the shortest analysis time of 1.32 minutes. The results showed that the types of substituents on cyclodextrin affect both separation quality and elution order of BTEX.

Keywords: BTEX, cyclodextrin, gas chromatography

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อรุณศิริ ชิตางกูร อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ ที่กรุณาให้คำปรึกษา ความรู้ คำชี้แนะในการดำเนินงานวิจัยและในการปรับปรุงรูปแบบฉบับนี้จน เสร็จสมบูรณ์ ขอขอบคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เฟื่องฟ้า อุ่นอบ และอาจารย์ ดร.พร้อมพงศ์ เพียรพิณิจธรรม ที่ให้เกียรติเป็นกรรมการสอบและตรวจสอบรายงาน

ผู้วิจัยขอขอบคุณรุ่นพี่ปริญญาโทในกลุ่มวิจัยทุกท่าน ที่ช่วยสอนวิธีการใช้เครื่องมือใน งานวิจัย ให้คำปรึกษาและความช่วยเหลือต่างๆ ในการทำวิจัยในครั้งนี้

สุดท้ายนี้ ผู้วิจัยขอขอบคุณอาจารย์ทุกท่านและผู้ที่มีส่วนเกี่ยวข้องที่ทำให้เกิดโครงการ การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์ ประจำปีการศึกษา 2558 เพื่อให้บัณฑิตได้ความรู้และ ประสบการณ์ในการทำงานวิจัย ขอขอบคุณคณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับ ทุนสนับสนุน และขอขอบคุณภาควิชาเคมี สำหรับทุนสนับสนุน สถานที่และเครื่องมือในการทำ โครงการวิจัยนี้

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ค
Abstract	ง
กิตติกรรมประกาศ	จ
สารบัญรูปประกอบ	ช
สารบัญตารางประกอบ	ซ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 BTEX	2
1.4 แก๊สโครมาโทกราฟี (gas chromatography, GC)	4
1.5 ไซโคลเดกซ์ทริน (cyclodextrin, CD)	6
1.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	7
บทที่ 2 การทดลอง	10
2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์	10
2.2 แก๊สและสารเคมี	10
2.3 การเตรียมสาร	10
2.4 คอลัมน์	11
2.5 การปรับสภาวะคอลัมน์และการทดสอบประสิทธิภาพคอลัมน์	11
2.6 การแยก BTEX	12
บทที่ 3 ผลการทดลอง	13
3.1 การทดสอบประสิทธิภาพคอลัมน์	13
3.2 การแยกสารผสม BTEX	13
บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง	26
เอกสารอ้างอิง	27
ภาคผนวก	29
ประวัติผู้วิจัย	31

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญรูปประกอบ

รูปที่		หน้า
1.1	โครงสร้างของ (a) diMe; (b) diAc และ (c) MeAc	2
1.2	โครงสร้างของ แอลฟา, บีตา และ แกมมาไซโคลเดกซ์ทริน	7
1.3	รูปร่างและขนาดของ แอลฟา, บีตา และ แกมมาไซโคลเดกซ์ทริน	7
3.1	โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ diMe ที่อุณหภูมิ 120 °C	14
3.2	โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ diMe ที่อุณหภูมิ 80 °C	15
3.3	โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ diMe ที่อุณหภูมิ 85 °C	15
3.4	โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ diMe ที่อุณหภูมิ 75 °C	16
3.5	โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ MeAc ที่อุณหภูมิ 120 °C	17
3.6	โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ MeAc ที่อุณหภูมิ 90 °C	17
3.7	โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ MeAc ที่อุณหภูมิ 80 °C	18
3.8	โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ MeAc ที่อุณหภูมิ 85 °C	18
3.9	โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ MeAc ที่อุณหภูมิ 78 °C	19
3.10	โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ diAc ที่อุณหภูมิ 120 °C	20
3.11	โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ diAc ที่อุณหภูมิ 100 °C	21
3.12	โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ diAc ที่อุณหภูมิ 80 °C	21
3.13	โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ diAc ที่อุณหภูมิ 50 °C	22
3.14	โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ diAc ที่อุณหภูมิ 40 °C	22
3.15	กราฟ $\ln k'$ กับ $1/T$ ของ BTEX วิเคราะห์ด้วยคอลัมน์ diAc	23
A1	กราฟ $\ln k'$ กับ $1/T$ ของ BTEX วิเคราะห์ด้วยคอลัมน์ diMe	29
A2	กราฟ $\ln k'$ กับ $1/T$ ของ BTEX วิเคราะห์ด้วยคอลัมน์ MeAc	30

สารบัญตารางประกอบ

ตารางที่		หน้า
1.1	อันตรายของสารกลุ่ม BTEX ที่มีต่อมนุษย์	3
1.2	โครงสร้างและสมบัติทางกายภาพของสารกลุ่ม BTEX	4
3.1	ค่า k' ของ n -alkanes และ N/m (plates/m) ของคอลัมน์	13
3.2	ความสัมพันธ์ระหว่าง retention (k') กับอุณหภูมิ (T) ของ BTEX จากคอลัมน์ diAc	23
3.3	ภาวะที่เหมาะสมและลำดับการแยกของสารผสม BTEX ด้วยคอลัมน์ diMe, MeAc และ diAc	24
A1	ความสัมพันธ์ระหว่าง retention (k') กับอุณหภูมิ (T) ของ BTEX จากคอลัมน์ diMe	29
A2	ความสัมพันธ์ระหว่าง retention (k') กับอุณหภูมิ (T) ของ BTEX จากคอลัมน์ MeAc	30

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 1

บทนำ

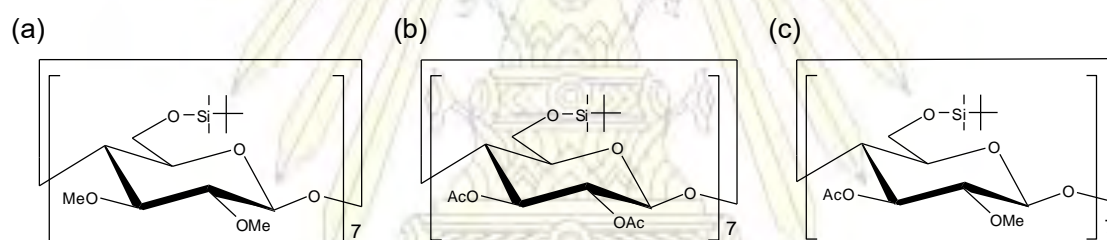
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

เทคโนโลยีในปัจจุบันมีการพัฒนาตลอดเวลา มนุษย์จึงมีการใช้สารเคมีในอุตสาหกรรมเพิ่มขึ้นทุกวัน ปัญหาที่ตามมาคือ โลกของเราประสบปัญหามลพิษโดยเฉพาะมลพิษทางน้ำและอากาศ ทั้งจากโรงงานอุตสาหกรรม คิว้นพิษจากท่อไอเสียรถยนต์ คิว้นบุหรี เป็นต้น ตัวการของปัญหาเหล่านี้ส่วนใหญ่มาจากสารอินทรีย์ระเหยง่าย (volatile organic compounds หรือ VOCs) สารจำพวกนี้นิยมนำไปใช้ในอุตสาหกรรมปิโตรเคมี เช่น นำไปใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตน้ำมัน สี พอลิเมอร์ พลาสติก เป็นต้น หนึ่งในสารกลุ่มอินทรีย์ระเหยง่ายที่มีปริมาณปนเปื้อนในสิ่งแวดล้อมมากที่สุดประมาณ 20-40% จากสารในกลุ่ม VOCs คือ สารกลุ่ม BTEX [1] ซึ่งประกอบไปด้วย เบนซีน (benzene) ทอลูอิน (toluene) เอทิลเบนซีน (ethylbenzene) ออร์โธ-ไซลีน (o-xylene) เมตา-ไซลีน (m-xylene) และ พารา-ไซลีน (p-xylene) จากการตรวจสอบพบว่าสารกลุ่มนี้มีความเป็นอันตรายต่อมนุษย์ทั้งแบบเฉียบพลันและระยะยาว โดยในแต่ละตัวจะแสดงความเป็นพิษที่แตกต่างกันออกไป ทำให้ต้องมีการกำหนดระดับความปลอดภัยของ BTEX ในชั้นบรรยากาศและในน้ำ โดย The United States Environmental Protection Agency [1] ได้มีการกำหนดขีดจำกัดของสารในกลุ่ม BTEX ในแหล่งน้ำต่างๆ คือ เบนซีน 0.005 mg/L, ทอลูอิน 1.0 mg/L, เอทิลเบนซีน 0.7 mg/L และไซลีนรวม 10 mg/L นอกจากนี้ The Directive of the European Union [2] ยังได้มีการกำหนดขีดจำกัดของเบนซีนในชั้นบรรยากาศไม่เกินกว่า 5 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ อีกด้วย นอกจากนี้ความเป็นอันตรายแล้ว สารกลุ่ม BTEX ยังเป็นสารที่มีจุดเดือดและมวลโมเลกุลใกล้เคียงกันมาก โดยเฉพาะเอทิลเบนซีนและไซลีนซึ่งเป็นไอโซเมอร์กัน จึงทำให้การวิเคราะห์ปริมาณสารกลุ่มนี้ทำได้ยาก จึงต้องมีการหาวิธีที่ถูกต้อง แม่นยำและ รวดเร็วในการตรวจสอบและแยกสารกลุ่มนี้

ในงานวิจัยที่ผ่านมา ได้มีการวิเคราะห์สารผสม BTEX ด้วยเทคนิคต่างๆ ดังนี้ แก๊สโครมาโทกราฟี (gas chromatography, GC) [3-6], ไฮเพอร์ฟอร์แมนส์ลิควิดโครมาโทกราฟี (high performance liquid chromatography, HPLC) [5] และ แคปิลารีอิเล็กโทรโฟรีซิส (capillary electrophoresis, CE) [7] สำหรับสารกลุ่ม BTEX ซึ่งเป็นสารอินทรีย์ที่กลายเป็นไอได้ง่าย จึงนิยมใช้เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี และมีการใช้อุปกรณ์ไฮโคเดกซ์ทรินเป็นเฟสคงที่ ซึ่งไฮโคเดกซ์ทรินเป็นโมเลกุลที่มีสมบัติไครัล จึงใช้แยกสารผสมที่เป็นไอโซเมอร์และอีแนนทิโอเมอร์ออกจากกันได้

สำหรับงานวิจัยก่อนหน้า [6] ได้รายงานการวิเคราะห์สารผสม BTEX ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีที่ใช้อนุพันธ์ไซโคลเดกซ์ทรินชนิด (2,3-di-O-methyl-6-O-tert-butyl-dimethylsilyl)- α , - β และ - γ -cyclodextrins ซึ่งมีขนาดแตกต่างกันเป็นเฟสคงที่ พบว่าอนุพันธ์ขนาดแอลฟาและบีตาสามารถแยกสารผสม BTEX ทุกตัวออกจากกันได้อย่างสมบูรณ์ โดยอนุพันธ์ขนาดบีตาใช้เวลาวิเคราะห์น้อยที่สุด ส่วนอนุพันธ์ขนาดแกมมาไม่สามารถแยกเอทิลเบนซีนและพาราไซลีนออกจากกันได้อย่างสมบูรณ์ แสดงให้เห็นว่าขนาดของวงไซโคลเดกซ์ทรินมีผลต่อการแยกสารผสม BTEX ในงานวิจัยนี้จึงจะศึกษาเพิ่มเติมถึงผลของชนิดของหมู่แทนที่ของอนุพันธ์ไซโคลเดกซ์ทริน โดยจะเลือกอนุพันธ์ขนาดบีตามาใช้เป็นเฟสคงที่และเปลี่ยนชนิดของหมู่แทนที่ให้มีควมมีขั้วแตกต่างกัน 3 ชนิด (รูปที่ 1.1) คือ

- heptakis(2,3-di-O-methyl-6-O-tert-butyl-dimethylsilyl)- β -cyclodextrin (หรือ diMe)
- heptakis(2,3-di-O-acetyl-6-O-tert-butyl-dimethylsilyl)- β -cyclodextrin (หรือ diAc)
- heptakis(2-O-methyl-3-O-acetyl-6-O-tert-butyl-dimethylsilyl)- β -cyclodextrin (หรือ MeAc)



รูปที่ 1.1 โครงสร้างของ (a) diMe; (b) diAc และ (c) MeAc

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- หาดภาวะที่เหมาะสมในการแยกสารผสม BTEX ด้วยอนุพันธ์บีตาไซโคลเดกซ์ทรินแต่ละชนิด
- ศึกษาผลของชนิดของหมู่แทนที่ของอนุพันธ์บีตาไซโคลเดกซ์ทรินที่มีต่อการแยกสารผสม BTEX ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

1.3 BTEX

สารกลุ่ม BTEX ประกอบไปด้วย เบนซีน ทอลูอีน เอทิลเบนซีน และ 3 ไอโซเมอร์ของไซลีน จัดเป็นสารอินทรีย์ระเหยง่าย นิยมใช้อย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมต่างๆ มากมาย [8] เช่น นำไปใช้น้ำมัน เชื้อเพลิง พอลิเมอร์ พลาสติก เป็นต้น ในปี ค.ศ. 2015 ทั่วโลกมีการผลิต ออร์โธ-ไซลีน สูงถึง 3.66 ล้านตัน [9] และ มีแนวโน้มในการผลิตสารกลุ่ม BTEX เพิ่มขึ้นทุกปี ในประเทศไทยก็มีการใช้สารกลุ่มนี้เช่นเดียวกันโดย อุตสาหกรรมที่ใช้มาก คือ อุตสาหกรรมปิโตรเคมี เช่น ในการผลิตน้ำมัน จากรายงานของ บริษัท พีทีที โกลบอล เคมิคอล จำกัด (มหาชน) บริษัทผลิตน้ำมันชั้นนำของประเทศไทย [10] มียอดการผลิตสารกลุ่ม BTEX

รวมสูงถึง 2,259,000 ตัน/ปี แบ่งออกเป็น เบนซีน 662,000 ตัน, ทอลูอิน 60,000 ตัน, ออร์โท-ไซลีน 66,000 ตัน, พารา-ไซลีน 1,195,000 ตัน และไซลีนผสม 76,000 ตัน ถือว่าเป็นตัวเลขที่ค่อนข้างสูงและจะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นทุกปีตามความต้องการของผู้บริโภค



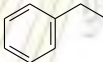

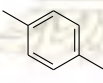
ด้วยการผลิตสารกลุ่ม BTEX ในปริมาณมากดังที่กล่าวไปข้างต้น จึงมีความเป็นไปได้สูงที่จะก่อให้เกิดอันตรายต่อมนุษย์และสิ่งแวดล้อม [8] เพราะสารเคมีเหล่านี้จะถูกปล่อยออกจากโรงงานอุตสาหกรรม ถ้าไม่มีวิธีกำจัดให้ถูกต้องจะทำให้สารเหล่านี้ปนเปื้อนในสิ่งแวดล้อมได้ง่าย เช่น ในแหล่งน้ำ อากาศ ดิน เป็นต้น จึงต้องมีการคำนึงถึงอันตรายของสารกลุ่มนี้ที่อาจส่งผลกระทบต่อมนุษย์ทั้งระยะสั้นและระยะยาว ดังตารางที่ 1.1

ตารางที่ 1.1 อันตรายของสารกลุ่ม BTEX ที่มีต่อมนุษย์ [11]

สาร	อันตราย
เบนซีน	การสูดดมเข้าไปจะส่งผลเสียต่อระบบประสาทส่วนกลาง ทำให้เวียน ปวดศีรษะ คลื่นไส้ มึนงง และหมดสติ การสัมผัสเบนซีนที่ความเข้มข้นมากกว่า 2,000 ppm จะเกิดการกัดผิวหนังทำให้เป็นอันตรายต่อชีวิต ผลกระทบต่อการสัมผัสในระยะยาวอาจก่อให้เกิดภาวะโลหิตจางและมีเม็ดเลือดขาวผิดปกติได้
ทอลูอิน	การสูดดมเข้าไปจะส่งผลเสียต่อระบบประสาทส่วนกลาง ทำให้เวียน ปวดศีรษะ คลื่นไส้ มึนงง และหมดสติ หากถูกผิวหนังอาจมีอาการระคายเคือง เกิดผื่นแดง การสัมผัสถูกตาจะทำให้ตาแดง สารชนิดนี้มีผลต่อการทำงานของ ไต ตับ กระเพาะปัสสาวะ สมอง หากสัมผัสในระยะยาวอาจทำให้อวัยวะเหล่านี้เสื่อมลง
เอทิลเบนซีน	การสูดดมเข้าไปจะส่งผลเสียต่อระบบประสาทส่วนกลาง ทำให้เวียน ปวดศีรษะ คลื่นไส้ มึนงง และหมดสติ สารชนิดนี้ส่งผลโดยตรงต่อระบบประสาทส่วนกลาง หากสูดดมหรือสัมผัสเข้าไปมากๆ จะส่งผลกระทบต่ออวัยวะภายในร่างกาย อีกทั้งยังเป็นสารก่อมะเร็ง และเป็นอันตรายต่อทารกในครรภ์
ไซลีน	การสูดดมเข้าไปจะส่งผลเสียต่อระบบประสาทส่วนกลาง ทำให้เวียน ปวดศีรษะ คลื่นไส้ มึนงง และหมดสติ สารตัวนี้ไม่ได้เป็นสารก่อมะเร็ง แต่มีความเป็นอันตรายต่อ ระบบประสาท เลือด ตา หู ตับไต และทารกในครรภ์

นอกเหนือจากความเป็นพิษของสารกลุ่ม BTEX แล้ว สารกลุ่มนี้ยังตรวจสอบได้ค่อนข้างยาก เนื่องจาก BTEX เป็นสารที่มีลักษณะโครงสร้างใกล้เคียงกันมาก สารบางตัวเป็นไอโซเมอร์กัน ทำให้มีสมบัติทางกายภาพ เช่น จุดเดือด และจุดหลอมเหลว ใกล้เคียงกัน [12] ดังข้อมูลที่แสดงในตารางที่ 1.2

ตารางที่ 1.2 โครงสร้างและสมบัติทางกายภาพของสารกลุ่ม BTEX [12]

สาร	สูตร	โครงสร้าง	มวลโมเลกุล (g/mol)	จุดเดือด (°C)	จุดหลอมเหลว (°C)
เบนซีน	C ₆ H ₆		78.11	80	6
ทอลูอีน	C ₇ H ₈		92.14	111	-95
เอทิลเบนซีน	C ₈ H ₁₀		106.17	136	-95
ออร์โท-ไซลีน	C ₈ H ₁₀		106.17	144	-25
เมตา-ไซลีน	C ₈ H ₁₀		106.17	139	-48
พารา-ไซลีน	C ₈ H ₁₀		106.17	138	13

1.4 แก๊สโครมาโทกราฟี (gas chromatography, GC) [13]

เทคนิคนี้ใช้ตรวจสอบสารผสมได้ทั้ง ของแข็ง ของเหลว และ แก๊ส โดยสารตัวอย่างต้องสามารถกลายเป็นไอได้ ณ อุณหภูมิที่จะทำการวิเคราะห์ หลักการ คือ ฉีดสารตัวอย่างเข้าที่ ส่วนฉีดสาร (injector port) สารตัวอย่างจะได้รับความร้อนจนเปลี่ยนสถานะเป็นแก๊สที่จุดนี้ จากนั้นสารจะถูกพาให้เคลื่อนที่ด้วยแก๊สพา (carrier gas) ซึ่งทำหน้าที่เป็นเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase) โดยแก๊สพาจะต้องไม่ทำปฏิกิริยากับสารตัวอย่าง จากนั้นสารจะเคลื่อนที่เข้าสู่คอลัมน์ (column) ที่บรรจุเฟสคงที่ (stationary phase) ซึ่งทำหน้าที่แยกองค์ประกอบของสารผสม เมื่อสารเคลื่อนที่ออกจากคอลัมน์แล้ว จะเข้าสู่เครื่องตรวจวัด (detector) และกระบวนการแปรสัญญาณออกมาในรูปโครมาโทแกรม (chromatogram) ทางหน้าจอเครื่องบันทึก (computer)

เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี มีส่วนประกอบหลักอยู่ 5 ส่วน ดังนี้

- 1) ส่วนฉีดสาร ในส่วนนี้จะมีเครื่องให้ความร้อน (heater) อยู่ เพื่อทำหน้าที่ในการให้ความร้อนแก่สารตัวอย่างที่ถูกฉีดเข้ามาให้เปลี่ยนสถานะกลายเป็นไอเตรียมเคลื่อนที่ไปยังคอลัมน์
- 2) แก๊สพา เป็นแก๊สบริสุทธิ์ที่มีมวลโมเลกุลขนาดเล็ก ไม่ทำปฏิกิริยากับสารตัวอย่าง ส่วนมากนิยมใช้เป็น ฮีเลียม ไนโตรเจน หรือไฮโดรเจน แก๊สพาทำหน้าที่เป็นเฟสเคลื่อนที่ช่วยพาสารตัวอย่างในสถานะแก๊สจากส่วนฉีดสารไปจนถึงเครื่องตรวจวัด
- 3) คอลัมน์ เป็นส่วนบรรจุเฟสคงที่ไว้ ทำหน้าที่แยกองค์ประกอบของสารผสมตัวอย่างออกจากกัน คอลัมน์ที่นิยมใช้มี 2 แบบ คือ แคปิลารีคอลัมน์ (capillary column) และ แพคคอลัมน์ (packed column) การเลือกภาวะและอุณหภูมิที่เหมาะสมกับสารตัวอย่างมีผลอย่างมากในส่วนนี้ เพราะ จะเป็นตัวกำหนดความเร็วในการเคลื่อนที่ของสาร และ ประสิทธิภาพในการแยกองค์ประกอบของสาร โดยทั่วไปการเพิ่มอุณหภูมิจะทำให้สารออกมาเร็วขึ้นและลดเวลาในการวิเคราะห์ ถ้าลดอุณหภูมิจะทำให้สารแยกได้ดียิ่งขึ้นแต่ใช้เวลาในการวิเคราะห์นานขึ้นเช่นเดียวกัน
- 4) เครื่องตรวจวัด ทำหน้าที่ตรวจสอบว่ามีสารที่ประเภทที่เคลื่อนที่มากับแก๊สพา และ แปรออกมาเป็นสัญญาณเฉพาะของสารประเภทนั้น เครื่องวัดที่ดีจะต้องมีความเที่ยง ความไว และมีช่วงในการวัดที่กว้าง ประเภทของเครื่องตรวจวัดที่นิยมใช้กับสารอินทรีย์คือ flame ionization detector (FID)
- 5) ส่วนแปรสัญญาณและเครื่องบันทึก เป็นส่วนที่ทำหน้าที่แปรสัญญาณออกมาในรูปของกราฟโครมาโทแกรมทางหน้าจอคอมพิวเตอร์ และ บันทึกข้อมูลลงในเครื่องคอมพิวเตอร์ที่ต่อกับเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

สมการและตัวแปรที่เกี่ยวข้องกับเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

- K (distribution coefficient) เป็นค่าที่บอกอัตราส่วนระหว่างความเข้มข้นของสารในเฟสคงที่ต่อความเข้มข้นของสารในเฟสเคลื่อนที่ เป็นค่าจำเพาะที่เฟสคงที่และเฟสเคลื่อนที่ชนิดหนึ่งที่สภาวะหนึ่ง คำนวณได้จาก

$$K = \frac{C_S}{C_M}$$

สมการที่ 1

เมื่อ C_S คือ ความเข้มข้นของสารในเฟสคงที่
 C_M คือ ความเข้มข้นของสารในเฟสเคลื่อนที่

- k' (retention factor) เป็นค่าที่บอกอัตราส่วนระหว่างเวลาที่สารใช้ในเฟสคงที่ต่อเวลาที่สารใช้ในเฟสเคลื่อนที่ คำนวณได้จาก

$$k' = \left(\frac{t_R - t_M}{t_M} \right)$$

สมการที่ 2

- เมื่อ t_R คือ เวลาที่สารใช้ในการเคลื่อนที่ผ่านคอลัมน์
 t_M คือ เวลาที่เฟสเคลื่อนที่ใช้ในการเคลื่อนที่ผ่านคอลัมน์

- N (efficiency) เป็นค่าที่บอกถึงประสิทธิภาพคอลัมน์ คำนวณได้จาก

$$N = 5.54 \left(\frac{t_R}{w_h} \right)^2$$

สมการที่ 3

- เมื่อ w_h (width at half height) คือ ความกว้างของพีคที่ความสูงครึ่งหนึ่ง

- α (selectivity) เป็นค่าที่บอกถึงความสามารถในการแยกออกจากกันของสาร 2 ชนิด โดยปกติแล้วจะมีค่ามากกว่าหรือเท่ากับ 1 คำนวณได้จาก

$$\alpha = \frac{k'_2}{k'_1} = \frac{t_{R,2} - t_M}{t_{R,1} - t_M}$$

สมการที่ 4

- R_s (resolution) เป็นค่าที่บอกความสมบูรณ์ของการแยกระหว่าง 2 พีคที่อยู่ติดกันบนโครมาโทแกรม คำนวณได้จาก

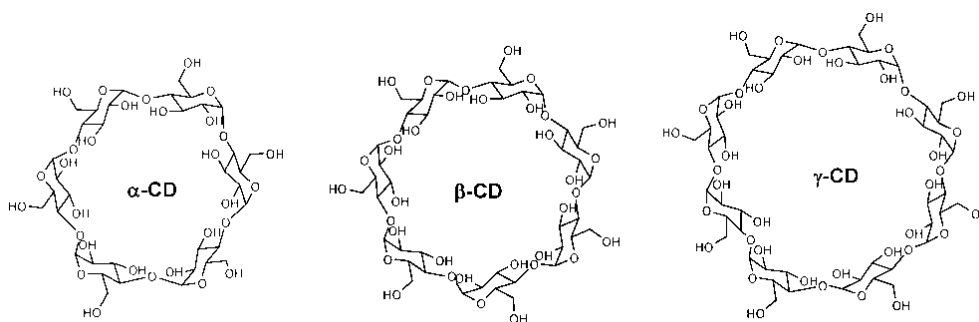
$$R_s = 1.177 \times \frac{t_{R,2} - t_{R,1}}{w_{h,2} + w_{h,1}}$$

สมการที่ 5

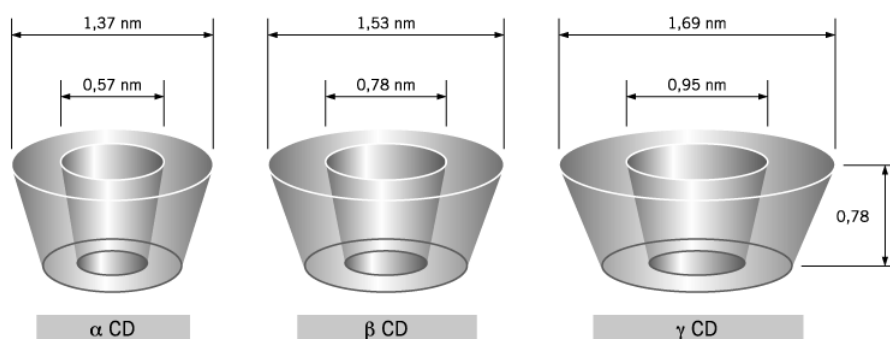
1.5 ไซโคลเดกซ์ทริน (cyclodextrin, CD) [14]

ไซโคลเดกซ์ทรินเป็นออลิโกแซ็กคาไรด์ ที่ประกอบด้วยกลูโคสตั้งแต่ 5 หน่วยขึ้นไป เชื่อมต่อกันเป็นวงด้วยพันธะ α -1,4-glycosidic [15] ขนาดที่พบมากจะมีจำนวนกลูโคส 6, 7 หรือ 8 หน่วย เรียกว่า แอลฟา, บีตา และแกมมาไซโคลเดกซ์ทริน ตามลำดับ (รูปที่ 1.2) [16] หากพิจารณารูปร่างจะเห็นว่าไซโคลเดกซ์ทรินมีลักษณะคล้ายถ้วย มีโพรงอยู่ตรงกลาง [17] (รูปที่ 1.3) จึงสามารถเกิด inclusion complex กับสารได้หลากหลายชนิด โดยไซโคลเดกซ์ทรินสามารถบรรจุสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ไว้ภายในโมเลกุล และสามารถปรับเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชันในตำแหน่งที่ 2, 3 และ 6 ได้ เพื่อปรับปรุงสมบัติทางเคมีและทางกายภาพ เพื่อนำไปใช้ประโยชน์หลากหลาย เช่น ประโยชน์ทางด้านอุตสาหกรรมต่างๆ ไม่ว่าจะเป็นอุตสาหกรรมอาหาร เครื่องสำอาง และการผลิตยา เป็นต้น

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 1.2 โครงสร้างของ แอลฟา, บีตา และ แกมมาไซโคลเดกซ์ทริน [16]



รูปที่ 1.3 รูปร่างและขนาดของ แอลฟา, บีตา และ แกมมาไซโคลเดกซ์ทริน [17]

เนื่องจากไซโคลเดกซ์ทรินสามารถเกิด inclusion complex กับสารได้หลากหลายชนิด นอกจากนี้โมเลกุลของไซโคลเดกซ์ทรินยังมีสมบัติไครัล ในงานวิจัยที่ผ่านมาจึงมีการนำไซโคลเดกซ์ทรินมาใช้แยกสารประเภทไอโซเมอร์และอีแนนทิโอเมอร์ และพบว่าสามารถแยกสารดังกล่าวได้ดี [8] ขึ้นกับชนิดของหมู่แทนที่และขนาดของไซโคลเดกซ์ทรินด้วย

1.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในปี ค.ศ. 2004 Shim และ คณะ [7] ได้แยกสารผสม BTEX โดยใช้เทคนิคแคปิลลารีอิเล็กโทรโฟรีซิสแบบ micellar electrokinetic chromatography (MEKC) ที่ประกอบด้วย 10 mM phosphate-20 mM boric acid buffer (pH 7.5) ที่มี sodium dodecylsulfate (SDS) ความเข้มข้นต่างๆ เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ พบว่าการเติม SDS ที่ความเข้มข้น 60 mM จะให้ migration time ของสารแต่ละชนิดแตกต่างกัน แต่ยังไม่สามารถแยกสารผสม BTEX ออกจากกันได้อย่างสมบูรณ์ และเมื่อศึกษาผลของการเติมบีตาไซโคลเดกซ์ทรินในช่วง 1-5 mM ลงในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ดังกล่าว พบว่าสารแต่ละชนิดให้ migration time แตกต่างกัน แต่ยังไม่สามารถแยกสารผสม BTEX ออกจากกันได้อย่างสมบูรณ์เช่นเดียวกัน

ในปี ค.ศ. 2005 Shi และ คณะ [3] ได้สังเคราะห์อนุพันธ์บีตาไซโคลเดกซ์ทริน 4 ชนิด คือ 2,6-di-O-pentyl-3-O-allyl- β -CD; 2,3-di-O-pentyl-6-O-allyl- β -CD; 2,6-di-O-pentyl-3-O-propyl- β -CD และ 2,3-di-O-pentyl-6-O-propyl- β -CD เพื่อใช้เป็นเฟสคงที่สำหรับการแยกอิแนนทิโอเมอร์และไอโซเมอร์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี สำหรับการแยกไอโซเมอร์ของไซลีน 3 ชนิด พบว่าอนุพันธ์บีตาไซโคลเดกซ์ทรินทั้ง 4 ชนิด ให้ลำดับการแยกเหมือนกัน คือ เมตา-ไซลีน พารา-ไซลีนและ ออร์โธ-ไซลีน ตามลำดับ และให้ค่าการเลือกจำเพาะ (selectivity) ใกล้เคียงกันด้วย

ในปี ค.ศ. 2006 Yassaa และ คณะ [4] ได้วิเคราะห์ปริมาณ BTEX ในตัวอย่างอากาศด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีร่วมกับแมสสเปกโตรเมตรี ใช้เฟสคงที่ที่เป็น CYCLODEX-B (10.5% บีตาไซโคลเดกซ์ทรินผสมใน 14%-cyanopropylphenyl-methylpolysiloxane) และใช้โปรแกรมอุณหภูมิในช่วง 40-200 °C พบว่าสามารถแยกสารผสม BTEX ออกจากกันได้ทุกตัว โดยมีลำดับการแยกเป็น เบนซีน ทอลูอิน พารา-ไซลีน เมตา-ไซลีน เอทิลเบนซีนและ ออร์โธ-ไซลีน ตามลำดับ

ในปี ค.ศ. 2009 Campos-Candel และ คณะ [5] ได้แยกสารผสม BTEX โดยเปรียบเทียบระหว่างเทคนิคการแยก 2 ประเภทที่ใช้เฟสคงที่ที่เป็นอนุพันธ์บีตาไซโคลเดกซ์ทริน คือเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีร่วมกับแมสสเปกโตรเมตรีซึ่งใช้เฟสคงที่ที่เป็น CYCLODEX-B ที่ใช้โปรแกรมอุณหภูมิในช่วง 40-104 °C และ เทคนิค HPLC-fluorescence detection ใช้เฟสคงที่ที่เป็น Astec CYCLOBOND I 2000 และเฟสเคลื่อนที่ที่เป็น MeOH/water 45:55 ผลการทดลองพบว่า ทั้งสองเทคนิคสามารถแยกสารผสม BTEX ออกจากกันได้หมดทุกตัว แต่ลำดับการแยกแตกต่างกัน คือแก๊สโครมาโทกราฟี ให้ลำดับการแยกเป็น เบนซีน ทอลูอิน พารา-ไซลีน เมตา-ไซลีน เอทิลเบนซีน และออร์โธ-ไซลีน ตามลำดับ โดยใช้เวลาประมาณ 12 นาที ส่วน HPLC ให้ลำดับการแยกเป็น เมตา-ไซลีน ออร์โธ-ไซลีน ทอลูอิน พารา-ไซลีน เอทิลเบนซีน และเบนซีนตามลำดับ โดยใช้เวลาประมาณ 11 นาที

ในปี ค.ศ. 2012 สุวณิชย์ บุญเพ็ง และเอมอร พันภัย [6] ได้รายงานการแยกสารผสม BTEX ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี ที่ใช้อนุพันธ์ (2,3-di-O-methyl-6-O-*tert*-butyldimethylsilyl) ของแอลฟา, บีตา และ แกมมาไซโคลเดกซ์ทรินเป็นเฟสคงที่ พบว่าอนุพันธ์ขนาดแอลฟาและบีตาสามารถแยกสารผสม BTEX ได้อย่างสมบูรณ์ที่อุณหภูมิ 80 °C และบีตาไซโคลเดกซ์ทรินใช้เวลาในการแยกน้อยกว่าเล็กน้อย แต่อนุพันธ์ขนาดแกมมา ไม่สามารถแยกเอทิลเบนซีนกับพารา-ไซลีนออกจากกันได้ นอกจากนี้ลำดับในการแยกสารทั้งสามแบบยังแตกต่างกันอย่าง

เห็นได้ชัด แสดงให้เห็นว่าไซโคลเดกซ์ทรินที่มีขนาดต่างกันส่งผลให้ลำดับการแยกและประสิทธิภาพในการแยกแตกต่างกัน

ในงานวิจัยนี้สนใจที่จะพัฒนาการแยกสารผสม BTEX ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟีที่ใช้อนุพันธ์ของไซโคลเดกซ์ทรินเป็นเฟสคงที่ จากงานวิจัยที่ผ่านมาทำให้ทราบว่าอนุพันธ์บีตาไซโคลเดกซ์ทรินเป็นขนาดที่มีความเหมาะสมในการแยกสารผสม BTEX มากที่สุด [6] จึงสนใจที่จะศึกษาผลของการเปลี่ยนชนิดของหมู่แทนที่ของอนุพันธ์บีตาไซโคลเดกซ์ทรินที่มีต่อคุณภาพการแยกและลำดับในการแยกสารผสม BTEX โดยสนใจศึกษาสมบัติของอนุพันธ์บีตาไซโคลเดกซ์ทรินที่แตกต่างกัน 3 ชนิด คือ heptakis(2,3-di-O-methyl-6-O-*tert*-butyldimethylsilyl)- β -CD (หรือ diMe); heptakis(2,3-di-O-acetyl-6-O-*tert*-butyldimethylsilyl)- β -CD (หรือ diAc) และ heptakis(2-O-methyl-3-O-acetyl-6-O-*tert*-butyldimethylsilyl)- β -CD (หรือ MeAc) ซึ่งเป็นอนุพันธ์ชนิดใหม่ที่ยังไม่มีผู้ศึกษามาก่อน



ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 2 การทดลอง

2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

- เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี รุ่น Agilent 6890 Series พร้อม split injector และ flame ionization detector (FID)
- ไมโครปิเปต
- GC syringe ขนาด 10 ไมโครลิตร
- ขวดบรรจุสารขนาดเล็ก (vial) 2 ไมโครลิตร
- หลอดหยด

2.2 แก๊สและสารเคมี

- hydrogen gas, nitrogen gas, zero grade air จากบริษัท ไทยอินดัสเตรียลแก๊ส จำกัด
- ตัวทำละลาย pentane [109-66-0], purity > 99.5% จากบริษัท Fluka
- benzene [71-43-2], purity \geq 99.7% จาก บริษัท J.T. Baker
- toluene [108-83-3] purity \geq 99.8% จาก บริษัท Carlo Erba
- ethylbenzene [100-41-4] purity \geq 98% จาก บริษัท Fluka
- *o*-xylene [95-47-6] purity \geq 98% จาก บริษัท Fluka
- *m*-xylene [108-38-3] purity \geq 99% จาก บริษัท Fluka
- *p*-xylene [106-42-3] purity \geq 99% จาก บริษัท Carlo Erba
- *n*-alkanes ได้แก่ nonane, undecane, decane, dodecane, tetradecane, และ pentadecane จากบริษัทผู้ผลิตสารเคมีทั่วไป (Aldrich, Fluka, Merck)

2.3 การเตรียมสาร

- สารมาตรฐาน *n*-alkane: เจือจางใน pentane ให้มีความเข้มข้นประมาณ 5-10 mg/mL
- stock solution BTEX
 ปิเปตสารมาตรฐานแต่ละชนิด ได้แก่ เบนซีน (B), ทอลูอิน (T), เอทิลเบนซีน (E), ออร์โท-ไซลีน (O), เมตา-ไซลีน (M) และพารา-ไซลีน (P) ชนิดละ 20 μ L แยกเจือจางสารมาตรฐานแต่ละชนิดด้วย pentane จนมีปริมาตรรวม 1 mL ให้มีความเข้มข้นของ stock solution แต่ละชนิด 20 mg/mL

- สารมาตรฐานเดี่ยว BTEX

เตรียมสารมาตรฐานเดี่ยว 6 ชนิด โดยปิเปตสารมาตรฐาน stock solution 20 mg/mL ของ B, T, E, O, M และ P ชนิดละ 50 μ L แยกเจือจางด้วย pentane จนมีปริมาตรรวม 1 mL ให้ความเข้มข้นของสารมาตรฐานแต่ละชนิด 1 mg/mL

- สารมาตรฐานผสม BTEX

เตรียมสารมาตรฐานผสม BTEX โดยปิเปตสารมาตรฐาน stock solution 20 mg/mL ของ B, T, E, O, M และ P ชนิดละ 50 μ L ผสมรวมกัน แล้วเจือจางด้วย pentane จนมีปริมาตรรวม 1 mL

2.4 คอลัมน์

แคปิลารีคอลัมน์ มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.25 มิลลิเมตร และความหนาของฟิล์มเฟสคงที่ 0.25 ไมโครเมตร เคลือบด้วยเฟสคงที่ที่แตกต่างกัน 3 ชนิด แต่ละชนิดประกอบด้วยอนุพันธ์บีตาไซโคลเดกซ์ทรินผสมใน OV-1701 (14% cyanopropylphenyl 86% dimethyl polysiloxane) ได้แก่

- คอลัมน์ diMe: ความยาว 15.0 เมตร มี 30.0% (2,3-di-O-methyl-6-O-*tert*-butyldimethylsilyl- β -CD ผสมใน OV-1701 เป็นเฟสคงที่
- คอลัมน์ MeAc: ความยาว 15.5 เมตร มี 31.8% (2-O-methyl-3-O-acetyl-6-O-*tert*-butyldimethylsilyl- β -CD) ผสมใน OV-1701 เป็นเฟสคงที่
- คอลัมน์ diAc: ความยาว 15.6 เมตร มี 33.5% (2,3-di-O-acetyl-6-O-*tert*-butyldimethylsilyl- β -CD) ผสมใน OV-1701 เป็นเฟสคงที่

2.5 การปรับสภาวะคอลัมน์และการทดสอบประสิทธิภาพคอลัมน์

ปรับสภาวะคอลัมน์ก่อนการใช้งาน โดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิคงที่ 220 $^{\circ}$ C จนกระทั่ง baseline คงที่ จากนั้นทดสอบประสิทธิภาพคอลัมน์โดยฉีดสารละลาย *n*-alkanes ใน pentane ที่อุณหภูมิต่างๆ ในช่วง 50-140 $^{\circ}$ C คำนวณประสิทธิภาพของคอลัมน์ (N, plates/m)

2.6 การแยก BTEX

ภาวะการทดลอง

carrier gas:	hydrogen, velocity 50 cm/sec
injector:	split (split ratio 100:1)
injector temperature:	250 $^{\circ}$ C
detector:	flame ionization detector (FID)

detector temperature:	250 °C
make up gas:	30 mL/min (nitrogen)
hydrogen:	30 mL/min
air:	300 mL/min

การแยก BTEX

- ฉีดสารมาตรฐานผสม BTEX ประมาณ 0.2-0.4 μL โดยใช้คอลัมน์ diMe ที่อุณหภูมิ 120 °C ทำซ้ำอย่างน้อย 2 ครั้ง โดยให้มีค่า t_R ต่างกันไม่เกิน 0.001 นาที จากนั้นบันทึกเวลา (retention time, t_R) และความกว้างของพีค (peak width, w_h) คำนวณค่า capacity factor (k') ของแต่ละพีค และ resolution (R_s) ของคู่พีคที่แยกจากกันได้น้อยที่สุด
- ฉีดสารมาตรฐานเดี่ยว BTEX ทีละชนิด เพื่อใช้เปรียบเทียบลำดับการแยกของสารผสม บันทึกค่าเวลาและความกว้างของพีค
- ทำการทดลองซ้ำ โดยลดอุณหภูมิทีละ 10 °C ในช่วง 120-50 °C จนสารมาตรฐานผสม BTEX แยกจากกันอย่างสมบูรณ์
- ทำการทดลองในทำนองเดียวกัน โดยเปลี่ยนคอลัมน์จาก diMe เป็น diAc และ MeAc

บทที่ 3

ผลการทดลอง

3.1 การทดสอบประสิทธิภาพคอลัมน์

หลังจากปรับสภาวะคอลัมน์แล้ว ทำการทดสอบประสิทธิภาพคอลัมน์ก่อนใช้งาน โดยฉีดสารละลาย *n*-alkanes ที่อุณหภูมิต่างๆ ในช่วง 50-140 °C จากนั้น คำนวณค่า k' และ N (plates/m) ของแต่ละคอลัมน์ได้ผลดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ค่า k' ของ *n*-alkanes และ N (plates/m) ของคอลัมน์

อุณหภูมิ (°C)	<i>n</i> -alkane	diMe		MeAc		diAc	
		k'	plates/m	k'	plates/m	k'	plates/m
140	C15	7.28	3773	4.28	4107	3.72	3826
110	C12	5.05	3583	2.70	3786	2.39	4079
80	C10	4.65	3343	2.35	4000	2.22	3172
50	C9	7.74	3023	3.73	3154	3.79	3245

ตามทฤษฎี ประสิทธิภาพ (N) ของคอลัมน์ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 250 μm จะมีค่าประมาณ 5000 plates/m [18] จากตารางที่ 3.1 จะเห็นว่าประสิทธิภาพคอลัมน์มีค่าอยู่ในช่วง 3000-4100 plates/m คิดเป็น 60-82% ของประสิทธิภาพทางทฤษฎี ถือเป็นค่าที่ยอมรับได้ และแสดงว่าคอลัมน์ทั้ง 3 ชนิดมีประสิทธิภาพดีในช่วงอุณหภูมิดังกล่าว สามารถนำไปใช้วิเคราะห์สารต่อไปได้

นอกจากนี้ เมื่อพิจารณาแนวโน้มของค่า k' ของ *n*-alkane ที่ทดสอบที่อุณหภูมิเดียวกัน ใน 3 คอลัมน์ พบว่าคอลัมน์ diMe จะให้ค่า k' สูงที่สุด ตามด้วยคอลัมน์ MeAc และ diAc ตามลำดับ แสดงถึงแรงกระทำระหว่างสารที่ทดสอบ (*n*-alkane) กับเฟสคงที่ ซึ่งสอดคล้องกับความมีขั้วของหมู่แทนที่บนอนุพันธ์ปิตาไซโคลเดกซ์ทริน ซึ่งคอลัมน์ diMe มีขั้วน้อยที่สุด และ diAc มีขั้วมากที่สุด

3.2 การแยกสารผสม BTEX

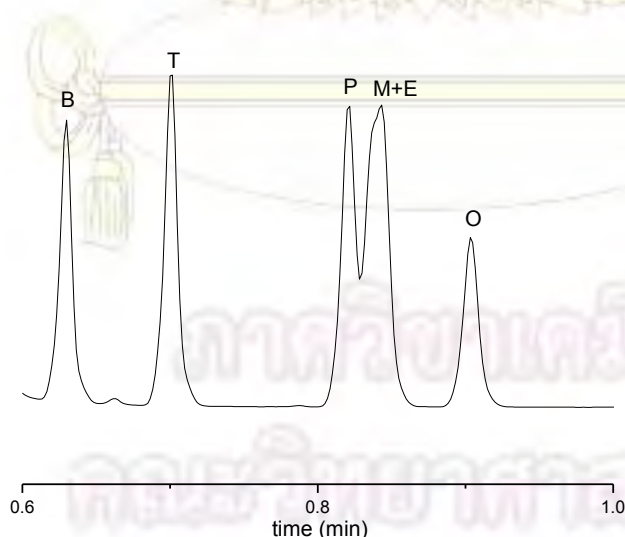
อุณหภูมิคอลัมน์นับเป็นตัวแปรที่สำคัญ สามารถปรับเปลี่ยนได้ง่าย และส่งผลอย่างมาก ต่อเวลาในการวิเคราะห์และคุณภาพการแยก โดยทั่วไป หากลดอุณหภูมิคอลัมน์ จะใช้เวลาวิเคราะห์มากขึ้น และให้ค่าการแยกระหว่างสารดีขึ้น ดังนั้นจึงเริ่มการวิเคราะห์ที่อุณหภูมิสูง และค่อยๆ ปรับลดอุณหภูมิลง เพื่อให้ได้การแยกที่ดีภายในเวลาน้อยที่สุด งานวิจัยนี้สนใจหา

ภาวะการทดลองที่แยกสารผสม BTEX ได้ดี รวมถึงศึกษาผลของชนิดและความมีขั้วของหมู่แทนที่บนอนุพันธ์บีตาไซโคลเดกซ์ทรินที่มีต่อการแยกสารผสม BTEX ด้วย

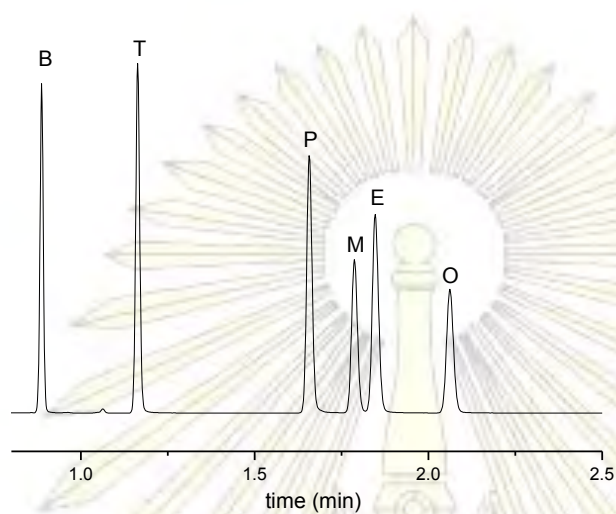
3.2.1 คอลัมน์ diMe

เริ่มทำการแยกสารผสม BTEX ที่อุณหภูมิ 120 °C (รูปที่ 3.1) พบว่าปรากฏพีค 5 พีคภายในเวลาน้อยกว่า 1 นาที ซึ่งเป็นของ B, T, P, M+E และ O ตามลำดับ จะเห็นได้ว่า M และ E ซ้อนทับกันจนเป็นพีคเดี่ยว และแยกออกจาก P ได้ไม่สมบูรณ์ เมื่อลดอุณหภูมิลงทีละ 10 °C จนถึง 80 °C พบว่าสามารถแยกสารผสม BTEX ทุกตัวออกจากกันได้อย่างสมบูรณ์ มีลำดับการแยกเป็น B, T, P, M, E และ O ตามลำดับ โดยใช้เวลาในการแยก 2.06 นาที และมีค่าความสมบูรณ์ของการแยก (R_s) ระหว่างคู่พีคที่แยกจากกันได้น้อยที่สุด (M และ E) เท่ากับ 1.80 (รูปที่ 3.2)

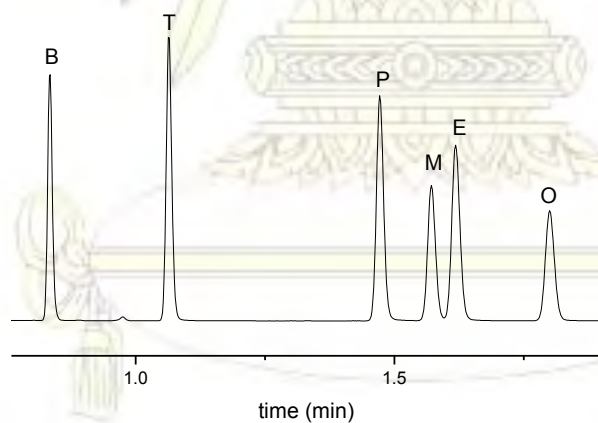
ในทางปฏิบัติ หากต้องการให้คู่พีคที่แยกจากกันได้น้อยที่สุด (M และ E) แยกจากกันได้อย่างสมบูรณ์พอดี คือที่ค่า $R_s = 1.5$ สามารถปรับลดเวลาในการวิเคราะห์ให้น้อยลงได้โดยการเพิ่มอุณหภูมิ ในการทดลองนี้ พบว่าที่อุณหภูมิ 85 °C สามารถแยกสารผสม BTEX ทุกตัวออกจากกันได้อย่างสมบูรณ์พอดี โดยมีค่า R_s ระหว่างคู่พีค M และ E เท่ากับ 1.52 และสามารถลดเวลาการวิเคราะห์ให้เหลือเพียง 1.80 นาที ดังรูปที่ 3.3 สำหรับในกรณีที่ต้องการเพิ่มค่า R_s ของคู่พีคที่แยกจากกันได้น้อยที่สุด ให้มีค่าไม่น้อยกว่า 2.0 จะได้อุณหภูมิสูงสุดที่สามารถแยกสารผสม BTEX ออกจากกันได้ คือ 75 °C โดยใช้เวลาในการแยกประมาณ 2.4 นาที และมีค่า R_s ระหว่างคู่พีค M และ E เท่ากับ 2.00 (รูปที่ 3.4)



รูปที่ 3.1 โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ diMe ที่อุณหภูมิ 120 °C

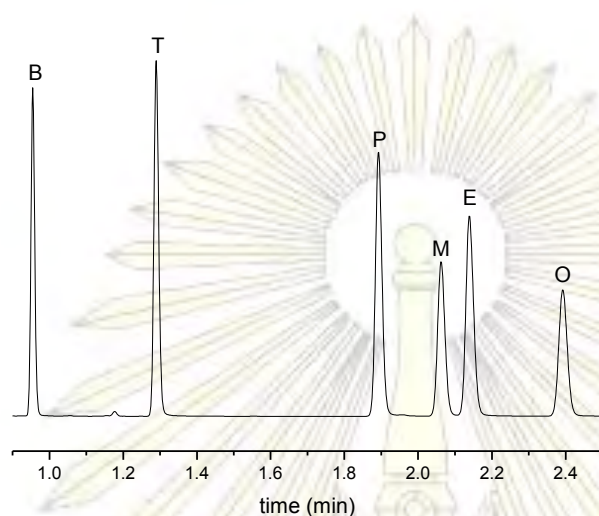


รูปที่ 3.2 โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ diMe ที่อุณหภูมิ 80 °C



รูปที่ 3.3 โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ diMe ที่อุณหภูมิ 85 °C

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
 คณะวิทยาศาสตร์
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



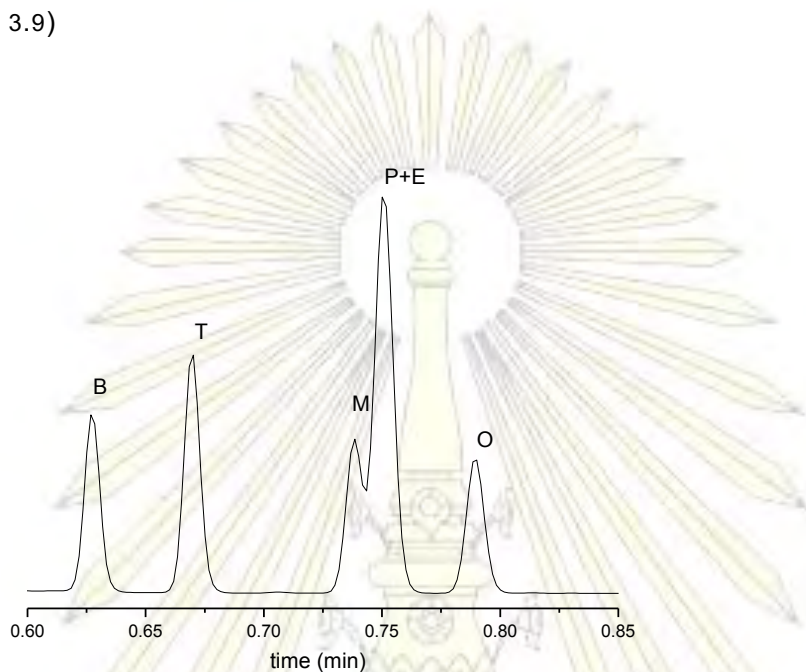
รูปที่ 3.4 โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ diMe ที่อุณหภูมิ 75 °C

3.2.2 คอลัมน์ MeAc

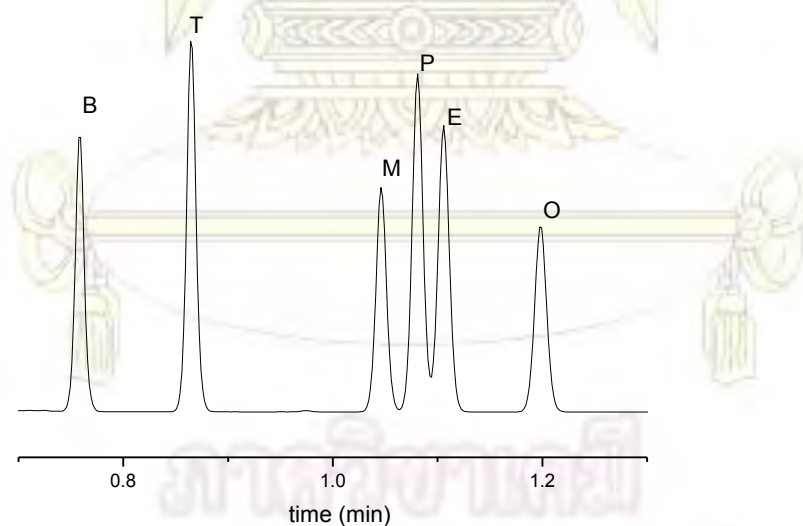
เมื่อเปลี่ยนชนิดของเฟสคงที่จาก diMe เป็น MeAc ซึ่งมีขนาดวงปีตาไซโคลเดกซ์ทริน เช่นเดิม แต่เปลี่ยนชนิดของหมู่แทนที่ในตำแหน่ง C3 จาก O-methyl เป็น O-acetyl และเริ่มทำการแยกสารผสม BTEX ที่อุณหภูมิ 120 °C พบว่าปรากฏพีค 5 พีค เช่นเดียวกับการแยกด้วยคอลัมน์ diMe แต่คอลัมน์ MeAc ให้ลำดับการแยกแตกต่างกันเล็กน้อย คือ B, T, M, P+E และ O ตามลำดับ (รูปที่ 3.5) จะเห็นได้ว่า P และ E ซ้อนทับกันจนเป็นพีคเดียว และแยกออกจาก M ได้ไม่สมบูรณ์ เมื่อลดอุณหภูมิลงทีละ 10 °C จนถึง 90 °C พบว่าสามารถแยกพีค M ออกจาก P ได้อย่างสมบูรณ์ แต่การแยกระหว่างพีค P และ E ยังไม่สมบูรณ์ โดยมีค่า R_s เพียง 1.19 (รูปที่ 3.6) แต่เมื่อลดอุณหภูมิจนถึง 80 °C พบว่าสามารถแยกสารผสม BTEX ทุกตัวออกจากกันได้อย่างสมบูรณ์ มีลำดับการแยกเป็น B, T, M, P, E และ O ตามลำดับ โดยใช้เวลาในการแยก 1.5 นาที และมีค่า R_s ระหว่างคู่พีคที่แยกจากกันได้น้อยที่สุด (P และ E) เท่ากับ 1.92 (รูปที่ 3.7)

จากนั้น ปรับภาวะการแยกโดยให้คู่พีคที่แยกจากกันได้น้อยที่สุด (P และ E) แยกจากกันได้อย่างสมบูรณ์พอดี โดยปรับเพิ่มอุณหภูมิกอลัมน์ เพื่อลดเวลาในการวิเคราะห์ให้น้อยลง พบว่าที่อุณหภูมิ 85 °C สามารถแยกสารผสม BTEX ทุกตัวออกจากกันได้อย่างสมบูรณ์พอดี โดยมีค่า R_s ระหว่างคู่พีค P และ E เท่ากับ 1.66 และสามารถลดเวลาการวิเคราะห์ให้เหลือเพียง 1.32 นาที (รูปที่ 3.8) สำหรับในกรณีที่ต้องการเพิ่มค่า R_s ของคู่พีคที่แยกจากกันได้น้อยที่สุด ให้มีค่าไม่น้อยกว่า 2.0 จะได้อุณหภูมิสูงสุดที่สามารถแยกสารผสม BTEX ออกจาก

กันได้ คือ 78 °C โดยใช้เวลาในการแยก 1.56 นาที และมีค่า R_s ระหว่างคู่อีก P และ E เท่ากับ 2.03 (รูปที่ 3.9)

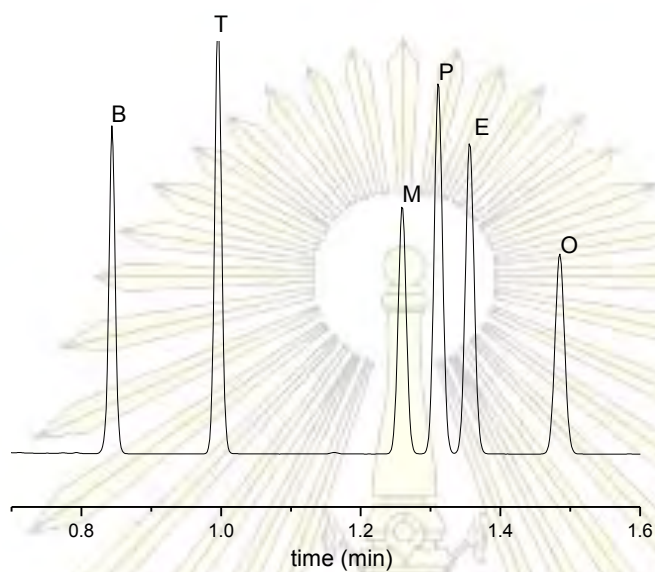


รูปที่ 3.5 โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ MeAc ที่อุณหภูมิ 120 °C

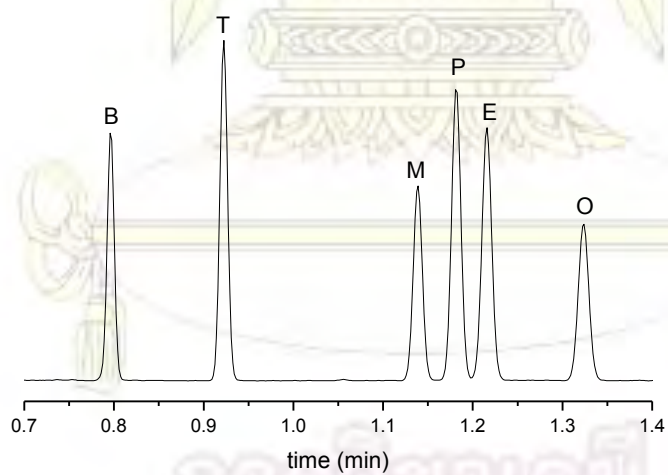


รูปที่ 3.6 โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ MeAc ที่อุณหภูมิ 90 °C

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

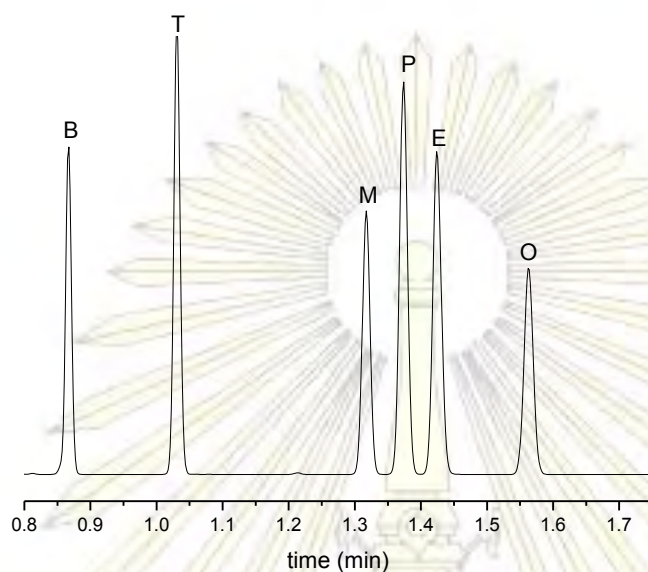


รูปที่ 3.7 โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ MeAc ที่อุณหภูมิ 80 °C



รูปที่ 3.8 โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ MeAc ที่อุณหภูมิ 85 °C

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.9 โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ MeAc ที่อุณหภูมิ 78 °C

3.2.3 คอลัมน์ diAc

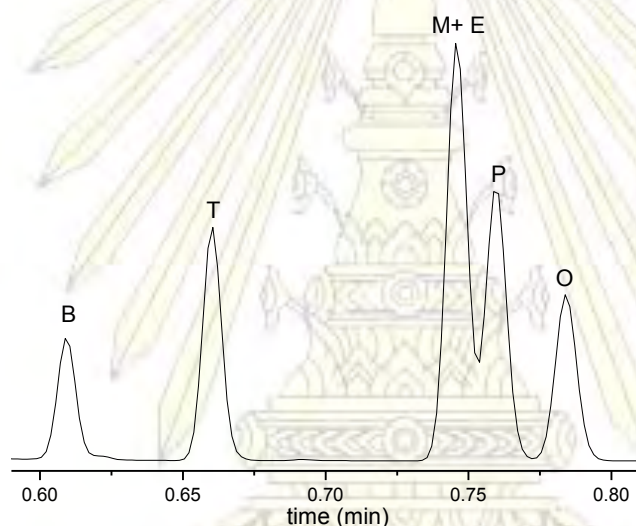
เมื่อเปลี่ยนชนิดของเฟสคงที่จาก diMe เป็น diAc ซึ่งมีขนาดวงปีตาไซโคลเดกซ์ทรีนเท่าเดิม แต่เปลี่ยนชนิดของหมู่แทนที่ในตำแหน่ง C2 และ C3 จาก O-methyl เป็น O-acetyl และเริ่มทำการแยกสารผสม BTEX ที่อุณหภูมิ 120 °C พบว่าปรากฏฟีก 5 ฟีก ที่ยังมีการแยกไม่สมบูรณ์ และมีลำดับการแยกของสารเป็น B, T, M+E, P และ O ตามลำดับ (รูปที่ 3.10) ซึ่งแตกต่างจากทั้งคอลัมน์ diMe และ MeAc โดยมีฟีก M และ E ซ้อนทับกันจนเป็นฟีกเดี่ยว และแยกออกจาก P ได้ไม่สมบูรณ์

เมื่อลดอุณหภูมิลงจนถึง 100 °C (รูปที่ 3.11) และ 80 °C (รูปที่ 3.12) พบว่าฟีก M, E และ P เริ่มแยกออกจากกันได้ดีขึ้น ตามลำดับ โดยที่อุณหภูมิ 80 °C ปรากฏฟีก 6 ฟีก และมีลำดับการแยกของสารเป็น B, T, M, E, P และ O ตามลำดับ และมีค่า R_s ระหว่างคู่ฟีกที่แยกจากกันได้น้อยที่สุด (P และ O) เท่ากับ 1.28 ซึ่งการแยกยังไม่สมบูรณ์ดี

จากนั้นจึงได้ลดอุณหภูมิลงอีก จนถึง 50 °C แต่การลดอุณหภูมิกลับส่งผลให้ฟีกกลับมา รวมกันอีกครั้ง โดยที่อุณหภูมิ 50 °C ปรากฏฟีกเพียง 5 ฟีก และมีลำดับการแยกของสารเปลี่ยนไปเป็น B, T, M, E+O และ P ตามลำดับ (รูปที่ 3.13) โดยมีฟีก E และ O ซ้อนทับกันจนเป็นฟีกเดี่ยว และเมื่อลดอุณหภูมิต่อลงไปอีก จนถึง 40 °C (รูปที่ 3.14) พบว่าการแยกของสารผสมเริ่มดีขึ้นอีกครั้ง แต่มีลำดับการแยกของสารเปลี่ยนไปเป็น B, T, M, O, E และ P ตามลำดับ และแม้ว่าจะใช้เวลาวิเคราะห์มากถึง 6.32 นาที แต่การแยกระหว่าง E และ P ยังไม่สมบูรณ์ (ค่า R_s ระหว่างคู่ฟีก E และ P เท่ากับ 1.24) การลดอุณหภูมิจึงต่ำกว่า 40 °C จะ

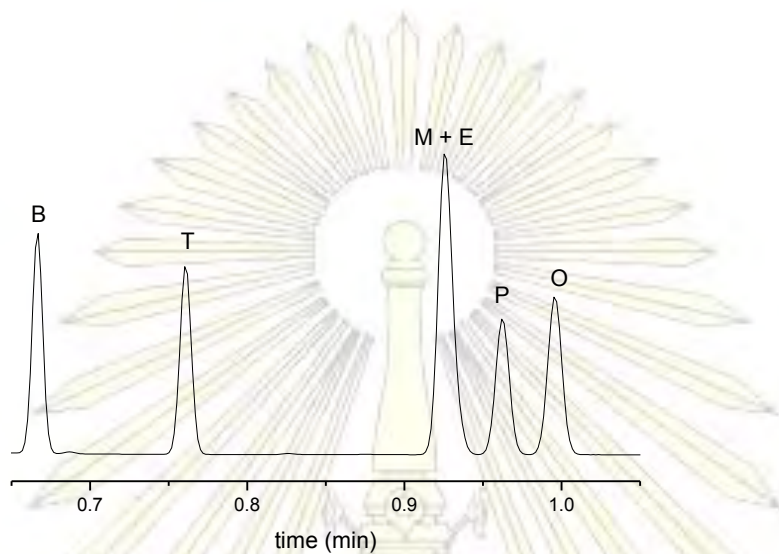
ส่งผลให้การวิเคราะห์ใช้เวลานานมากขึ้น นอกจากนี้ เครื่อง GC ที่ใช้ไม่สามารถควบคุม อุณหภูมิให้คงที่ได้เมื่อทำการทดลองที่อุณหภูมิต่ำใกล้กับอุณหภูมิห้อง ซึ่งหากจำเป็นต้องลด อุณหภูมิให้ต่ำกว่า 40 °C จำเป็นต้องใช้อุปกรณ์เสริม

ดังนั้น อุณหภูมิที่ดีที่สุดสำหรับการแยกสารผสม BTEX ด้วยคอลัมน์ diAc คือ 80 °C ใช้ เวลาวิเคราะห์ 1.47 นาที โดยมีลำดับการแยกของสารเป็น B, T, M, E, P และ O ตามลำดับ และมีค่า R_s ระหว่างคู่พีคที่แยกจากกันได้น้อยที่สุด (P และ O) เท่ากับ 1.28 (รูปที่ 3.12)

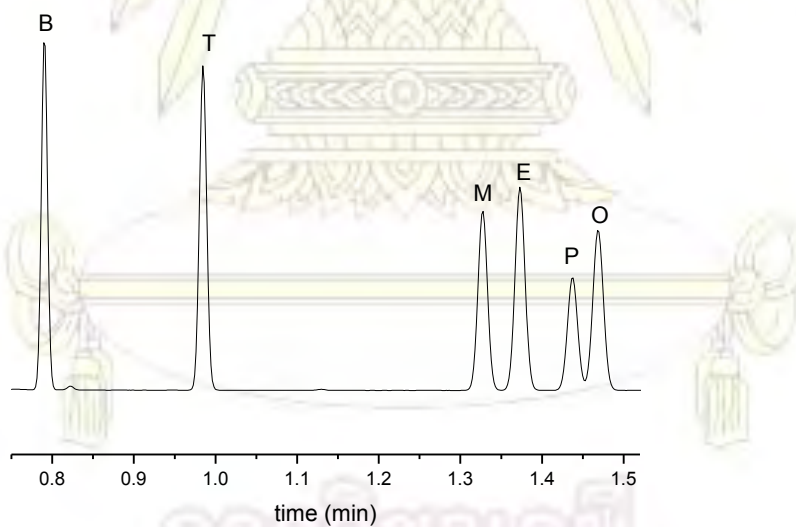


รูปที่ 3.10 โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ diAc ที่อุณหภูมิ 120 °C

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

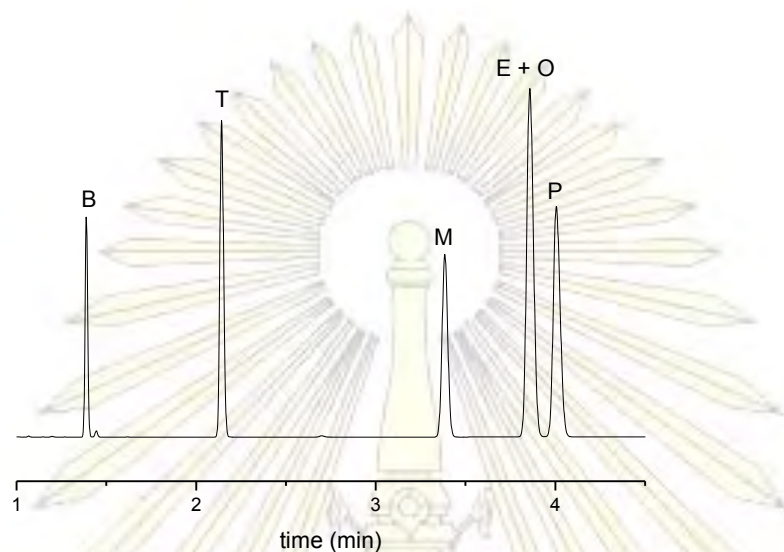


รูปที่ 3.11 โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ diAc ที่อุณหภูมิ 100 °C

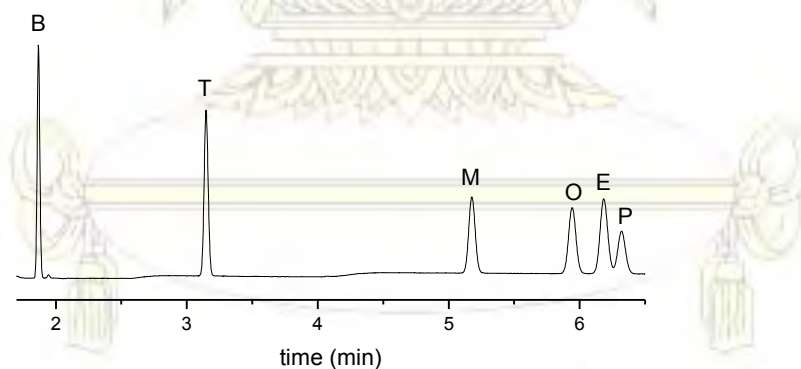


รูปที่ 3.12 โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ diAc ที่อุณหภูมิ 80 °C

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



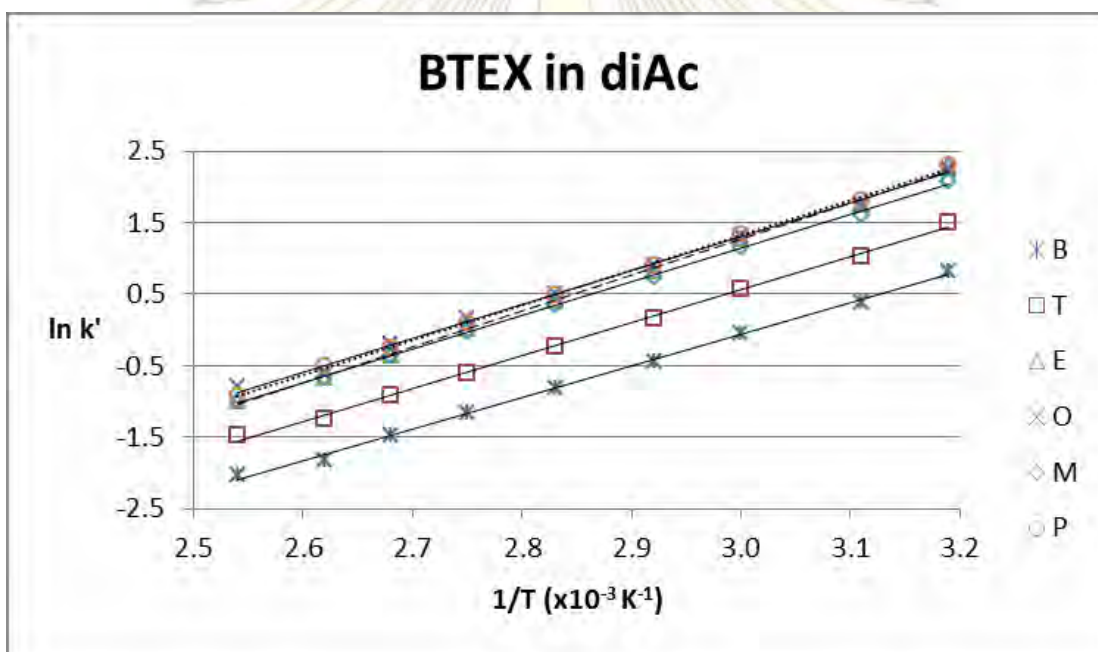
รูปที่ 3.13 โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ diAc ที่อุณหภูมิ 50 °C



รูปที่ 3.14 โครมาโทแกรมการแยก BTEX ด้วยคอลัมน์ diAc ที่อุณหภูมิ 40 °C

ในการหาภาวะการแยกสารผสม BTEX ด้วยคอลัมน์ diAc พบว่าการเปลี่ยนอุณหภูมิส่งผลให้ลำดับการแยกของสารผสมเปลี่ยนไป และการลดอุณหภูมิไม่ได้เพิ่มค่าการแยกเสมอไป เมื่อสร้างกราฟความสัมพันธ์ของ retention ของสารมาตรฐานแต่ละชนิด ($\ln K'$) กับอุณหภูมิการวิเคราะห์ ($1/T$) ดังรูปที่ 3.15 และสมการความสัมพันธ์ดังกล่าว แสดงดังตารางที่ 3.2 พบว่ากราฟมีค่าความเป็นเส้นตรงที่ดี ($R^2 \geq 0.9970$) เส้นกราฟของ B และ T อยู่ห่างจากสารอื่น

อย่างชัดเจน และออกมาก่อนเป็นลำดับต้น ในขณะที่ E, O, M และ P ซึ่งเป็นไอโซเมอร์กัน มีเส้นกราฟที่ใกล้เคียงกันและตัดกันไปมาเมื่อเปลี่ยนอุณหภูมิ อุณหภูมิที่เส้นกราฟของสารตัดกัน สารนั้นจะออกมาพร้อมกัน ไม่สามารถแยกออกจากกันได้ ที่อุณหภูมิสูงกว่าและต่ำกว่าจุดตัด สารทั้งสองจะมีลำดับการแยกสลับกัน เช่น อุณหภูมิ 50 °C เส้นกราฟของ E และ O ซ้อนทับกัน E และ O จึงออกมาพร้อมกันเป็นพีกเดียว ส่วนที่อุณหภูมิ > 50 °C สาร E จะออกมาก่อน O และที่อุณหภูมิ < 50 °C สาร O จะออกมาก่อน E ซึ่งในกรณีที่ลดอุณหภูมิการวิเคราะห์แล้ว ค่าการแยกไม่เพิ่มขึ้น จึงควรสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง retention (k') ของสารที่วิเคราะห์ กับอุณหภูมิ (T) เพื่อทำนายลำดับการแยกและทำนายอุณหภูมิที่ไม่สามารถแยกคู่สารได้



รูปที่ 3.15 กราฟ $\ln k'$ กับ $1/T$ ของ BTEX วิเคราะห์ด้วยคอลัมน์ diAc

ตารางที่ 3.2 ความสัมพันธ์ระหว่าง retention (k') กับอุณหภูมิ (T) ของ BTEX จากคอลัมน์ diAc

สาร	ความสัมพันธ์ $\ln k' = m(1/T) + C$	R^2
B	$y = 4423x - 13.34$	0.9981
T	$y = 4605x - 13.25$	0.9979
E	$y = 5016x - 13.79$	0.9988
O	$y = 4441x - 12.27$	0.9970
M	$y = 4716x - 12.85$	0.9992
P	$y = 4880x - 13.32$	0.9992

จากการวิเคราะห์สารผสม BTEX ด้วยคอลัมน์ที่มีเฟสคงที่มีอนุพันธ์บีตาไซโคลเดกซ์ทรินเป็นส่วนประกอบ 3 ชนิด ได้แก่ diMe, MeAc และ diAc ได้อุณหภูมิที่เหมาะสมในการวิเคราะห์สารผสม BTEX (โดยพิจารณาจากคู่อีกที่แยกจากกันได้น้อยที่สุดมีค่า R_s ไม่น้อยกว่า 1.5), เวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์ และลำดับการแยก สรุปได้ดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 ภาวะที่เหมาะสมและลำดับการแยกของสารผสม BTEX ด้วยคอลัมน์ diMe, MeAc และ diAc

พีคที่	คอลัมน์		
	diMe	MeAc	diAc
1	B	B	B
2	T	T	T
3	P	M	M
4	M	P	E
5	E	E	P
6	O	O	O
อุณหภูมิ (°C)	85	85	80
เวลา (นาที)	1.80	1.32	1.47
k' ของพีคสุดท้าย	2.35	1.40	1.68
คู่อีกที่แยกจากกันน้อยที่สุด	M, E	P, E	P, O
R_s	1.52	1.66	1.28

จากงานวิจัยของสุนิตย์ บุญเพ็ง และเอมอร พันภัย [6] ที่ได้ทำการแยกสารผสม BTEX โดยใช้เฟสคงที่ชนิด OV-1701 พบว่าลำดับการแยก คือ B, T, E, M+P และ O สอดคล้องกับจุดเดือดของสาร โดยสาร M และ P มีจุดเดือดใกล้เคียงกันมาก จึงออกมาพร้อมกัน แม้จะปรับลดอุณหภูมิแล้วก็ยังไม่สามารถแยก M และ P ออกจากกันได้ แต่ในงานวิจัยนี้ได้ใช้คอลัมน์ที่มีอนุพันธ์บีตาไซโคลเดกซ์ทรินเป็นส่วนผสมในเฟสคงที่ โดยอนุพันธ์ไซโคลเดกซ์ทรินมีลักษณะคล้ายถ้วย มีโพรงตรงกลาง สามารถเกิด inclusion complex กับสาร BTEX ที่เป็นสารในกลุ่มแอโรมาติกได้ นอกจากนี้ไซโคลเดกซ์ทรินยังมีสมบัติไครัล จึงอาจเกิดแรงกระทำกับสารที่เป็นไอโซเมอร์ได้แตกต่างกัน ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบการแยกด้วยคอลัมน์ diMe, MeAc และ diAc ซึ่งมีขนาดวงไซโคลเดกซ์ทรินเท่ากัน แต่มีชนิดหรือความเกาะกะของหมู่แทนที่ในตำแหน่ง C2 และ C3 แตกต่างกัน โดยคอลัมน์ diAc ซึ่งมีหมู่แอสีทิลบนหน่วยกลูโคสถึง 2 หมู่ น่าจะมีความเกาะกะมากกว่าหมู่เมทิล และอาจส่งผลต่อการเกิดแรงกระทำกับสาร หรือการเกิด inclusion complex

ได้ ดังจะเห็นได้ว่าสารเกิดแรงกระทำกับ diAc น้อยกว่าอนุพันธ์ diMe หรือ MeAc และใช้เวลาวิเคราะห์น้อยกว่า นอกจากนี้ อาจส่งผลให้ความแตกต่างระหว่างแรงกระทำของสารผสม BTEX กับ diAc น้อยกว่าคอลัมน์อื่น สารจึงไม่สามารถแยกออกจากกันได้สมบูรณ์ อย่างไรก็ตาม ผู้วิจัยยังไม่สามารถอธิบายถึงกลไกการเกิดแรงกระทำระหว่างสารผสม BTEX กับอนุพันธ์บีตาไซโคลเดกซ์ทรินชนิดต่างๆ ซึ่งส่งผลต่อลำดับการแยกที่แตกต่างกัน

จากผลการทดลอง ทำให้ทราบว่าคอลัมน์ที่เหมาะสมที่สุดที่ใช้แยกสารผสม BTEX ในงานวิจัยนี้คือ คอลัมน์ MeAc ที่อุณหภูมิ 85 °C โดยใช้เวลาในการแยก 1.32 นาที มีค่าความสมบูรณ์ในการแยก 1.66 สำหรับงานวิจัยที่ผ่านมา ที่ใช้เทคนิค GC ในการแยกสารผสม BTEX พบว่างานวิจัยของ Yassaa และคณะ [4] ใช้คอลัมน์ CYCLODEX-B ที่มีความยาวถึง 30 m สามารถแยกสารผสม BTEX ออกจากกันได้สมบูรณ์แต่ใช้เวลานานถึง 15.30 นาที งานวิจัยของ Shi และคณะ [3] ใช้คอลัมน์ยาว 20 m ใช้เฟสคงที่เป็นอนุพันธ์บีตาไซโคลเดกซ์ทริน 4 ชนิด แยกไซลีนทั้งสามไอโซเมอร์ พบว่าสามารถแยกได้สมบูรณ์ ใช้เวลาในการแยก 4.50-6.10 นาทีขึ้นกับชนิดของเฟสคงที่ งานวิจัยของ Campos-Candel และคณะ [5] รายงานการแยกสารผสม BTEX ออกจากกันได้สมบูรณ์ใช้เฟสคงที่ชนิด CYCLODEX-B โดยใช้เวลา 12.00 นาที และงานวิจัยของสุนิตย์ บุญเพ็ง และเอมอร พันภัย [6] รายงานการแยกสารผสม BTEX ด้วยอนุพันธ์ไซโคลเดกซ์ทรินที่มีขนาดแตกต่างกัน 3 ชนิด คือ แอลฟา, บีตา และ แกมมา ไซโคลเดกซ์ทรินพบว่า แอลฟาและบีตาไซโคลเดกซ์ทรินสามารถแยกสารผสม BTEX ออกจากกันได้สมบูรณ์และใช้เวลา 2.20 และ 2.10 นาทีตามลำดับ ซึ่งเมื่อเทียบกับผลที่ได้จากงานวิจัยนี้ พบว่า งานวิจัยนี้สามารถแยกสารผสม BTEX ได้สมบูรณ์ โดยใช้คอลัมน์ยาวเพียง 15 m และใช้เวลาในการแยกน้อยที่สุดเมื่อเทียบกับรายงานที่ผ่านมา

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 4

สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ศึกษาการแยกสารผสม BTEX ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟี ที่ใช้แคปิลารีคอลัมน์ ความยาวประมาณ 15 เมตร เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.25 มิลลิเมตร และความหนาของฟิล์มเฟส คงที่ 0.25 ไมโครเมตร โดยใช้เฟสคงที่ที่มีส่วนผสมของอนุพันธ์บีตาไซโคลเดกซ์ทรินแตกต่างกัน 3 ชนิด คือ heptakis(2,3-di-O-methyl-6-O-*tert*-butyldimethylsilyl)- β -CD (หรือ diMe); heptakis(2-O-methyl-3-O-acetyl-6-O-*tert*-butyldimethylsilyl)- β -CD (หรือ MeAc) และ heptakis(2,3-di-O-acetyl-6-O-*tert*-butyldimethylsilyl)- β -CD (หรือ diAc) เพื่อศึกษาผลของ ชนิดของหมู่แทนที่บนวงไซโคลเดกซ์ทรินที่มีต่อการแยก และหาภาวะที่เหมาะสมในการแยก สารผสมด้วยคอลัมน์แต่ละชนิด พบว่า คอลัมน์ diMe และ MeAc แยกสารผสม BTEX ได้อย่าง สมบูรณ์ที่อุณหภูมิ 85 °C ด้วยเวลา 1.80 และ 1.32 นาที ตามลำดับ แต่ให้ลำดับการแยกของ สารที่เป็นไอโซเมอร์กันแตกต่างกัน โดยลำดับการแยกเมื่อใช้คอลัมน์ diMe คือ B, T, P, M, E และ O และลำดับการแยกเมื่อใช้คอลัมน์ MeAc คือ B, T, M, P, E และ O ในขณะที่คอลัมน์ diAc ไม่สามารถแยกสารผสม BTEX ได้อย่างสมบูรณ์ในช่วงอุณหภูมิที่ทำการศึกษา นอกจากนี้ ยังให้ลำดับการแยกของสารแตกต่างกันไปจากคอลัมน์ diMe และ MeAc ด้วย ซึ่งจากผลการ ทดลองจะเห็นว่า ชนิดของหมู่แทนที่บนวงไซโคลเดกซ์ทรินมีผลต่อคุณภาพการแยกและลำดับ การแยกสารผสม BTEX

สำหรับการแยกสารผสม BTEX ด้วยคอลัมน์ MeAc พบว่าสามารถแยกได้อย่างสมบูรณ์ และใช้เวลาน้อยที่สุดเมื่อเทียบกับรายงานวิจัยที่ผ่านมา เมื่อเปรียบเทียบความกะกะของหมู่ แทนที่และความมีขั้วของอนุพันธ์ไซโคลเดกซ์ทริน จะได้ว่า diAc > MeAc > diMe ตามลำดับ โดยอนุพันธ์ MeAc มีความกะกะของหมู่แทนที่และความมีขั้วปานกลาง และเป็นอนุพันธ์ที่ยังไม่ มีการศึกษามากนัก จึงน่าจะเป็นทางเลือกหนึ่งที่น่าสนใจในการใช้เป็นเฟสคงที่สำหรับวิเคราะห์ สารผสมและไอโซเมอร์ประเภทอื่นๆ นอกเหนือจากอนุพันธ์ diMe และ diAc ซึ่งมีรายงานการ ใช้มาก่อนแล้ว

ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์

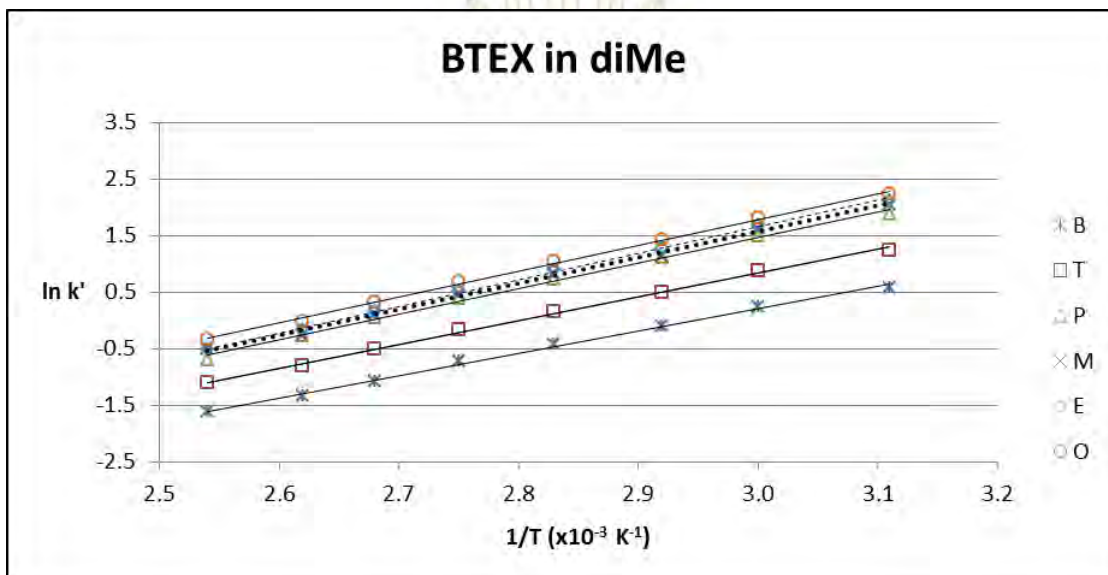
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

เอกสารอ้างอิง

- [1] Costa, A. S.; Romao, L. P. C.; Araujo, B. R.; Lucas, S. C. O.; Maciel, S. T. A.; Wisniewski, A.; Alexandre, M. R., Environmental strategies to remove volatile aromatic fractions (BTEX) from petroleum industry wastewater using biomass. *Bioresource Technology* **2012**, *105*, 31-39.
- [2] Baroja, O.; Rodriguez, E.; de Balugera, Z. G.; Goicolea, A.; Unceta, N.; Sampedro, C.; Alonso, A.; Barrio, R. J., Speciation of volatile aromatic and chlorinated hydrocarbons in an urban atmosphere using TCT-GC/MS. *Journal of Environmental Science and Health, Part A: Toxic/Hazardous Substances and Environmental Engineering* **2005**, *40*, 343-367.
- [3] Shi, X.; Liang, P.; Gao, X., The capillary gas chromatography properties of four β -cyclodextrin derivatives with allyl groups or propyl groups on 3-position or 6-position of β -cyclodextrin. *Analytica Chimica Acta* **2005**, *548*, 86-94.
- [4] Yassaa, N.; Brancaleoni, E.; Frattoni, M.; Ciccioli, P., Isomeric analysis of BTEXs in the atmosphere using β -cyclodextrin capillary chromatography coupled with thermal desorption and mass spectrometry. *Chemosphere* **2006**, *63*, 502-508.
- [5] Compos-Candel, A.; Llobat-Estellés, M.; Mauri-Aucejo, A., Comparative evaluation of liquid chromatography versus gas chromatography using a β -cyclodextrin stationary phase for the determination of BTEX in occupational environments. *Talanta* **2009**, *78*, 1286-1292.
- [6] สุวนิตย์ บุญเพ็ญ; เอมอร พันภัย, Separation of BTEX by gas chromatography using cyclodextrin derivatives as stationary phases. โครงการการเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์ของคณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ประจำปีการศึกษา 2543.
- [7] Shim, H.; Hwang, B.; Yang, S. T., Separation of benzene, toluene, ethylbenzene and xylenes by micellar electrokinetic capillary chromatography. *Environmental Technology* **2004**, *25*, 51-56.

- [8] Nasreddine, R.; Person, V.; Serra, C. A.; Le Calvé, S., Development of novel portable miniaturized GC for near real-time low level detection of BTEX. *Sensors and Actuators B: Chemical* **2016**, *224*, 159-169.
- [9] World O-Xylene Supply to Exceed 3.66 Million Tonnes in 2015, <http://mcgroup.co.uk/news/20131101/oxylene-supply-exceed-366-million-tonnes-2015.html> (accessed on 27 March 2016).
- [10] Aromatics, <http://www.pttgcgroup/th/product/aromatics> (accessed on 27 March 2016).
- [11] MSDS research, <http://msds.pcd.go.th/searchName.asp?VID=2413> (accessed on 27 March 2016).
- [12] Mitra, S.; Roy, P., BTEX: A serious ground-water contaminant. *Research Journal of Environmental Sciences*. **2011**, *5*, 394-398.
- [13] แม้น อมรสิทธิ์ และคณะ. *Principle and Techniques of Instrumental Analysis PART II Chromatography and Others*. ชวนพิมพ์, 2553.
- [14] Szejtli, J., Introduction and general overview of cyclodextrin chemistry. *Chemical Reviews* **1998**, *98*, 1743-1753.
- [15] สุเชาว์ ดอนพุดชา; วิเชียร रिमพนิชยกิจ, Cyclodextrin glycosyltransferase. วารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ปีที่ 31 ฉบับที่ 6.
- [16] Vinodh, M.; Alipour, F. H.; Mohamad, A. A.; Azemi T. F., Molecular assemblies of porphyrins and macrocyclic receptors: Recent developments in their synthesis and applications. *Molecules* **2012**, *17*, 11763-11799.
- [17] Cyclodextrins complex, http://www.pracofar.com/ES/cyclodextrin_comp.html (accessed on 27 March 2016).
- [18] Calvin, J. G.; Spencer, L. S.; Larry, R.; George, S.; Stewart, H., Plate height in gas chromatography. *Analytical Chemistry* **1960**, *7*, 867-870.

ภาคผนวก

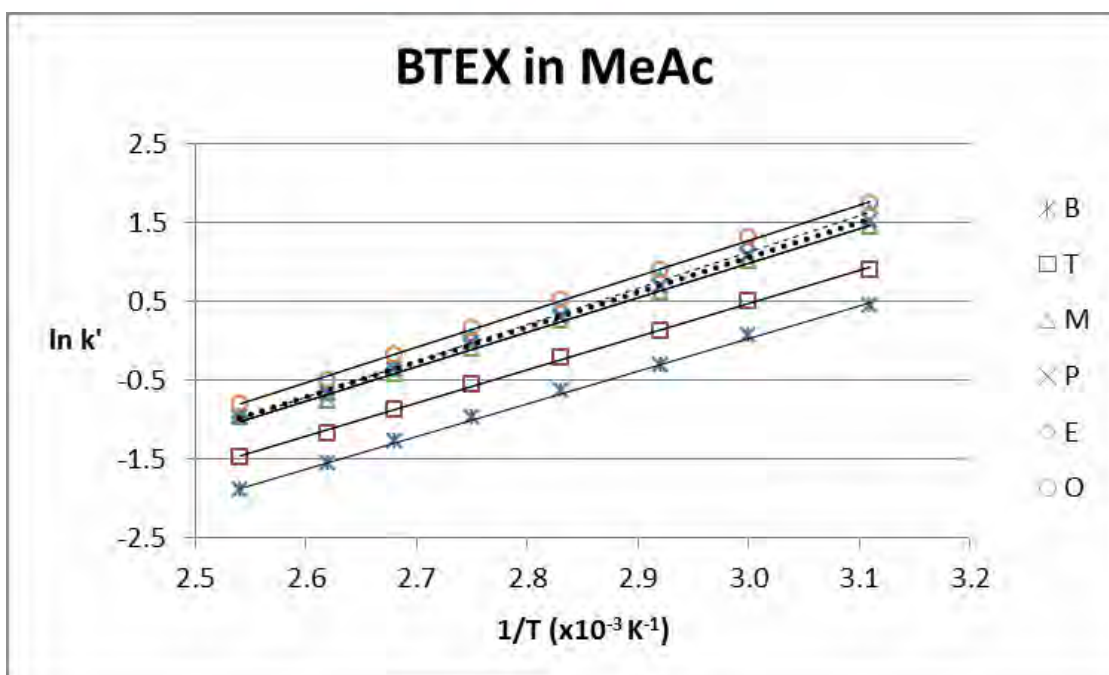


รูปที่ A1 กราฟ $\ln k'$ กับ $1/T$ ของ BTEX วิเคราะห์ด้วยคอลัมน์ diMe

ตารางที่ A1 ความสัมพันธ์ระหว่าง retention (k') กับอุณหภูมิ (T) ของ BTEX จากคอลัมน์ diMe

สาร	ความสัมพันธ์ $\ln k' = m(1/T) + C$	R^2
B	$y = 3939x - 11.61$	0.9973
T	$y = 4195x - 11.75$	0.9981
E	$y = 4676x - 12.38$	0.9984
O	$y = 4580x - 11.96$	0.9981
M	$y = 4586x - 12.19$	0.9956
P	$y = 4520x - 12.10$	0.9967

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ A2 กราฟ $\ln k'$ กับ $1/T$ ของ BTEX วิเคราะห์ด้วยคอลัมน์ MeAc

ตารางที่ A2 ความสัมพันธ์ระหว่าง retention (k') กับอุณหภูมิ (T) ของ BTEX จากคอลัมน์ MeAc

สาร	ความสัมพันธ์ $\ln k' = m(1/T) + C$	R^2
B	$y = 4132x - 12.36$	0.9984
T	$y = 4226x - 12.20$	0.9989
E	$y = 4628x - 12.49$	0.9984
O	$y = 4527x - 12.31$	0.9990
M	$y = 4373x - 12.14$	0.9976
P	$y = 4441x - 12.27$	0.9992

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ประวัติผู้วิจัย

นายธีระภษณ์ เสงี่ยมสุข เกิดเมื่อวันที่ 28 ธันวาคม พ.ศ. 2536 ที่จังหวัดสมุทรปราการ สำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมศึกษาตอนปลาย สายสามัญ แผนการเรียน วิทยาศาสตร์-คณิตศาสตร์ จากโรงเรียนอัสสัมชัญ สมุทรปราการ จังหวัดสมุทรปราการ เมื่อปีการศึกษา 2554 จากนั้นเข้าศึกษาต่อในระดับปริญญาตรี หลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2555 ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้หลังจบการศึกษา ระดับปริญญาตรี คือ บ้านเลขที่ 1596/557 หมู่บ้านรินทอง ถนนสุขุมวิท ตำบลเทพารักษ์ อำเภอเมือง จังหวัดสมุทรปราการ 10270 email: jobman_yoman@hotmail.com

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย