

ภาวะการแยกอีแนนทิโอเมอร์ของแอลกอฮอล์ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟี
ที่ใช้อนุพันธ์ไซโคลเดกซ์ทรินเป็นเฟสคงที่

Conditions for enantiomeric separation of alcohols by
gas chromatography using derivatized cyclodextrin stationary phase

โดย

นางสาวธาริกา ล้อมเจริญวงศ์

รายงานเล่มนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2562

โครงการ ภาวะการแยกอิกแนนทีโอเมอร์ของแอลกอฮอล์ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟีที่ใช้อนุพันธ์ไซโคลเดกซ์ทรินเป็น
เฟสคงที่

โดย นางสาวธาริกา ล้อมเจริญวงษ์

ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ

- | | |
|--|------------------|
| 1. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.มนพิชา ศรีสะอาด | ประธานกรรมการ |
| 2. อาจารย์ ดร.ดวงกมล ตุงคะสมิต | กรรมการ |
| 3. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อรุณศิริ ชิตางกูร | อาจารย์ที่ปรึกษา |

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดยหัวหน้าภาควิชาเคมี

อรุณศิริ ชิตางกูร
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อรุณศิริ ชิตางกูร)
อาจารย์ที่ปรึกษา

ว. พาราสุข
(รองศาสตราจารย์ ดร.วุฒิชัย พาราสุข)
หัวหน้าภาควิชาเคมี
วันที่ เดือน พฤษภาคม พ.ศ. 2563

Project Title Conditions for enantiomeric separation of alcohols by gas chromatography using derivatized cyclodextrin stationary phase

Student Name Miss Tarika Lomcharoenwong Student ID 5933052323

Advisor Name Assistant Professor Dr. Aroonsiri Shitangkoon

Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Academic Year 2019

Abstract

The enantiomeric separation of 36 alcohols (with two major core structures: 1-phenyl-ethanol and 1-phenyl-1-propanol) was studied by gas chromatography using heptakis(2-*O*-methyl-3-*O*-acetyl-6-*O*-*tert*-butyldimethylsilyl)- β -cyclodextrin as a stationary phase. This research aimed to use a preliminary temperature program condition to find the optimum isothermal condition. The analysis was performed by temperature program, starting from column temperature of 40 °C with an increase rate of 3.24 °C/min. If resolution (R_s) was less than 1.5, this stationary phase should not be used. If the R_s of 3 or higher was obtained, the isothermal temperature of higher than elution temperature could be used as a starting point. Complete enantiomeric separation of 33 alcohols could be achieved in this work. Among them, 1-(2-(trifluoromethyl)phenyl)ethanol or oCF_3 -PE could be completely separated into their enantiomers with the shortest analysis time of only 1.037 minutes.

Keywords: enantiomer, gas chromatography, alcohol, cyclodextrin

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยความกรุณาจากผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อรุณศิริ ชิตางกูร อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ ที่ได้ให้คำปรึกษาและคำแนะนำที่เป็นประโยชน์ต่องานวิจัย ตลอดจนปรับปรุงแก้ไข ข้อบกพร่องต่างๆ ที่เกิดขึ้นระหว่างการดำเนินงาน ขอขอบคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.มนพิชา ศรีสะอาด และ อาจารย์ ดร.ดวงกมล ตุงคะสมิต ที่ให้เกียรติเป็นกรรมการสอบและชี้ข้อบกพร่องของเล่มรายงาน และ ขอขอบคุณพี่สุชาดา ม่วงศรี ที่ให้คำแนะนำและความช่วยเหลือต่างๆ ในงานวิจัยนี้ ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณ เป็นอย่างสูงไว้ ณ ที่นี้

ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณ ภาควิชาเคมี และคณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับทุนโครงการการเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์ สถานที่และเครื่องมือในการทำโครงการวิจัยนี้ สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณบิดา มารดา ญาติพี่น้อง และเพื่อนทุกคนที่ให้กำลังใจ รวมทั้งคณาจารย์ทุกท่าน และ ใคร่ขอกราบขอบพระคุณผู้ที่กล่าวนามและที่ไม่ได้กล่าวนาม แต่มีส่วนเกี่ยวข้องกับงานวิจัยเสร็จลุล่วง ไว้ ณ โอกาสนี้ด้วย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ง
กิตติกรรมประกาศ	จ
สารบัญ	ฉ
สารบัญตาราง	ช
สารบัญรูป	ซ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์และขอบเขตของงานวิจัย	2
1.3 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	2
1.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	5
1.5 ประโยชน์ที่จะได้จากงานวิจัย	7
บทที่ 2 การทดลอง	8
2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์	8
2.2 แก๊สและสารเคมี	8
2.3 ไคร้ลแอลกอฮอล์	8
2.4 การวิเคราะห์ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟี	11
บทที่ 3 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง	14
3.1 ประสิทธิภาพของคอลัมน์	14
3.2 การแยกอีแนนทีโอเมอร์	14
บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง	26
เอกสารอ้างอิง	28
ภาคผนวก	31
ประวัติผู้วิจัย	39

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
1.1 สมบัติของแอลฟา, บีตา, และแกมมาไซโคลเดกซ์ทริน	5
2.1 ชื่อและโครงสร้างของแอลกอฮอล์ที่ใช้ในการวิเคราะห์	8
3.1 retention time (t_R), elution temperature และ resolution (R_s) ของแอลกอฮอล์ 36 ชนิด จากภาวะโปรแกรมอุณหภูมิ อัตรา 3.24 °C/min.....	16
3.2 ผลการแยกคู่อิแนนท์โอเมอร์ของแอลกอฮอล์ 36 ชนิด ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิ และภาวะอุณหภูมิคงที่ที่ให้ค่า R_s ใกล้เคียง 1.5 และ 2.0	21
A1 ผลการแยกคู่อิแนนท์โอเมอร์ของแอลกอฮอล์ 36 ชนิด ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิ เริ่มต้นที่ 40 °C อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 3.24 °C/min	31
A2 ผลการแยกคู่อิแนนท์โอเมอร์ของแอลกอฮอล์ 36 ชนิด ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่ที่ให้ค่า resolution ใกล้เคียง 1.5 ($R_s \approx 1.5$)	32
A3 ผลการแยกคู่อิแนนท์โอเมอร์ของแอลกอฮอล์ 36 ชนิด ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่ที่ให้ค่า resolution ใกล้เคียง 2.0 ($R_s \approx 2.0$)	33
A4 ผลการแยกคู่อิแนนท์โอเมอร์ของแอลกอฮอล์ 36 ชนิด ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่อย่างน้อย 5 อุณหภูมิ	34

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
1.1 โครงสร้างของ heptakis(2- <i>O</i> -methyl-3- <i>O</i> -acetyl-6- <i>O</i> - <i>tert</i> -butyldimethylsilyl)- β -CD	2
1.2 (a) สูตรทั่วไปของไซโคลเดกซ์ทริน; (b) รูปทรงของไซโคลเดกซ์ทริน; (c) โครงสร้างทางเคมี และขนาดของแอลฟา, บีตา, และแกมมาไซโคลเดกซ์ทริน ...	4
3.1 โครมาโทแกรมของ pF-PE (อุณหภูมิเริ่มต้น 40 °C เพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตรา 3.24 °C/min)	15
3.2 โครมาโทแกรมของ oBr-PE ที่อุณหภูมิคงที่ช่วง 120 ถึง 160 °C	18
3.3 โครมาโทแกรมของ oBr-PE ที่อุณหภูมิคงที่ 158 และ 149 °C	18
3.4 โครมาโทแกรมของ mBr-PE ที่อุณหภูมิคงที่ช่วง 140 ถึง 120 °C	19
3.5 โครมาโทแกรมของ 4OH ที่อุณหภูมิคงที่ช่วง 120 ถึง 100 °C	20
3.6 โครมาโทแกรมของ oCF ₃ -PE ที่อุณหภูมิคงที่ 146 และ 140 °C	22
3.7 (a) ค่า R _s ของการแยกคู่อิแนนท์ไอเมอร์ของแอลกอฮอล์ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิ เรียงลำดับแอลกอฮอล์ตามค่า R _s จากมากไปน้อย; (b) ค่า k' ₂ ของแอลกอฮอล์วิเคราะห์ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่ที่ให้ค่า R _s ใกล้เคียง 1.5; (c) ผลต่างของอุณหภูมิคงที่ (ที่ให้ค่า R _s ใกล้เคียง 1.5) กับ elution temperature ที่ได้จากภาวะโปรแกรมอุณหภูมิของแอลกอฮอล์ (ทุกรูป เรียงลำดับแอลกอฮอล์ตาม (a))	23

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

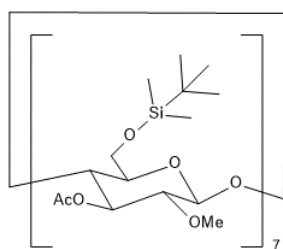
อีแนนทิโอเมอร์จัดเป็นสเตอริโอไอโซเมอร์ชนิดหนึ่งที่ไม่เลกุลมีองค์ประกอบเหมือนกัน แต่มีการจัดเรียงตัวในสามมิติแตกต่างกัน เป็นภาพสะท้อนในกระจกเงาซึ่งกันและกัน คู่อีแนนทิโอเมอร์จะมีสมบัติทางกายภาพและทางเคมีเหมือนกัน เช่น จุดเดือด จุดหลอมเหลว ยกเว้นสมบัติในการหมุนระนาบแสงโพลาไรซ์ ซึ่งจะหมุนในทิศทางตรงกันข้าม [1] อีแนนทิโอเมอร์เป็นสารที่พบได้ทั่วไปทั้งในธรรมชาติและสารสังเคราะห์ จึงมีความสำคัญในการใช้งานโดยเฉพาะทางด้านเภสัชกรรม อีแนนทิโอเมอร์อาจแสดงสมบัติทางเภสัชวิทยาและพิษวิทยาแตกต่างกัน [2] ตัวอย่างเช่น ยา thalidomide ในรูป (*R*)-enantiomer มีฤทธิ์เป็นยานอนหลับ ส่วนในรูป (*S*)-enantiomer จะเป็นสารที่ก่อให้เกิดความผิดปกติในการพัฒนาของร่างกาย [3] จึงควรใช้ยาในรูปอีแนนทิโอเมอร์เดี่ยว เพื่อลดผลข้างเคียงที่รุนแรงและไม่พึงประสงค์ของอีแนนทิโอเมอร์หนึ่ง นอกจากนี้ยังเป็นการลดของเสียที่ไม่ต้องการอีกด้วย

ในอดีต การสังเคราะห์ยาที่มีสมบัติไครล์มักจะได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นของผสมของคู่อีแนนทิโอเมอร์ หรือที่เรียกว่าสารผสมราซีมิก (racemic mixture) แต่ในปัจจุบันได้มีการพัฒนาวิธีการสังเคราะห์แบบอสมมาตร เพื่อให้ได้อีแนนทิโอเมอร์เดี่ยวที่มีฤทธิ์ตามต้องการ จึงจำเป็นต้องมีวิธีตรวจสอบความบริสุทธิ์ของอีแนนทิโอเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ โดยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (gas chromatography, GC) ที่ใช้เฟสคงที่มีสมบัติไครล์ จะเหมาะสำหรับการวิเคราะห์อีแนนทิโอเมอร์ที่กลายเป็นไอได้ง่ายและเสถียรต่อความร้อน [4, 5]

ที่ผ่านมามีการใช้อนุพันธ์ไซโคลเดกซ์ทริน (cyclodextrin, CD) เป็นเฟสคงที่ชนิดไครล์ ในการวิเคราะห์อีแนนทิโอเมอร์ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟี เช่น การวิเคราะห์อีแนนทิโอเมอร์ในเครื่องปรุงรสและเครื่องแต่งกลิ่น (flavor and fragrance) [6] โดย CD เป็น oligosaccharides ที่เชื่อมต่อกันด้วยพันธะ α -1,4-glycosidic มีลักษณะเป็นวง ส่วนใหญ่ประกอบด้วยกลูโคส 6-8 หน่วย โดยมักเรียกว่า α -, β - และ γ -CDs ตามลำดับ โดย CD มีลักษณะคล้ายถ้วย โพรงตรงกลางของโมเลกุลมีสมบัติไฮโดรโฟบิก ส่วนด้านนอกมีสมบัติไฮโดรฟิลิก ด้วยโครงสร้างและสมบัติเหล่านี้ทำให้ CD สามารถเกิด inclusion complex กับสารได้หลายชนิด [7] ในการใช้ CD เป็นเฟสคงที่สำหรับ GC มักใช้ในรูปแบบอนุพันธ์ที่มีการเปลี่ยนหมู่ไฮดรอกซิลบนคาร์บอนตำแหน่งที่ 2, 3 และ 6 ของน้ำตาลกลูโคส ให้กลายเป็นหมู่ฟังก์ชันชนิดอื่นๆ โดยผ่านปฏิกิริยาต่างๆ เช่น acylation และ alkylation เป็นต้น [8] เพื่อทำให้ CD มีสมบัติในการใช้เป็นเฟสคงที่ที่เหมาะสม และนำไปใช้งานได้หลากหลายขึ้น โดยงานวิจัยที่ผ่านมา พบว่ามีการใช้อนุพันธ์ β -CD ประเภทต่างๆ แยกอีแนนทิโอเมอร์ได้หลายหลายชนิด เช่น แอลกอฮอล์, แอลดีไฮด์, อนุพันธ์ของกรดคาร์บอกซิลิก และเอมีน เป็นต้น [7,9,10]

ในงานวิจัยนี้สนใจศึกษาการแยกอีแนนทิโอเมอร์ของแอลกอฮอล์ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟี เนื่องจากแอลกอฮอล์ที่มีสมบัติไครล์มีความสำคัญอย่างมากในอุตสาหกรรมยา และใช้เป็นสารเคมีสำหรับการเกษตร [11,12] โดยเลือกใช้ heptakis(2-*O*-methyl-3-*O*-acetyl-6-*O*-*tert*-butyldimethylsilyl)- β -cyclodextrin

(รูปที่ 1.1) เป็นเฟสคงที่ชนิดไครัล เนื่องจากมีรายงานเบื้องต้นว่าสามารถแยกสารในกลุ่ม แอลกอฮอล์ อีเทอร์ อีพอกไซด์ เอสเทอร์ และคีโตนบางชนิดได้ [13] แต่มีจำนวนสารที่ศึกษาไม่มากนัก ซึ่งงานวิจัยนี้จะศึกษาเพิ่มเติมโดยเพิ่มจำนวนแอลกอฮอล์ที่นำมาทดสอบรวม 36 ชนิด จะวิเคราะห์คู่อิแนนทิโอเมอร์ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิและหาภาวะอุณหภูมิคงที่ที่เหมาะสมที่สุดซึ่งให้การแยกสมบูรณ์และใช้เวลาน้อย รวมทั้งศึกษาผลของโครงสร้างหลักของแอลกอฮอล์ (เช่น 1-phenylethanol; 1-phenyl-1-propanol; 1,2,3,4-tetrahydro-1-naphthol) รวมทั้งชนิด (เช่น F, Cl, Br, Me, OMe) และตำแหน่งของหมู่แทนที่บนวงแอร์แมติก (*ortho*, *meta*, *para*) ที่มีผลต่อการแยกของคู่อิแนนทิโอเมอร์ [14]



รูปที่ 1.1 โครงสร้างของ heptakis(2-*O*-methyl-3-*O*-acetyl-6-*O*-*tert*-butyldimethylsilyl)- β -CD

1.2 วัตถุประสงค์และขอบเขตของงานวิจัย

เพื่อหาภาวะเบื้องต้นจากโปรแกรมอุณหภูมิและหาภาวะอุณหภูมิคงที่ที่เหมาะสมที่สุด สำหรับการแยกคู่อิแนนทิโอเมอร์ของแอลกอฮอล์ด้วย GC ที่ใช้ heptakis(2-*O*-methyl-3-*O*-acetyl-6-*O*-*tert*-butyldimethylsilyl)- β -CD เป็นเฟสคงที่

1.3 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

1.3.1 แก๊สโครมาโทกราฟี (gas chromatography, GC) [15,16,17,18]

แก๊สโครมาโทกราฟีเป็นเทคนิคหนึ่งทางโครมาโทกราฟี ใช้แยกองค์ประกอบของผสมที่กลายเป็นไอได้ง่าย (มวลโมเลกุลไม่สูงมาก) และไม่สลายตัวเมื่อได้รับความร้อน เป็นเทคนิคที่นิยมใช้กันอย่างกว้างขวางทั้งในอุตสาหกรรม การศึกษา และงานวิจัย เพราะมีความสามารถในการแยก วิเคราะห์องค์ประกอบของผสมที่ซับซ้อนได้ อีกทั้งยังมีความจำเพาะต่อสาร มีความไว และวิเคราะห์ได้รวดเร็ว

โดยหลักการส่วนใหญ่ สารตัวอย่างจะถูกเปลี่ยนเป็นแก๊สที่บริเวณ inlet และจะถูกพาเข้าสู่คอลัมน์ด้วยเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase) หรือแก๊สตัวพา (carrier gas) ซึ่งเป็นแก๊สที่ไม่ทำปฏิกิริยากับสารตัวอย่างภายในคอลัมน์มีเฟสคงที่ (stationary phase) ที่ทำหน้าที่ในการแยก สารตัวอย่างผสมจะถูกแยกออกจากกันได้โดยอาศัยความแตกต่างของการกระจายตัวของสารระหว่างเฟสคงที่กับเฟสเคลื่อนที่ ซึ่งเกี่ยวกับความแตกต่างของสมบัติทางเคมี โครงสร้าง น้ำหนักโมเลกุล จุดเดือด ของสารแต่ละชนิด จากนั้นสารที่แยกได้จะผ่านเข้าสู่เครื่องตรวจวัด (detector) ทำให้เกิดสัญญาณไฟฟ้าส่งไปยังระบบประมวลผล และรายงานผลออกมาในรูปโครมาโทแกรม (chromatogram) เทคนิค GC สามารถใช้วิเคราะห์สารผสมได้ทั้งเชิงคุณภาพและเชิง

ปริมาณ โดยการวิเคราะห์ในเชิงคุณภาพสามารถระบุเอกลักษณ์ของสารองค์ประกอบได้โดยการเทียบเวลากับสารมาตรฐานหรือใช้เครื่องตรวจวัดที่จำเพาะ ส่วนการวิเคราะห์เชิงปริมาณ สามารถคำนวณความเข้มข้นหรือปริมาณของสารได้จากพื้นที่ใต้พีคหรือความสูงของพีค โดยส่วนประกอบหลักของเครื่อง GC มีดังนี้

1. แก๊สตัวพา (carrier gas)

ทำหน้าที่เป็นเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase) พาสารตัวอย่างจากส่วนฉีดสาร เข้าสู่คอลัมน์ จากนั้นจึงเข้าสู่เครื่องตรวจวัด แก๊สตัวพาควรเป็นแก๊สที่ไม่ทำปฏิกิริยากับสารตัวอย่าง และมีความบริสุทธิ์สูง ส่วนใหญ่นิยมใช้แก๊ส helium, hydrogen หรือ nitrogen

2. ส่วนฉีดสาร (inlet หรือ injector)

เป็นส่วนที่นำสารตัวอย่างเข้าสู่เครื่อง GC มักฉีดสารตัวอย่างโดยใช้ microsyringe และโดยส่วนใหญ่จะตั้งอุณหภูมิสูงเพื่อให้สารตัวอย่างกลายเป็นแก๊ส สำหรับงานวิจัยนี้จะเลือกใช้ inlet ชนิด split injector ซึ่งสามารถนำสารปริมาณน้อยเข้าสู่คอลัมน์ได้ดี

3. คอลัมน์ (column)

เป็นส่วนที่สารตัวอย่างเกิดการแยก ภายในจะบรรจุเฟสคงที่ (stationary phase) โดยคอลัมน์ที่มีประสิทธิภาพดี จะมีจำนวนเพลตทางทฤษฎีมาก คอลัมน์ที่นิยมใช้สำหรับการวิเคราะห์สารปริมาณน้อย และมีประสิทธิภาพสูง คือ แคปิลลารีคอลัมน์ (capillary column) มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.10-0.32 mm และความยาว 10-100 m นิยมทำจาก fused silica โดยจะมีเฟสคงที่เคลือบหรือยึดอยู่ที่ผนังด้านในของคอลัมน์เป็นลักษณะฟิล์มบาง

4. ตู้อบ (oven)

ทำหน้าที่ควบคุมอุณหภูมิของคอลัมน์ที่ใช้ในการแยกสารตัวอย่าง โดยอุณหภูมิที่ใช้แยกจะขึ้นอยู่กับชนิดของสารและชนิดของเฟสคงที่ การใช้อุณหภูมิต่ำจะทำให้การแยกดีขึ้น แต่สารใช้เวลาอยู่ในคอลัมน์นาน การเพิ่มอุณหภูมิจะช่วยให้สารออกเร็วขึ้น แต่คุณภาพการแยกจะลดลง โดยอุณหภูมิที่ใช้แยกสารมี 2 แบบคือ

- อุณหภูมิคงที่ (isothermal separation) คือ การใช้อุณหภูมิคงที่ตลอดการวิเคราะห์ ข้อดี คือ ตู้อบมีความพร้อมในการวิเคราะห์เสมอ เนื่องจากไม่ต้องเปลี่ยนอุณหภูมิ เหมาะกับสารที่มีชนิดองค์ประกอบไม่มาก ข้อเสีย คือ การแยกสารที่มีองค์ประกอบหลายชนิดที่มีสมบัติแตกต่างกัน จะใช้เวลานาน และได้พีคที่กว้าง (broad) ทำให้ยากต่อการตรวจวัด
- โปรแกรมอุณหภูมิ (temperature program) คือ การวิเคราะห์โดยปรับเปลี่ยนอุณหภูมิ ข้อดี คือ สามารถใช้แยกสารที่มีองค์ประกอบหลายชนิดที่มีสมบัติแตกต่างกัน และได้พีคที่แคบกว่าแบบอุณหภูมิคงที่ ข้อเสีย คือ ต้องใช้เวลาในการรอให้อุณหภูมิของคอลัมน์เย็นลง ก่อนทำการวิเคราะห์ครั้งต่อไป

5. เครื่องตรวจวัด (detector)

ทำหน้าที่ตรวจวัดปริมาณสารที่ผ่านออกมาจากคอลัมน์ โดยมีแก๊สตัวพานำเข้าสู่เครื่องตรวจวัด การเลือกใช้เครื่องตรวจวัดขึ้นอยู่กับชนิดของสารและความไวของเครื่องตรวจวัด โดยในงานวิจัยนี้เลือกใช้เครื่องตรวจวัดชนิด flame ionization detector (FID) ซึ่งเหมาะกับสารประกอบอินทรีย์ โดยที่เครื่อง

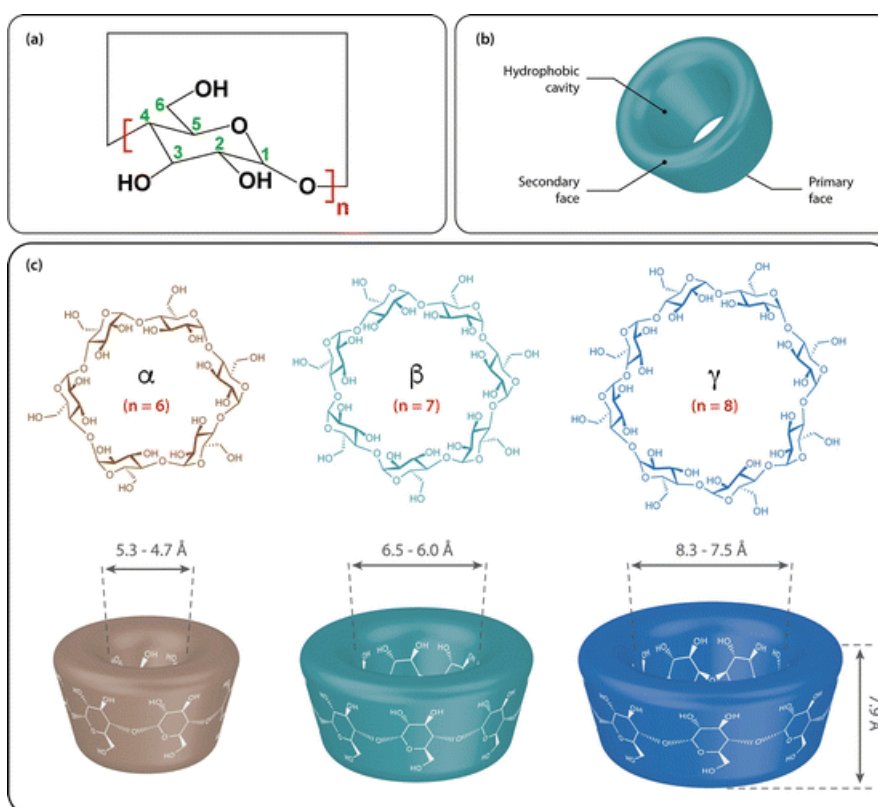
ตรวจวัดจะมีเปลวไฟเกิดขึ้นจากอากาศและแก๊สไฮโดรเจน เมื่อสารออกจากปลายคอลัมน์แล้วเข้าสู่เปลวไฟ จะเกิดไอออนไนซ์ ได้เป็นอนุภาคประจุ (charged particle) และอิเล็กตรอน จากนั้นจะวิ่งไปที่ขั้วไฟฟ้า ทำให้เกิดกระแสเพิ่มขึ้น แล้วขยายเป็นสัญญาณ และส่งไปยังเครื่องประมวลผล

6. ประมวลผล (data processing)

เป็นส่วนที่ประมวลผลที่ได้จากเครื่องตรวจวัด แสดงเป็นกราฟระหว่างเวลากับสัญญาณ ที่เรียกว่าโครมาโทแกรม

1.3.2 ไซโคลเดกซ์ทริน (cyclodextrin, CD) [19,20]

ไซโคลเดกซ์ทรินเป็นโอลิโกแซ็กคาไรด์ (oligosaccharides) ที่เชื่อมต่อกันด้วยพันธะ α -1,4-glycosidic เป็นวง ส่วนใหญ่ประกอบด้วยกลูโคส 6-8 หน่วย โดยมักเรียกว่า α -, β - และ γ -CDs ตามลำดับ (รูปที่ 1.2) โดย CD มีลักษณะคล้ายถ้วย โพรงตรงกลางของโมเลกุลมีสมบัติไฮโดรโฟบิก ส่วนด้านนอกมีสมบัติไฮโดรฟิลิก ด้วยโครงสร้างและสมบัติเหล่านี้ทำให้ CD สามารถเกิด inclusion complex กับสารที่มีขั้วต่าหรือไม่มีขั้วได้ ด้วยพันธะไฮโดรเจนหรือแรงแวนเดอร์วาลส์



รูปที่ 1.2

(a) สูตรทั่วไปของไซโคลเดกซ์ทริน; (b) รูปทรงของไซโคลเดกซ์ทริน; (c) โครงสร้างทางเคมีและขนาดของแอลฟา, บีตา, และแกมมาไซโคลเดกซ์ทริน [20]

β -CD เป็น CD ที่นิยมใช้งานมากที่สุด เนื่องจากมีขนาดกลาง และราคาถูก สามารถใช้งานได้อย่างกว้างขวาง เช่น อุตสาหกรรมยาและเครื่องสำอาง อุตสาหกรรมสิ่งทอ และอุตสาหกรรมอาหาร เป็นต้น แต่ β -CD มีการละลายที่ต่ำกว่า α - และ γ -CDs จึงต้องมีการปรับปรุงหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิลบนคาร์บอนตำแหน่งที่ 2, 3 และ 6 ของน้ำตาลกลูโคสให้เหมาะสมกับการใช้งานประเภทต่างๆ ในการใช้ CD เป็นเฟสคงที่สำหรับ GC มักจะปรับปรุงหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิลบนคาร์บอนตำแหน่งที่ 2, 3 และ 6 ของน้ำตาลกลูโคส ให้กลายเป็นหมู่ฟังก์ชันชนิดอื่น โดยผ่านปฏิกิริยาต่างๆ เช่น acylation และ alkylation เป็นต้น เพื่อให้อนุพันธ์ CD มีสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางเคมีที่เหมาะสม และสามารถใช้งานได้หลากหลายมากขึ้น สมบัติบางประการของไซโคลเดกซ์ทริน แสดงดังตารางที่ 1.1

ตารางที่ 1.1 สมบัติของแอลฟา, บีตา, และแกมมาไซโคลเดกซ์ทริน [19]

cyclodextrin	α -CD	β -CD	γ -CD
จำนวนหน่วยของ glucopyranose	6	7	8
สูตรทางเคมี	$C_{36}H_{60}O_{30}$	$C_{42}H_{70}O_{35}$	$C_{48}H_{80}O_{40}$
น้ำหนักโมเลกุล (g/mol)	972.9	1135.0	1297.1
เส้นผ่านศูนย์กลางโพรง: ภายนอก/ภายใน (Å)	5.3/4.7	6.5/6.0	8.3/7.5
ความสูงของโพรง (Å)	7.9	7.9	7.9
ปริมาตรของโพรงโดยประมาณ (Å ³)	174	262	427
ความสามารถในการละลายน้ำที่ 25 °C (g/L)	145	18.5	232

1.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการแยกอิแนนทิโอเมอร์ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟี ที่ใช้อนุพันธ์ไซโคลเดกซ์ทริน เป็นเฟสคงที่ ได้แก่

ปี 1996 Vigh และ Shitangkoon [21] สังเคราะห์อนุพันธ์ของ heptakis(2,3-di-*O*-methyl)- β -cyclodextrin โดยเปลี่ยนตำแหน่งหมู่แทนที่ที่ตำแหน่ง primary 6-*O*-substituent ได้แก่ 6-deoxy-6-fluoro; 6-*O*-methyl; 6-*O*-pentyl; 6-*O*-propyldimethylsilyl; 6-*O*-*tert*-butyldimethylsilyl; และ 6-*O*-triisopropylsilyl และใช้เป็นเฟสคงที่สำหรับ GC เมื่อทดสอบประสิทธิภาพของคอลัมน์ที่เตรียมจากอนุพันธ์ชนิดต่างๆ พบว่าหมู่แทนที่ตำแหน่งที่ 6 ที่มีขนาดใหญ่ขึ้นหรือความมีขั้วต่ำลง จะได้คอลัมน์มีประสิทธิภาพสูงขึ้น โดยหมู่แทนที่ชนิด 6-*O*-*tert*-butyldimethylsilyl และ 6-*O*-triisopropylsilyl สามารถใช้งานที่อุณหภูมิต่ำสุดได้ถึง 20 °C และชนิดของหมู่แทนที่ยังส่งผลถึงค่าการแยก (selectivity) ด้วย โดยอนุพันธ์ชนิด heptakis(2,3-di-*O*-methyl-6-*O*-*tert*-butyldimethylsilyl)- β -CD สามารถแยกคู่อิแนนทิโอเมอร์ได้มากที่สุด

ปี 2005 Engel และ Takahisa [22] ศึกษาการแยกอิแนนทิโอเมอร์ด้วย GC โดยใช้ octakis(2,3-di-*O*-methoxymethyl-6-*O*-*tert*-butyldimethylsilyl)- γ -cyclodextrin (2,3-MOM-6-TBDMS- γ -CD) เป็น

เฟสคงที่ โดยทดสอบบีแอนทีโอเมอร์ประเภทแอลกอฮอล์ คีโตน เอสเทอร์ แอลดีไฮด์ กรดคาร์บอกซิลิก สารประกอบซัลเฟอร์ และสารประกอบแอมโรแมติก จำนวน 125 ชนิด จากการทดลองพบว่า เฟสคงที่ 2,3-MOM-6-TBDMS- γ -CD สามารถแยกสารได้สมบูรณ์หลายชนิด และแยกได้หลากหลายประเภท

ปี 2005 Engel และ Takahisa [7] ศึกษาการแยกบีแอนทีโอเมอร์ด้วย GC โดยใช้ heptakis(2,3-di-*O*-methoxymethyl-6-*O*-*tert*-butyldimethylsilyl)- β -cyclodextrin (2,3-MOM-6-TBDMS- β -CD) เป็นเฟสคงที่ โดยทดสอบบีแอนทีโอเมอร์ประเภทแอลกอฮอล์ คีโตน เอสเทอร์ แอลดีไฮด์ กรดคาร์บอกซิลิก สารประกอบซัลเฟอร์ และสารประกอบแอมโรแมติก พบว่าคอลัมน์ 2,3-MOM-6-TBDMS- β -CD สามารถแยกบีแอนทีโอเมอร์ดังกล่าวได้ และเมื่อเปรียบเทียบการแยกบีแอนทีโอเมอร์ของ 2-alkyl esters ที่แยกด้วยเฟสคงที่ชนิด 2,3-MOM-6-TBDMS- β -CD กับ 2,3-MOM-6-TBDMS- γ -CD พบว่าเมื่อเพิ่มความยาวของหมู่ acyl (จาก acetate ถึง hexanoate) ค่า selectivity (α) จะมีแนวโน้มลดลง โดยในเฟส 2,3-MOM-6-TBDMS- β -CD มีแนวโน้มลดลงมากกว่า 2,3-MOM-6-TBDMS- γ -CD

ปี 2010 Bicchi และคณะ [23] สังเคราะห์อนุพันธ์ไซโคลเดกซ์ทรินชนิดอสมมาตร ได้แก่ 2-*O*-methyl-3-*O*-ethyl-6-*O*-*t*-butyldimethylsilyl- β -CD (MeEt-CD) และ 2-*O*-ethyl-3-*O*-methyl-6-*O*-*t*-butyldimethylsilyl- β -CD (EtMe-CD) และเตรียมเป็นเฟสคงที่ของ GC สำหรับแยกบีแอนทีโอเมอร์ของสารจำนวน 104 ชนิดในตัวอย่างเครื่องปรุงรสและเครื่องแต่งกลิ่น และเปรียบเทียบผลที่ได้กับงานวิจัยก่อนหน้านี้ ที่ใช้อนุพันธ์ไซโคลเดกซ์ทรินชนิดสมมาตร 2,3-di-*O*-methyl-6-*O*-*t*-butyldimethylsilyl- β -CD (MeMe-CD) และ 2,3-di-*O*-ethyl-6-*O*-*t*-butyldimethylsilyl- β -CD (EtEt-CD) พบว่า เฟสคงที่ชนิดอสมมาตรสามารถแยกคู่อิแนนทีโอเมอร์ของตัวอย่างได้มากกว่า โดย MeEt-CD และ EtMe-CD แยกได้ 82 และ 83 ชนิดตามลำดับ ส่วนเฟสคงที่ชนิดสมมาตรทั้งชนิด MeMe-CD และ EtEt-CD สามารถแยกได้เพียง 74 ชนิด และเมื่อเปรียบเทียบความสมบูรณ์ของการแยก (resolution, R_s) ที่ได้พบว่าเฟสคงที่ชนิดอสมมาตร ให้ค่า R_s สูงกว่าเฟสคงที่ชนิดสมมาตร ประมาณ 47-87% ของจำนวนสารทั้งหมด

ปี 2016 Shi และคณะ [24] ศึกษาการแยกคู่อิแนนทีโอเมอร์ของ 2-arylcarboxylic acid esters 17 ชนิด ด้วย GC โดยใช้อนุพันธ์ปีตาไซโคลเดกซ์ทรินแตกต่างกัน 7 ชนิด เป็นเฟสคงที่ ได้แก่ 2,3,6-tri-*O*-methyl- β -CD; 2,3,6-tri-*O*-pentyl- β -CD; 2,6-di-*O*-pentyl-3-*O*-butyryl- β -CD; 2,3-di-*O*-pentyl-6-*O*-octanoyl- β -CD; 2,6-di-*O*-benzyl-3-*O*-heptanoyl- β -CD; 2,3,6-tri-*O*-valeryl- β -CD และ 2,3,6-tri-*O*-octanoyl- β -CD พบว่าเฟสคงที่ 2,3-di-*O*-pentyl-6-*O*-octanoyl- β -CD สามารถแยกคู่อิแนนทีโอเมอร์ของ 2-phenylpropionate จำนวน 7 ชนิดได้ดีกว่าเฟสคงที่อื่น เฟสคงที่ 2,3,6-tri-*O*-methyl- β -CD สามารถแยกคู่อิแนนทีโอเมอร์ของ 2-(4-substituted phenyl)propionates จำนวน 7 ชนิด และคู่อิแนนทีโอเมอร์ของ 2-phenylbutyrates จำนวน 3 ชนิดได้

ปี 2018 Castells และคณะ [25] ศึกษาการแยกคู่อิแนนทีโอเมอร์ของสารกลุ่มยาฆ่าแมลงด้วย GC โดยใช้ permethyl- β -cyclodextrin ผสมในตัวทำละลายพอลิเมอร์ต่างกัน 3 ชนิด เพื่อใช้เป็นเฟสคงที่ ได้แก่ (14%-cyanopropylphenyl) (1%-vinyl)-86%-methylpolysiloxane (OV-1701-vi); (5%-phenyl)(1%-vinyl)-95%-methylpolysiloxane (SE-54) และ polyethyleneglycol (Carbowax 20M) พบว่าความมี

ข้าวของพอลิเมอร์ที่ใช้เป็นตัวทำละลายส่งผลต่อประสิทธิภาพของคอลัมน์และการแยกคู่อิแนนทิโอเมอร์ของยาฆ่าแมลงด้วย ซึ่งในงานวิจัยนี้ พบว่าพอลิเมอร์ SE-54 ซึ่งมีขั้วน้อยที่สุด เป็นตัวทำละลายที่เหมาะสมที่สุดในการแยกคู่อิแนนทิโอเมอร์ของยาฆ่าแมลงที่นำมาทดสอบ ได้แก่ mecoprop, dichlorprop, fenoprop, metalaxyl, hydroprop, haloxyfop และ fenoxaprop esters

จากงานวิจัยข้างต้นพบว่า การแยกคู่อิแนนทิโอเมอร์ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟี โดยใช้อนุพันธ์บีตาไซโคลเดกซ์ทรินเป็นเฟสคงที่ สามารถแยกสารได้หลากหลายประเภท โดยงานวิจัยส่วนใหญ่มีรายงานเฉพาะชนิดสารที่ทดสอบและผลการแยกว่าแยกได้หรือไม่ แต่มักไม่รายงานภาวะที่ใช้ในการแยกหรือเวลาที่ใช้ ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงสนใจหาภาวะเบื้องต้นและภาวะอุณหภูมิคงที่ที่เหมาะสมที่สุด สำหรับการแยกคู่อิแนนทิโอเมอร์ของแอลกอฮอล์ รวมถึงพิจารณาผลของโครงสร้างของสารในกลุ่มแอลกอฮอล์ที่มีผลต่อการแยกด้วย

1.5 ประโยชน์ที่จะได้จากงานวิจัย

ได้ภาวะเบื้องต้นจากโปรแกรมอุณหภูมิและภาวะอุณหภูมิคงที่ที่เหมาะสมที่สุด สำหรับการแยกคู่อิแนนทิโอเมอร์ของแอลกอฮอล์ ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟีที่ใช้ heptakis(2-*O*-methyl-3-*O*-acetyl-6-*O*-*tert*-butyldimethylsilyl)- β -cyclodextrin เป็นเฟสคงที่ และอาจเป็นแนวทางในการแยกคู่อิแนนทิโอเมอร์ของสารอื่นต่อไป

บทที่ 2

การทดลอง

2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

- เครื่อง gas chromatograph (Agilent 7890 GC system) พร้อม split injector และ flame ionization detector (FID)
- GC syringe ขนาด 10 μ L
- ขวดบรรจุสารขนาดเล็ก (vial)

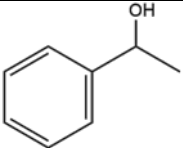
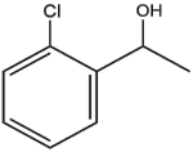
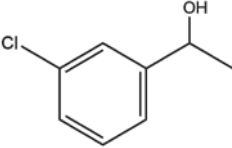
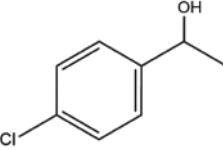
2.2 แก๊สและสารเคมี

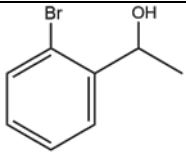
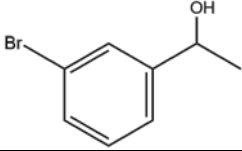
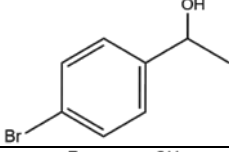
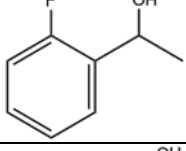
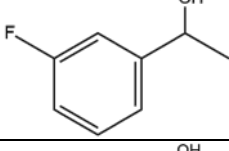
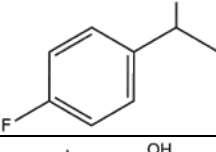
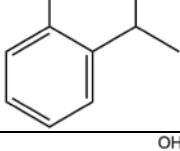
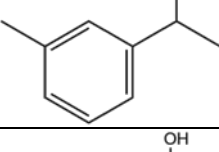
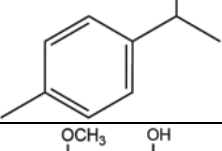
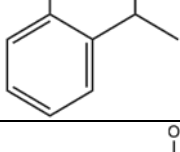
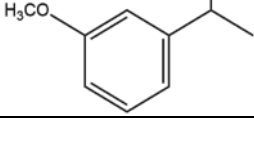
- hydrogen gas, air zero gas, nitrogen gas
- ตัวทำละลายอินทรีย์สำหรับการวิเคราะห์ด้วย GC ได้แก่ dichloromethane และ pentane
- *n*-alkanes

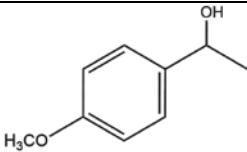
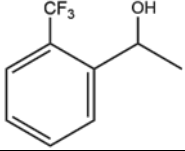
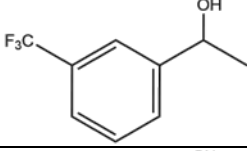
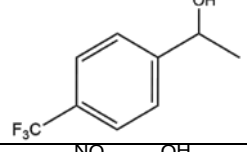
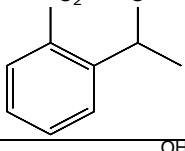
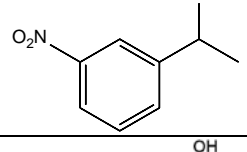
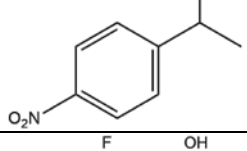
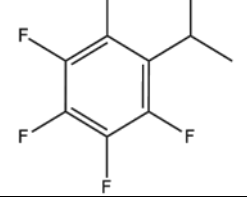
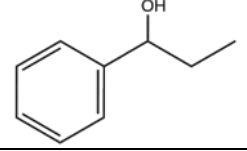
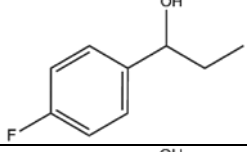
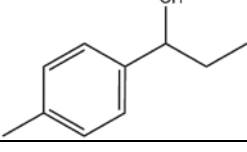
2.3 ไครัลแอลกอฮอล์

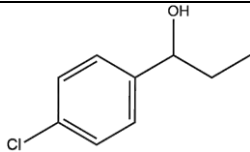
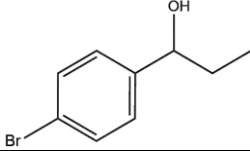
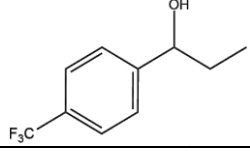
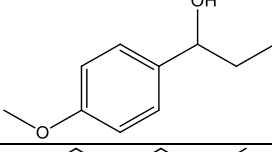
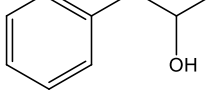
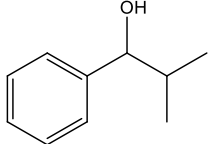
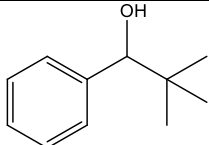
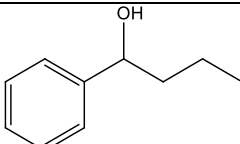
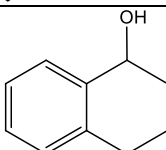
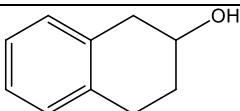
แอลกอฮอล์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ สังเคราะห์โดยมรกต จงจิตรวัฒนา [14] โดยใช้โทลีนเป็นสารตั้งต้น ทำปฏิกิริยารีดักชันด้วย NaBH_4 ได้ผลิตภัณฑ์เป็นแอลกอฮอล์ จากนั้น ละลายแอลกอฮอล์แต่ละชนิดด้วย dichloromethane ให้มีความเข้มข้นประมาณ 5-10 mg/mL ก่อนการวิเคราะห์ด้วย GC ชื่อและโครงสร้างของแอลกอฮอล์ทั้ง 36 ชนิดแสดงดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 ชื่อและโครงสร้างของแอลกอฮอล์ที่ใช้ในการวิเคราะห์

ลำดับที่	โครงสร้างของแอลกอฮอล์	ชื่อย่อ	ชื่อเต็ม
1		PE	1-phenylethanol
2		oCl-PE	1-(2-chlorophenyl)ethanol
3		mCl-PE	1-(3-chlorophenyl)ethanol
4		pCl-PE	1-(4-chlorophenyl)ethanol

ลำดับที่	โครงสร้างของแอลกอฮอล์	ชื่อย่อ	ชื่อเต็ม
5		oBr-PE	1-(2-bromophenyl)ethanol
6		mBr-PE	1-(3-bromophenyl)ethanol
7		pBr-PE	1-(4-bromophenyl)ethanol
8		oF-PE	1-(2-fluorophenyl)ethanol
9		mF-PE	1-(3-fluorophenyl)ethanol
10		pF-PE	1-(4-fluorophenyl)ethanol
11		oMe-PE	1-(2-methylphenyl)ethanol
12		mMe-PE	1-(3-methylphenyl)ethanol
13		pMe-PE	1-(4-methylphenyl)ethanol
14		oOMe-PE	1-(2-methoxyphenyl)ethanol
15		mOMe-PE	1-(3-methoxyphenyl)ethanol

ลำดับที่	โครงสร้างของแอลกอฮอล์	ชื่อย่อ	ชื่อเต็ม
16		pOMe-PE	1-(4-methoxyphenyl)ethanol
17		oCF ₃ -PE	1-(2-(trifluoromethyl)phenyl)ethanol
18		mCF ₃ -PE	1-(3-(trifluoromethyl)phenyl)ethanol
19		pCF ₃ -PE	1-(4-(trifluoromethyl)phenyl)ethanol
20		oNO ₂ -PE	1-(2-nitrophenyl)ethanol
21		mNO ₂ -PE	1-(3-nitrophenyl)ethanol
22		pNO ₂ -PE	1-(4-nitrophenyl)ethanol
23		pentaF-PE	1-(pentafluorophenyl)ethanol
24		PP	1-phenyl-1-propanol
25		pF-PP	1-(4-fluorophenyl)propanol
26		pMe-PP	1-(4-methylphenyl)propanol

ลำดับที่	โครงสร้างของแอลกอฮอล์	ชื่อย่อ	ชื่อเต็ม
27		pCl-PP	1-(4-chlorophenyl)propanol
28		pBr-PP	1-(4-bromophenyl)propanol
29		pCF ₃ -PP	1-(4-(trifluoromethyl)phenyl)propanol
30		pOMe-PP	1-(4-methoxyphenyl)propanol
31		1OH	1-phenyl-2-propanol
32		2OH	2-methyl-1-phenyl-1-propanol
33		3OH	2,2-dimethyl-1-phenyl-1-propanol
34		4OH	1-phenyl-1-butanol
35		1-Nap	1,2,3,4-tetrahydro-1-naphthol
36		2-Nap	1,2,3,4-tetrahydro-2-naphthol

2.4 การวิเคราะห์ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟี

2.4.1 คอลัมน์

ใช้แคปิลลารีคอลัมน์ (capillary column) ที่เตรียมไว้แล้วในห้องปฏิบัติการ ความยาว 15.45 m เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.25 mm เคลือบด้วยเฟสคงที่ผสมของ heptakis(2-*O*-methyl-3-*O*-acetyl-6-*O*-*tert*-butyldimethylsilyl)- β -cyclodextrin ใน polysiloxane มีความหนา 0.25 μ m

2.4.2 การปรับสภาวะและการทดสอบประสิทธิภาพคอลัมน์

ปรับสภาวะคอลัมน์ก่อนใช้งาน โดยเพิ่มอุณหภูมิคอลัมน์จนถึง 220 °C และคงที่ที่ 220 °C รอจน baseline คงที่ จากนั้นทดสอบประสิทธิภาพคอลัมน์ที่อุณหภูมิต่างๆ ในช่วงของการวิเคราะห์ (60-220 °C) โดยฉีดสารละลาย *n*-alkane ใน pentane บันทึกเวลาของ *n*-alkane (retention time, t_R) และความกว้างพีคที่ความสูงครึ่งหนึ่ง (width at half height, w_h) เพื่อคำนวณหาประสิทธิภาพของคอลัมน์ (number of theoretical plate, N)

2.4.3 การวิเคราะห์แอลกอฮอล์

ภาวะการทดลอง

carrier gas	: hydrogen, 50 cm/sec
injector	: split, split ratio 100
injector temperature	: 250 °C
detector	: flame ionization detector
detector temperature	: 250 °C
hydrogen gas	: 40 mL/min
nitrogen gas	: 40 mL/min
air zero gas	: 400 mL/min

การวิเคราะห์ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิ

- ตั้งอุณหภูมิคอลัมน์เริ่มต้นที่ 40 °C และเพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตรา (temperature program rate) 3.24 °C/min ตามวิธีของ Grob [26]
- ฉีดแอลกอฮอล์ 0.2-0.4 μ L บันทึกค่า t_R และ w_h
- คำนวณอุณหภูมิที่สารปรากฏ หรือ elution temperature และหากมีการแยก คำนวณความสมบูรณ์ของการแยก (resolution, R_s)

การวิเคราะห์ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่

- ตั้งอุณหภูมิคอลัมน์แบบคงที่ ใกล้เคียงค่า elution temperature ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิ
- ฉีดแอลกอฮอล์ 0.2-0.4 μ L บันทึกค่า t_R และ w_h คำนวณค่า retention factor (k') และหากมีการแยก คำนวณค่าการแยก (selectivity, α) และความสมบูรณ์ของการแยก (resolution, R_s) ของคู่อิโคโนเมอร์
- ปรับเพิ่มหรือลดอุณหภูมิคอลัมน์จนพีคของคู่อิโคโนเมอร์แยกจากกันโดยสมบูรณ์ มีค่าความสมบูรณ์ของการแยก (R_s) ไม่น้อยกว่า 1.5 และ 2.0 ตามลำดับ คำนวณค่า k' และ α

สูตรที่ใช้ในการคำนวณ

- column efficiency, N

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

- เมื่อ N = number of theoretical plate (แสดงถึงประสิทธิภาพของคอลัมน์ โดยมากมักรายงานในหน่วย plates/m)
- t_R = retention time เป็นเวลาที่พีคสารปรากฏ
- w_h = width at half height หรือความกว้างพีคที่ความสูงครึ่งหนึ่ง

- elution temperature หรืออุณหภูมิที่สารปรากฏ

$$\text{elution temperature} = T_i + (\text{rate} \times t_R)$$

- เมื่อ T_i = initial column temperature หรืออุณหภูมิคอลัมน์เริ่มต้น
- rate = temperature program rate หรืออัตราการเพิ่มอุณหภูมิ ($^{\circ}\text{C}/\text{min}$)

- retention factor, k'

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

- เมื่อ t_M = เวลาที่เฟสเคลื่อนที่ใช้ในการเคลื่อนผ่านคอลัมน์

- selectivity, α

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

- เมื่อ $t_{R,1}, t_{R,2}$ = retention time ของพีคที่ออกมาก่อนและหลัง ตามลำดับ
- k'_1, k'_2 = retention factor ของพีคที่ออกมาก่อนและหลัง ตามลำดับ

- resolution, R_s

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

บทที่ 3

ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

3.1 ประสิทธิภาพของคอลัมน์

ในการทดสอบประสิทธิภาพของคอลัมน์ ทำโดยฉีดสารละลาย *n*-alkane ที่อุณหภูมิคงที่ ในช่วงอุณหภูมิของการวิเคราะห์ คือ 80-220 °C และทำการทดสอบประสิทธิภาพของคอลัมน์ก่อนการทดลองอย่างสม่ำเสมอ เพื่อให้ผลวิเคราะห์มีความน่าเชื่อถือ พบว่าค่า *N* มีค่าอยู่ในช่วง 3,700-4,100 plates/m โดยค่า *N* มาก จะแสดงว่าคอลัมน์มีประสิทธิภาพดี ซึ่งแคปิลลารีคอลัมน์ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.25 mm และเฟสคงที่หนา 0.25 μ m ควรมีค่า *N* มากกว่า 2,000 plates/m [27]

3.2 การแยกอีแนนทีโอเมอร์

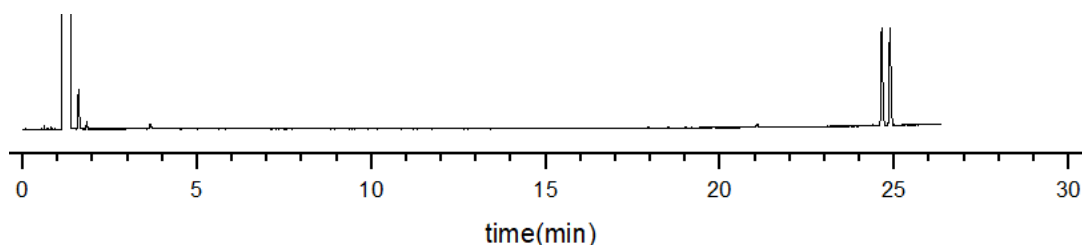
งานวิจัยนี้ ศึกษาการแยกคู่อิแนนทีโอเมอร์ของแอลกอฮอล์ที่มีโครงสร้างหลักเป็น 1-phenylethanol (PE) และ 1-phenyl-1-propanol (PP) ที่มีชนิดของหมู่แทนที่ (F, Cl, Br, Me, OCH₃, CF₃, NO₂) และตำแหน่งของหมู่แทนที่บนวงแอรอแมติก (*ortho*, *meta*, *para*) ที่แตกต่างกัน รวมถึงแอลกอฮอล์ประเภทอื่นๆ รวมทั้งสิ้น 36 ชนิด ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟีที่มีอนุพันธ์ไซโคลเดกซ์ทรินชนิด heptakis(2-*O*-methyl-3-*O*-acetyl-6-*O*-*tert*-butyldimethylsilyl)- β -cyclodextrin เป็นเฟสคงที่ชนิดไครล์ ที่ผ่านมา การหาภาวะที่เหมาะสมในการแยกคู่อิแนนทีโอเมอร์ของสารมักใช้เวลานาน และบางครั้งอาจแยกคู่อิแนนทีโอเมอร์ไม่ได้ เพราะสารแต่ละชนิดนั้นมีสมบัติทางกายภาพที่แตกต่างกัน เช่น จุดเดือด ความมีขี้ เป็นต้น ในงานวิจัยนี้จึงเริ่มต้นทดลองแยกคู่อิแนนทีโอเมอร์ของแอลกอฮอล์ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิ และหาอุณหภูมิที่พีกของสารปรากฏ (elution temperature) เพื่อใช้เป็นอุณหภูมิเริ่มต้นสำหรับการวิเคราะห์ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่ เพื่อหาภาวะที่แยกคู่อิแนนทีโอเมอร์ของแอลกอฮอล์ได้อย่างสมบูรณ์และรวดเร็ว

3.2.1 การแยกอีแนนทีโอเมอร์ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิ

แยกคู่อิแนนทีโอเมอร์ของแอลกอฮอล์ทั้ง 36 ชนิด (ดังตารางที่ 2.1) ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิ โดยตั้งอุณหภูมิคอลัมน์เริ่มต้นที่ 40 °C และเพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตรา 3.24 °C/min ตามวิธีของ Grob [26] โดยโครมาโทแกรมของคู่อิแนนทีโอเมอร์ที่แยกได้จะปรากฏพีกของสาร 2 พีก ที่เวลาแตกต่างกัน แต่จะมีความสูงของพีกและพื้นที่ของพีกที่ใกล้เคียงกัน จากนั้นคำนวณ elution temperature และความสมบูรณ์ของการแยก (*R*_s) หากคู่อิแนนทีโอเมอร์แยกได้สมบูรณ์จะมีค่า *R*_s มากกว่าหรือเท่ากับ 1.5 หากโครมาโทแกรมปรากฏพีกของสารเพียงพีกเดียว แสดงว่าไม่สามารถแยกคู่อิแนนทีโอเมอร์ได้ด้วยภาวะการทดลองนี้

ตัวอย่างการวิเคราะห์คู่อิแนนทีโอเมอร์ของ pF-PE พบว่ามีพีกปรากฏ 2 พีกที่แยกจากกัน มีค่า retention time (*t*_R) ที่ 24.630 และ 24.866 นาที ตามลำดับ ซึ่งมีความสูงและมีพื้นที่พีกใกล้เคียงกัน ดังรูปที่ 3.1 สามารถคำนวณ elution temperature ได้เท่ากับ 119.80 และ 120.57 °C ตามลำดับ และคำนวณค่า

R_s ได้เท่ากับ 2.59 นั่นคือสามารถแยกคู่อิแนนท์ไอโอมอร์ของ pF-PE ได้อย่างสมบูรณ์ ($R_s \geq 1.5$) ดังนั้นจึงเลือกอุณหภูมิประมาณ 120 °C เป็นอุณหภูมิเริ่มต้นในขั้นตอนการวิเคราะห์ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่ สำหรับแอลกอฮอล์ชนิดอื่นๆ ก็ทำการทดลองในทำนองเดียวกัน ผลการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 3.1



รูปที่ 3.1 โครมาโทแกรมของ pF-PE (อุณหภูมิเริ่มต้น 40 °C เพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตรา 3.24 °C/min)

จากผลการวิเคราะห์ดังตารางที่ 3.1 พบว่า สามารถแยกคู่อิแนนท์ไอโอมอร์ของแอลกอฮอล์ได้อย่างสมบูรณ์ (ค่า $R_s \geq 1.5$) จำนวน 30 ชนิด สามารถแยกคู่อิแนนท์ไอโอมอร์ของแอลกอฮอล์ได้แต่ไม่สมบูรณ์ (ค่า $R_s < 1.5$) จำนวน 4 ชนิด ได้แก่ mBr-PE, oMe-PE, mCF₃-PE และ mNO₂-PE และไม่สามารถแยกคู่อิแนนท์ไอโอมอร์ของแอลกอฮอล์ได้ (ปรากฏพีกเพียงพีกเดียว) จำนวน 2 ชนิด ได้แก่ pNO₂-PE และ 4OH

เมื่อเปรียบเทียบค่า R_s ของแอลกอฮอล์ทั้ง 36 ชนิด ยังไม่เห็นแนวโน้มที่ชัดเจนเกี่ยวกับผลของโครงสร้างหลักหรือชนิดของหมู่แทนที่ แต่มีข้อสังเกตเกี่ยวกับผลของตำแหน่งของหมู่แทนที่ โดยพบว่าแอลกอฮอล์ที่มีหมู่แทนที่ที่ตำแหน่ง *ortho* หรือ *para* มักมีค่า R_s มากกว่าแอลกอฮอล์ที่มีหมู่แทนที่ที่ตำแหน่ง *meta* เช่น oCl-PE > pCl-PE > mCl-PE หรือ pOMe-PE > oMe-PE > mMe-PE เป็นต้น

เมื่อเปรียบเทียบค่า elution temperature ของแอลกอฮอล์ทั้ง 36 ชนิด สังเกตแนวโน้มได้ดังนี้

- ตำแหน่งของหมู่แทนที่: พบว่าแอลกอฮอล์ส่วนใหญ่มีค่า elution temperature มากขึ้น เมื่อมีหมู่แทนที่ที่ตำแหน่ง *ortho* \Rightarrow *meta* \Rightarrow *para* ตามลำดับ เช่น oCl-PE < mCl-PE < pCl-PE เป็นต้น
- ชนิดของหมู่แทนที่: พบว่าแอลกอฮอล์ส่วนใหญ่มีค่า elution temperature มากขึ้น เมื่อมีหมู่แทนที่ชนิด -Cl \Rightarrow -Br \Rightarrow -NO₂ และ -F \Rightarrow -CF₃ เช่น oCl-PE < oBr-PE < oNO₂-PE เป็นต้น
- โครงสร้างหลัก: พบว่า elution temperature ของแอลกอฮอล์มีค่ามากขึ้น เมื่อโครงสร้างหลักเปลี่ยนจาก 1-phenylethanol (PE) \Rightarrow 1-phenyl-1-propanol (PP) \Rightarrow naphthol (nap)
- เมื่อเปรียบเทียบค่า elution temperature ของแอลกอฮอล์กับจุดเดือดของสาร พบว่าแอลกอฮอล์ส่วนใหญ่มีค่า elution temperature สอดคล้องกับจุดเดือด คือสารที่มีจุดเดือดสูงจะมีค่า elution temperature สูงด้วย แต่สารอีกหลายตัวมี elution temperature ไม่สอดคล้องกับจุดเดือดนัก ทั้งนี้เนื่องจากเฟสคงที่ที่ใช้เป็นของผสมระหว่างพอลิเมอร์กับอนุพันธ์ไซโคลเดกซ์ทริน สารที่เกิดแรงกระทำกับเฟสคงที่ได้ดีจะใช้เวลาในคอลัมน์นาน และมีค่า elution temperature สูงขึ้นด้วย

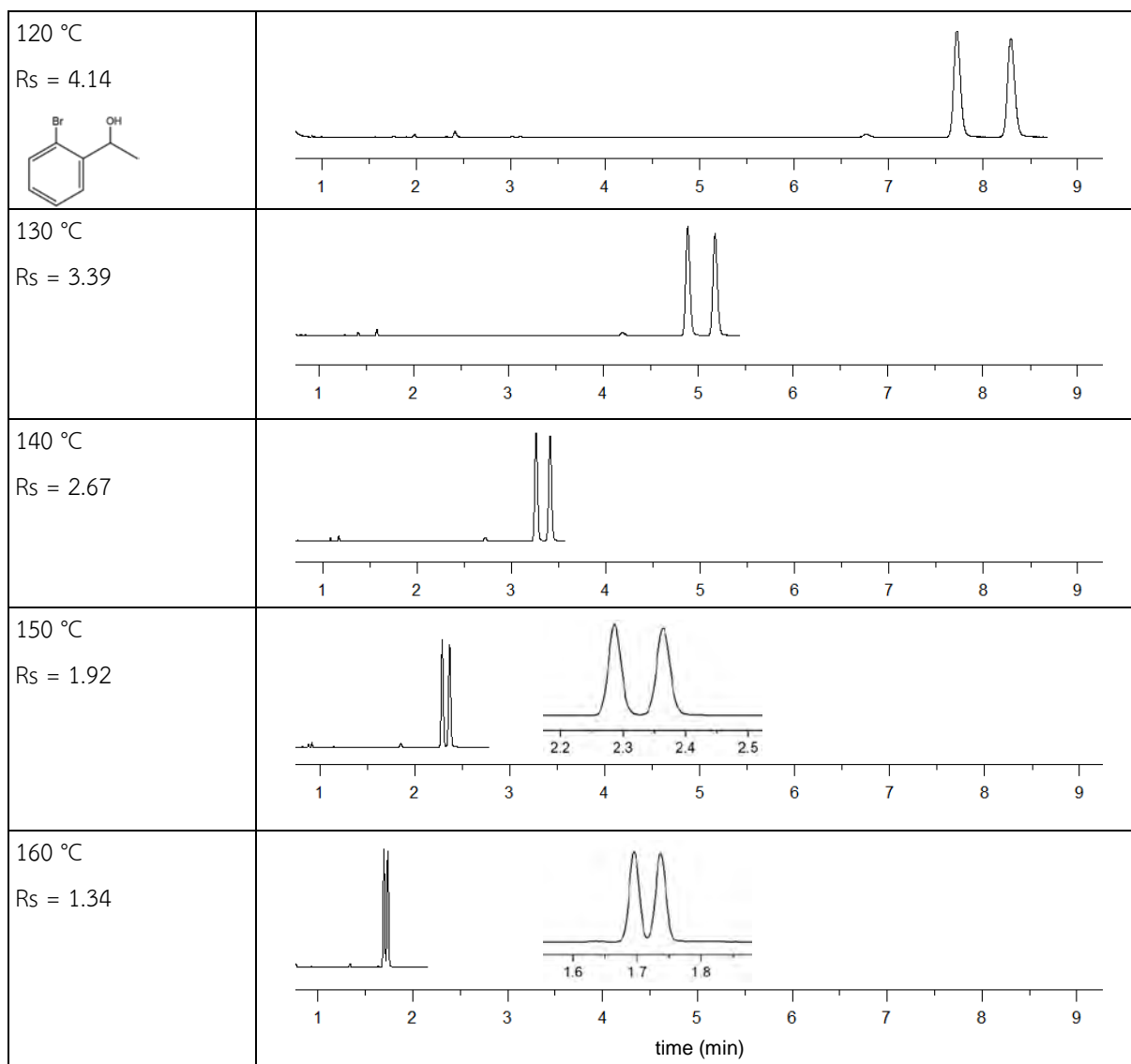
ตารางที่ 3.1 retention time (t_R), elution temperature และ resolution (Rs) ของแอลกอฮอล์ 36 ชนิด จากภาวะโปรแกรมอุณหภูมิ อัตรา 3.24 °C/min

#	สาร	$t_{R,2}$ (min)	elution temp ₂ (°C)	Rs
1	PE	20.484	106.37	5.12
2	oCl-PE	23.407	115.84	6.08
3	mCl-PE	30.096	137.51	1.89
4	pCl-PE	31.931	143.46	3.39
5	oBr-PE	26.122	124.64	4.86
6	mBr-PE	32.638	145.75	1.35
7	pBr-PE	34.992	153.37	3.56
8	oF-PE	18.480	99.88	6.29
9	mF-PE	24.347	118.88	4.04
10	pF-PE	24.866	120.57	2.59
11	oMe-PE	20.792	107.37	0.87
12	mMe-PE	21.694	110.29	3.56
13	pMe-PE	23.991	117.73	9.76
14	oOMe-PE	23.384	115.76	2.87
15	mOMe-PE	28.855	133.49	2.47
16	pOMe-PE	20.481	106.36	4.82
17	oCF ₃ -PE	17.108	95.43	7.96
18	mCF ₃ -PE	24.385	119.01	0.82
19	pCF ₃ -PE	28.470	132.24	4.87
20	oNO ₂ -PE	36.518	158.32	3.41
21	mNO ₂ -PE	44.360	183.73	1.24
22	pNO ₂ -PE	48.709	197.82	-
23	pentaF-PE	21.694	110.29	4.39
24	PP	22.948	114.35	3.54
25	pF-PP	20.295	105.76	3.34
26	pMe-PP	26.278	125.14	6.18
27	pCl-PP	34.103	150.49	1.81
28	pBr-PP	37.012	159.92	1.90
29	pCF ₃ -PP	30.818	139.85	2.25
30	pOMe-PP	31.724	142.79	3.42
31	1OH	22.241	112.06	6.21
32	2OH	22.597	113.21	4.37
33	3OH	23.250	115.33	5.91
34	4OH	24.657	119.89	-
35	1-Nap	28.687	132.95	7.83
36	2-Nap	30.142	137.66	3.71

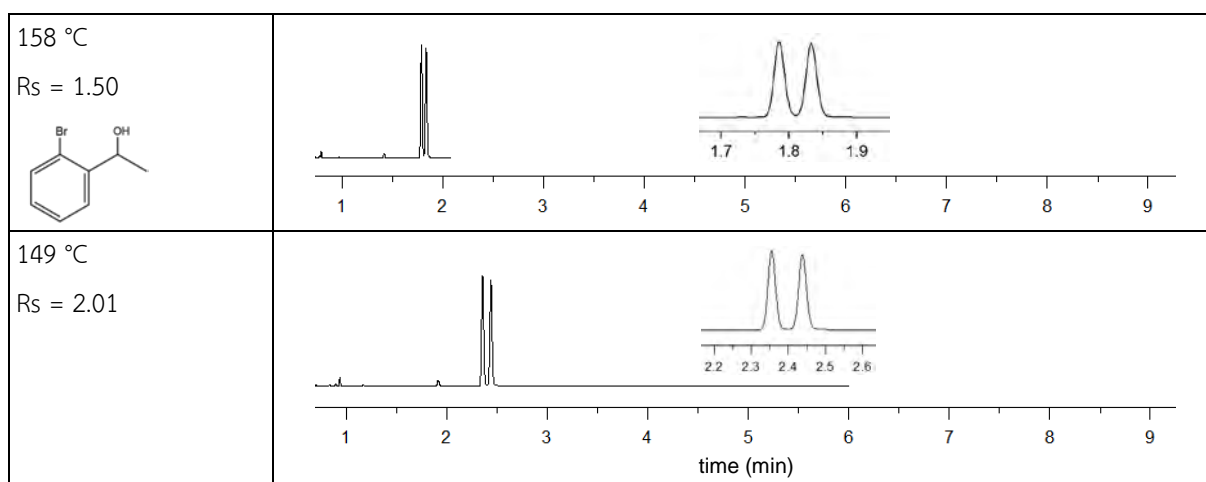
3.2.2 การแยกอีแนนทีโอเมอร์ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่

จากผลการทดลองในตอน 3.2.1 แม้ว่าจะแยกคู่อิแนนทีโอเมอร์ส่วนใหญ่ได้ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิแล้ว แต่การใช้ภาวะโปรแกรมอุณหภูมิมิมีข้อเสียคือใช้เวลาในการวิเคราะห์นาน และต้องเสียเวลารอให้เครื่องกลับเข้าภาวะเริ่มต้นก่อนการวิเคราะห์สารตัวต่อไป การวิเคราะห์โดยใช้อุณหภูมิคงที่อุณหภูมิเดียวตลอดการวิเคราะห์ จึงเหมาะกับการแยกสารเพียงไม่กี่ชนิดที่มีสมบัติใกล้เคียงกันออกจากกัน แต่มักเสียเวลาในการหาอุณหภูมิที่เหมาะสม ดังนั้นจึงได้นำค่า elution temperature ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยโปรแกรมอุณหภูมิ มาเป็นแนวทางในการตั้งอุณหภูมิสำหรับการวิเคราะห์ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่ จากนั้นจึงปรับเพิ่มหรือลดอุณหภูมิคอลัมน์จนพีกแยกจากกันได้สมบูรณ์ ($R_s \geq 1.5$) สำหรับการหาภาวะการแยกที่เหมาะสมในงานวิจัยนี้ จะหาอุณหภูมิคงที่ที่แยกคู่อิแนนทีโอเมอร์ได้ด้วยค่า R_s ใกล้เคียง 1.5 และ 2.0 (ค่าที่ยอมรับในทางอุตสาหกรรม) และใช้เวลาในการวิเคราะห์ไม่นานนัก (ควรมีค่า k'_2 น้อยกว่า 20)

ตัวอย่างการหาอุณหภูมิคงที่ที่เหมาะสมที่สุดสำหรับแอลกอฮอล์ oBr-PE ซึ่งได้ผลการวิเคราะห์ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิ มีพีกปรากฏที่เวลา ($t_{R,2}$) 26.122 นาที มีค่า elution temperature₂ เท่ากับ 124.64 °C และค่า $R_s = 4.86$ (จากตารางที่ 3.1) จึงเริ่มทำการวิเคราะห์ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่ที่ 120 °C ซึ่งคู่อิแนนทีโอเมอร์แยกจากกันได้ดีมาก มีค่า $R_s = 4.14$ จึงเพิ่มอุณหภูมิกอลัมน์ทีละ 10 °C เป็น 130, 140, 150 และ 160 °C เพื่อลดเวลาการวิเคราะห์ พบว่าคู่อิแนนทีโอเมอร์ยังแยกจากกันได้ มีค่า $R_s = 3.39, 2.67, 1.92$ และ 1.34 ตามลำดับ ดังรูปที่ 3.2 จากนั้นจึงทดลองปรับอุณหภูมิเพิ่มเติมในช่วง 150-160 °C และช่วง 140-150 °C เพื่อให้ได้ค่า R_s ของการแยกใกล้เคียง 1.5 และ 2.0 ตามลำดับ พบว่าที่อุณหภูมิ 158 °C คู่อิแนนทีโอเมอร์ของ oBr-PE มีค่า $R_s = 1.50$ ใช้เวลาวิเคราะห์ ($t_{R,2}$) 1.833 นาที ($k'_2 = 2.52$) และที่อุณหภูมิ 149 °C อีแนนทีโอเมอร์ของ oBr-PE มีค่า $R_s = 2.01$ ใช้เวลาวิเคราะห์ 2.438 นาที ($k'_2 = 3.68$) แสดงดังรูปที่ 3.3 จะพบว่าการวิเคราะห์ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่ที่ 158 °C และ 149 °C สามารถลดเวลาการวิเคราะห์ลงได้ถึง 14.2 และ 10.7 เท่า ตามลำดับ เทียบกับการวิเคราะห์ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิ

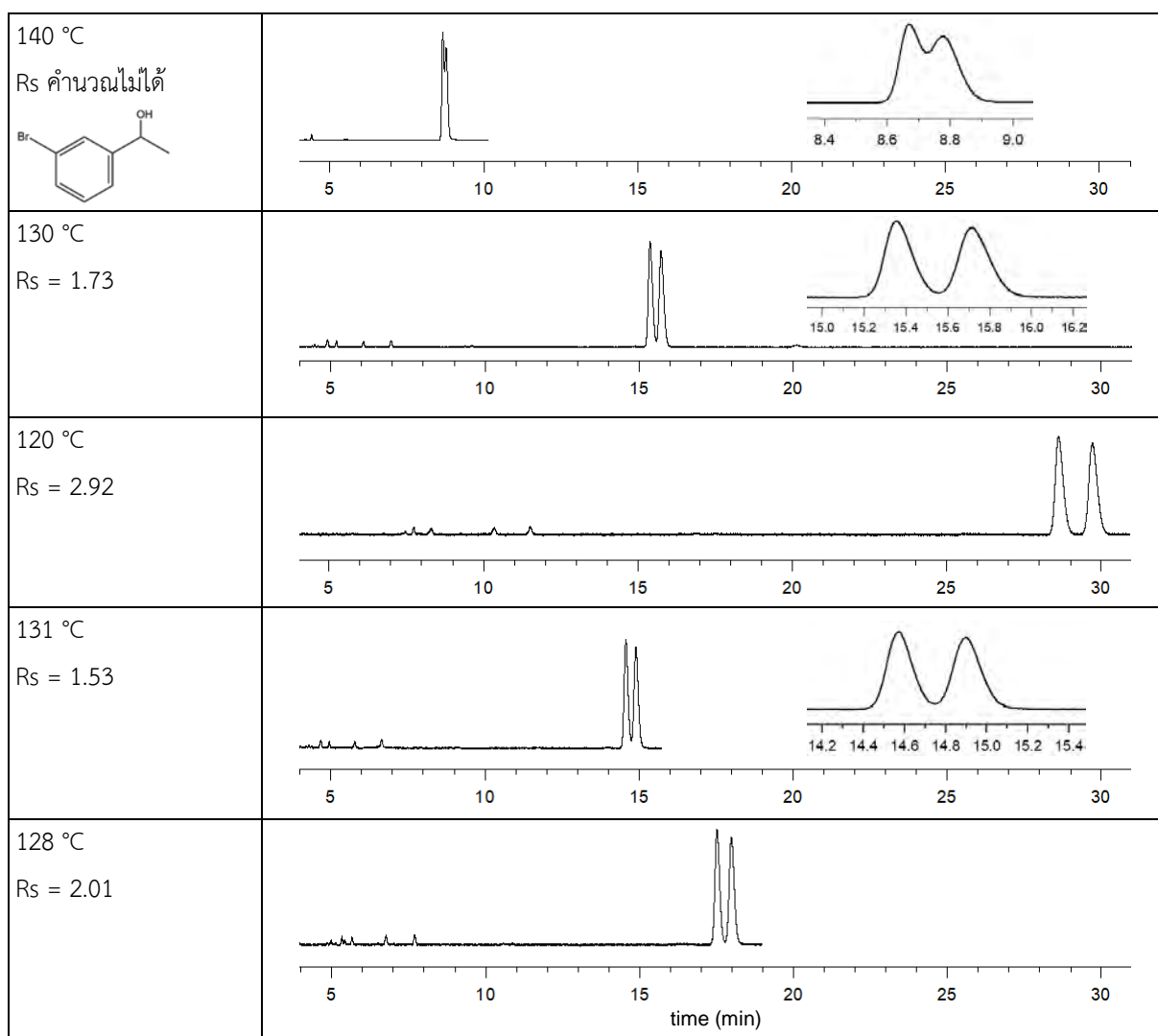


รูปที่ 3.2 โครมาโทแกรมของ oBr-PE ที่อุณหภูมิคงที่ช่วง 120 ถึง 160 °C



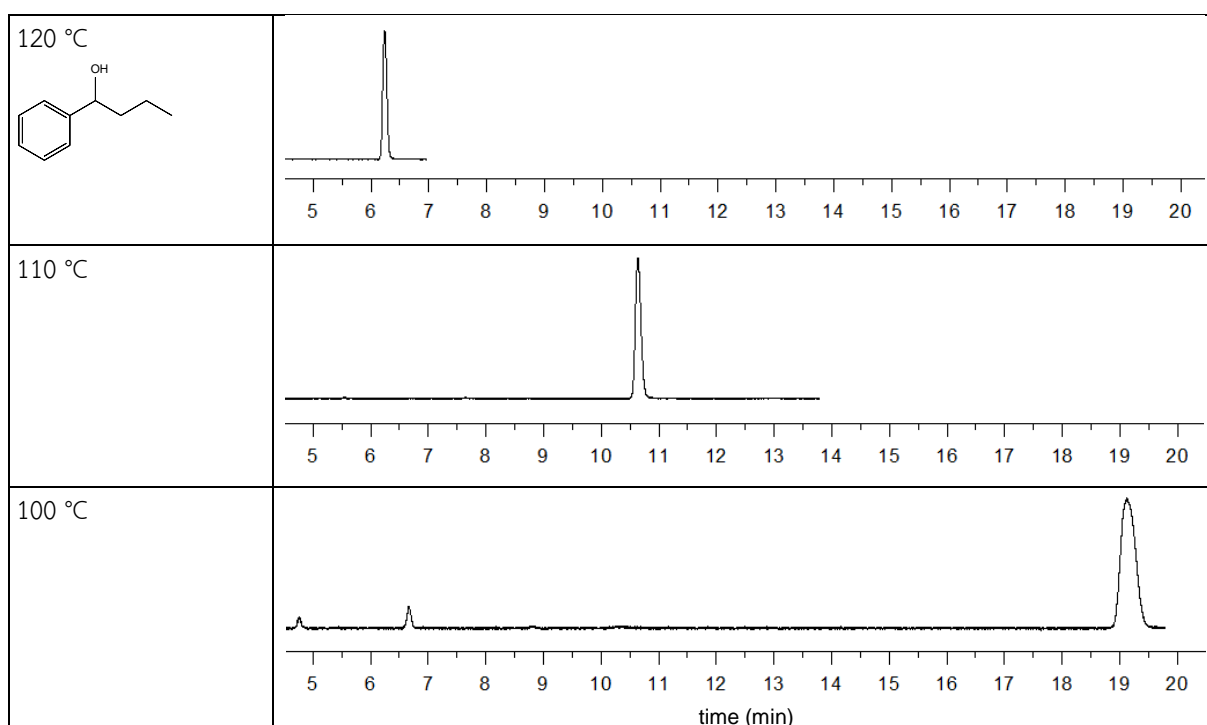
รูปที่ 3.3 โครมาโทแกรมของ oBr-PE ที่อุณหภูมิคงที่ 158 และ 149 °C

สำหรับการหาอุณหภูมิคงที่ที่เหมาะสมที่สุดสำหรับแอลกอฮอล์ mBr-PE ซึ่งได้ผลการวิเคราะห์ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิ มีพีกปรากฏที่เวลา ($t_{R,2}$) 32.638 นาที มีค่า elution temperature₂ เท่ากับ 145.75 °C และค่า $R_s = 1.35$ ซึ่งยังไม่สามารถแยกได้อย่างสมบูรณ์ (จากตารางที่ 3.1) จึงเริ่มทำการวิเคราะห์ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่ที่ 140 °C ซึ่งคู่อิแนนท์โอเมอร์ยังแยกจากกันได้เล็กน้อย (คำนวณค่า R_s ไม่ได้) จึงลดอุณหภูมิคอลัมน์ทีละ 10 °C เป็น 130 และ 120 °C พบว่าคู่อิแนนท์โอเมอร์แยกจากกันได้ดีขึ้น มีค่า $R_s = 1.73$ และ 2.92 ตามลำดับ จากนั้นจึงทดลองปรับอุณหภูมิเพิ่มเติมเพื่อให้ได้ค่า R_s ของการแยกใกล้เคียง 1.5 และ 2.0 ตามลำดับ พบว่าที่อุณหภูมิ 131 °C คู่อิแนนท์โอเมอร์ของ mBr-PE มีค่า $R_s = 1.53$ ใช้เวลาวิเคราะห์ 14.898 นาที ($k'_2 = 27.60$) และที่อุณหภูมิ 128 °C อิแนนท์โอเมอร์ของ mBr-PE มีค่า $R_s = 2.01$ ใช้เวลาวิเคราะห์ 17.979 นาที ($k'_2 = 33.51$) แสดงดังรูปที่ 3.4 แม้ว่า จะแยกคู่อิแนนท์โอเมอร์ได้สมบูรณ์ แต่ใช้เวลาในการวิเคราะห์ค่อนข้างนาน ($k' > 20$) และสังเกตได้ว่าพีกจะมีลักษณะกว้าง (broad) และพีกไม่สมมาตร โดยเฉพาะที่ฐานพีก ส่งผลให้การแยกยังไม่สมบูรณ์ดีนัก แม้ว่าค่า R_s ที่คำนวณได้จะมากกว่า 1.5 แล้วก็ตาม และอาจส่งผลให้วิเคราะห์เชิงปริมาณผิดพลาดได้



รูปที่ 3.4 โครมาโทแกรมของ mBr-PE ที่อุณหภูมิกคงที่ช่วง 140 ถึง 120 °C

สำหรับแอลกอฮอล์ 4OH ซึ่งได้ผลการวิเคราะห์ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิ มีพีคเพียงพีคเดียวปรากฏที่เวลา 24.657 นาที มีค่า elution temperature เท่ากับ 119.89 °C และยังไม่สามารถแยกได้ (จากตารางที่ 3.1) จึงเริ่มทำการวิเคราะห์ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่ที่ 120 °C พบพีคที่เวลา 6.234 นาที ($k' = 10.97$) ซึ่งคู่อิแนนท์ไอเมอร์ยังไม่สามารถแยกได้ มีค่า $R_s = 0.60$ จึงลดอุณหภูมิคอลัมน์ทีละ 10 °C จนถึง 100 °C ยังคงปรากฏเพียงพีคเดียวที่เวลา 19.126 นาที ($k' = 35.71$) แสดงดังรูปที่ 3.5 ถือว่าใช้เวลาวิเคราะห์ค่อนข้างนาน ($k' > 20$) และยังไม่เห็นแนวโน้มการแยกของพีค จึงหยุดทำการวิเคราะห์ แสดงว่าเฟสคงที่ชนิดนี้ไม่เหมาะสมสำหรับการแยกคู่อิแนนท์ไอเมอร์ของแอลกอฮอล์ 4OH ควรทดลองกับเฟสคงที่ชนิดอื่น



รูปที่ 3.5 โครมาโทแกรมของ 4OH ที่อุณหภูมิคงที่ช่วง 120 ถึง 100 °C

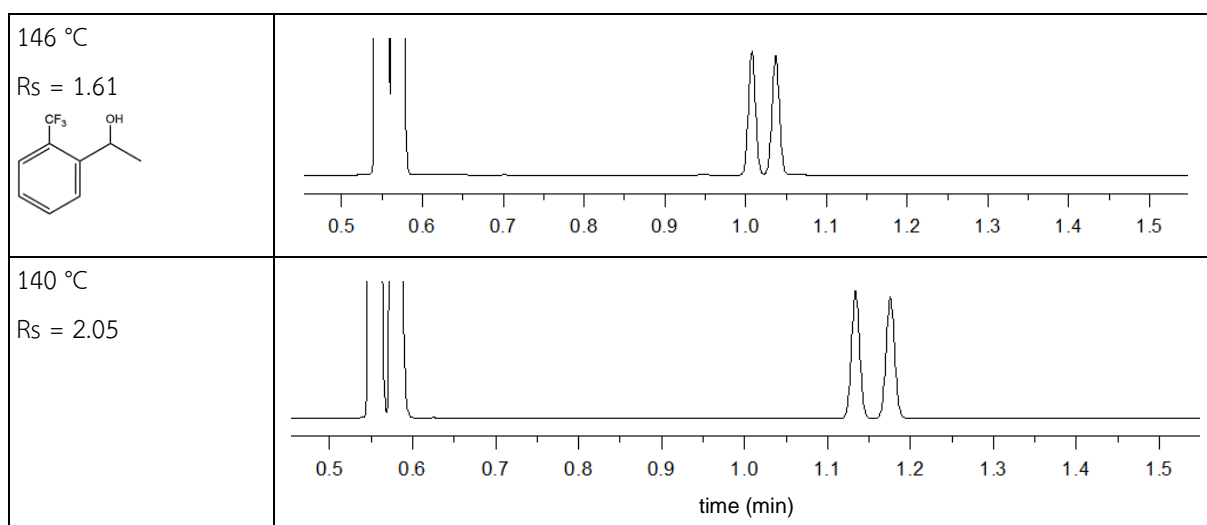
สำหรับการหาภาวะอุณหภูมิคงที่ที่เหมาะสมที่สุดสำหรับแอลกอฮอล์ชนิดอื่นๆ ทำการทดลองในทำนองเดียวกัน โดยนำค่า elution temperature จากภาวะโปรแกรมอุณหภูมิมาเป็นอุณหภูมิเริ่มต้นสำหรับการวิเคราะห์ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่ จากนั้นปรับเพิ่มหรือลดอุณหภูมิคอลัมน์จนพีคของคู่อิแนนท์ไอเมอร์แยกจากกันโดยสมบูรณ์ ได้ค่า R_s ใกล้เคียง 1.5 และ 2.0 หากปรับลดอุณหภูมิจนสารมีค่า k' มากกว่า 20 แล้วยังไม่สามารถแยกได้ ไม่ควรทำการวิเคราะห์ที่อุณหภูมิต่ำกว่านั้น ถือว่าเฟสคงที่ชนิดนี้ไม่เหมาะสมในการแยกคู่อิแนนท์ไอเมอร์ของสารชนิดนี้ ผลการแยกคู่อิแนนท์ไอเมอร์ของแอลกอฮอล์ 36 ชนิด ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิ และภาวะอุณหภูมิคงที่ สรุปดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 ผลการแยกคู่อิแนนท์ไอโซเมอร์ของแอลกอฮอล์ 36 ชนิด ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิ และ ภาวะอุณหภูมิคงที่ที่ให้ค่า Rs ใกล้เคียง 1.5 และ 2.0

#	โปรแกรมอุณหภูมิ				อุณหภูมิคงที่ ($R_s \approx 1.5$)				อุณหภูมิคงที่ ($R_s \approx 2.0$)			
	สาร	$t_{R,2}$ (min)	elution temp ₂ (°C)	R_s	temp (°C)	$t_{R,2}$ (min)	k'_2	R_s	temp (°C)	$t_{R,2}$ (min)	k'_2	R_s
1	PE	20.484	106.37	5.12	120	3.104	4.96	1.60	116	3.717	6.13	1.99
2	oCl-PE	23.407	115.84	6.08	152	1.600	2.07	1.55	144	2.033	2.90	2.01
3	mCl-PE	30.096	137.51	1.89	129	10.199	18.58	1.51	125	12.924	23.81	2.02
4	pCl-PE	31.931	143.46	3.39	147	5.493	9.54	1.50	141	7.517	13.43	2.06
5	oBr-PE	26.122	124.64	4.86	158	1.833	2.52	1.50	149	2.438	3.68	2.01
6	mBr-PE	32.638	145.75	1.35	131	14.898	27.60	1.53	128	17.979	33.51	2.01
7	pBr-PE	34.992	153.37	3.56	155	6.123	10.75	1.55	150	7.954	14.27	2.00
8	oF-PE	18.480	99.88	6.29	140	1.292	1.48	1.54	133	1.566	2.01	2.01
9	mF-PE	24.347	118.88	4.04	129	3.666	6.04	1.51	123	4.941	8.48	2.03
10	pF-PE	24.866	120.57	2.59	118	7.329	13.07	1.51	112	10.246	18.67	2.02
11	oMe-PE	20.792	107.37	0.87	85	21.120	39.54	1.55	78	32.311	61.02	1.99
12	mMe-PE	21.694	110.29	3.56	115	4.707	8.03	1.56	110	6.078	10.67	2.01
13	pMe-PE	23.991	117.73	9.76	147	1.666	2.20	1.53	142	1.976	2.79	2.06
14	oOMe-PE	23.384	115.76	2.87	127	3.895	6.48	1.51	117	6.061	10.63	2.02
15	mOMe-PE	28.855	133.49	2.47	127	8.783	15.86	1.54	123	11.092	20.29	2.01
16	pOMe-PE	20.481	106.36	4.82	136	2.018	2.87	1.53	127	2.708	4.20	2.01
17	oCF ₃ -PE	17.108	95.43	7.96	146	1.037	0.99	1.61	140	1.176	1.26	2.05
18	mCF ₃ -PE	24.385	119.01	0.82	ND	-	-	-	ND	-	-	-
19	pCF ₃ -PE	28.470	132.24	4.87	141	4.013	6.70	1.54	137	4.907	8.42	2.00
20	oNO ₂ -PE	36.518	158.32	3.41	176	2.883	4.53	1.53	166	4.468	7.58	2.02
21	mNO ₂ -PE	44.360	183.73	1.24	160	27.420	51.63	1.52	-	-	-	-
22	pNO ₂ -PE	48.709	197.82	-	ND	-	-	-	ND	-	-	-
23	pentaF-PE	21.694	110.29	4.39	150	1.281	1.46	1.51	142	1.631	2.13	2.00
24	PP	22.948	114.35	3.54	118	4.992	8.58	1.50	112	6.856	12.16	2.08
25	pF-PP	20.295	105.76	3.34	112	16.267	30.22	1.52	109	19.631	36.68	1.99
26	pMe-PP	26.278	125.14	6.18	140	2.883	4.53	1.54	136	3.443	5.61	2.01
27	pCl-PP	34.103	150.49	1.81	138	13.218	24.37	1.58	135	15.845	29.41	2.03
28	pBr-PP	37.012	159.92	1.90	148	12.867	23.70	1.56	144	16.311	30.31	2.08
29	pCF ₃ -PP	30.818	139.85	2.25	130	11.064	20.24	1.57	127	13.318	24.56	2.00
30	pOMe-PP	31.724	142.79	3.42	144	5.900	10.32	1.57	140	7.275	12.96	1.99
31	1OH	22.241	112.06	6.21	151	1.343	1.58	1.53	143	1.695	2.25	2.04
32	2OH	22.597	113.21	4.37	150	1.501	1.88	1.50	144	1.791	2.44	1.97
33	3OH	23.250	115.33	5.91	155	1.448	1.78	1.53	148	1.754	2.37	2.02
34	4OH	24.657	119.89	-	ND	-	-	-	ND	-	-	-
35	1-Nap	28.687	132.95	7.83	180	1.262	1.42	1.58	174	1.451	1.79	2.02
36	2-Nap	30.142	137.66	3.71	156	3.027	4.81	1.54	147	4.374	7.40	2.00

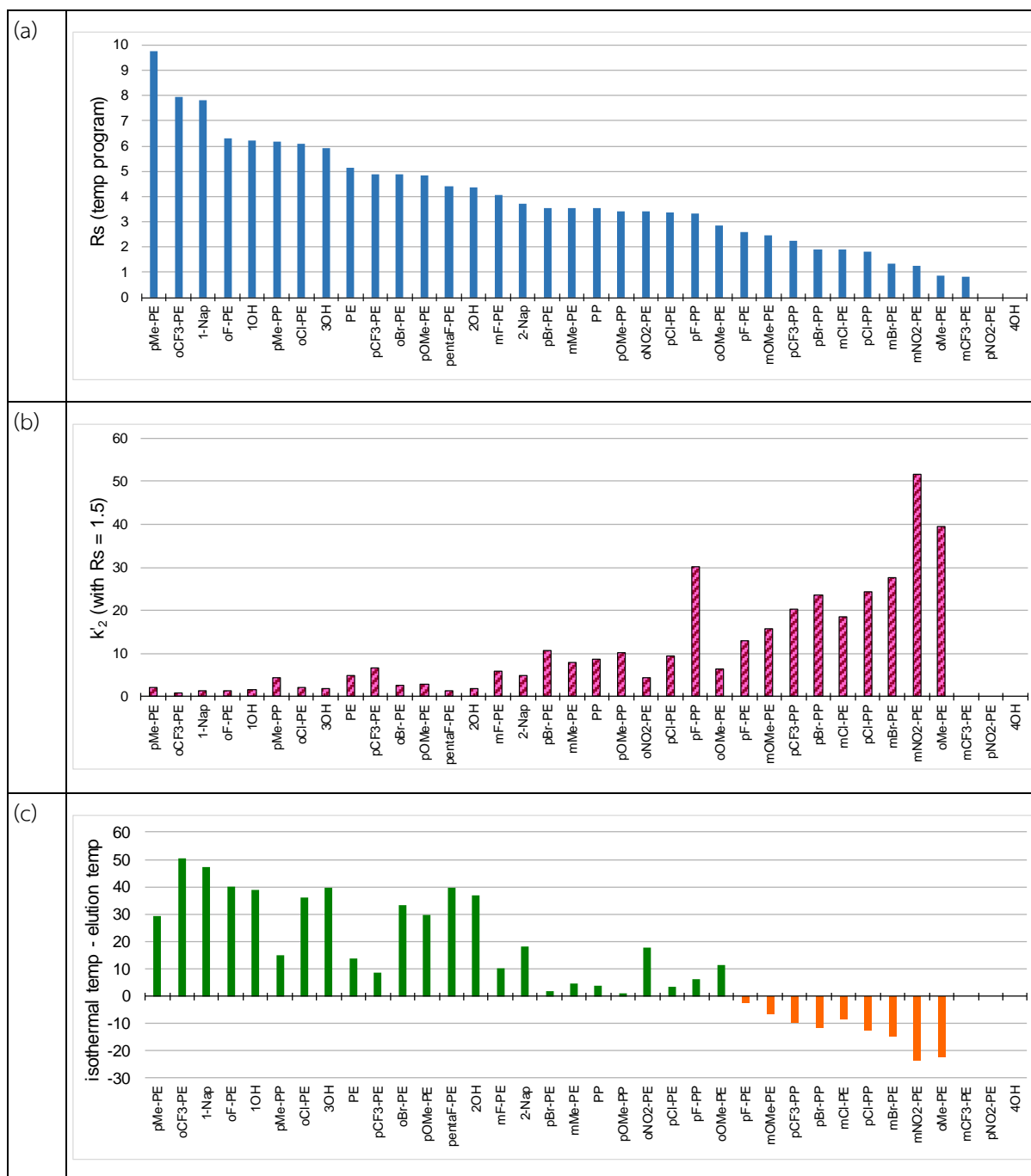
ข้อมูลจากตารางที่ 3.2 เปรียบเทียบผลการแยกคู่อิแนนท์โอเมอร์ของแอลกอฮอล์ทั้ง 36 ชนิด ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิจึงภาวะอุณหภูมิคงที่ที่แยกคู่อิแนนท์โอเมอร์ได้อย่างสมบูรณ์ ด้วยเฟสคงที่ชนิด heptakis(2-*O*-methyl-3-*O*-acetyl-6-*O*-*tert*-butyldimethylsilyl)- β -cyclodextrin พบว่า

- ไม่สามารถแยกคู่อิแนนท์โอเมอร์ของแอลกอฮอล์ได้ด้วยภาวะอุณหภูมิจึง จำนวน 3 ชนิด ได้แก่ $m\text{CF}_3\text{-PE}$, $p\text{NO}_2\text{-PE}$ และ 4OH โดยวิเคราะห์ที่ภาวะอุณหภูมิจึงที่มีค่า $k' > 20$ แล้วยังไม่เห็นแนวโน้มการแยกของพีค และพบว่าสารทั้ง 3 ชนิดนี้เมื่อวิเคราะห์ด้วยโปรแกรมอุณหภูมิ มีค่า R_s ค่อนข้างต่ำ ($R_s < 0.82$) หรือปรากฏพีคเพียง 1 พีค
- คู่อิแนนท์โอเมอร์ของแอลกอฮอล์ที่แยกได้สมบูรณ์ด้วยภาวะอุณหภูมิจึง (ที่ให้ค่า $R_s \approx 1.5$) และใช้เวลาวิเคราะห์ไม่นานมาก ($k'_2 < 20$) มีจำนวน 26 ชนิด จากทั้งหมด 36 ชนิด โดยทั้งหมดเป็นแอลกอฮอล์ที่วิเคราะห์ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิและให้ค่า $R_s > 1.5$
- คู่อิแนนท์โอเมอร์ของแอลกอฮอล์ที่แยกได้สมบูรณ์ด้วยภาวะอุณหภูมิจึง และใช้เวลาน้อยที่สุด คือ $o\text{CF}_3\text{-PE}$ ซึ่งใช้เวลาวิเคราะห์เพียง 1.037 นาที ($k'_2 = 0.99$; $R_s = 1.61$) และใช้เวลาเพียง 1.176 นาที ($k'_2 = 1.26$; $R_s = 2.05$) ดังแสดงในรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 โครมาโทแกรมของ $o\text{CF}_3\text{-PE}$ ที่อุณหภูมิจึงที่ 146 และ 140 °C

จากนั้น จึงได้พิจารณาข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิและภาวะอุณหภูมิจึงที่ตามตารางที่ 3.2 เพื่อลองหาความสัมพันธ์หรือใช้เป็นแนวทางและลดเวลาในการหาภาวะอุณหภูมิจึงที่เหมาะสมสำหรับการแยกคู่อิแนนท์โอเมอร์ของแอลกอฮอล์ แสดงดังรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7

- (a) ค่า R_s ของการแยกคู่อิแนนท์โอเมอร์ของแอลกอฮอล์ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิเรียงลำดับแอลกอฮอล์ตามค่า R_s จากมากไปน้อย
- (b) ค่า k_2 ของแอลกอฮอล์วิเคราะห์ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่ที่ให้ค่า R_s ใกล้เคียง 1.5
- (c) ผลต่างของอุณหภูมิคงที่ (ที่ให้ค่า R_s ใกล้เคียง 1.5) กับ elution temperature ที่ได้จากภาวะโปรแกรมอุณหภูมิของแอลกอฮอล์ (ทุกรูป เรียงลำดับแอลกอฮอล์ตาม (a))

จากรูปที่ 3.7(a) แสดงค่า R_s จากมากไปน้อยของการแยกคู่อิแนนทิโอเมอร์ของแอลกอฮอล์ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิ เมื่อเปรียบเทียบกับรูปที่ 3.7(b) ซึ่งแสดงค่า k'_2 ของแอลกอฮอล์ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่ที่ให้ค่า R_s ใกล้เคียง 1.5 มีข้อสังเกตว่า

- คู่อิแนนทิโอเมอร์ของแอลกอฮอล์ที่แยกได้ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิและมีค่า $R_{s(\text{temp program})}$ สูงเมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่ จะสามารถแยกได้อย่างสมบูรณ์และใช้เวลาน้อย (k'_2 น้อย)
- แอลกอฮอล์ที่มีค่า $R_{s(\text{temp program})} > 1.5$ ส่วนใหญ่จะแยกได้อย่างสมบูรณ์ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่และใช้เวลาไม่มากนัก (k'_2 ไม่เกิน 25) ยกเว้น pF-PP ที่มีค่า $k'_2 = 30.22$
- แอลกอฮอล์ส่วนใหญ่ที่ใช้เวลาวิเคราะห์รวดเร็ว ($k'_2 \leq 10$) มักจะมีค่า $R_{s(\text{temp program})} > 3$ ยกเว้น pF-PP ที่มี $R_{s(\text{temp program})} = 3.34$ แต่มีค่า $k'_2 = 30.22$
- แอลกอฮอล์ที่มีค่า $R_{s(\text{temp program})} < 1.5$ เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่ มักจะแยกไม่ได้หรือแยกได้ไม่สมบูรณ์หรือแยกได้อย่างสมบูรณ์แต่ใช้เวลานาน ($k'_2 > 25$)
- ผลของตำแหน่งของหมู่แทนที่: สำหรับแอลกอฮอล์กลุ่ม PE พบว่าสารที่มีหมู่แทนที่ในตำแหน่ง *ortho* แยกได้สมบูรณ์ทั้งหมด ส่วนใหญ่ใช้เวลาน้อยกว่า และใช้อุณหภูมิของคอลัมน์ในการแยกสูงกว่า สารที่มีหมู่แทนที่ในตำแหน่ง *meta* และ *para* ยกเว้น oMe-PE และ oOMe-PE
- ผลของโครงสร้าง: เปรียบเทียบแอลกอฮอล์กลุ่ม PE และ PP ที่มีหมู่แทนที่ชนิดเดียวกันในตำแหน่ง *para* พบว่าส่วนใหญ่กลุ่ม PE ใช้เวลาในการแยกที่น้อยกว่า และใช้อุณหภูมิต่ำกว่ากลุ่ม PP ยกเว้น pOMe-PE ทั้งนี้คาดว่าน่าจะเป็นผลจากหมู่แทนที่ที่ตำแหน่ง stereogenic center ที่แตกต่างกัน โดยแอลกอฮอล์กลุ่ม PE มีหมู่แทนที่ชนิด methyl ส่วนแอลกอฮอล์กลุ่ม PP มีหมู่แทนที่ชนิด ethyl ซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าและ flexible มากกว่า จึงอาจขัดขวางการเกิดแรงกระทำบริเวณ stereogenic center จึงทำให้ค่าการแยกของ PE ดีกว่า PP และสามารถใช้อุณหภูมิต่ำที่สูงขึ้นได้

เมื่อเปรียบเทียบค่าผลต่างของอุณหภูมิกิ่งที่ให้การแยกคู่อิแนนทิโอเมอร์สมบูรณ์ (R_s ใกล้เคียง 1.5) กับ elution temperature ของแอลกอฮอล์ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิ ดังรูปที่ 3.7(c) ร่วมกับรูปที่ 3.7(a) มีข้อสังเกตว่า

- คู่อิแนนทิโอเมอร์ของแอลกอฮอล์ที่แยกได้ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิและมีค่า $R_{s(\text{temp program})} < 3$ เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่ จะต้องใช้อุณหภูมิกิ่งที่ต่ำกว่า elution temperature (สังเกตจากรูปที่ 3.7(c) ที่เป็นกราฟค่าลบ) และยังมีค่า $R_{s(\text{temp program})}$ ต่ำ จะต้องใช้อุณหภูมิกิ่งที่ต่ำลง เช่น pF-PE มีค่า $R_{s(\text{temp program})} = 2.59$; elution temperature = 120.57 °C และ อุณหภูมิกิ่งที่ = 118 °C ซึ่งต่ำกว่า elution temperature เพียง 2.57 °C ส่วน pCl-PP มีค่า $R_{s(\text{temp program})} = 1.81$; elution temperature = 150.49 °C และ อุณหภูมิกิ่งที่ = 138 °C ซึ่งต่ำกว่า elution temperature ถึง 12.49 °C ซึ่งการวิเคราะห์ที่อุณหภูมิต่ำจะใช้เวลานาน

- คู่อิแนนท์โอเมอร์ของแอลกอฮอล์ที่แยกได้ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิและมีค่า $R_{S(\text{temp program})} > 3$ เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่ จะใช้อุณหภูมิคงที่ที่สูงกว่า elution temperature (สังเกตจากรูปที่ 3.7(c) ที่เป็นกราฟค่าบวก) และยังมีค่า $R_{S(\text{temp program})}$ สูง จะใช้อุณหภูมิคงที่ที่สูงขึ้นและลดเวลาในการวิเคราะห์ลงได้ อย่างไรก็ตาม แนวโน้มของค่าผลต่างของอุณหภูมิคงที่ที่ให้การแยกคู่อิแนนท์โอเมอร์สมบูรณ์กับ elution temperature และแนวโน้มค่า $R_{S(\text{temp program})}$ ยังไม่สัมพันธ์กันนัก เช่น pMe-PE มีค่า $R_{S(\text{temp program})} = 9.76$ ซึ่งสูงที่สุดในกลุ่มสารที่ทดสอบ มีค่าผลต่างของอุณหภูมิ = +29.3 °C ในขณะที่ oCF₃-PE มีค่า $R_{S(\text{temp program})} = 7.96$ แต่มีค่าผลต่างของอุณหภูมิ = +50.6 °C ซึ่งเป็นค่าผลต่างที่มากที่สุด และสาร oCF₃-PE นี้ใช้เวลาวิเคราะห์ที่อุณหภูมิกงที่น้อยที่สุดด้วย (รูปที่ 3.6)

บทที่ 4

สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาภาวะสำหรับการแยกคู่อิแนนท์ไอเมอร์ของแอลกอฮอล์จำนวนรวม 36 ชนิด (ส่วนใหญ่มีโครงสร้างหลักเป็น 1-phenylethanol (PE) และ 1-phenyl-1-propanol (PP) ที่มีชนิดและตำแหน่งของหมู่แทนที่บนวงแอรอแมติกที่แตกต่างกัน) ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟีที่มี heptakis(2-*O*-methyl-3-*O*-acetyl-6-*O*-*tert*-butyldimethylsilyl)- β -cyclodextrin เป็นเฟสคงที่ชนิดโครัล โดยใช้การวิเคราะห์แบบโปรแกรมอุณหภูมิ เพื่อใช้เป็นแนวทางในการตั้งภาวะเบื้องต้นสำหรับการวิเคราะห์ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่ และการหาภาวะอุณหภูมิคงที่ที่เหมาะสมที่สุดที่แยกคู่อิแนนท์ไอเมอร์ออกจากกันได้สมบูรณ์ และใช้เวลาในการวิเคราะห์ที่เหมาะสม รวมถึงวิเคราะห์ผลของชนิดของหมู่แทนที่ (F, Cl, Br, Me, OCH₃, CF₃, NO₂), ตำแหน่งของหมู่แทนที่ (*ortho*, *meta*, *para*) และโครงสร้างหลักของแอลกอฮอล์ที่มีผลต่อการแยกคู่อิแนนท์ไอเมอร์

เมื่อทำการวิเคราะห์คู่อิแนนท์ไอเมอร์ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 3.24 °C/min พบว่าสามารถแยกคู่อิแนนท์ไอเมอร์ของแอลกอฮอล์ได้สมบูรณ์ (มีค่า $R_s \geq 1.5$) มากถึง 30 ชนิด สามารถแยกคู่อิแนนท์ไอเมอร์ของแอลกอฮอล์ได้แต่ไม่สมบูรณ์ (มีค่า $R_s < 1.5$) จำนวน 4 ชนิด (ได้แก่ mBr-PE, oMe-PE, mCF₃-PE และ mNO₂-PE) และมีคู่อิแนนท์ไอเมอร์ของแอลกอฮอล์ที่ไม่สามารถแยกจากกันได้เลย (ปรากฏ 1 พีก) จำนวน 2 ชนิด (ได้แก่ pNO₂-PE และ 4OH) โดยแอลกอฮอล์ที่มีหมู่แทนที่ที่ตำแหน่ง *ortho* ส่วนใหญ่จะใช้เวลาในการวิเคราะห์น้อยกว่า และมีค่า elution temperature ต่ำกว่าแอลกอฮอล์ที่มีหมู่แทนที่ที่ตำแหน่ง *meta* และ *para* การวิเคราะห์ด้วยโปรแกรมอุณหภูมิมักใช้เวลาในการวิเคราะห์ค่อนข้างนาน จึงจะหาภาวะอุณหภูมิคงที่ที่แยกคู่อิแนนท์ไอเมอร์ของแอลกอฮอล์ได้สมบูรณ์และใช้น้อยกว่าการวิเคราะห์ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิ โดยใช้ค่า elution temperature ที่ได้จากโปรแกรมอุณหภูมิเป็นอุณหภูมิเริ่มต้นสำหรับการวิเคราะห์ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่

เมื่อทำการวิเคราะห์ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่ พบว่าสามารถแยกคู่อิแนนท์ไอเมอร์ของแอลกอฮอล์ได้สมบูรณ์ (มีค่า R_s ใกล้เคียง 1.5) มากถึง 33 ชนิด และสารเกือบทุกชนิดใช้เวลาวิเคราะห์น้อยกว่าการวิเคราะห์ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิ และมีจำนวน 3 ชนิด ได้แก่ mCF₃-PE, pNO₂-PE และ 4OH ที่ไม่สามารถแยกคู่อิแนนท์ไอเมอร์ออกจากกันได้ นอกจากนี้ พบว่าสามารถใช้ค่า elution temperature และค่า R_s ที่ได้จากโปรแกรมอุณหภูมิเป็นแนวทางในการหาอุณหภูมิคงที่ที่เหมาะสมได้ หากค่า $R_{s(\text{temp program})} > 3$ สามารถตั้งภาวะอุณหภูมิคงที่ที่สูงกว่า elution temperature ได้ ส่วนสารที่มี $R_{s(\text{temp program})} < 1.5$ มักจะแยกไม่ได้หรือแยกได้ไม่สมบูรณ์หรือแยกได้อย่างสมบูรณ์แต่ใช้เวลานาน ($k'_2 > 25$) แสดงว่าเฟสคงที่ชนิดนี้ไม่เหมาะสมควรทดลองเปลี่ยนชนิดของเฟสคงที่

ข้อเสนอแนะ

- งานวิจัยนี้เป็นการทดลองเบื้องต้นกับแอลกอฮอล์เพียง 36 ชนิด ควรเพิ่มจำนวนแอลกอฮอล์และความหลากหลายของโครงสร้างของสาร เพื่อให้ได้ข้อมูลและอาจเห็นแนวโน้มที่ชัดเจนมากยิ่งขึ้น
- ควรทดลองแยกคู่อิแนนท์ไอเมอร์ของสารกลุ่มอื่นๆ ให้หลากหลายมากขึ้น เช่น แอลดีไฮด์ เอมีน เอสเทอร์ เป็นต้น เพื่อเก็บข้อมูลและเปรียบเทียบกับผลที่ได้จากแอลกอฮอล์ว่ามีแนวโน้มเหมือนกันหรือไม่ หากมีแนวโน้มคล้ายกัน ก็จะสามารถใช้เป็นแนวทางในการวิเคราะห์สารชนิดใหม่ได้ ก่อนทดลองกับอนุพันธ์ไซโคลเดกซ์ทรินชนิดอื่นต่อไป

บรรณานุกรม

1. อีร์ศักดี โจรจรรยา, แอนเนทโทโอเมอร์: บทบาทต่อฤทธิ์ทางเภสัชวิทยาของยา. *วารสารไทยเภสัชชนิพนธ์*. **2548**, 2, 47-58.
2. Ke, J.; Zhang, Y.; Zhang, X.; Liu, Y.; Ji, Y.; Chen, J. Novel chiral composite membrane prepared via the interfacial polymerization of diethylamino-beta-cyclodextrin for the enantioseparation of chiral drugs. *Journal of Membrane Science*. **2020**, 597, 117635; <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2019.117635>.
3. พนารัตน์ อรุณรัตติยากร. ตัวเร่งปฏิกิริยาชีวภาพกับการสังเคราะห์ทางเคมี. *วารสารมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ (สาขาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี)*. **2554**, 27(2), 289-307.
4. Ajavakom, A.; Chantra, T. Synthesis and the separation of enantiomeric epoxide and oxazolidinone intermediates for antibiotic linezolid using HPLC and GC chromatography bearing specific chiral columns. *Journal of Science and Technology (Srinakharinwirot University)*. **2556**, 5, 80-92.
5. Berezkin, V.G.; Alishoyev, V.R.; Nemirovskaya, I.B. Chapter 1 Basic principles of gas chromatography. *Journal of Chromatography Library*. **1997**, 10, 1-31.
6. Carneiro, S. B.; Costa Duarte, F. I.; Heimfarth, L.; Siqueira Quintans, J. S.; Quintans-Junior, L. J.; Veiga Junior, V. F. D.; Neves de Lima, A. A. Cyclodextrin-drug inclusion complexes: in vivo and in vitro approaches. *International Journal of Molecular Sciences*. **2019**, 20, 642; doi:10.3390/ijms20030642.
7. Takahisa, E.; Engel, K.-H. 2,3-Di-*O*-methoxymethyl-6-*O*-*tert*-butyldimethylsilyl- β -cyclodextrin, a useful stationary phase for gas chromatographic separation of enantiomers. *Journal of Chromatography A*. **2005**, 1076 (1), 148-154.
8. Schurig, V. Use of derivatized cyclodextrins as chiral selectors for the separation of enantiomers by gas chromatography. *Annales Pharmaceutiques Françaises*. **2010**, 68 (2), 82-98.
9. Liberto, E.; Cagliero, C.; Sgorbini, B.; Bicchi, C.; Sciarrone, D.; Zellner, B. D.; Mondello, L.; Rubiolo, P. Enantiomer identification in the flavour and fragrance fields by "interactive" combination of linear retention indices from enantioselective gas chromatography and mass spectrometry. *Journal of Chromatography A*. **2008**, 1195 (1-2), 117-126.

10. Liu, Y.-M.; Gordon, P.; Green, S.; Sweedler, J. V. Determination of salsolinol enantiomers by gas chromatography-mass spectrometry with cyclodextrin chiral columns. *Analytica Chimica Acta*. **2000**, 420 (1), 81-88.
11. Khonghuirob, O. Enantiomeric separation of alcohols by gas chromatography using cyclodextrin derivative as stationary phase. Master's Thesis, Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, 2004.
12. Bredikhin, A. A.; Bredikhina, Z. A.; Kurenkov, A. V.; Gubaidullin, A. T. Synthesis, crystal structure, and absolute configuration of the enantiomers of chiral drug xibenolol hydrochloride. *Tetrahedron: Asymmetry*. **2017**, 28 (10), 1359-1366.
13. กันต์กนิษฐ์ ตูลขำ และ พิจักษณ์ เลิศไกร. สมบัติของอนุพันธ์ปีตาไซโคลเดกซ์ทรินเพื่อเป็นเฟสคงที่ของแก๊สโครมาโทกราฟี. โครงการการเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์ ประจำปีการศึกษา 2556, ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2556.
14. Jongjitwattana, M. Enantiomeric separation of alcohols by gas chromatography using beta-cyclodextrin derivative as stationary phase. Master's Thesis, Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, 2014.
15. ต้นกล้า อินสว่าง. เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี. ใน รินา ภัทรมานนท์ (บก.), แนะนำเครื่องมือวิจัย ศูนย์เครื่องมือวิจัยมหาวิทยาลัยขอนแก่น, ขอนแก่น, สำนักพิมพ์ศิริกัณฑ์, 2558, 2-3.
16. รามนรี เนตรวิเชียร. 2 สิ่งสำคัญ ที่ควรรู้ก่อนใช้งานเครื่อง GC. (ออนไลน์). แหล่งที่มา <https://www.slideshare.net/ramnareenetvichian/2-gc>. (สืบค้นเมื่อ 3 มีนาคม 2563).
17. แก๊สโครมาโทกราฟี. (ออนไลน์). แหล่งที่มา https://ptortamp.files.wordpress.com/2015/03/gas-chromatography.pdf?fbclid=IwAR3IRWVopbbq_ql_e4kh9_APq_Dwuim1xhAwkhuQugy8XbaZ2L95Sdz0gmc. (สืบค้นเมื่อ 3 มีนาคม 2563).
18. Agilent Technologies, Inc. Fundamentals of Gas Chromatographs, Delaware, USA, 2002.
19. ปิยาณี ลัมโสภารธรรม. การเตรียม β -cyclodextrin ที่เชื่อมกับผ้าฝ้ายสำหรับใช้ในงานด้านสิ่งทอ. วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต, สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ มหาวิทยาลัยศิลปากร, 2550.
20. Crini, G.; Fourmentin, S.; Torri, G.; Fourmentin, M.; Morin-Crini, N. Fundamentals and Applications of Cyclodextrins. In: Fourmentin S.; Crini G., Lichtfouse E. (eds) Cyclodextrin Fundamentals, Reactivity and Analysis. Environmental Chemistry for a Sustainable World, vol 16, Cham, Springer, 2018.
21. Shitangkoon, A.; Vigh, G. Systematic modification of the separation selectivity of cyclodextrin-based gas chromatographic stationary phases by varying the size of the 6-O-substituents. *Journal of Chromatography A*. **1996**, 738 (1), 31-42.

22. Takahisa, E.; Engel, K.-H. 2,3-Di-O-methoxymethyl-6-O-tert-butyltrimethylsilyl- γ -cyclodextrin: a new class of cyclodextrin derivatives for gas chromatographic separation of enantiomers. *Journal of Chromatography A*. **2005**, 1063 (1), 181-192.
23. Bicchi, C.; Cagliero, C.; Liberto, E.; Sgorbini, B.; Martina, K.; Cravotto, G.; Rubiolo, P. New asymmetrical per-substituted cyclodextrins (2-O-methyl-3-O-ethyl- and 2-O-ethyl-3-O-methyl-6-O-tert-butyltrimethylsilyl- β -derivatives) as chiral selectors for enantioselective gas chromatography in the flavour and fragrance field. *Journal of Chromatography A*. **2010**, 1217(7), 1106-1113.
24. Shi, X.; Liu, F.; Mao, J. The CGC enantiomer separation of 2-arylcarboxylic acid esters by using β -cyclodextrin derivatives as chiral stationary phases. *Analytica Chimica Acta*. **2016**, 912, 156-162.
25. Menestrina, F.; Ronco, N. R.; Romero, L. M.; Castells, C. B. Enantioseparation of polar pesticides on chiral capillary columns based on permethyl- β -cyclodextrin in matrices of different polarities. *Microchemical Journal* **2018**, 140, 52-59.
26. Grob, K. Making and Manipulating Capillary Columns for Gas Chromatography, Hüthig, Heidelberg, 1986.
27. Food and Drug Administration. Reviewer Guidance Validation of Chromatographic Methods. (Online). Retrieved from <https://www.fda.gov/regulatory-information/search-fda-guidance-documents/reviewer-guidance-validation-chromatographic-methods> (accessed 24 April 2020).

ภาคผนวก

ตารางที่ A1 ผลการแยกคู่อิแนนท์ไอโอมอร์ของแอลกอฮอล์ 36 ชนิด ด้วยภาวะโปรแกรมอุณหภูมิ เริ่มต้นที่ 40 °C อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 3.24 °C/min

#	สาร	t _{R,1} (min)	t _{R,2} (min)	w _{h,1} (min)	w _{h,2} (min)	elution temp ₁ (°C)	elution temp ₂ (°C)	Rs
1	PE	20.019	20.484	0.0556	0.0513	104.86	106.37	5.12
2	oCl-PE	22.829	23.407	0.0576	0.0543	113.97	115.84	6.08
3	mCl-PE	29.925	30.096	0.0534	0.0532	136.96	137.51	1.89
4	pCl-PE	31.610	31.931	0.0548	0.0567	142.42	143.46	3.39
5	oBr-PE	25.640	26.122	0.0585	0.0583	123.07	124.64	4.86
6	mBr-PE	32.520	32.638	0.0512	0.0515	145.36	145.75	1.35
7	pBr-PE	34.684	34.992	0.0521	0.0498	152.38	153.37	3.56
8	oF-PE	17.906	18.48	0.0556	0.0518	98.02	99.88	6.29
9	mF-PE	23.993	24.347	0.0508	0.0524	117.74	118.88	4.04
10	pF-PE	24.630	24.866	0.0546	0.0526	119.80	120.57	2.59
11	oMe-PE	20.712	20.792	0.0522	0.0563	107.11	107.37	0.87
12	mMe-PE	21.377	21.694	0.052	0.0528	109.26	110.29	3.56
13	pMe-PE	23.104	23.991	0.055	0.052	114.86	117.73	9.76
14	oOMe-PE	23.109	23.384	0.0561	0.0566	114.87	115.76	2.87
15	mOMe-PE	28.645	28.855	0.0504	0.0498	132.81	133.49	2.47
16	pOMe-PE	20.036	20.481	0.0551	0.0535	104.92	106.36	4.82
17	oCF ₃ -PE	16.332	17.108	0.0572	0.0576	92.92	95.43	7.96
18	mCF ₃ -PE	24.314	24.385	0.048	0.0537	118.78	119.01	0.82
19	pCF ₃ -PE	28.037	28.470	0.0533	0.0514	130.84	132.24	4.87
20	oNO ₂ -PE	36.226	36.518	0.0495	0.0513	157.37	158.32	3.41
21	mNO ₂ -PE	44.251	44.360	0.0456	0.058	183.37	183.73	1.24
22	pNO ₂ -PE	-	48.709	-	0.0689	-	197.82	-
23	pentaF-PE	21.256	21.694	0.0581	0.0593	108.87	110.29	4.39
24	PP	22.639	22.948	0.0522	0.0505	113.35	114.35	3.54
25	pF-PP	19.980	20.295	0.0566	0.0545	104.74	105.76	3.34
26	pMe-PP	25.768	26.278	0.0501	0.0471	123.49	125.14	6.18
27	pCl-PP	33.939	34.103	0.054	0.0524	149.96	150.49	1.81
28	pBr-PP	36.851	37.012	0.0506	0.0489	159.40	159.92	1.90
29	pCF ₃ -PP	30.629	30.818	0.0498	0.0491	139.24	139.85	2.25
30	pOMe-PP	31.413	31.724	0.0543	0.0527	141.78	142.79	3.42
31	1OH	21.660	22.241	0.0559	0.0542	110.18	112.06	6.21
32	2OH	22.198	22.597	0.0525	0.055	111.92	113.21	4.37
33	3OH	22.708	23.250	0.0534	0.0546	113.57	115.33	5.91
34	4OH	-	24.657	-	0.0623	-	119.89	-
35	1-Nap	27.949	28.687	0.0558	0.0552	130.55	132.95	7.83
36	2-Nap	29.776	30.142	0.0581	0.0579	136.47	137.66	3.71

ตารางที่ A2 ผลการแยกคู่ไอโซเมอร์ของแอลกอฮอล์ 36 ชนิด ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่ที่ให้ค่า resolution ใกล้เคียง 1.5 ($R_s \approx 1.5$)

#	สาร	temp (°C)	$t_{R,1}$ (min)	$t_{R,2}$ (min)	$w_{h,1}$ (min)	$w_{h,2}$ (min)	k'_2	α	R_s
1	PE	120	3.019	3.104	0.0303	0.0323	4.96	1.034	1.60
2	oCl-PE	152	1.559	1.600	0.0154	0.0158	2.07	1.039	1.55
3	mCl-PE	129	9.943	10.199	0.0981	0.1018	18.58	1.027	1.51
4	pCl-PE	147	5.355	5.493	0.0532	0.0551	9.54	1.029	1.50
5	oBr-PE	158	1.786	1.833	0.0181	0.0189	2.52	1.037	1.50
6	mBr-PE	131	14.573	14.898	0.1270	0.1237	27.60	1.023	1.53
7	pBr-PE	155	5.965	6.123	0.0586	0.0612	10.75	1.029	1.55
8	oF-PE	140	1.258	1.292	0.0122	0.0138	1.48	1.046	1.54
9	mF-PE	129	3.571	3.666	0.0357	0.0384	6.04	1.031	1.51
10	pF-PE	118	7.133	7.329	0.0720	0.0803	13.07	1.030	1.51
11	oMe-PE	85	20.674	21.120	0.1595	0.1793	39.54	1.022	1.55
12	mMe-PE	115	4.586	4.707	0.0454	0.0460	8.03	1.030	1.56
13	pMe-PE	147	1.624	1.666	0.0160	0.0164	2.20	1.038	1.53
14	oOMe-PE	127	3.800	3.895	0.0361	0.0378	6.48	1.029	1.51
15	mOMe-PE	127	8.565	8.783	0.0811	0.0855	15.86	1.027	1.54
16	pOMe-PE	136	1.969	2.018	0.0188	0.0190	2.87	1.034	1.53
17	oCF ₃ -PE	146	1.008	1.037	0.0104	0.0108	0.99	1.060	1.61
18	mCF ₃ -PE	-	-	-	-	-	-	-	-
19	pCF ₃ -PE	141	3.905	4.013	0.0389	0.0436	6.70	1.032	1.54
20	oNO ₂ -PE	176	2.810	2.883	0.0276	0.0286	4.53	1.032	1.53
21	mNO ₂ -PE	160	26.871	27.420	0.1996	0.2256	51.63	1.021	1.52
22	pNO ₂ -PE	-	-	-	-	-	-	-	-
23	pentaF-PE	150	1.246	1.281	0.0134	0.0139	1.46	1.048	1.51
24	PP	118	4.865	4.992	0.0475	0.0524	8.58	1.029	1.50
25	pF-PP	112	15.927	16.267	0.1224	0.1409	30.22	1.022	1.52
26	pMe-PP	140	2.809	2.883	0.0273	0.0292	4.53	1.032	1.54
27	pCl-PP	138	12.909	13.218	0.1197	0.1108	24.37	1.025	1.58
28	pBr-PP	148	12.580	12.867	0.1057	0.1104	23.70	1.024	1.56
29	pCF ₃ -PP	130	10.773	11.064	0.1034	0.1148	20.24	1.028	1.57
30	pOMe-PP	144	5.748	5.900	0.0554	0.0586	10.32	1.029	1.57
31	1OH	151	1.308	1.343	0.0127	0.0142	1.58	1.044	1.53
32	2OH	150	1.462	1.501	0.0146	0.0160	1.88	1.041	1.50
33	3OH	155	1.410	1.448	0.0145	0.0148	1.78	1.043	1.53
34	4OH	-	-	-	-	-	-	-	-
35	1-Nap	180	1.227	1.262	0.0133	0.0127	1.42	1.050	1.58
36	2-Nap	156	2.948	3.027	0.0287	0.0316	4.81	1.033	1.54

ตารางที่ A3 ผลการแยกคู่ไอโซเมอร์ของแอลกอฮอล์ 36 ชนิด ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่ที่ให้ค่า resolution ใกล้เคียง 2.0 ($R_s \approx 2.0$)

#	สาร	temp (°C)	$t_{R,1}$ (min)	$t_{R,2}$ (min)	$w_{h,1}$ (min)	$w_{h,2}$ (min)	k'_2	α	R_s
1	PE	116	3.591	3.717	0.0360	0.0385	6.13	1.041	1.99
2	oCl-PE	144	1.964	2.033	0.0194	0.0210	2.90	1.048	2.01
3	mCl-PE	125	12.536	12.924	0.1146	0.1119	23.81	1.032	2.02
4	pCl-PE	141	7.263	7.517	0.0692	0.0756	13.43	1.038	2.06
5	oBr-PE	149	2.355	2.438	0.0232	0.0253	3.68	1.045	2.01
6	mBr-PE	128	17.513	17.979	0.1306	0.1416	33.51	1.027	2.01
7	pBr-PE	150	7.690	7.954	0.0762	0.0788	14.27	1.037	2.00
8	oF-PE	133	1.513	1.566	0.0153	0.0157	2.01	1.053	2.01
9	mF-PE	123	4.770	4.941	0.0490	0.0503	8.48	1.040	2.03
10	pF-PE	112	9.893	10.246	0.0997	0.1060	18.67	1.038	2.02
11	oMe-PE	78	31.466	32.311	0.2416	0.2573	61.02	1.027	1.99
12	mMe-PE	110	5.874	6.078	0.0580	0.0612	10.67	1.038	2.01
13	pMe-PE	142	1.909	1.976	0.0187	0.0195	2.79	1.048	2.06
14	oOMe-PE	117	5.860	6.061	0.0556	0.0617	10.63	1.038	2.02
15	mOMe-PE	123	10.741	11.092	0.0982	0.1072	20.29	1.034	2.01
16	pOMe-PE	127	2.621	2.708	0.0252	0.0257	4.20	1.041	2.01
17	oCF ₃ -PE	140	1.134	1.176	0.0113	0.0128	1.26	1.069	2.05
18	mCF ₃ -PE	-	-	-	-	-	-	-	-
19	pCF ₃ -PE	137	4.742	4.907	0.0462	0.0507	8.42	1.039	2.00
20	oNO ₂ -PE	166	4.317	4.468	0.0431	0.0449	7.58	1.040	2.02
21	mNO ₂ -PE	-	-	-	-	-	-	-	-
22	pNO ₂ -PE	-	-	-	-	-	-	-	-
23	pentaF-PE	142	1.574	1.631	0.0159	0.0176	2.13	1.054	2.00
24	PP	112	6.620	6.856	0.0659	0.0679	12.16	1.039	2.08
25	pF-PP	109	19.134	19.631	0.1424	0.1521	36.68	1.027	1.99
26	pMe-PP	136	3.331	3.443	0.0322	0.0333	5.61	1.040	2.01
27	pCl-PP	135	15.400	15.845	0.1288	0.1294	29.41	1.030	2.03
28	pBr-PP	144	15.856	16.311	0.1227	0.1348	30.31	1.030	2.08
29	pCF ₃ -PP	127	12.912	13.318	0.1176	0.1215	24.56	1.033	2.00
30	pOMe-PP	140	7.042	7.275	0.0698	0.0683	12.96	1.036	1.99
31	1OH	143	1.635	1.695	0.0169	0.0177	2.25	1.054	2.04
32	2OH	144	1.733	1.791	0.0166	0.0180	2.44	1.048	1.97
33	3OH	148	1.696	1.754	0.0162	0.0176	2.37	1.049	2.02
34	4OH	-	-	-	-	-	-	-	-
35	1-Nap	174	1.401	1.451	0.0143	0.0148	1.79	1.057	2.02
36	2-Nap	147	4.225	4.374	0.0427	0.0450	7.40	1.040	2.00

ตารางที่ A4 ผลการแยกคู่ไอโซเมอร์ของแอลกอฮอล์ 36 ชนิด ด้วยภาวะอุณหภูมิคงที่อย่างน้อย 5 อุณหภูมิ

#	สาร	temp (°C)	t _{R,1} (min)	t _{R,2} (min)	w _{h,1} (min)	w _{h,2} (min)	k' ₂	α	Rs
1	PE	130	2.042	2.073	0.0195	0.0217	2.98	1.020	0.89
		120	3.011	3.095	0.0295	0.0326	4.94	1.034	1.59
		110	4.743	4.966	0.0494	0.0524	8.53	1.053	2.58
		100	7.918	8.490	0.0803	0.0892	15.30	1.077	3.97
		90	13.910	15.369	0.1293	0.1465	28.50	1.109	6.23
2	oCl-PE	150	1.651	1.697	0.0168	0.0172	2.26	1.041	1.59
		140	2.241	2.330	0.0231	0.0234	3.47	1.052	2.25
		130	3.221	3.395	0.0317	0.0333	5.52	1.064	3.15
		120	4.887	5.233	0.0492	0.0526	9.04	1.079	4.00
		110	7.836	8.538	0.0785	0.0825	15.39	1.096	5.13
		100	13.176	14.650	0.1217	0.1235	27.12	1.116	7.08
3	mCl-PE	160	2.268	-	0.0230	-	-	-	-
		150	3.407	-	0.0415	-	-	-	-
		140	5.468	5.535	0.0491	0.0558	9.62	1.014	0.75
		130	9.323	9.541	0.0916	0.0937	17.31	1.025	1.38
		120	16.822	17.458	0.1379	0.1371	32.51	1.039	2.72
4	pCl-PE	160	2.953	2.982	0.0262	0.0285	4.72	1.012	0.62
		150	4.601	4.699	0.0444	0.0475	8.02	1.024	1.26
		140	7.617	7.893	0.0761	0.0791	14.15	1.039	2.09
		130	13.207	13.943	0.1184	0.1232	25.76	1.058	3.59
		120	23.854	25.807	0.1846	0.2035	48.53	1.084	5.92
5	oBr-PE	160	1.695	1.737	0.0181	0.0187	2.33	1.036	1.34
		150	2.286	2.364	0.0233	0.0245	3.54	1.044	1.92
		140	3.259	3.407	0.0321	0.0332	5.54	1.054	2.67
		130	4.888	5.176	0.0483	0.0518	8.93	1.066	3.39
		120	7.719	8.292	0.0784	0.0846	14.92	1.080	4.14
		110	12.838	14.002	0.1183	0.1181	25.88	1.095	5.80
6	mBr-PE	160	3.296	-	0.0329	-	-	-	-
		150	5.211	-	0.0616	-	-	-	-
		140	8.670	8.776	0.0734	0.0895	15.84	1.013	0.77
		130	15.355	15.719	0.1142	0.1329	29.17	1.025	1.73
		120	28.612	29.713	0.2124	0.2321	56.03	1.039	2.92
7	pBr-PE	180	2.061	-	0.0250	-	-	-	-
		170	3.007	3.031	0.0262	0.0280	4.82	1.010	0.52
		160	4.653	4.745	0.0443	0.0494	8.11	1.022	1.16
		150	7.655	7.913	0.0737	0.0792	14.19	1.036	1.99
		140	13.212	13.905	0.1195	0.1287	25.69	1.055	3.29
8	oF-PE	130	1.654	1.719	0.0181	0.0187	2.30	1.057	2.08
		120	2.316	2.440	0.0238	0.0247	3.68	1.069	3.01

#	สาร	temp (°C)	t _{R,1} (min)	t _{R,2} (min)	w _{h,1} (min)	w _{h,2} (min)	k' ₂	α	Rs
		110	3.453	3.698	0.0351	0.0373	6.10	1.084	3.98
		100	5.461	5.948	0.0551	0.0606	10.42	1.099	4.95
		90	9.161	10.160	0.0900	0.1016	18.50	1.116	6.14
		80	16.167	18.258	0.1366	0.1502	34.04	1.134	8.58
9	mF-PE	140	2.215	2.244	0.0205	0.0242	3.31	1.017	0.76
		130	3.376	3.460	0.0343	0.0370	5.64	1.029	1.39
		120	5.509	5.730	0.0557	0.0595	10.00	1.044	2.26
		110	9.512	10.084	0.0972	0.1000	18.36	1.064	3.41
		100	17.196	18.635	0.1493	0.1419	34.77	1.086	5.82
10	pF-PE	140	2.529	-	0.0313	-	-	-	-
		130	3.891	3.940	0.0348	0.0430	6.56	1.015	0.74
		120	6.371	6.523	0.0622	0.0715	11.52	1.026	1.34
		110	10.944	11.365	0.1048	0.1125	20.81	1.040	2.28
		100	19.577	20.685	0.1580	0.1797	38.70	1.058	3.86
11	oMe-PE	120	3.549	-	0.0376	-	-	-	-
		110	5.527	-	0.0747	-	-	-	-
		100	9.019	9.106	0.0781	0.0914	16.48	1.010	0.60
		90	15.474	15.739	0.1172	0.1354	29.21	1.018	1.23
		80	27.733	28.45	0.2163	0.2349	53.61	1.026	1.87
12	mMe-PE	130	2.416	-	0.0357	-	-	-	-
		120	3.632	3.701	0.0350	0.0372	6.10	1.022	1.12
		110	5.851	6.049	0.0584	0.0588	10.61	1.037	1.99
		100	10.019	10.572	0.0977	0.1031	19.29	1.058	3.24
		90	18.144	19.645	0.1422	0.1567	36.71	1.085	5.91
13	pMe-PE	150	1.485	1.517	0.0149	0.0156	1.91	1.033	1.23
		140	2.047	2.126	0.0198	0.0219	3.08	1.052	2.23
		130	3.020	3.216	0.0303	0.0321	5.17	1.078	3.70
		120	4.775	5.264	0.0479	0.0526	9.10	1.115	5.73
		110	8.030	9.242	0.0804	0.0941	16.74	1.161	8.17
		100	14.300	17.353	0.1266	0.1443	32.31	1.222	13.26
14	oOMe-PE	140	2.363	2.397	0.0215	0.0228	3.60	1.018	0.90
		130	3.388	3.462	0.0334	0.0337	5.64	1.026	1.30
		120	5.133	5.292	0.0492	0.0517	9.16	1.034	1.85
		110	8.197	8.54	0.0810	0.0834	15.39	1.045	2.46
		100	13.752	14.489	0.1156	0.1225	26.81	1.056	3.64
15	mOMe-PE	150	2.842	-	0.0934	-	-	-	-
		140	4.412	-	0.0711	-	-	-	-
		130	7.267	7.412	0.0690	0.0762	13.23	1.021	1.18
		120	12.775	13.263	0.1074	0.1128	24.46	1.040	2.61
		110	23.760	25.273	0.1837	0.1926	47.51	1.065	4.73
16	pOMe-PE	140	1.766	1.803	0.0167	0.0170	2.46	1.030	1.29

#	สาร	temp (°C)	t _{R,1} (min)	t _{R,2} (min)	w _{h,1} (min)	w _{h,2} (min)	k' ₂	α	Rs
		130	2.387	2.457	0.0227	0.0233	3.72	1.038	1.79
		120	3.388	3.527	0.0328	0.0327	5.77	1.048	2.50
		110	5.073	5.352	0.0481	0.0507	9.27	1.061	3.32
		100	7.991	8.561	0.0767	0.0828	15.43	1.076	4.21
		90	13.226	14.421	0.1173	0.1236	26.68	1.094	5.84
17	oCF ₃ -PE	130	1.440	1.517	0.0148	0.0154	1.91	1.084	3.00
		120	1.944	2.088	0.0197	0.0207	3.01	1.101	4.20
		110	2.789	3.062	0.0293	0.0311	4.88	1.120	5.32
		100	4.251	4.779	0.0441	0.0503	8.17	1.142	6.58
		90	6.865	7.899	0.0734	0.0857	14.16	1.163	7.65
		80	11.713	13.804	0.1164	0.1265	25.50	1.187	10.13
18	mCF ₃ -PE	140	2.315	-	0.0361	-	-	-	-
		130	3.565	-	0.0452	-	-	-	-
		120	5.849	-	0.0608	-	-	-	-
		110	10.160	-	0.1164	-	-	-	-
		100	18.426	18.780	0.1394	0.1633	35.05	1.020	1.38
19	pCF ₃ -PE	160	1.779	-	0.0225	-	-	-	-
		150	2.592	2.628	0.0246	0.0263	4.04	1.017	0.83
		140	4.074	4.191	0.0404	0.0433	7.04	1.033	1.65
		130	6.761	7.091	0.0686	0.0740	12.61	1.053	2.72
		120	11.797	12.685	0.1174	0.1226	23.35	1.079	4.35
20	oNO ₂ -PE	180	2.427	2.483	0.0250	0.0250	3.77	1.029	1.32
		170	3.625	3.737	0.0356	0.0367	6.17	1.036	1.82
		160	5.763	5.995	0.0575	0.0620	10.51	1.044	2.29
		150	9.751	10.248	0.0953	0.1026	18.67	1.054	2.96
		140	17.457	18.550	0.1589	0.1483	34.60	1.065	4.19
21	mNO ₂ -PE	200	3.163	3.204	0.0291	0.0341	5.15	1.016	0.76
		190	5.010	5.093	0.0464	0.0547	8.78	1.018	0.97
		180	8.297	8.456	0.0767	0.0930	15.23	1.020	1.10
		170	14.502	14.796	0.1271	0.1277	27.40	1.021	1.36
		160	26.808	27.383	0.2062	0.2355	51.56	1.022	1.53
		150	50.427	51.571	0.3591	0.4355	97.98	1.023	1.69
22	pNO ₂ -PE	220	2.580	-	0.0316	-	-	-	-
		210	3.932	-	0.0469	-	-	-	-
		200	6.329	-	0.0667	-	-	-	-
		190	10.766	-	0.1136	-	-	-	-
		180	19.174	-	0.2293	-	-	-	-
23	pentaF-PE	150	1.246	1.281	0.0135	0.0129	1.46	1.048	1.56
		140	1.677	1.742	0.0178	0.0186	2.34	1.056	2.10
		130	2.418	2.538	0.0255	0.0266	3.87	1.063	2.71
		120	3.712	3.941	0.0387	0.0420	6.56	1.072	3.34

#	สาร	temp (°C)	t _{R,1} (min)	t _{R,2} (min)	w _{h,1} (min)	w _{h,2} (min)	k' ₂	α	Rs
		110	6.021	6.457	0.0622	0.0681	11.39	1.079	3.94
		100	10.218	11.062	0.1010	0.1135	20.23	1.087	4.63
24	PP	140	1.936	-	0.0223	-	-	-	-
		130	2.814	2.844	0.0254	0.0285	4.46	1.013	0.66
		120	4.394	4.495	0.0428	0.0469	7.63	1.026	1.33
		110	7.305	7.593	0.0725	0.0767	13.57	1.042	2.27
		100	12.872	13.654	0.1109	0.1314	25.21	1.063	3.80
25	pF-PP	140	3.529	-	0.0439	-	-	-	-
		130	5.770	-	0.0591	-	-	-	-
		120	9.819	-	0.1541	-	-	-	-
		110	17.796	18.226	0.1343	0.1521	33.98	1.025	1.77
		100	33.334	34.735	0.2558	0.2777	65.67	1.043	3.09
26	pMe-PP	150	1.963	1.989	0.0178	0.0194	2.82	1.018	0.82
		140	2.812	2.886	0.0271	0.0295	4.54	1.032	1.54
		130	4.390	4.590	0.0420	0.0453	7.81	1.052	2.70
		120	7.347	7.879	0.0729	0.0778	14.12	1.078	4.16
		110	13.113	14.532	0.1199	0.1203	26.89	1.113	6.95
27	pCl-PP	170	2.622	-	0.0301	-	-	-	-
		160	4.034	-	0.0404	-	-	-	-
		150	6.590	-	0.0974	-	-	-	-
		140	11.371	11.614	0.0981	0.1195	21.29	1.022	1.31
		130	20.668	21.442	0.1687	0.1657	40.16	1.038	2.72
28	pBr-PP	180	2.645	-	0.0277	-	-	-	-
		170	4.028	-	0.0410	-	-	-	-
		160	6.514	-	0.0934	-	-	-	-
		150	11.122	11.349	0.1045	0.1114	20.78	1.021	1.24
		140	19.981	20.704	0.1505	0.1642	38.74	1.037	2.70
29	pCF ₃ -PP	160	2.352	-	0.0246	-	-	-	-
		150	3.676	-	0.0393	-	-	-	-
		140	6.086	6.161	0.0532	0.0650	10.83	1.013	0.75
		130	10.688	10.969	0.1029	0.1074	20.05	1.028	1.57
		120	19.681	20.573	0.1584	0.1687	38.49	1.047	3.21
30	pOMe-PP	170	1.985	-	0.0208	-	-	-	-
		160	2.851	-	0.0425	-	-	-	-
		150	4.331	4.410	0.0415	0.0444	7.46	1.021	1.08
		140	7.042	7.274	0.0679	0.0703	12.96	1.036	1.98
		130	12.159	12.808	0.1108	0.1095	23.58	1.056	3.47
31	1OH	140	1.798	1.871	0.0184	0.0191	2.59	1.057	2.29
		130	2.565	2.709	0.0260	0.0272	4.20	1.070	3.19
		120	3.902	4.194	0.0397	0.0429	7.05	1.086	4.16
		110	6.303	6.901	0.0644	0.0685	12.25	1.103	5.30

#	สาร	temp (°C)	t _{R,1} (min)	t _{R,2} (min)	w _{h,1} (min)	w _{h,2} (min)	k' ₂	α	Rs
		100	10.712	11.952	0.1049	0.1150	21.94	1.122	6.64
32	2OH	140	1.968	2.041	0.0192	0.0199	2.92	1.050	2.20
		130	2.815	2.952	0.0273	0.0296	4.67	1.060	2.83
		120	4.288	4.549	0.0420	0.0446	7.73	1.069	3.55
		110	6.921	7.421	0.069	0.0733	13.24	1.078	4.14
		100	11.781	12.745	0.1085	0.1152	23.46	1.086	5.07
33	3OH	160	1.258	1.285	0.0125	0.0138	1.47	1.037	1.21
		150	1.609	1.659	0.0155	0.0162	2.18	1.046	1.86
		140	2.177	2.272	0.0215	0.0223	3.36	1.057	2.55
		130	3.115	3.299	0.0307	0.0321	5.33	1.071	3.45
		120	4.739	5.096	0.0457	0.0502	8.78	1.085	4.38
		110	7.628	8.337	0.0758	0.0816	15.00	1.100	5.30
		100	12.938	14.366	0.1085	0.1292	26.57	1.115	7.07
34	4OH	140	2.563	-	0.0440	-	-	-	-
		130	3.869	-	0.0628	-	-	-	-
		120	6.234	-	0.0806	-	-	-	-
		110	10.636	-	0.1012	-	-	-	-
		100	19.126	-	0.2131	-	-	-	-
35	1-Nap	180	1.230	1.265	0.0137	0.0131	1.43	1.049	1.54
		170	1.551	1.614	0.0154	0.0170	2.10	1.061	2.29
		160	2.065	2.182	0.0199	0.0211	3.19	1.076	3.36
		150	2.919	3.137	0.0284	0.0310	5.02	1.091	4.32
		140	4.350	4.768	0.0437	0.0465	8.15	1.109	5.45
		130	6.866	7.676	0.0686	0.0764	13.73	1.128	6.57
		120	11.416	13.020	0.1112	0.1266	23.99	1.147	7.94
36	2-Nap	160	2.570	2.628	0.0251	0.0278	4.04	1.028	1.29
		150	3.742	3.861	0.0382	0.0391	6.41	1.037	1.81
		140	5.779	6.026	0.0579	0.0612	10.57	1.047	2.44
		130	9.394	9.922	0.0952	0.0960	18.04	1.060	3.25
		120	15.970	17.115	0.1327	0.1393	31.85	1.074	4.95

ประวัติผู้วิจัย

นางสาวธาริกา ล้อมเจริญวงศ์ เกิดเมื่อวันที่ 11 เดือนมีนาคม พ.ศ. 2540 ที่จังหวัดกรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมศึกษาตอนปลายจากโรงเรียนสตรีรัตนบุรี จังหวัดนนทบุรี เมื่อปีการศึกษา 2557 จากนั้นเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2559 ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้ บ้านเลขที่ 166/5 หมู่ 4 ตำบลบางไผ่ อำเภอมืองนนทบุรี จังหวัดนนทบุรี รหัสไปรษณีย์ 11000 อีเมล mayzcho@hotmail.com