รหัสโครงการ SUT1-102-59-12-20

รายงานการวิจัย

การวิเคราะห์ปริมาณคาเฟอีนด้วยวัสดุสังเคราะห์โมโนลิธและเทคนิคลิควิดโครมาโทกราฟีระดับไมโครลิตร

(Determination of caffeine using synthetic monolithic material and micro-liquid chromatography)

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจาก
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว

รหัสโครงการ SUT1-102-59-12-20

รายงานการวิจัย

การวิเคราะห์ปริมาณคาเฟอีนด้วยวัสดุสังเคราะห์โมโนลิธและเทคนิคลิควิดโครมาโทกราฟีระดับไมโครลิตร

(Determination of caffeine using synthetic monolithic material and micro-liquid chromatography)

คณะผู้วิจัย

หัวหน้าโครงการ

ผศ.ดร. พัชรินทร์ ชัยสุวรรณ

สาขาวิชาเคมี

สำนักวิชาวิทยาศาสตร์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ปีงบประมาณ พ.ศ. 2559

ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว

ธันวาคม 2562

กิตติกรรมประกาศ

การวิจัยครั้งนี้ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ปีงบประมาณ 2559

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้พัฒนาวิธีการวิเคราะห์สารที่ง่ายและรวดเร็ว โดยระบบโครมาโทกราฟีของเหลวในระดับไมโครลิตร ร่วมกับการใช้โมโนลิธิคคะปิลลารีคอลัมน์สังเคราะห์ เพื่อวิเคราะห์คาเฟอีนและพาราเซตามอลที่พบได้ในเครื่องดื่มและยา พบว่าสามารถแยกคาเฟอีนและพาราเซตามอลได้บนคอลัมน์สังเคราะห์โมโนลิธ MAA-EDMA (Methacrylic acid-ethylene dimethacrylate) ด้วยเฟสเคลื่อนที่ที่ประกอบด้วย อะซิโตรไนไตรล์ และฟอสเฟตบัฟเฟอร์ความเข้มข้น 20 มิลลิโมลาร์ พีเอช 10 ที่มีไตรเอธิลามีนความเข้มข้น 2 มิลลิโมลาร์ในอัตราส่วน 20:80 (v/v) ได้ภายใน 3 นาที (เวลาที่สารอยู่ในคอลัมน์เท่ากับ 2.37 นาที สำหรับพาราเซตามอล และ 2.82 นาที สำหรับคาเฟอีน) ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมในช่วงความเข้มข้น 1-50 มิลลิกรัมต่อลิตร ได้ความสัมพันธ์เชิงเส้นที่มีค่าสัมประสิทธิ์ความเป็นเส้นตรงมากกว่า 0.9950 และมีขีดจำกัดการตรวจวัดเท่ากับ 0.05 mg/L สำหรับพาราเซตามอล และ 0.30 mg/L สำหรับคาเฟอีน โดยผลจากการวิเคราะห์ตัวอย่างเครื่องดื่มและยาพาราเซตามอลมีค่าร้อยละการคืนกลับอยู่ในช่วง 79 ถึง 111

คำสำคัญ: โครมาโทกราฟีของเหลวในระดับไมโครลิตร โมโนลิธ คาเฟอีน พาราเซตามอล

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

Abstract

This work developed a simple and rapid micro-liquid chromatographic method with synthetic monolithic capillary column for analysis of caffeine and paracetamol in beverages and pharmaceutical drugs. The two analytes could be separated on a monolithic column synthesized from methacrylic acid and ethylene dimethacrylate monomers within 3 min with mobile phase of 20: 80 (v/ v) acetonitrile:20 mM phosphate buffer pH 10 containing 2 mM TEA. Retention time for paracetamol and caffeine were 2.37 and 2.82 min, respectively. Under the optimal condition, good linearity in the concentration range of 1-50 mg/L (r^2 > 0.9950), limits of detection of 0.05 mg/L for paracetamol and 0.30 mg/L for caffeine were obtained. The method was successfully applied for determination of caffeine and paracetamol in real samples with percent recoveries of 79 to 111.

Key word: Micro-liquid chromatography, Monolith, Caffeine, Paracetamol

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อภาษาไทย	ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญภาพ	จ
สารบัญตาราง	ฉ
บทที่ 1 บทนำ	
ความสำคัญและที่มาของปัญหาการวิจัย	1
วัตถุประสงค์ของการวิจัย	3
ขอบเขตของการวิจัย	3
ประโยชน์ที่ได้รับจากการวิจัย	4
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	
เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	5
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	
อุปกรณ์ เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย	7
การสังเคราะห์โมโนลิธิคคอลัมน์ MAA-EDMA	8
การเตรียมสารเคมี	9
การเตรียมเฟสเคลื่อนที่ (Mobile phase)	11
การเตรียมตัวอย่าง	13
วิธีการทดลอง	14
บทที่ 4 ผลการวิจัย	
การสังเคราะห์โมโนลิธิคคอลัมน์ MAA-EDMA	16
การหาองค์ประกอบของเฟสเคลื่อนที่ที่เหมาะสม	16
การทดสอบความใช้ได้ของวิธี (Method validation)	21
การวิเคราะห์ตัวอย่างจริง	26
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ	
สรุปผลการวิจัย	28
บรรณานุกรม	29
ประวัติผู้วิจัย	31

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

สารบัญภาพ

		หน้า
ภาพที่ 1	แสดงลักษณะโครงสร้างของ (ก) อนุภาค และ (ข) โมโนลิธิค คอลัมน์ [1]	1
ภาพที่ 2	แสดงลักษณะโครงสร้างรูพรุนชนิด Mesopore และ Macropore ภายในวัสดุโมโนลิธ [1]	2
ภาพที่ 3	ภาพแสดงขั้นตอนการสังเคราะห์โมโนลิธิคคอลัมน์ MAA-EDMA	9
ภาพที่ 4	ภาพจากกล้องจุลทรรศน์แสดงคอลัมน์สังงเคราะห์โมโนลิธ MAA-EDMA	16
ภาพที่ 5	โครมาโทแกรมแสดงการแยกพาราเซตามอลและคาเฟอีน	18
ภาพที่ 6	โครมาโทแกรมแสดงการแยกพาราเซตามอลและคาเฟอีน สภาวะการทดลอง : คอลัมน์ MAA-EDMA, เฟสเคลื่อนที่ 20:80 (v/v) ACN:20 mM PB pH 10,ปริมาณสารที่ฉีด 250 nL, อัตราการไหล 0.2 mL/min, ความยาวคลื่น 272 nm	19
ภาพที่ 7	โครมาโทแกรมแสดงการแยกพาราเซตามอลกับคาเฟอีน สภาวะการทดลอง : คอลัมน์ MAA-EDMA, เฟสเคลื่อนที่ 20:80 (v/v) ACN : สารละลายบัฟเฟอร์ความ เข้มข้น 20 mM pH 4,7 และ 10 ที่มี TEA 2 mM, สภาวะอื่นๆดังแสดงในภาพที่ 6	20
ภาพที่ 8	กราฟมาตรฐานของพาราเซตามอลในวันที่ 1 2 และ 3 (สภาวะการวิเคราะห์แสดงในภาพที่ 7)	21
ภาพที่ 9	กราฟมาตรฐานของพาราเซตามอลในวันที่ 1 2 และ 3 (สภาวะการวิเคราะห์แสดงในภาพที่ 7)	22
ภาพที่ 10	โครมาโทแกรมแสดงการแยกพาราเซตามอลกับคาเฟอีนในตัวอย่างจริง 6 ตัวอย่าง สภาวะการทดลอง : คอลัมน์ MAA-EDMA, เฟสเคลื่อนที่ 20:80 (v/v) ACN:20 mM PB pH 10 ที่มี TEA 2 mM, ปริมาณสารที่ฉีด 250 nL, อัตราการไหล 0.2 mL/min, ความยาวคลื่น 272 nm	26

สารบัญตาราง

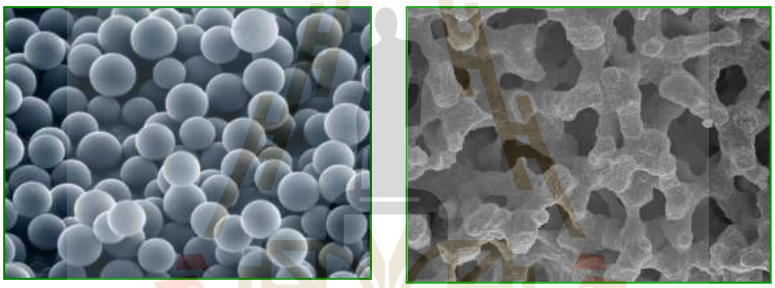
		หน้า
ตารางที่ 1	ตัวอย่างวิธีการวิเคราะห์คาเฟอีน	5
ตารางที่ 2	ตารางแสดงสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย	7
ตารางที่ 3	ตารางแสดงอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย	7
ตารางที่ 4	ตารางแสดงปริมาตรและน้ำหนักสารเคมีสำหรับเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ความเข้มข้น 20 mM	9
ตารางที่ 5	ตารางแสดงปริมาตรพาราเซตามอลและคาเฟอีนสำหรับสร้างกราฟมาตรฐาน	10
ตารางที่ 6	ตารางแสดงปริมาตรตัวทำละลายอินทรีย์และน้ำสำหรับเตรียมเฟสเคลื่อนที่	11
ตารางที่ 7	ตารางแสดงการเตรียมเฟสเคลื่อนที่ที่มีความเข้มข้น TEA 0.2, 2 และ 10 mM	12
ตารางที่ 8	ตารางแสดงสมการเส้นตรงของกราฟมาตรฐานและ LOD, LOQ ของวิธีการ	23
ตารางที่ 9	ตารางแสดงความเที่ยงของการวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาในวันเดียวกัน (n=7)	24
ตารางที่ 10	ตารางแสดงความเที่ยงของวิธีจากทั้ง 3 วัน	25
ตารางที่ 11	ตารางแสดงปริมาณพาราเตามอลที่พบในตัวอย่างเครื่องดื่มและยา	27
ตารางที่ 12	ตารางแสดงปริมาณคาเฟอีนที่พบในตัวอย่างเครื่องดื่มและยา	27

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

บทที่ 1
บทนำ

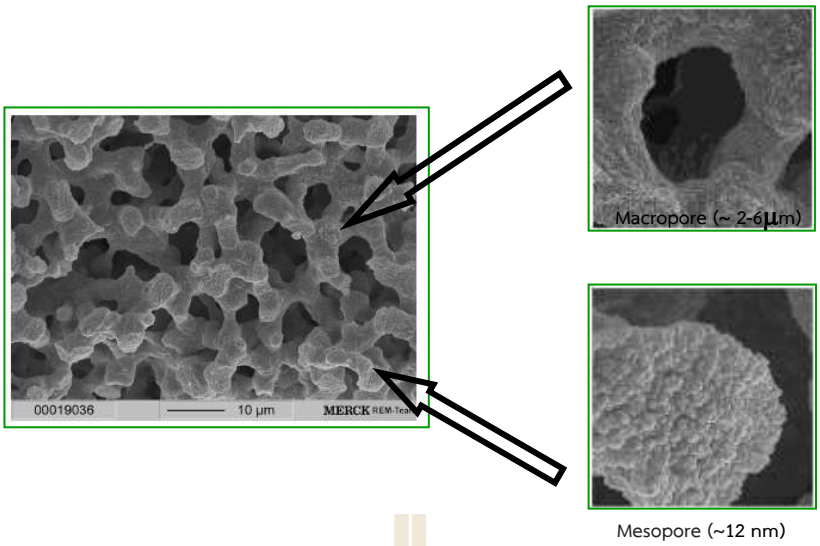
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาการวิจัย

โมโนลิธ (Monolith) เป็นวัสดุที่มีโครงสร้างพรุนอย่างต่อเนื่อง และแสดงคุณสมบัติที่สำคัญต่องานวิจัยทางด้านโครมาโทกราฟีสำหรับการแยกและสกัดสาร เนื่องจากความเป็นรูพรุนสูงของโมโนลิธทำให้เกิดความดันย้อนกลับต่ำเมื่อนำไปใช้งานเมื่อเทียบกับคอลัมน์ที่บรรจุด้วยวัสดุประเภทเม็ดซิลิกาแบบดั้งเดิม นอกจากนี้โมโนลิธยังมีช่วงการใช้งานในสภาวะที่เป็นกรด-ด่างกว้าง มีความจำเพาะและประสิทธิภาพสูง และมีหมู่ฟังก์ชันหลายชนิดให้เลือกใช้งานให้เหมาะสมกับการวิเคราะห์ ลักษณะโครงสร้างที่แตกต่างกันของวัสดุการแยกแบบอนุภาค เช่น ซิลิกา และโมโนลิธแสดงในภาพที่ 1



ภาพที่ 1 แสดงลักษณะโครงสร้างของ (ก) อนุภาค และ (ข) โมโนลิธิค คอลัมน์ [1]

โดยทั่วไปภายในโครงสร้างที่เป็นรูพรุนแบบต่อเนื่องของโมโนลิธนั้นประกอบด้วยรูพรุน 2 ชนิด ดังแสดงในภาพที่ 2 คือ macropore หรือ throughpore ซึ่งเป็นรูพรุนระหว่างโครงสร้างหลักของโมโนลิธ และเป็นรูพรุนที่ส่งผลต่อการไหลผ่านของสารละลายในคอลัมน์ เนื่องจากขนาดที่ค่อนข้างใหญ่ของ macropore ทำให้แรงต้านการไหลของสารละลายผ่านโมโนลิธค่อนข้างต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับการใช้วัสดุแบบดั้งเดิมที่มีลักษณะเป็นอนุภาค รูพรุนที่สำคัญอีกชนิดหนึ่งของโมโนลิธคือ Mesopore ซึ่งเป็นรูพรุนขนาดเล็กบนโครงสร้างหลักของโมโนลิธ เป็นรูพรุนที่มีผลต่อพื้นที่ผิวและประสิทธิภาพการแยกบนวัสดุโมโนลิธ



ภาพที่ 2 แสดงลักษณะโครงสร้างรูพรุนชนิด Mesopore และ Macropore ภายในวัสดุโมโนลิธ [1]

หลายกลุ่มงานวิจัยได้ทำการศึกษาและเปรียบเทียบประสิทธิภาพของโมโนลิธกับคอลัมน์ที่มีลักษณะเป็นอนุภาคแบบดั้งเดิม พบว่าโมโนลิธทำให้เกิดแรงดันย้อนกลับต่ำกว่าคอลัมน์แบบดั้งเดิมมากถึงประมาณ 5 เท่า [2] ความเป็นรูพรุนสูงของโมโนลิธิคคอลัมน์นอกจากจะมีข้อดีคือทำให้เกิดความดันย้อนกลับต่ำแล้วยังลดโอกาสการเกิดการอุดตันของคอลัมน์เมื่อทำการแยกตัวอย่างที่มีสารชีวโมเลกุลขนาดใหญ่ด้วย

นอกจากนี้ยังมีการศึกษาพบว่าประสิทธิภาพการแยกบนโมโนลิธิคคอลัมน์เทียบเท่ากับหรือดีกว่าคอลัมน์แบบดั้งเดิม พบว่าคอลัมน์ทั้งสองประเภทมีประสิทธิภาพการแยกที่ใกล้เคียงกันเมื่อใช้อัตราการไหลของเฟสเคลื่อนที่ต่ำ (น้อยกว่า 2 มิลลิลิตร/นาที) แต่ที่อัตราการไหลสูงขึ้นพบว่าประสิทธิภาพการแยกบนคอลัมน์แบบเม็ดจะลดลง แสดงให้เห็นว่าสามารถใช้อัตราการไหลสูงในการแยกด้วยโมโนลิธิคคอลัมน์เพื่อให้เกิดการแยกที่เร็วหรือใช้เวลาในการแยกสั้นได้โดยประสิทธิภาพการแยกไม่ลดลง [2] ข้อดีอีกประการที่สำคัญของโมโนลิธคือเป็นวัสดุที่สามารถสังเคราะห์ได้ง่ายและมีคุณสมบัติทางเคมีให้เลือกใช้ให้เหมาะสมกับสารที่สนใจได้มากกว่าคอลัมน์แบบดั้งเดิมที่มีลักษณะเป็นอนุภาคเล็กๆ [3-5]

เนื่องจากข้อดีดังกล่าวของวัสดุพรุนโมโนลิธ ผู้วิจัยจึงมีความสนใจในการพัฒนาวิธีวิเคราะห์โดยการใช้วัสดุพรุนโมโนลิธนี้ ซึ่งสามารถสังเคราะห์ได้ในห้องปฏิบัติการที่มีอยู่ร่วมกับการแยกโดยเทคนิคลิควิดโครมาโทกราฟีระดับไมโครลิตร เพื่อลดปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณของคาเฟอีนและพาราเซตามอลแบบพร้อมๆกัน ในตัวอย่างยารักษาโรค และเครื่องดื่ม ได้แก่ โคล่า ชาเขียว ชามะนาว และเครื่องดื่มชูกำลัง แม้คาเฟอีนจะมีประโยชน์บางประการที่ทำให้คนนิยมบริโภคคือ การกระตุ้นระบบประสาทให้ตื่นตัว ทำให้รู้สึกสดชื่น กระฉับกระเฉง แต่อย่างไรก็ตาม

หากร่างกายได้รับคาเฟอีนในปริมาณมากเกินไป จะส่งผลเสียต่อสุขภาพร่างกายและสุขภาพจิต เช่น หัวใจเต้นเร็ว เกิดความวิตกกังวล ร่างกายพักผ่อนได้ไม่เต็มที่และอาจส่งผลให้มีอาการเจ็บป่วย [6-8] หรือร้ายแรงถึงขั้นเสียชีวิตหากรับเข้าสู่ร่างกายในปริมาณมาก [9] เช่นเดียวกับพาราเซตามอลหากได้รับในปริมาณที่พอเหมาะนั้นสามารถระงับอาการปวดได้ แต่หากรับพาราเซตามอลในปริมาณที่มากเกินความต้องการเป็นระยะเวลานานอาจส่งผลเสียต่อร่างกาย เช่นคลื่นไส้ อาเจียน ความดันลดลง และอาจเพิ่มการทำงานของตับและไตได้เช่นกัน

ผู้วิจัยเห็นว่าสำหรับการวิเคราะห์คาเฟอีนและพาราเซตามอลสามารถพัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์ที่มีต้นทุนต่ำ ที่การแยกเกิดขึ้นในเวลาที่สั้นและใช้สารเคมีในปริมาณที่น้อยลงได้ โดยการใช้วัสดุสังเคราะห์โมโนลิธร่วมกับการแยกแบบโครมาโทกราฟีระดับไมโครลิตร ซึ่งยังไม่มีการรายงานมาก่อน

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

เพื่อพัฒนาวิธีวิเคราะห์คาเฟอีนและพาราเซตามอลที่ถูกต้อง น่าเชื่อถือ และใช้สารเคมีปริมาณน้อย โดยอาศัยหลักการของเทคนิคโครมาโทกราฟีระดับไมโครลิตร ร่วมกับการใช้คอลัมน์สังเคราะห์ที่ทำจากวัสดุโครงสร้างพรุนโมโนลิธ เพื่อทำการวิเคราะห์ปริมาณคาเฟอีนและพาราเซตามอลในตัวอย่างจริง

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. สังเคราะห์โมโนลิธิคคอลัมน์ที่มีคุณสมบัติเหมาะสมต่อการแยกคาเฟอีนและพาราเซตามอล
2. หาสภาวะการแยกที่เหมาะสมต่อการวิเคราะห์ปริมาณคาเฟอีนและพาราเซตามอลด้วยวิธีลิควิดโครมาโทรกราฟีระดับไมโครลิตร
3. ตรวจสอบและประเมินประสิทธิภาพของเทคนิคที่พัฒนาได้ เช่น ความเป็นเส้นตรง ความแม่นยำและความไวของวิธีวิเคราะห์
4. วิเคราะห์ปริมาณคาเฟอีนและพาราเซตามอลในตัวอย่างจริงได้แก่ ยารักษาโรค และเครื่องดื่ม (เครื่องดื่มชูกำลัง ชาเขียว ชามะนาว และโคล่า)
5. ตรวจสอบความถูกต้อง และความน่าเชื่อถือของวิธีที่พัฒนาขึ้น

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับจากการวิจัย

1. ได้วิธีการทางเทคนิคลิควิดโครมาโทกราฟีวิธีใหม่ สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณคาเฟอีนและพาราเซตามอลที่ง่าย ประหยัด ใช้สารเคมีปริมาณน้อย เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม ซึ่งยังไม่เคยมีรายงานการวิจัยมาก่อน

2. เป็นประโยชน์ต่อคณะผู้วิจัยในการเพิ่มพูนความรู้ และประสบการณ์ในด้านการพัฒนาวิธีวิเคราะห์ เป็นประโยชน์ต่อความก้าวหน้าทางด้านการควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์อาหาร

3. ได้สร้างข้อมูลองค์ความรู้ใหม่ทางด้านเทคนิคโครมาโทรกราฟีที่สามารถใช้เป็นแนวทางในการพัฒนางานวิจัยต่อไป

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

บทที่ 2

2.1 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

การวิเคราะห์ปริมาณคาเฟอีนและพาราเซตามอลในตัวอย่างต่างๆ เช่น ตัวอย่างยาและเครื่องดื่ม มีการรายงานการวิจัยเป็นจำนวนมาก ได้แก่ เทคนิคลิควิดโครมาโทกราฟี [10-13] คะพิลลารี่อิเล็กโทรโฟรีซิส [14] เทคนิคอิเล็กโทรเคมเมทรี [15-16] และเคโมเมตรี [17] แสดงดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 ตารางแสดงวิธีการวิเคราะห์คาเฟอีนและพาราเซตามอล

เทคนิคการวิเคราะห์	เทคนิคการเตรียมตัวอย่าง	ขีดจำกัดการตรวจวัด (mg/L)		เวลาในการวิเคราะห์ (นาที)	อ้างอิง
		คาเฟอีน	พาราเซตามอล		
HPLC-UV[1]	Solvent extraction	1.5*	4.2*	12	[10]
HPLC-UV	Solvent extraction	0.17	0.01	10	[11]
HPLC-UV	Solvent extraction	0.023	0.150	7	[12]
HPLC-Fluorescent	SPE[3]	0.0015	0.0033	8	[13]
CE[2]	Solvent extraction	0.8	0.6	10	[14]
Voltammetry	-	0.15	0.07	-	[15]
Voltammetry	-	0.1×10^{-3}	0.08×10^{-3}	-	[16]
Chemometry	Solvent extraction	0.67	0.21	-	[17]

[1]High performance liquid chromatography, [2]Capillary electrophoresis,[3]Solid phase extraction
*LOQ

โดยเทคนิคที่นิยมใช้มากที่สุด คือ เทคนิคลิควิดโครมาโทกราฟี เนื่องจากเป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพการแยกสูง ให้การวิเคราะห์ที่เที่ยงตรง แม่นยำ มีขั้นตอนการวิเคราะห์ที่ง่าย ไม่ซับซ้อน อย่างไรก็ตามเทคนิคลิควิดโครมาโทกราฟีที่มีการรายงานเป็นเทคนิคที่ใช้คอลัมน์ที่ได้จากการบรรจุอนุภาคขนาดเล็กในวัสดุกลวงเพื่อใช้ในการแยกสาร ทำให้การแยกเกิดขึ้นได้ยาก ต้องใช้ปั๊มเพื่อช่วยให้สารละลายไหลผ่าน เนื่องจากความดันย้อนกลับสูง ทำให้ใช้เวลาในการวิเคราะห์นาน และใช้สารละลายสิ้นเปลือง (อัตราการไหล 1 มิลลิลิตร/นาที) และมีเฟสคงที่ให้เลือกใช้จำกัด และการใช้คอลัมน์นำเข้าที่มีราคาแพง

โครงการนี้จึงมีเป้าหมายในการพัฒนาเทคนิคลิควิดโครมาโทกราฟี สำหรับการวิเคราะห์คาเฟอีนและพาราเซตามอลให้เป็นวิธีที่ใช้สารในปริมาณน้อย โดยการใช้โมโนลิธิคคอลัมน์สังเคราะห์ขนาดเล็กร่วมกับการแยกแบบลิควิดโครมาโทกราฟีระดับไมโครลิตร ซึ่งยังไม่เคยมีรายงานสำหรับการ

วิเคราะห์คาเฟอีนและพาราเซตามอลมาก่อน ซึ่งเทคนิคนี้มีข้อดีคือใช้ปริมาณตัวอย่างน้อย (ในระดับไมโครลิตร) ใช้คอลัมน์สังเคราะห์ที่เตรียมเองในห้องปฏิบัติการ ซึ่งทำให้ลดต้นทุนในการวิเคราะห์สาร และเลือกคุณสมบัติพื้นผิวของคอลัมน์ให้มีความเหมาะสมกับสารที่สนใจวิเคราะห์ เพื่อเพิ่มความจำเพาะของการแยกสาร และความเป็นรูพรุนของโครงสร้างวัสดุโมโนลิธช่วยให้สามารถวิเคราะห์สารได้เร็วขึ้น ลดเวลาการวิเคราะห์และปริมาณตัวทำละลายที่ใช้

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

3.1. อุปกรณ์ เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

ตารางที่ 2 ตารางแสดงสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

สารเคมี	เกรด	บริษัทจัดจำหน่าย
3-(trimethoxysilyl) propyl methacrylate	Analytical	Sigma-Aldrich (Poole, UK)
Acetonitrile (ACN)	HPLC	Sigma-Aldrich (Poole, UK)
Caffeine	Analytical	Sigma-Aldrich (Poole, UK)
Decanol	Analytical	Sigma-Aldrich (Poole, UK)
Ethylene dimethacrylate (EDMA)	Analytical	Sigma-Aldrich (Poole, UK)
Glacial acetic acid	Analytical	Sigma-Aldrich (Poole, UK)
Methacrylic acid (MAA)	Analytical	Sigma-Aldrich (Poole, UK)
Methanol (MeOH)	HPLC	QReC (New Zealand)
Paracetamol	Analytical	Sigma-Aldrich (Poole, UK)
Phosphoric acid	Analytical	Labscan (Bangkok, Thailand)
Sodium hydroxide	Analytical	Sigma-Aldrich (Poole, UK)
Toluene	Analytical	Labscan (Bangkok, Thailand)
Triethylamine (TEA)	Analytical	Sigma-Aldrich (Poole, UK)

ตารางที่ 3 ตารางแสดงอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

สารเคมี	รุ่น	บริษัทจัดจำหน่าย
เครื่อง High pressure pump	582	Shimadzu
เครื่อง UV-Visible detector	785A	Perkin elmer
Micro injector 6-port valve		
Fused-silica capillaries	i.d. 100 μm, o.d 360 μm	Agilent
เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง	Digital Analytical Balance	ADAM
เตาอบ	Modell 100-800	Memmert
กล้องจุลทรรศน์	162(1000X)	National

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

3.2. การสังเคราะห์โมโนลิธิคคอลัมน์ MAA-EDMA

3.2.1 การปรับสภาพพื้นที่ผิวแตปิลารี่คอลัมน์

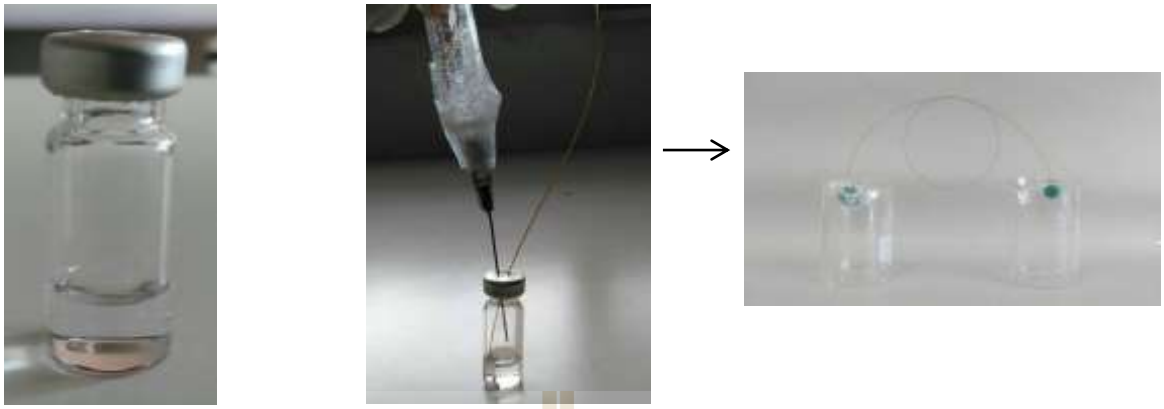
ก่อนการสังเคราะห์จะต้องทำการปรับสภาพพื้นที่ผิวแคปิลารี่เพื่อเพิ่มความสามารถในการยึดเกาะระหว่างโมโนลิธกับผิวของแคปิลารี่ โดยบรรจุโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1 M ในแคปิลารี่ โดยใช้ความดันจากก๊าซไนโตรเจนพร้อมปิดปลายของแคปิลารี่ด้วยจุกยาง (Septum) และอบที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ล้างด้วยน้ำและMeOHอย่างละ 30 นาที และทำให้แห้งด้วยก๊าซไนโตรเจน จากนั้นบรรจุ 50% (v/v) γ-MAPS:MeOH โดยใช้ความดันจากก๊าซไนโตรเจนพร้อมปิดปลายของแคปิลารี่ด้วยจุกยาง และอบที่อุณหภูมิ 60 °C ข้ามคืน หลังจากนำออกจากเตาอบล้างด้วย MeOH นาน 30 นาทีและทำให้แห้งด้วยก๊าซไนโตรเจน

3.2.2 การสังเคราะห์โมโนลิธิคคอลัมน์ (MAA-EDMA)

เตรียมสารละลายโมโนลิธโดยชั่งสารเคมีที่มีองค์ประกอบดังต่อไปนี้ลงในขวดแก้วขนาดเล็กที่มีฝาปิด

- Monomer (30% (w/w) เปรียบเทียบกับ Porogen)
    - 0.0460 MAA (10%)
    - 0.4082 g EDMA (90%)
- Porogen (70% (w/w) เปรียบเทียบกับ monomer)
    - 0.1272 g Toluene (12%)
    - 0.9296 g 1-Decanol (88%)
- Initiator (1% (w/w) เปรียบเทียบกับ monomer)
    - 0.0046 g AIBN

เขย่าให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน บรรจุสารละลายโมโนลิธที่ได้ในแคปิลารี่ที่ปรับสภาพพื้นที่ผิวในการข้อ 3.2.1 โดยใช้ความดันก๊าซไนโตรเจนพร้อมปิดปลายแคปิลารี่ด้วยจุกยาง จากนั้นอบที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง หลังนำออกเตาอบล้างคอลัมน์ด้วย MeOH นาน 1 ชั่วโมง (ขั้นตอนการสังเคราะห์โมโนลิธแสดงดังรูปภาพที่ 3)



ภาพที่ 3 ภาพแสดงขั้นตอนการสังเคราะห์โมโนลิธิคคอลัมน์ MAA-EDMA

3.3. การเตรียมสารเคมี

3.3.1 สารละลายบัฟเฟอร์

เตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ความเข้มข้น 20 mM ปริมาตร 100 mL โดยการปิเปตหรือชั่งสารเคมีดังแสดงในตารางที่ 4 ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL และเติมน้ำปริมาตร 90 mL ปรับ pH ของสารละลายด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์หรือไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 M จนสารละลายมีค่า pH ที่ต้องการและปรับปริมาตรด้วยน้ำ

ตารางที่ 4 ตารางแสดงปริมาตรและน้ำหนักสารเคมีสำหรับเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ความเข้มข้น 20 mM

pH	สารละลาย	สารเคมี	ปริมาตร/น้ำหนักสาร
2	สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ (PB)	H_3PO_4	123 µL
4	สารละลายอะซิเตทบัฟเฟอร์ (AB)	CH_3COOH	116 µL
7	PB	KH_2PO_4	0.2722 g
10	PB	Na_2HPO_4	0.2839 g

3.3.2 สารละลายมาตรฐานพาราเซตามอลและคาเฟอีน

3.2.1 สารละลายเข้มข้นของพาราเซตามอลและคาเฟอีน (Stock solution)

เตรียมสารละลายมาตรฐานพาราเซตามอลและคาเฟอีนความเข้มข้น 1000 ppm โดยชั่งสารมาตราฐานพาราเซตามอลหนัก 0.0100 กรัม ลงในขวดวัดปริมาตร จากนั้นปรับปริมาตรด้วยน้ำจนมีปริมาตรเป็น 10 mL กรองด้วยตัวกรองสำหรับเข็มฉีดยาขนาดรูพรุน 0.2 µm ทำวิธีการเดียวกันกับสารมาตรฐานคาเฟอีน

3.2.2 สารละลายผสมพาราเซตามอลและคาเฟอีน (Working solution)

เตรียมสารละลายผสมพาราเซตามอลและคาเฟอีนความเข้มข้น 20 ppm โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานพาราเซตามอลและคาเฟอีนความเข้มข้น 1000 ppm อย่างละ 200 µL ลงในขวดวัดปริมาตรและปรับปริมาตรด้วยน้ำจนมีปริมาตรเป็น 10 mL

3.2.2 สารละลายผสมพาราเซตามอลและคาเฟอีนสำหรับการสร้างกราฟมาตรฐาน

เตรียมสารละลายผสมพาราเซตามอลและคาเฟอีนความเข้มข้น 1, 5, 10, 20 และ 50 ppm โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานดังตารางที่ 5 ลงในขวดวัดปริมาตรและปรับปริมาตรด้วยน้ำจนมีปริมาตรเป็น 10 mL

ตารางที่ 5 ตารางแสดงปริมาตรพาราเซตามอลและคาเฟอีนสำหรับสร้างกราฟมาตรฐาน

ความเข้มข้นสารละลายผสมสำหรับฉีด (ppm)	พาราเซตามอล		คาเฟอีน	
	ความเข้มข้น (ppm)	ปริมาตร (µL)	ความเข้มข้น (ppm)	ปริมาตร (µL)
100	1000	2000	1000	2000
50	1000	1000	1000	1000
20	1000	400	1000	400
	ความเข้มข้นสารละลายผสม (ppm)		ปริมาตร (µL)	
10	100		1000	
5	100		500	
1	100		100	

3.4. การเตรียมเฟสเคลื่อนที่

3.4.1 สารละลายผสมระหว่างตัวทำละลายอินทรีย์และน้ำ

เตรียมเฟสเคลื่อนที่เป็นสารละลายผสมระหว่างสารละลายอินทรีย์และน้ำปริมาตร 50 mL โดยปิเปตสารดังปริมาตรดังแสดงในตารางที่ 6 จากนั้นกรองสารละลายด้วยตัวกรองสำหรับเข็มฉีดยาขนาดรูพรุน 0.2 µm

ตารางที่ 6 ตารางแสดงปริมาตรตัวทำละลายอินทรีย์และน้ำสำหรับเตรียมเฟสเคลื่อนที่

เฟสเคลื่อนที่	MeOH (mL)	ACN (mL)	น้ำ (mL)
20:80 (v/v) MeOH:น้ำ	10	-	40
10:90 (v/v) MeOH:น้ำ	5	-	45
5:95 (v/v) MeOH:น้ำ	2.5	-	47.5
20:80 (v/v) ACN:น้ำ	-	10	40
10:90 (v/v) ACN:น้ำ	-	5	45
5:95 (v/v) ACN:น้ำ	-	2.5	47.5

3.4.2 สารละลายผสม ACN กับสารละลายบัฟเฟอร์ที่ pH 2, 4, 7 และ 10

เตรียมเฟสเคลื่อนที่ที่เป็นสารละลายผสมระหว่าง ACN กับสารละลายบัฟเฟอร์ที่ pH 2, 4, 7 และ 10 ในอัตราส่วน 20:80 (v/v) ปริมาตร 50 mL โดยปิเปต ACN ปริมาตร 10 mL และสารละลายบัฟเฟอร์ที่ที่เตรียมได้จากข้อ 3.3.1 ลงในขวดบรรจุเฟสเคลื่อนที่เขย่าให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน และกรองด้วยตัวกรองสำหรับเข็มฉีดยาขนาดรูพรุน 0.2 µm

3.4.3 สารละลายผสม ACN กับสารละลายบัฟเฟอร์ที่มี TEA

3.4.3.1 สารละลายผสม ACN กับสารละลายบัฟเฟอร์ ที่มี TEA ความเข้มข้น 2 mM

เตรียมสารละลายผสม ACN กับสารละลายบัฟเฟอร์ที่ pH 4, 7 และ 10 ในอัตราส่วน 20:80 (v/v) ที่มี TEA ความเข้มข้น 2 mM โดยปิเปต ACN ปริมาตร 10 mL และ 20 mM AB pH 4 ปริมาตร 40 mL ลงในขวดบรรจุเฟสเคลื่อนที่ และปิเปต 5% (v/v) TEA ในน้ำ ปริมาตร 280 µL ลงในสารละลายผสมที่ถูกเตรียมไว้ก่อนหน้า เขย่าให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน และกรองสารละลายผสมด้วยตัวกรองสำหรับเข็มฉีดยาขนาดรูพรุน 0.2 µm ทำในวิธีการเดียวกันโดยเปลี่ยนสารละลายบัฟเฟอร์ที่มี pH เท่ากับ 7 และ 10 ตามลำดับ

3.4.3.2 สารละลายผสม ACN กับสารละลายบัฟเฟอร์ pH 10 ที่มี TEA ความเข้มข้นต่างๆ

เตรียมสารละลายผสม ACN และ 20 mM PB pH 10 ในอัตราส่วน 20:80 (v/v) ที่มี TEA ความเข้มข้น 0.2, 2 และ 10 mM โดยปิเปต ACN ปริมาตร 10 mLและ 20 mM PB pH 10 ปริมาตร 40 mL ลงในขวดบรรจุเฟสเคลื่อนที่ จากนั้นปิเปตสารละลาย TEA ตามตารางที่ 7 ลงในขวดบรรจุเฟสเคลื่อนที่ เขย่าให้เป็นเนื้อเดียวกัน และกรองด้วยตัวกรองสำหรับเข็มฉีดยาขนาดรูพรุน 0.2 µm

ตารางที่ 7 ตารางแสดงการเตรียมเฟสเคลื่อนที่ที่มีความเข้มข้น TEA 0.2, 2 และ 10 mM

เฟสเคลื่อนที่	สารละลาย TEA	
	สารละลาย TEA	ปริมาตร (µL)
20:80 (v/v) ACN:20 mM PB pH 10+0.2 mM TEA	1% (v/v) TEA ในน้ำ	140
20:80 (v/v) ACN:20 mM PB pH 10+2 mM TEA	5% (v/v) TEA ในน้ำ	280
20:80 (v/v) ACN:20 mM PB pH 10+10 mM TEA	5% (v/v) TEA ในน้ำ	1400

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

3.5. การเตรียมตัวอย่าง

3.5.1 ตัวอย่างเครื่องดื่ม

ตัวอย่างเครื่องดื่มที่ใช้ในการวิเคราะห์ได้แก่ ชามะนาว ชาเขียว เครื่องดื่มขูกำลัง และโคล่า โดยตัวอย่างทั้ง 4 จะถูกเจือจาง โดยปิเปตตัวอย่างเครื่องดื่มปริมาตร 1000 µL ลงในขวดวัดปริมาตร และปรับปริมาตรด้วยน้ำจนมีปริมาตรเป็น 10 mL จากนั้นกรองตัวอย่างที่ถูกเจือจางด้วยตัวกรองสำหรับกระบอกฉีดยาขนาดรูพรุน 0.2 µm

3.5.2 ตัวอย่างยา

3.5.2.1 ตัวอย่างยาพาราเซตามอล

บดตัวอย่างยาพาราเซตามอลจำนวน 4 เม็ดให้ละเอียด จากนั้นชั่งตัวอย่างยาหนัก 0.0010 กรัม ลงในบีกเกอร์เติมน้ำปริมาตร 5 mL และโซนิเคต (Sonicate) นาน 10 นาที จากนั้นถ่ายสารละลายลงในขวดวัดปริมาตรและปรับปริมาตรด้วยน้ำจนมีปริมาตรเป็น 10 mL

เจือจางตัวอย่างยาโดยปิเปตสารละลายที่เตรียมได้จากขั้นตอนแรกปริมาตร 200 µL ลงในขวดวัดปริมาตรและปรับปริมาตรด้วยน้ำจนมีปริมาตรเป็น 10 mLและกรองด้วยตัวกรองสำหรับกระบอกฉีดยาขนาดรูพรุน 0.2 µm

3.5.2.2 ตัวอย่างยาพาราเซตามอลผสมคาเฟอีน

บดตัวอย่างยาจำนวน 5 เม็ดให้ละเอียด จากนั้นชั่งตัวอย่างยาหนัก 0.0030 กรัม ลงในบีกเกอร์เติมน้ำปริมาตร 5 mLและโซนิเคต นาน 10 นาที จากนั้นถ่ายสารละลายลงในขวดวัดปริมาตรและปรับปริมาตรด้วยน้ำจนมีปริมาตรเป็น 25 mL

เจือจางตัวอย่างยาโดยปิเปตสารละลายที่เตรียมได้จากขั้นตอนแรกปริมาตร 250 µL ลงในขวดวัดปริมาตรและปรับปริมาตรด้วยน้ำจนมีปริมาตรเป็น 10 mL และกรองด้วยตัวกรองสำหรับกระบอกฉีดยาขนาดรูพรุน 0.2 µm

3.6. วิธีการทดลอง

3.6.1 การหาเฟสเคลื่อนที่ที่เหมาะสมสำหรับการแยกพาราเซตามอลและคาเฟอีน

3.6.1.1 ผลของชนิดและอัตราส่วนของตัวทำละลายอินทรีย์และน้ำ

ศึกษาเฟสเคลื่อนที่ที่มีชนิดของตัวทำละลายอินทรีย์ 2 ชนิด ได้แก่ ACN และ MeOH ที่ผสมกับน้ำ ในอัตราส่วน 20:80, 10:90 และ 5:95 (v/v) โดยทำให้คอลัมน์เข้าสู่สมดุล (Equilibrate column) ด้วยเฟสเคลื่อนที่ที่เตรียมได้ในข้อ 3.4.1 ไหลผ่านคอลัมน์ด้วยอัตราการไหล 0.2 mL/min นาน 15 นาที จนสัญญาของ base line คงที่ หลังจากคอลัมน์เข้าสู่สมดุลฉีดสารละลายผสมพาราเซตามอลและคาเฟอีนความเข้มข้น 20 ppm พิจารณาค่าเวลาคงตัว (t_r) ลักษณะของพีคและการแยกจากกันของพีคพาราเซตามอลและคาเฟอีน

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

3.6.1.2 ผลของค่า pH ในเฟสเคลื่อนที่

ศึกษาผลของเฟสเคลื่อนที่ที่มีค่า pH เป็น 2, 4, 7 และ 10 ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 3.6.1.1 โดยใช้เฟสเคลื่อนที่ที่เตรียมได้ในข้อ 3.4.2 พิจารณาค่าเวลาคงตัว (t_r) ลักษณะของพีคและการแยกจากกันของพีคพาราเซตามอลและคาเฟอีน

3.6.1.3 ผลของ TEA ในเฟสเคลื่อนที่

ศึกษาผลของเฟสเคลื่อนที่เป็นสารละลายผสม ACN กับสาระละลายบัฟเฟอร์ความเข้มข้น 20 mM pH 4, 7 และ10 ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 3.6.1.1 โดยใช้เฟสเคลื่อนที่ที่เตรียมได้จากข้อ 3.4.3.1 พิจารณาค่าเวลาคงตัว (t_r) ลักษณะของพีคและการแยกจากกันของพีคพาราเซตามอลและคาเฟอีน

3.6.1.4 ผลของความเข้มข้น TEA ในเฟสเคลื่อนที่

ศึกษาผลของเฟสเคลื่อนที่เป็นสารละลายผสม ACN กับสาระละลายบัฟเฟอร์ความเข้มข้น 20 mM pH 10 ที่มี TEA ที่ความเข้มข้นต่างๆ ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 3.6.1.1 โดยใช้เฟสเคลื่อนที่ที่เตรียมได้จากข้อ 3.4.3.2 พิจารณาค่าเวลาคงตัว (t_r) ลักษณะของพีคและการแยกจากกันของพีคพาราเซตามอลและคาเฟอีน

3.6.2 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี

3.6.2.1 ความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน

สร้างกราฟมาตรฐานของพาราเซตามอลและคาเฟอีน โดยวิเคราะห์สารละลายผสมพาราเซตามอลและคาเฟอีนความเข้มข้น 1, 5, 10, 20 และ 50 ppm ภายใต้สภาวะการทดลองที่เหมาะสม จากนั้นหาพื้นที่ใต้พีคและพล็อตความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ใต้พีคกับความเข้มข้น

3.6.2.2 ความเที่ยงตรงของวิธี (Precision)

3.6.2.2.1 ความเที่ยงตรงในวันเดียวกัน (Intraday precision)

วิเคราะห์สารละลายผสมพาราเซตามอลและคาเฟอีนความเข้มข้น 5 ppm ภายใต้สภาวะการทดลองที่เหมาะสม ทำการทดลองซ้ำ 7 ครั้ง พิจารณาค่าร้อยละการเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) ของพื้นที่ใต้พีค และค่าเวลาคงตัว (t_r)

3.6.2.2.2 ความเที่ยงตรงระหว่างวัน (Interday precision)

วิเคราะห์สารละลายผสมพาราเซตามอลและคาเฟอีนความเข้มข้น 5 ppm ภายใต้สภาวะการทดลองที่เหมาะสม และทำการทดลองซ้ำ 7 ครั้ง เป็นเวลา 3 วัน พิจารณาค่าร้อยละการเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) ของพื้นที่ใต้พีค และค่าคงตัวเวลา

3.6.2.3 ความเม่นยำ (Accuracy)

ตรวจสอบความแม่นยำของวิธีโดยการวิเคราะห์ร้อยละการคืนกลับ (%Recovery) โดยทำเติมสารมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นที่แน่นอนความเข้มข้น 10 ppm ลงในตัวอย่าง จากนั้นทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง และคำนวณหาร้อยละการคืนกลับ

3.6.2.4 ขีดจำกัดการตรวจวัด (Limit of detection) และขีดจำกัดการวิเคราะห์ (Limit of quatitative)

วิเคราะห์หาความเข้มข้นสารละลายพาราเซตามอลและคาเฟอีนภายใต้สภาวะที่เหมาะสมได้ที่มีสัดส่วนสัญญาณของพีคต่อสัญญาณรบกวน (Noise) เป็น 3 และ10 ตามลำดับ

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

บทที่ 4
ผลการวิจัย

4.1. การสังเคราะห์โมโนลิธิคคอลัมน์ MAA-EDMA

จากกระบวนการสังเคราะห์โมโนลิธิคคอลัมน์ในบทที่ 3 พบว่าสามารถสังเคราะห์โมโนลิธในแคปปิลารี่ ได้ โดยโมโนลิธเกิดอย่างสม่ำเสมอในแคปปิลารี่ และสามารถยึดกับผิวของแคปปิลารี่ได้เป็นอย่างดี แสดงดังรูปภาพที่ 4

ภาพที่ 4 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์แสดงคอลัมน์สังเคราะห์โมโนลิธ MAA-EDMA

4.2. การหาองค์ประกอบของเฟสเคลื่อนที่ที่เหมาะสม

การศึกษาการแยกพาราเซตามอลและคาเฟอีนที่ความเข้ม 20 ppm ด้วยคอลัมน์สังเคราะห์โมโนลิธ MAA-EDMA ด้วยอัตราการไหลของเฟสเคลื่อนที่ 0.2 mL/min ตรวจวัดที่ความยาวคลื่น 272 nm และศึกษาพารามิเตอร์ของเฟสเคลื่อนที่ดังนี้

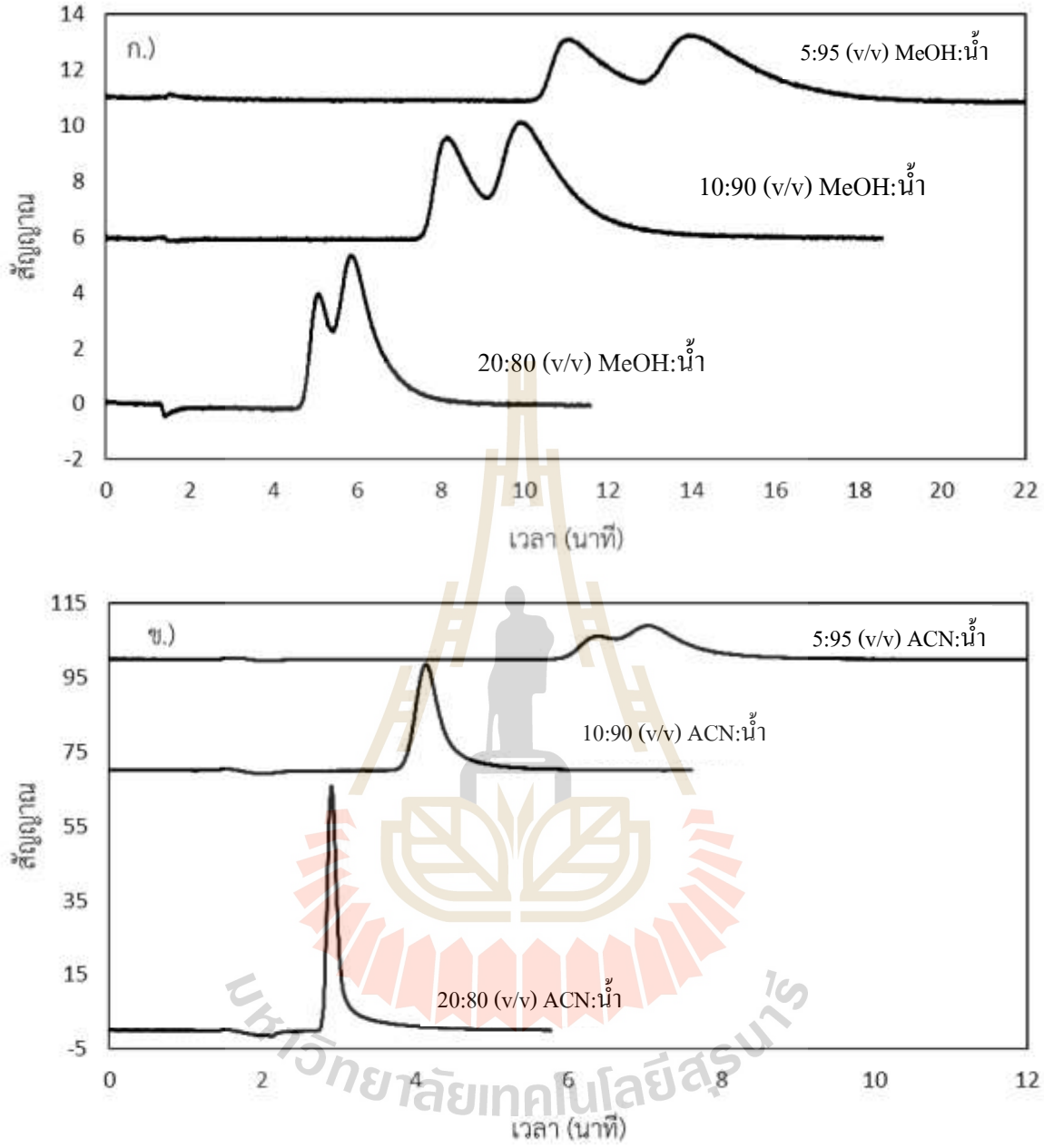
4.2.1 ผลของชนิดตัวทำละลายอินทรีย์และอัตราส่วนของตัวทำละลายอินทรีย์กับน้ำ

การศึกษาชนิดของตัวทำละลายอินทรีย์ในเฟสเคลื่อนที่ 2 ชนิดได้แก่ MeOH และ ACN และเปรียบเทียบอัตราส่วนตัวทำละลายอินทรีย์กับน้ำที่ 20:80, 10:90 และ 5:95 (v/v)

สำหรับเฟสเคลื่อนที่เป็นสารละลายผสม MeOH กับ น้ำ ในอัตราส่วน 20:80, 10:90 และ 5:95 (v/v) แสดงดังรูปภาพที่ 5 พบว่าที่อัตราส่วน 5:95 (v/v) MeOH:น้ำ ทำให้สารออกจากคอลัมน์ได้ช้าโดยใช้เวลาประมาณ 10 นาที แต่เมื่อเพิ่มปริมาณของตัวทำละลายอินทรีย์ ทำให้สารออกจากคอลัมน์ได้เร็วขึ้นใช้เวลาประมาณ 8 และ 5 นาทีตามลำดับ ซึ่งเป็นไปตามรูปแบบการแยกของโครมาโทกราฟีแบบผันกลับ แต่เฟสเคลื่อนที่ทั้ง 3 ไม่สามารถแยกพาราเซตามอลและคาเฟอีนได้ อีกทั้ง

รูปร่างและฐานของพีคกว้างไม่เหมาะสมต่อการวิเคราะห์ ดังนั้นจึงเปลี่ยนชนิดของตัวทำละลายอินทรีย์เป็น ACN โดยใช้เฟสเคลื่อนที่เป็นสารละลายผสม ACN กับ น้ำ อัตราส่วน 20:80, 10:90 และ 5:95 (v/v) พบว่าที่อัตราส่วน 5:95 (v/v) ACN:น้ำ สารจะใช้เวลาออกจากคอลัมน์เร็วกว่า (ใช้เวลาออกจากคอลัมน์นาน 6 นาที) การใช้เฟสเคลื่อนที่เป็น 5:95 (v/v) MeOH:น้ำ และเมื่ออัตราส่วน ACN กับ น้ำเพิ่มขึ้นเป็น 10:90 และ 20:80 (v/v) สารจะใช้เวลาออกจากคอลัมน์เร็วขึ้น โดยใช้เวลาประมาณ 4 และ 3 นาทีตามลำดับ แต่อย่างไรก็ตามเฟสเคลื่อนที่ทั้ง 3 ยังไม่สามารถแยกพาราเซตามอลและคาเฟอีนได้ แต่จากโครมาโทแกรมจะพบว่าเฟสเคลื่อนที่อัตราส่วน 20:80 (v/v) ACN:น้ำ จะให้รูปร่างของพีคแคบและให้สัญญาณที่ชัดเจนที่สุด ดังนั้นจึงเลือกเฟสเคลื่อนที่นี้ร่วมกับพารามิเตอร์อื่นๆถัดไป

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

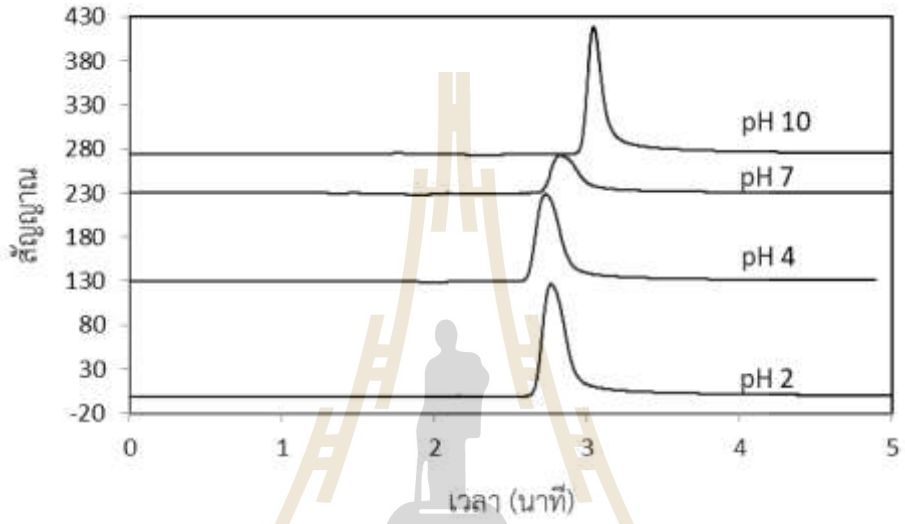


ภาพที่ 5 โครมาโทแกรมแสดงการแยกพาราเซตามอลและคาเฟอีน
สภาวะการทดลอง : คอลัมน์ MAA-EDMA, เฟสเคลื่อนที่ ก.) สารละลายผสม MeOH กับน้ำ ข.)
สารละลายผสม ACN กับน้ำ, ปริมาณสารที่ฉีด 250 nL, อัตราการไหล 0.2 mL/min,
ความยาวคลื่น 272 nm

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

4.2.2 ผลของค่า pH ในเฟสเคลื่อนที่

ในการทดลองนี้ได้ศึกษาเฟสเคลื่อนที่ที่มีค่า pH ที่ต่างกัน โดยเฟสเคลื่อนที่ที่ทำการศึกษาได้แก่ 20:80 ACN:สารละลายบัฟเฟอร์ ความเข้มข้น 20 mM ที่ pH 2, 4, 7 และ 10 พบว่าเฟสเคลื่อนที่ทั้ง 4 ไม่สามารถแยกพาราเซตามอลและคาเฟอีนได้ ดังแสดงในรูปภาพที่ 6 แต่สำหรับเฟสเคลื่อนที่เป็น 20:80 (v/v) ACN:20 mM PB pH 10 ให้พีคที่มีรูปร่างดีกว่าเฟสเคลื่อนที่ที่ pH อื่น จึงเลือกใช้เฟสเคลื่อนที่นี้สำหรับการทดลองในพารามิเตอร์ถัดไป



ภาพที่ 6 โครมาโทแกรมแสดงการแยกพาราเซตามอลและคาเฟอีน

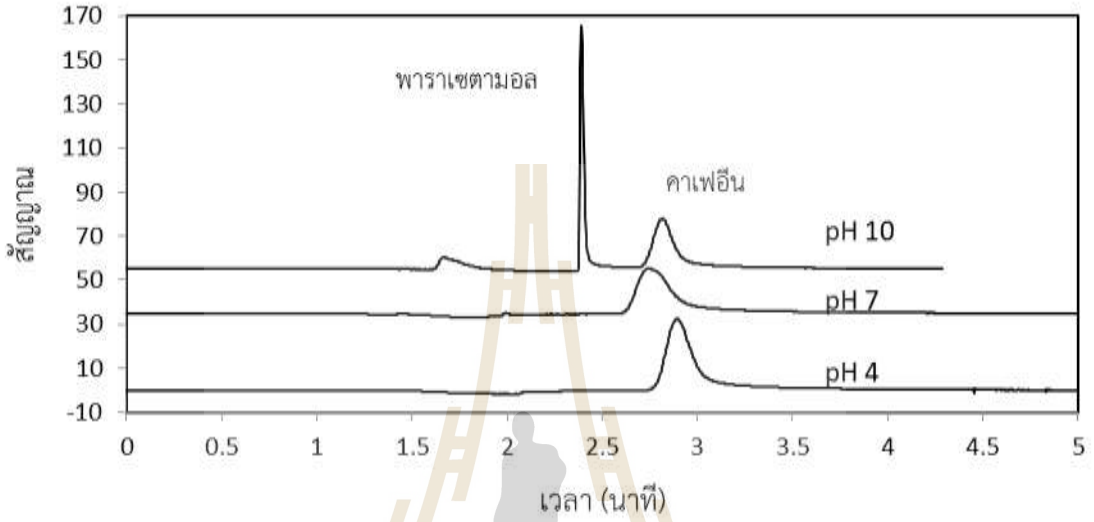
สภาวะการทดลอง : คอลัมน์ MAA-EDMA, เฟสเคลื่อนที่ 20:80 (v/v) ACN:20 mM PB ที่ pH 2, 4, 7 และ 10, ปริมาณสารที่ฉีด 250 nL, อัตราการไหล 0.2 mL/min, ความยาวคลื่น 272 nm

4.2.3 ผลของ TEA ในเฟสเคลื่อนที่

4.2.3.1 ผลของค่า pH กับสารละลายบัฟเฟอร์ร่วมกับ TEA ในเฟสเคลื่อนที่

เนื่องจากเฟสเคลื่อนที่ที่มีองค์ประกอบเป็นตัวทำละลายอินทรีย์กับสารละลายบัฟเฟอร์ไม่สามารถแยกพาราเซตามอลและคาเฟอีนได้ ดังนั้นการทดลองนี้จึงเติม TEA ลงในเฟสเคลื่อนที่ โดยเฟสเคลื่อนที่ที่ทำการศึกษาได้แก่ 20:80 (v/v) ACN:สารละลายบัฟเฟอร์ความเข้มข้น 20 mM ที่ pH 4, 7 และ 10 ที่มี TEA อยู่ 2 mM จากรูปภาพที่ 7 พบว่าเฟสเคลื่อนที่ 20:80 (v/v) ACN: สารละลายบัฟเฟอร์ ความเข้มข้น 20 mM pH 4 และ 7 ที่มี TEA อยู่ 2 mM ไม่สามารถแยกพาราเซตามอลและคาเฟอีนได้ ในขณะที่เฟสเคลื่อนที่เป็น เป็น 20:80 (v/v) ACN: 20 mM PB pH 10 ที่มี TEA อยู่ 2 mM สามารถแยกพาราเซตามอลและคาเฟอีนได้ โดยพาราเซตามอลออกจากคอลัมน์ก่อน (t_r ~ 2.4 นาที) และตามด้วยคาเฟอีน (t_r ~ 2.9 นาที) โดย ณ เฟสเคลื่อนที่นี้ทำให้โครงสร้างของพารา

เซตามอลแสดงประจุลบ ซึ่งสามารถเกิดการ pairing กับ TEA ในเฟสเคลื่อน ในขณะที่คาเฟอีนไม่สามารถเกิดการ paring หรือมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้าง การ paring ของพาราเซตามอลกับ TEA ทำให้พาราเซตามอลและคาเฟอีนมีการเกิดอันตรกิริยากับเฟสคงที่ที่แตกต่างกันและสามารถแยกจากกันได้ ดังนั้นเฟสเคลื่อนที่ที่เหมาะสมที่ใช้ในการแยกพาราเซตามอลและคาเฟอีนคือ 20:80 (v/v) ACN: 20 mM PB pH 10 ที่มี TEA อยู่ 2 mM



ภาพที่ 7 โครมาโทแกรมแสดงการแยกพาราเซตามอลกับคาเฟอีน
สภาวะการทดลอง : คอลัมน์ MAA-EDMA, เฟสเคลื่อนที่ 20:80 (v/v) ACN : สารละลายบัฟเฟอร์ความเข้มข้น 20 mM pH 4, 7 และ 10 ที่มี TEA 2 mM, สภาวะอื่นๆดังแสดงในภาพที่ 6

4.2.3.2 ผลของความเข้มข้นของ TEA ในเฟสเคลื่อนที่

เฟสเคลื่อนที่ที่ศึกษาในการทดลองนี้ได้แก่ 20:80 ACN:20 mM PB pH10 ที่มี TEA ความเข้มข้น 0.2, 2 และ 10 mM พบว่าเฟสเคลื่อนที่ที่มี TEA ความเข้มข้น 0.2 และ 2 mM สามารถแยกพาราเซตามอลและคาเฟอีนได้ โดยที่เฟสเคลื่อนที่ที่มี TEA ความเข้มข้น 2 mM จะทำให้มีการแกว่งของระบบน้อย หรือกล่าวได้ว่ามีความเสถียรมากกว่าเฟสเคลื่อนที่ที่มี TEA ความเข้มข้น 0.2 mM แต่สำหรับเฟสเคลื่อนที่ความเข้มข้น 10 mM ไม่สามารถแยกพาราเซตามอลและคาเฟอีนได้

จากการหาสภาวะที่เหมาะสมในการแยกพาราเซตามอลและคาเฟอีน ในงานวิจัยนี้ได้ทำการทดลองภายใต้สภาวะการทดลองดังนี้

เฟสอยู่นิ่ง : โมโนลิธิคคอลัมน์ MAA-EDMA

เฟสเคลื่อนที่ : 20:80 (v/v) ACN: 20 mM PB pH 10 ที่มี TEA อยู่ 2 mM

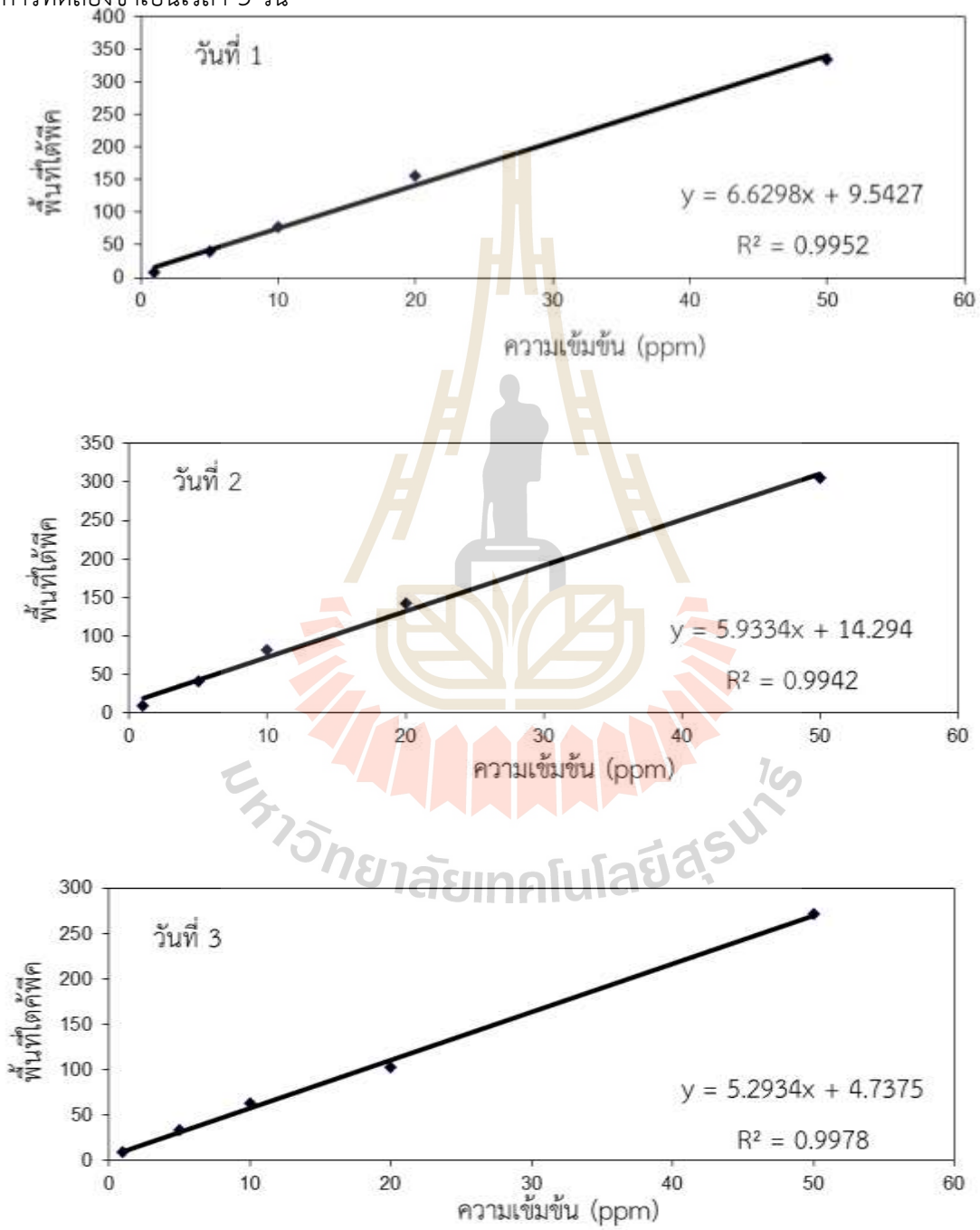
ปริมาณสารที่ฉีด : 250 nL

อัตราการไหล : 0.2 mL/min ความยาวคลื่น : ตรวจวัดที่ 272 nm

4.3. การทดสอบความใช้ได้ของวิธี

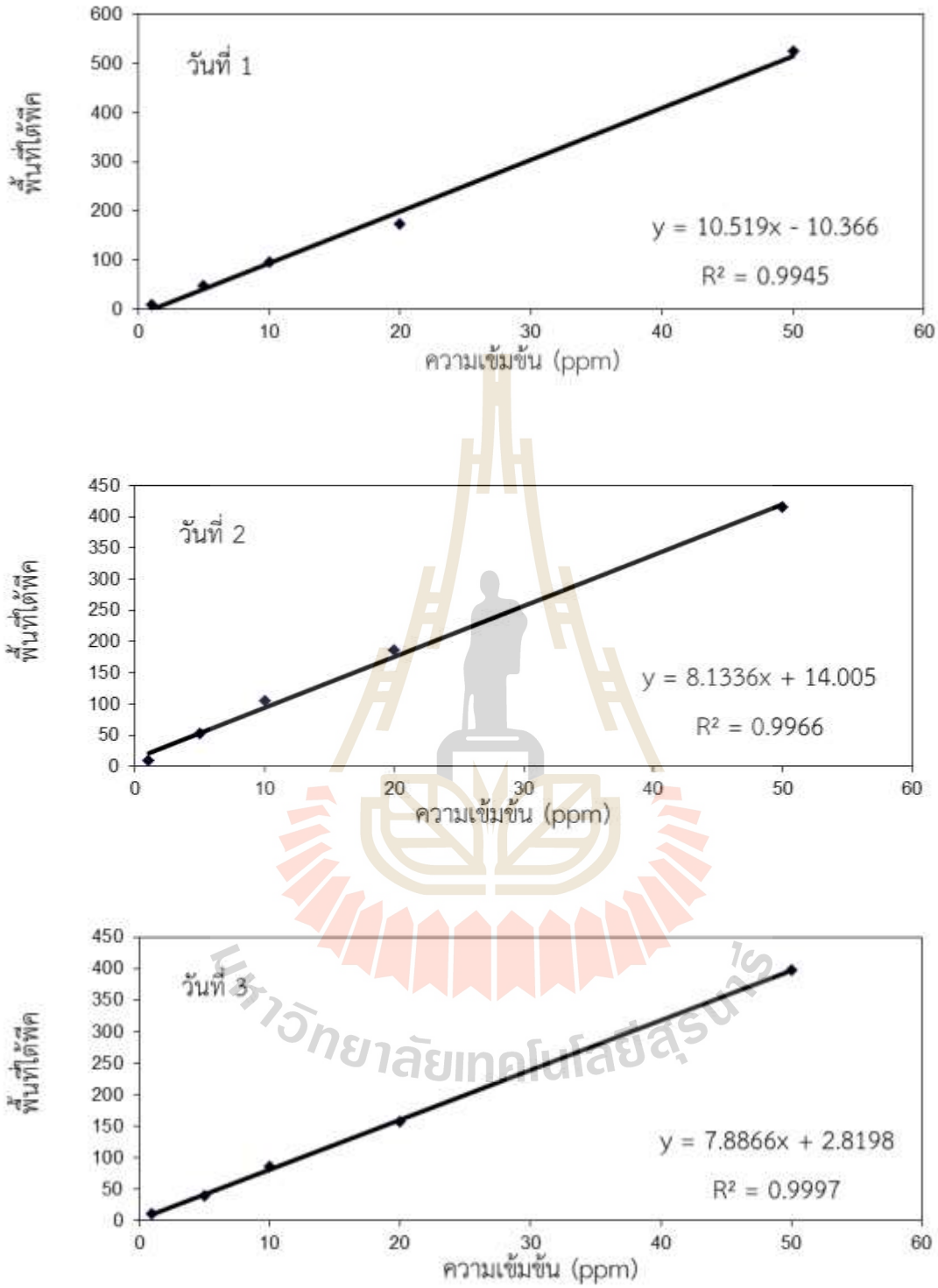
4.3.1 ความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน (Calibration curve)

การตรวจสอบความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานพาราเซตามอลและคาเฟอีน โดยทำการทดลองแยกสารละลายผสมพาราเซตามอลและคาเฟอีนในช่วงความเข้มข้น 1 ถึง 50 ppm ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม จากนั้นสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ใต้พีคกับความเข้มข้น และทำการทดลองซ้ำเป็นเวลา 3 วัน



ภาพที่ 8 กราฟมาตรฐานของพาราเซตามอลในวันที่ 1 2 และ 3 (สภาวะการวิเคราะห์แสดงในภาพที่ 7)

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี



ภาพที่ 9 กราฟมาตรฐานของคาเฟอีนในวันที่ 1 2 และ 3 (สภาวะการวิเคราะห์แสดงในภาพที่ 7)

ตารางที่ 8 ตารางแสดงสมการเส้นตรงของกราฟมาตรฐานและ LOD, LOQ ของวิธีการ

สารที่ตรวจวัด	วันที่	ช่วงความเข้มข้น (ppm)	สมการเส้นตรง	R^2	LOD (ppm)	LOQ (ppm)
พาราเซตามอล	1	1-50	y=6.6298x+9.5427	0.9952	0.05	0.17
	2	1-50	y=5.9334x+14.294	0.9942		
	3	1-50	y=5.2934x+4.7375	0.9978		
คาเฟอีน	1	1-50	y=10.519x-10.366	0.9945	0.3	1
	2	1-50	y=8.1336x+14.005	0.9966		
	3	1-50	y=7.8866x+2.8198	0.9997		

จากตารางที่ 8 พบว่าวิธีที่พัฒนาขึ้นสามารถสร้างกราฟมาตรฐานได้ในช่วงความเข้มข้น 1 ถึง 50 ppm โดยมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2)อยู่ในช่วงระหว่าง 0.9942 ถึง 0.9978 สำหรับพาราเซตามอลและ 0.9945 ถึง 0.9997 สำหรับคาเฟอีน

4.3.2 ขีดจำกัดการตรวจวัด (LOD) และขีดจำกัดการวิเคราะห์ (LOQ)

จากตารางที่ 8 พบว่าวิธีการที่พัฒนาขึ้นนี้มีขีดจำกัดการตรวจวัดของพาราเซตามอลเท่ากับ 0.05 และคาเฟอีนเท่ากับ 0.3 ppm และขีดจำกัดการวิเคราะห์ของพาราเซตามอลเท่ากับ 0.17 และคาเฟอีนเท่ากับ 1 ppm ตามลำดับ

4.3.3 ความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์

4.3.3.1 ความเที่ยงตรงในวันเดียวกัน

เพื่อระบุความเที่ยงตรงของเครื่องมือ และวิธีที่พัฒนาขึ้นจึงทำการศึกษาความเที่ยงตรง โดยแยกสารละลายผสมพาเซตามอลและคาเฟอีนความเข้มข้น 5 ppm ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมและทำการทดลองซ้ำ 7 ครั้ง พบว่าค่าคงตัวเวลา (t_r) และพื้นที่ใต้พีคมีความเที่ยงสูง (% RSD<5) ดังแสดงในตารางที่ 9

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ตารางที่ 9 ตารางแสดงความเที่ยงของการวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาในวันเดียวกัน (n=7)

ความเข้มข้น 5 ppm	ครั้งที่	พาราเซตามอล		คาเฟอีน	
		t_R	พื้นที่ใต้พีค	t_R	พื้นที่ใต้พีค
	1	2.44	40.93	3.00	39.80
	2	2.43	41.85	2.98	39.61
	3	2.43	41.43	2.97	40.94
	4	2.43	40.55	2.97	40.80
	5	2.44	39.76	2.99	39.67
	6	2.40	41.38	2.94	40.00
	7	2.39	41.36	2.94	41.11
ค่าเฉลี่ย		2.42	41.04	2.97	40.28
S.D.		0.02	0.70	0.02	0.65
%RSD		0.82	1.70	0.78	1.61

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

4.3.3.2 ความเที่ยงตรงระหว่างวัน

ความเที่ยงตรงระหว่างวันถูกศึกษาโดยทำการทดลองแยกสารละลายผสมพาราเซตามอลและคาเฟอีนความเข้มข้น 5 ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมซ้ำ 7 ครั้ง เป็นเวลา 3 วัน พบว่าค่าเวลาคงตัว (t_r) และพื้นที่ใต้พีคมีความเที่ยงสูง (%RSD<5) ดังแสดงในตารางที่ 10

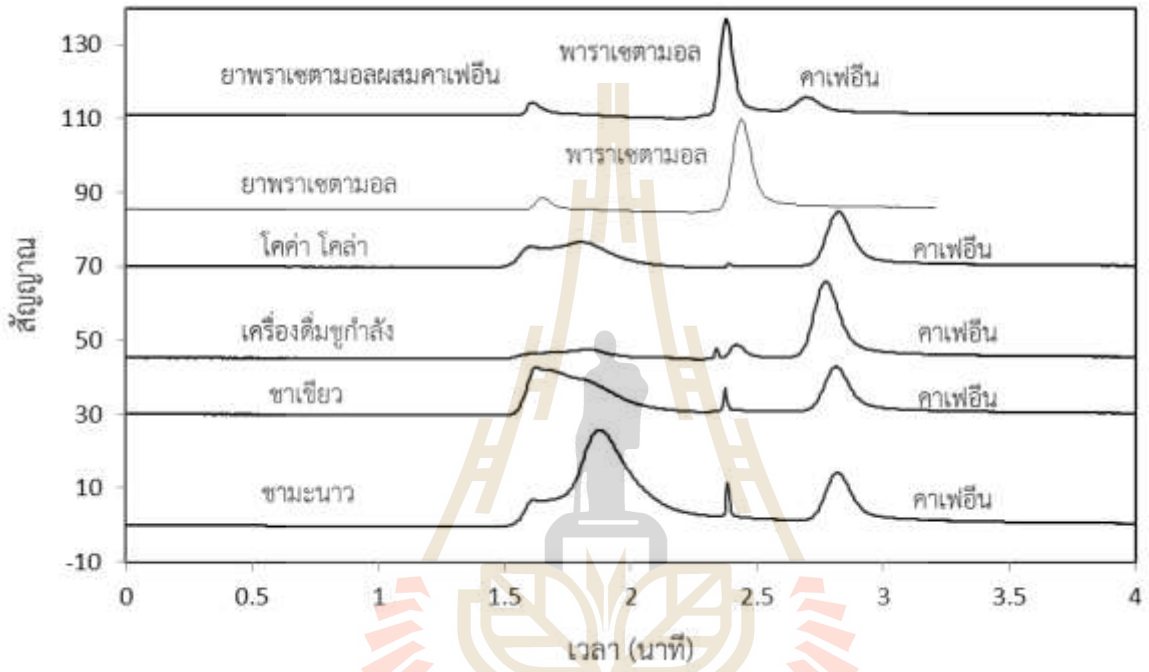
ตารางที่ 10 ตารางแสดงความเที่ยงของวิธีจากทั้ง 3 วัน

ความเข้มข้น 5 ppm	วันที่	จำนวนครั้ง	พาราเซตามอล		คาเฟอีน	
			tR	พื้นที่ใต้พีค	tR	พื้นที่ใต้พีค
	1	1	2.44	40.93	2.83	39.80
		2	2.43	41.85	2.81	39.61
		3	2.43	41.43	2.80	40.94
		4	2.43	40.55	2.77	40.80
		5	2.44	39.76	2.77	39.67
		6	2.40	41.38	2.78	40.00
		7	2.39	41.36	2.81	41.11
	2	1	2.39	40.48	3.00	40.70
		2	2.37	39.36	2.98	41.64
		3	2.37	40.44	2.97	40.22
		4	2.36	39.39	2.97	38.99
		5	2.35	38.62	2.99	39.89
		6	2.35	39.51	2.94	38.92
		7	2.38	39.28	2.94	40.83
	3	1	2.36	42.88	2.78	41.84
		2	2.35	42.19	2.75	42.46
		3	2.33	42.95	2.74	41.94
		4	2.32	42.73	2.72	41.41
		5	2.30	42.82	2.70	44.22
		6	2.30	42.26	2.70	43.68
		7	2.30	42.92	2.69	43.56
	ค่าเฉลี่ย		2.37	41.10	2.83	41.06
	S.D.		0.05	1.41	0.11	1.50
	%RSD		1.95	3.43	3.82	3.65

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

4.4. การวิเคราะห์ตัวอย่างจริง

การวิเคราะห์พาราเซตามอลและคาเฟอีนในตัวอย่างเครื่องดื่ม และยารักษาโรคทั้งหมด 6 ตัวอย่าง โดยใช้สภาวะการทดลองที่ได้พัฒนาขึ้น ได้แก่ คอลัมน์ MAA-EDMA, เฟสเคลื่อนที่เป็น 20:80 ACN:20 mM PB pH 10 ที่มี TEA 2 mM, อัตราการไหล 0.2 mL/min, ตรวจวัดที่ความยาวคลื่น 272 nm โดยสามารถแยกพาราเซตามอลและคาเฟอีนในตัวอย่างได้ภายในเวลาประมาณ 3 นาที แสดงดังในรูปภาพที่ 10



ภาพที่ 10 โครมาโทแกรมแสดงการแยกพาราเซตามอลกับคาเฟอีนในตัวอย่างจริง 6 ตัวอย่าง สภาวะการทดลอง : คอลัมน์ MAA-EDMA, เฟสเคลื่อนที่ 20:80 (v/v) ACN:20 mM PB pH 10 ที่มี TEA 2 mM, ปริมาณสารที่ฉีด 250 nL, อัตราการไหล 0.2 mL/min, ความยาวคลื่น 272 nm

สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณพาราเซตามอลและคาเฟอีนใช้กราฟมาตรฐานที่มีสมการเส้นตรงเป็น y=6.6298x+9.5427 สำหรับพาราเซตามอล และ y=10.519x-10.366 สำหรับคาเฟอีน ผลการวิเคราะห์ปริมาณพาราเซตามอลและคาเฟอีนแสดงดังตารางที่ 11 พบว่าค่าร้อยละการคืนกลับของพาราเซตามอลมีค่าเท่ากับ 79 ถึง 101 และคาเฟอีนอยู่ในช่วง 99 ถึง 111 (ตางรางที่ 11 และ 12)

ตารางที่ 11 ตารางแสดงปริมาณพาราเตามอลที่พบในตัวอย่างเครื่องดื่มและยา

ตัวอย่าง	ความเข้มข้นพาราเซตามอล (ppm) ± SD		
	Added conc.	Found conc.	ค่าการคืนกลับ (%)
ชาเขียว	-	-	-
ชามะนาว	-	-	-
โคล่า	-	-	-
เครื่องดื่มชูกำลัง	-	-	-
ยารักษาโรค (1)	0	23.07 ± 0.87	-
	10	33.13 ± 0.25	100.6
ยารักษาโรค (2)	0	13.55 ± 0.96	-
	10	21.43 ± 1.73	78.8

ตารางที่ 12 ตารางแสดงปริมาณคาเฟอีนที่พบในตัวอย่างเครื่องดื่มและยา

Sample	Concentration of caffeine (ppm) ± SD		
	Added conc.	Found conc.	Recovery (%)
ชาเขียว	0	10.89 ± 0.29	-
	10	21.19 ± 0.34	103.0
ชามะนาว	0	10.74 ± 0.25	-
	10	21.05 ± 0.36	103.0
โคล่า	0	11.69± 0.25	-
	10	22.79± 0.85	111.1
เครื่องดื่มชูกำลัง	0	19.11± 0.30	-
	10	30.08± 0.37	109.7
ยารักษาโรค (1)	-	-	-
ยารักษาโรค (2)	0	3.49 ± 0.08	-
	10	13.39 ± 0.19	99.1

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

บทที่ 5

5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้ได้พัฒนาวิธีการแยกพาราเซตามอลและคาเฟอีนด้วยเทคนิค μ-LC ร่วมกับการตรวจวัดด้วยการดูดกลืนแสงในช่วง UV-Vis และใช้คอลัมน์สังเคราะห์โมโนลิธ

โดยวิธีการแยกสารละลายผสมพาราเซตามอลและคาเฟอีนที่ได้พัฒนาขึ้น มีสภาวะการแยกประกอบด้วยคอลัมน์สังเคราะห์โมโนลิธ MAA-EDMA มีเฟสเคลื่อนที่เป็น 20:80 (v/v) ACN:20 mM PB pH 10 ที่มี TEA 2 mM ปริมาณสารที่ฉีด 250 nL อัตราการไหล 0.2 mL/min ตรวจวัดที่ความยาวคลื่น 272 nm ซึ่งสภาวะการแยกดังกล่าวสามารถแยกพาราเซตามอลและคาเฟอีนได้ภายในเวลา 3 นาที โดยพาราเซตามอลจะออกจากคอลัมน์เป็นตัวแรก (t_r=2.42 นาที) และตามด้วยคาเฟอีน (t_r=2.97 นาที) ซึ่งวิธีการที่พัฒนาได้นี้สามารถสร้างกราฟมาตรฐานของพาราเซตามอลและคาเฟอีนได้ในช่วงความเข้มข้น 1 ถึง 50 ppm โดยมีสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) อยู่ในช่วง 0.9942 ถึง 0.9978 สำหรับพาราเซตามอลและ 0.9945 ถึง 0.9997 สำหรับคาเฟอีน และวิธีที่พัฒนาได้นี้มีความเที่ยงสูง (%RSD ของ t_r และ พื้นที่ใต้พีค น้อยกว่า 5%)

จากวิธีการที่พัฒนาขึ้นสามารถประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่างจริง 6 ชนิดคือ ชามะนาว ชาเขียว เครื่องดื่มชูกำลัง เครื่องดื่มโคคาโคล่า ยาพาราเซตามอล และยาพาราเซตามอลผสมคาเฟอีน ซึ่งสามารถวิเคราะห์พาราเซตามอลและคาเฟอีนได้โดยใช้สมการเส้นตรงจากกราฟมาตรฐานเป็น y=6.6298x+9.5427 สำหรับพาราเซตามอล และ y=10.519x-10.366 สำหรับคาเฟอีน โดยมีค่าร้อยละการคืนกลับอยู่ในช่วง 79 ถึง 101 สำหรับพาราเซตามอล และ 99 ถึง 111 สำหรับคาเฟอีน

สำหรับวิธีที่พัฒนาขึ้นนี้นอกจากจะสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ในเวลาสั้น (น้อยกว่า 3 นาที) อีกทั้งสามารถวิเคราะห์ได้ง่าย มีต้นทุนในการวิเคราะห์ต่ำ และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมเนื่องจากเป็นวิธีที่ใช้ปริมาณสารละลายอินทรีย์และตัวอย่างน้อย (ในระดับไมโครลิตร)

บรรณานุกรม

[1] K. Cabrera, J Sep Sci 27 (2004) 843.

[2] B. Bidlingmaier, K.K. Unger, N. V. Doehren, *J Chromatogr A* 1999, **832,** 11-16.

[3] Q. Tang, M.L. Lee, *TrAC*, 2000, 19, 648.

[4] L.A. Colón, G. Burgos, T.D. Maloney, J.M. Cintrón J.M, Rodríguez R.L, *Electrophoresis* 2000, 21, 3965.

[5] E.F, Hilder, F. Svec, J.M.J.. Fréchet *J Chromatogr A*, 2004, 1044, 3.

[6] B.Habibi, M. Abazari, M. H. Pournaghi-Azar, Colloids and Surfaces B : Biointerfaces 114 (2014) 89.

[7] J.V. Higdon, B. Frei, Critical Reviews in Food Science and Nutrition 46 (2006) 101.

[8] Q. Chen, Z. Guo, and J. Zhao, Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis 48 (2008) 1321.

[9] P.D. Tzanavaras, D.G. Themelis, Analytica Chimica Acta 581 (2007) 89.

[10] I. Nugrahani, E.Y. Manosa, L. Chyntia, *Vib. Spectrosc.* 104 (2019).

[11] J.T. Franeta, D. Agbaba, S. Eric, S. Pavkov, M. Aleksic, S. Vladimirov, *Il Farmaco* 57 (2002) 709-713.

[12] M. Kartal, *J. Pharm. Biomed. Anal* 26 (2001) 857–864.

[13] H.İ. Ulusoy, E. Yılmaz, M. Soylak, *Microchem. J.* 145 (2019) 843-851.

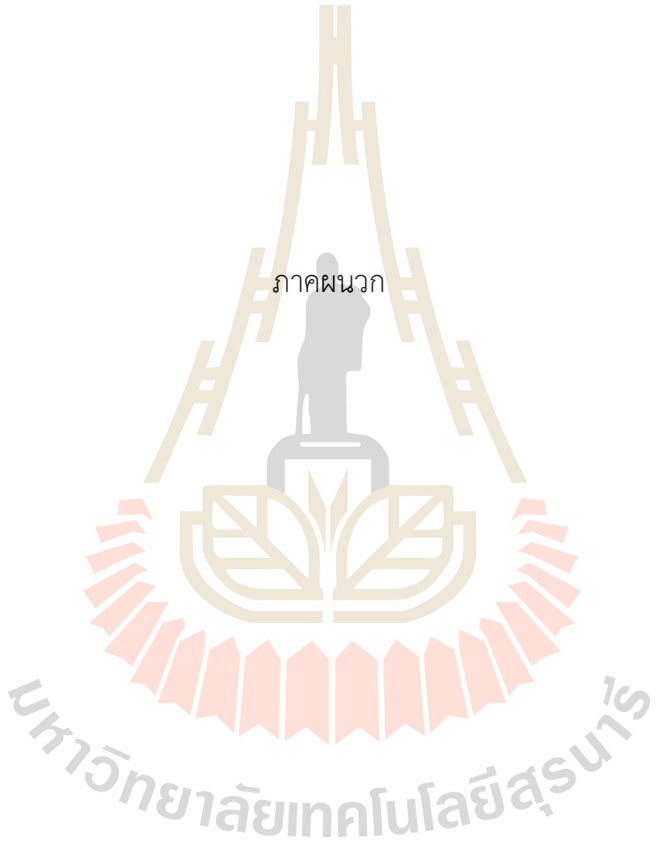
[14] D. Emre, N. O¨ zaltın, *J. Chromatogr. B* 847 (2007) 126–132.

[15] M. Tefera, A. Geto, M. Tessema, S. Admassie, *Food Chemistry* 210 (2016) 156–162.

[16] S. Chitravathi, N. Munichandraiah, *J. Electroanal. Chem.* 764 (2016) 93-103.

[17] M.R. Khoshayand, H. Abdollahi, M. Shariatpanahi, A. Saadatfard, A. Mohammadia, *Spectrochimica Acta Part A* 70 (2008) 491–499.

ภาคผนวก



ประวัตินักวิจัย

ชื่อ - นามสกุล : ผศ.ดร. พัชรินทร์ ชัยสุวรรณ

ชื่อ - นามสกุล : Assist.Prof. Patcharin Chaisuwan

เลขหมายบัตรประจำตัวประชาชน : 3411400275807

ตำแหน่งปัจจุบัน : ผู้ช่วยศาสตราจารย์

หน่วยงานและสถานที่อยู่ที่ติดต่อได้สะดวก

สำนักวิทยาศาสตร์ สาขาเคมี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

เลขที่ 111 ถ. มหาวิทยาลัย ต.สุรนารี อ. เมือง จ. นครราชสีมา

โทรศัพท์มือถือ 089-676-1073 ที่ทำงาน 044-22-4303

โทรสาร 044-22-4185

E-mail: p.chaisuwan@sut.ac.th, p_chaisuwan@hotmail.com

ประวัติการศึกษาต้องระบุสถาบันการศึกษา

ปริญญาเอก: ปร.ด.(เคมีวิเคราะห์) มหาวิทยาลัยมหิดล ปี 2551

ปริญญาโท: วท.ม.(เคมีวิเคราะห์และเคมีอินทรีย์ประยุกต์) มหาวิทยาลัยมหิดล ปี 2543

ปริญญาตรี: วท.บ (เคมี) มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี ปี 2539

สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ

การสังเคราะห์วัสดุพรุนโมโนลิธ

การแยกแบบโครมาโทกราฟีและอิเล็กโทรโฟรีซิส

ประสบการณ์ที่เกี่ยวข้องกับการบริหารงานวิจัยทั้งภายในและภายนอกประเทศ

หัวหน้าโครงการวิจัย :

1. โครงการ : การศึกษาการทำซ้ำ และการประเมินคุณภาพการเตรียมวัสดุ
2. โครงสร้างพรุนแบบต่อเนื่องในท่อแก้วแคปิลลารีขนาดเล็กสำหรับการแยกด้วยเทคนิคลิควิดโคร-มาโทกราฟีในระดับไมโครลิตร (ทุนพัฒนาศักยภาพการดำเนินงานวิจัยของอาจารย์รุ่นใหม่ ปี ค.ศ. 2009-2011 (การวิจัยดำเนินการเสร็จสิ้นแล้ว)

2. โครงการ : ไฮดรอกซีเมทิลเฟอร์ฟิวรอล น้ำผึ้ง โมโนลิธ การแยกแบบรู้ผลเร็วโครมาโทรกราฟี (ทุนงบประมาณเงินรายได้มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ (มศว) ประจำปี 2010) (การวิจัยดำเนินการเสร็จสิ้นแล้ว)

3. โครงการ : ระบบการแยกระดับไมโครลิตรที่ทำการตรวจวัดค่าการนำไฟฟ้าแบบไม่สัมผัสสำหรับการแยกสารไครอลที่ไม่ดูดกลืนแสง (ทุนพัฒนาศักยภาพการดำเนินงานวิจัยของอาจารย์รุ่นใหม่ ปี ค.ศ. 2012-2014 (การวิจัยดำเนินการเสร็จสิ้นแล้ว))
4. โครงการ : การวิเคราะห์สารบ่งชี้ประสิทธิภาพการทำงานของไตในผู้ป่วย ด้วยโมโนลิธิคคอลัมน์สังเคราะห์ โดยเทคนิคไมโครลิควิคโครมาโทกราฟี (ทุนเพื่อส่งเสริมการผลิตผลงานเพื่อรับสิทธิบัตรหรือตีพิมพ์ผลงานในวารสารนานาชาติ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี 2014-2015) (การวิจัยดำเนินการเสร็จสิ้นแล้ว)
5. โครงการ : การแยกยาไครอลด้วยไมโครโมโนลิธิคคอลัมน์สังเคราะห์ ร่วมกับการใช้ กราฟีนเป็นตัวนำในการตรวจวัดแบบแอมเพอโรเมตริก (ทุนมุ่งเป้า สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ (วช.) 2015-2016) (การวิจัยดำเนินการเสร็จสิ้นแล้ว)

ผู้ร่วมโครงการวิจัย

1. โครงการ : การวิเคราะห์ดีเฟอริโฟนและเมแทบอไลต์อย่างพร้อมกันในตัวอย่างปัสสาวะด้วยเทคนิคลิควิคโครมาโทกราฟีระดับไมโครลิตร (แหล่งทุน ทุนงบประมาณเงินรายได้มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ประจำปี 2011) (การวิจัยดำเนินการเสร็จสิ้นแล้ว)

งานวิจัยที่ทำเสร็จแล้ว : (5 ปี ย้อนหลัง)

1. Chaisuwan P., Thararat M., Sangcakul A., Nachapricha D., Wilairat P., Uraisin K, Simple in-house flow injection-capillary electrophoresis with capacitively coupled contactless conductivity method for determination of colistin. *J. Sep. Sci.* 2015, 38, 1035-1041. (ทุนพัฒนาศักยภาพการดำเนินงานวิจัยของอาจารย์รุ่นใหม่ สกว. สกอ. และ มศว)

2. Chaloemsuwiwattanakan T., Sangcakul A., Kitiyakara C., Nacapricha D., Wilairat P., Chaisuwan P. Simple and fast analysis of iohexol in human serums using micro-hydrophilic interaction liquid chromatography with monolithic column. *J. Sep. Sci.* 2016; 39: 3521-3527.

3. Surapanich N. , Chaisuwan P. , Kuhakarn C. , Reutrakul V. Organopromoted Direct Synthesis of 1,1-Diphenyl-3-arylindanes via Formal [3+ 2] Cycloadditions of Triphenylcarbenium Tetrafluoroborate with Styrenes. Synlett 2016; 27 : 2689-2694.

4. Karuwan C., Wisitsoraat A., Maturos T., Chaisuwan P., Nacapricha D, Tuantranont A. Screen-printed graphene-based electrochemical sensors for a microfluidic device. *Anal. Methods*. 2017; 9: 3689-3695.

5. Wongbuth, L., Smith, N.W., Sen, A., Chaisuwan, P., (2017). Separation of polar drug-like compounds using supercritical fluid chromatography coupled with electrospray mass spectrometry (SFC-ESI-MS) . The 43rd Congress on Science and Technology of Thailand (STT43), October 17-19, 2017, Chulalongkorn University, Thailand. 344-348. (Proceeding).

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี