

การพัฒนากระบวนการแยกโดยอาศัยหลักการไหลที่ทำให้ขนาดเล็กลง
เพื่อการเตรียมตัวอย่างแบบออนไลน์

หัวหน้าโครงการ: ดร. รงนา บุระคำ

นักวิจัยที่ปรึกษา: ศาสตราจารย์ ดร. เกตุ กรุดพันธ์

โครงการนี้ได้วิจัยเกี่ยวกับการพัฒนาระบบการแยกและการวิเคราะห์ทางเคมี โดยใช้เทคนิคการไหล เพื่อประยุกต์สำหรับการเตรียมตัวอย่างและการวิเคราะห์ โดยเน้นการลดขนาดการวิเคราะห์ ปรับขั้นตอนต่างๆให้ง่ายขึ้น และพัฒนาระบบแบบใหม่โดยใช้อุปกรณ์ที่มีราคาถูก ซึ่งได้พัฒนา 2 ระบบ ได้แก่ ซีเควนเซียลอินเจกชัน-แล็ปแอทวาล์ว สำหรับการสกัดแบบออนไลน์ในระดับไมโคร และ ซีเควนเซียลอินเจกชัน-โครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงสำหรับการเตรียมอนุพันธ์แบบออนไลน์

ระบบซีเควนเซียลอินเจกชัน-แล็ปแอทวาล์ว สำหรับการสกัดแบบออนไลน์ในระดับไมโคร ได้ออกแบบระบบโดยใช้กรวยแยกขนาดเล็กที่มีเครื่องตรวจวัด ดัดไว้ที่พอร์ตของวาล์วเพื่อทำหน้าที่สกัดและตรวจวัดสารเป้าหมาย โดยเลือกการวิเคราะห์สารลดแรงตึงผิวชนิดประจุลบในน้ำเป็นตัวอย่างในการทดสอบระบบ การวิเคราะห์อาศัยหลักการทำให้เกิดสารประกอบไอออนรวมตัวระหว่างสารลดแรงตึงผิวชนิดประจุลบกับเมทิลลิทบูล ซึ่งสามารถสกัดโดยใช้ไดคลอโรมีเทนก่อนตรวจวัดด้วยเทคนิคสเปกโทรโฟโตเมทรี ขั้นตอนการวิเคราะห์ทำได้โดยการดูดซับตัวอย่างรีเอเจนต์ และ ไดคลอโรมีเทน เข้าสู่ระบบแล้วให้เกิดการสกัดภายในท่อเล็กๆ หลังจากนั้นสารผสมจะถูกส่งไปยังกรวยแยกที่ติดอยู่บนวาล์ว หลังจากปล่อยให้ชั้นของน้ำและตัวทำละลายอินทรีย์แยกกันแล้ว จึงตรวจวัดการดูดกลืนแสงของชั้นตัวทำละลายอินทรีย์ที่มีสารตัวอย่างที่สนใจอยู่ โดยใช้สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ผ่านทางสายใยแก้วนำแสงที่ติดอยู่บนส่วนของแล็ปแอทวาล์ว และได้ประยุกต์สำหรับการวิเคราะห์สารลดแรงตึงผิวชนิดประจุลบในน้ำ โดยระบบที่พัฒนาขึ้นสามารถสกัดสารโดยใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ในปริมาณน้อยมาก เป็นระบบออนไลน์ ช่วยลดอันตรายอันเนื่องจากไอของสารอินทรีย์ที่มีต่อผู้วิเคราะห์ได้ และสามารถประยุกต์สำหรับการวิเคราะห์สารอื่นๆ ได้อีกมากมาย

ระบบซีเควนเซียลอินเจกชัน-โครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง สำหรับการเตรียมอนุพันธ์แบบออนไลน์ ได้เลือกศึกษาการวิเคราะห์โลหะหนัก ได้แก่ Co(II) Cu(II) Ni(II) และ Fe(II) โดยใช้ 2-(5-nitro-2-pyridylazo)-5-[N-propyl-N-(3-sulfopropyl)amino]phenol (nitro-PAPS) เป็นรีเอเจนต์ และตรวจวัดด้วยเทคนิคสเปกโทรโฟโตเมทรี ระบบที่พัฒนาขึ้นสามารถเตรียมอนุพันธ์แบบออนไลน์และแยกสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะทั้งสี่ชนิดได้ภายในเวลา 13 นาที และ ได้นำไปประยุกต์สำหรับการวิเคราะห์โลหะในตัวอย่างที่หลากหลาย ซึ่งข้อได้เปรียบของระบบที่พัฒนาขึ้นนี้ คือ การปรับขั้นตอนการเตรียมอนุพันธ์ให้ง่ายขึ้น โดยทำให้เป็นระบบออนไลน์ ที่ใช้ปริมาณสารตัวอย่างและรีเอเจนต์น้อยลง นอกจากนี้ระบบซีเควนเซียลอินเจกชันสามารถทำงานคู่ขนานไปกับระบบโครมาโทกราฟี จึงช่วยลดเวลาในการเตรียมตัวอย่างและการวิเคราะห์ลงได้

Development of Miniaturized Flow Separation Systems for On-Line Sample Pretreatment**Principal investigator: Dr. Rodjana Burakham****Mentor: Professor Dr. Kate Grudpan**

In this project, separation and analytical systems involving flow-based techniques were developed for sample pretreatment and chemical analysis. Two developed systems, including sequential injection-lab-at-valve (SI-LAV) for on-line micro-extraction and sequential injection-high performance liquid chromatography (SI-HPLC) for on-line pre-column derivatization, emphasized miniaturization using simple and cost-effective instrumentation.

The SI-LAV system was developed for on-line micro-extraction using a small separating chamber situating spectrophotometric detector via optical fibers attached at a port of a selection valve. The extractive determination of anionic surfactant in water samples was selected as a model. The detection method is based on the formation of ion-association compound between anionic surfactant and methylene blue, which can be extracted into dichloromethane before spectrophotometric detection. Sample, reagent and dichloromethane are sequentially aspirated via the multiposition selection valve attached with an extraction coil where the extraction process is performed. The aqueous and organic phases are separated in a conical separating chamber LAV unit. The organic phase containing extracted product is then monitored spectrophotometrically. Some water samples have been analyzed for anionic surfactants by the developed procedure. The developed system involves a considerable reduction of organic solvent and can be applied for various chemical analyses.

The SI was coupled to HPLC for an on-line simple pre-column derivatization and determination of metal ions, including Co(II), Cu(II), Ni(II) and Fe(II). 2-(5-nitro-2-pyridylazo)-5-[*N*-propyl-*N*-(3-sulfopropyl)amino]phenol (nitro-PAPS) was used as a derivatizing reagent. The detection principle is spectrophotometry. Using the proposed SI-HPLC system, on-line derivatization and separation of four metals-nitro-PAPS complexes was achieved within 13 min. The developed method has been successfully applied for the determination of metal ions in various samples. The system offers advantages in simple pretreatment step with on-line derivatization and less consumption of sample and reagent. In addition, by parallel operation of derivatization and separation, better analysis time could be gained.