

งานวิจัยครั้งนี้มีจุดมุ่งหมายเพื่อศึกษาการเตรียม Silica-ODS เพื่อใช้เป็นเฟสอยู่กับที่สำหรับ คอลัมน์โครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง แบบเฟสย้อนกลับ (reverse phase HPLC column) ซิลิกาที่ใช้เป็นของแข็งยึดเกาะให้เฟสอยู่กับที่ เตรียมได้จากการตกตะกอนสารละลายเมทาซิลิกेट (ซึ่งเตรียมได้จากเกลบข้าว) โดยอาศัยระบบไมเซลล์ สารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ ที่ใช้คือไทร-ทอนเอ็กซ์ - 100 (Triton X-100) ซิลิกาที่เตรียมได้มีรูปร่างลักษณะเป็นทรงกลม ขนาดอนุภาค 3-10 ไมโครเมตร มีพื้นที่ผิวจำเพาะ 1270.79 m²/g และมีขนาดรูพรุน 18 Å ทำการศึกษาหาปริมาณหมู่ไฮดรอกซิลบนพื้นผิวซิลิกา เพื่อนำไปใช้ในการคำนวณหาปริมาณสูงสุดที่เป็นไปได้ของสารออก-ทะเลคซิลไทรคลอโรไซเลน (octadecyl trichlorosilane, ODS) และ ไตรเมทิลคลอโรไซเลน (trimethylchlorosilane, TMCS) ในการสร้างพันธะ และปิดปลายที่ว่องไวที่เหลือ (end-capping) ตามลำดับ พบว่าปริมาณสูงสุดที่เป็นไปได้ของ ODS ที่ใช้สร้างพันธะเท่ากับ 5.51×10^{-3} กรัม ต่อซิลิกา 1 กรัม และ TMCS เท่ากับ 4.18×10^{-3} กรัม ต่อซิลิกา 1 กรัม ศึกษาหมู่ฟังก์ชันบนผิวซิลิกาที่สร้างพันธะแล้ว ด้วยเทคนิค FT-IR และ % carbon loading ด้วยเทคนิค TGA บรรจุ Silica-ODS ที่ปิดปลายที่ว่องไวแล้ว ลงในคอลัมน์ HPLC ขนาด 150 x 4.6 mm i.d. และ 250 x 4.6 mm i.d. โดยใช้เทคนิคการบรรจุแบบเปียก และทดสอบคุณสมบัติทางโครมาโทกราฟีของคอลัมน์ที่เตรียมได้ ค่าความสูงของเพลททางทฤษฎี (H) เท่ากับ 0.00470 cm และ 0.00640 cm ตามลำดับ โดยใช้สารละลายมาตรฐานไบฟีนิล 0.06 มิลลิกรัมต่อลิตร เฟสเคลื่อนที่ที่ใช้คือสารละลายผสมเมทานอล-น้ำ (80:20) อัตราการไหลของเฟสเคลื่อนที่ 1.0 มิลลิตรต่อนาที ปริมาตรในการฉีด 1 ไมโครลิตร ที่ความยาวคลื่น 254 นาโนเมตร ทำการทดสอบสารละลายมาตรฐานผสมยูราซิล เบนซีน แนนทาลีน และ ไบฟีนิล ความเข้มข้น 0.02, 3.00, 0.50 และ 0.06 มิลลิกรัมต่อมิลลิตร ตามลำดับ ด้วยสภาวะ HPLC เช่นเดิม สารทุกตัวถูกแยกภายในเวลา 10 และ 15 นาที ตามลำดับ สำหรับค่าความสามารถในการแยกของสารแต่ละคู่ที่อยู่ใกล้กันมีค่ามากกว่า 1.5 ค่าแฟกเตอร์ความจุอยู่ในช่วง 1-10 ค่าความจำเพาะเจาะจงมากกว่า 1 และความสมมาตรของพีค น้อยกว่า 1.2 คอลัมน์ทั้งสองขนาดถูกนำมาประยุกต์ใช้ในงานวิเคราะห์ หาปริมาณพาราเซตามอล ในยาทางการค้า พลอตกราฟแคลิเบรชันของสารละลายมาตรฐานพาราเซตามอล 5 ความเข้มข้น ได้กราฟที่เป็นเส้นตรงที่มีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) มากกว่า 0.9995 ค่าร้อยละการคืนกลับ (% Recovery) เท่ากับ 98.04 และ 98.76 ตามลำดับ % RSD มีค่าน้อยกว่า 2 ค่าที่ได้ใกล้เคียงกับคอลัมน์ทางการค้า

An objective of the research is to prepare the Silica-ODS to be use as a stationary phase in reverse-phase HPLC columns. The spherical silica solid supported stationary phase was prepared by precipitation of sodium metasilicate solution (prepared from rice husk) in micellars system with nonionic-surfactant (triton X-100). The prepared silica particles were spherical with 3-10 μm in diameter, specific surface area 1270.79 m^2/g and 18 \AA pore size. The silinol groups on silica surface particles were determined by calculating the possible maximum loading of octadecyl-trichlorosilane (ODS) and trimethylchlorosilane (TMCS) to bond phase and end-cap respectively. The possible maximum ratio of ODS was 5.51×10^{-3} g/g silica and TMCS was 4.18×10^{-3} g/g silica. The silica bonded-phase functional group was studied by FT-IR technique and carbon loading percentage was studied by TGA technique. The end-capped silica-ODS was packed in 150 x 4.6 mm.i.d. and 250 x 4.6 mm.i.d. column by wet packing method and tested the efficiency of chromatographic columns. The theoretical plate height of both columns was 0.00470 cm and 0.00640 cm respectively by using 0.06 mg/L standard biphenyl solutions, mixture of methanol - water (80:20) as mobile phase, at flow rate 1.0 mL/min, 1 μL injection volume and UV detector at 254 nm. A mix standard uracil, benzene, naphthalene and biphenyl 0.02, 3.00, 0.50 and 0.06 mL/min respectively were tested. All compounds were separated within 10 to 15 min. Resolutions of each pair compound were above 1.5, capacity factor were between range of 1-10, selectivity was above 1 and peak symmetry were less than 1.2. The two columns were applied for determination of paracetamal in commercial medicine. The calibration graphs plotted with five concentrations of standard paracetamal was linear with a regression coefficient (R^2) > 0.9995. The recovery percentages of two column were 98.04 and 98.76 respectively and precision of the results (RSD %) were less than 2 .