

การเตรียมเส้นใยไนลอนอิเล็กโทรสปินเคลือบด้วย 2,4-ไดไนโตรเฟนิลไฮดราซีน  
สำหรับการตรวจวัดแอลดีไฮด์ในน้ำดื่ม

Preparation of Nylon Electrospun Coated by 2,4-Dinitrophenyl Hydrazine  
for Determination of Aldehydes in Drinking Water



โดย

นางสาวศานติมา พัฒนถาบุตร

นางสาวณพินธา บุญวังทอง

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2557

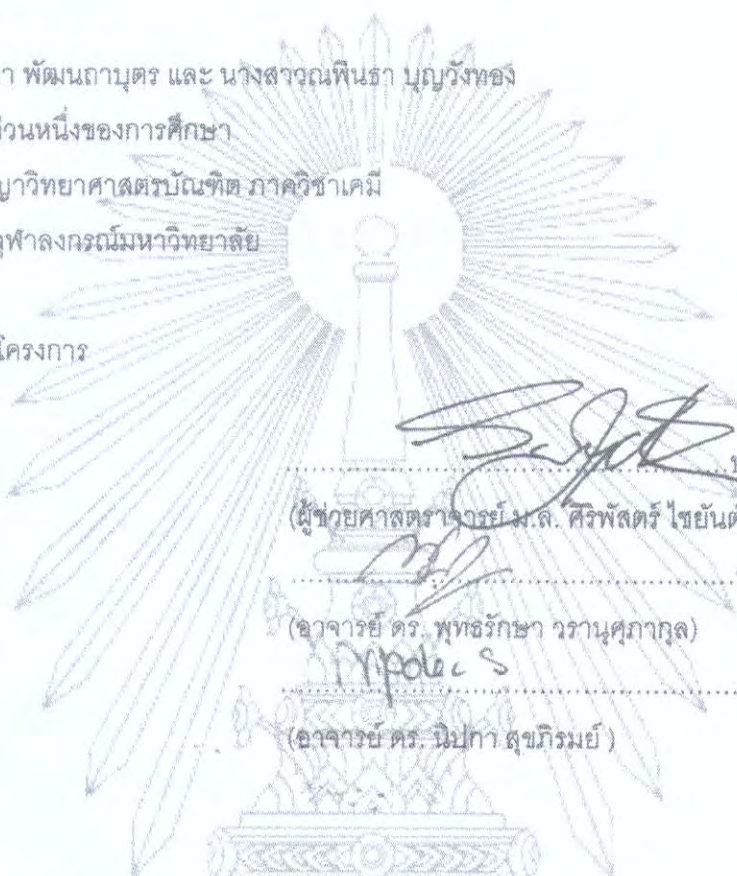
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

เรื่อง การเตรียมเส้นใยในลอนอิเล็กทรอนิกส์แบบเคลือบด้วย 2,4-ไดไนโตรเฟนิลไฮดราซีนสำหรับการตรวจวัดแอลดีไฮต์ในน้ำดื่ม

โดย นางสาวศานิตมา พัฒนถาบุตร และ นางสาวณพินธนา บุญวังทอง  
ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา

ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ



..... ประธานกรรมการ  
(รองศาสตราจารย์ ม.ล. ศิริพัศตร์ ไซยนต์)

..... อาจารย์ที่ปรึกษา  
(อาจารย์ ดร. พุทธิรักษา วรานุสภากุล)

..... กรรมการ  
(อาจารย์ ดร. นิปกา สุขภิรมย์)

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดยหัวหน้าภาควิชาเคมี

.....  
(รองศาสตราจารย์ ดร. วุฒิชัย พาราสุข)  
หัวหน้าภาควิชาเคมี  
วันที่ 21 เดือน มีนาคม พ.ศ. 2558

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คุณภาพของการเขียนรายงานเล่มนี้อยู่ในระดับ  ดีมาก  ดี  พอใช้

|  |   |                        |
|--|---|------------------------|
| ชื่อโครงการ  | การเตรียมเส้นใยไนลอนอิเล็กทรอนิกส์โพลีเมอร์ชนิดพิเศษด้วย 2,4-ไดไนโตรฟีนอลไฮดรอกซีน สำหรับการตรวจวัดแอลดีไฮด์ในน้ำดื่ม |                        |
| ชื่อนิติโครงการ  | 1. นางสาวศานิมา พัฒนถาบุตร  | เลขประจำตัว 5433144023 |
|  | 2. นางสาวณพินธา บุญวังทอง   | เลขประจำตัว 5433083323 |
| อาจารย์ที่ปรึกษา   | อาจารย์ ดร. พุทธิรักษา วรานุศูภากุล   |                        |
| ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปี 2557 |   |                        |

### บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมเส้นใยไนลอนด้วยเทคนิคอิเล็กทรอนิกส์โพลีเมอร์ แล้วทำการเคลือบด้วย 2,4-ไดไนโตรฟีนอลไฮดรอกซีน (DNPH) เพื่อทำการอนุพันธ์ เพิ่มความเข้มข้นและสกัดสารประกอบแอลดีไฮด์โดยการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็งในขั้นตอนเดียว จากนั้นวิเคราะห์อนุพันธ์แอลดีไฮด์-DNPH ด้วยเทคนิคไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ลิควิดโครมาโทกราฟีซึ่งมีตัวตรวจวัดเป็นยูวี-วิสิเบิล (HPLC/UV-vis) จากกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์โพลีเมอร์ เส้นใยไนลอนที่ได้มีลักษณะเรียบและมีขนาดสม่ำเสมอ โดยเส้นใยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย  $98 \pm 18$  นาโนเมตร เมื่อนำเส้นใยไนลอนที่เตรียมได้มาเคลือบด้วย DNPH เพื่อสกัดสารประกอบแอลดีไฮด์ในน้ำ พบว่า การเตรียมสารอนุพันธ์แอลดีไฮด์-DNPH โดยเตรียมด้วยสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์และใช้ตัวทำละลายเป็นเอซิโตนไทรอิล ให้สัญญาณการตรวจวัดด้วย HPLC/UV-vis ที่สูงกว่าการเตรียมในน้ำ Milli-Q ดังนั้น กราฟมาตรฐานของสารอนุพันธ์แอลดีไฮด์-DNPH สำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณจึงเตรียมผ่านสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ในตัวทำละลายเอซิโตนไทรอิลสุดท้าย เมื่อนำเส้นใยไนลอนที่เตรียมได้มาสกัดสารประกอบแอลดีไฮด์ทั้ง 4 ชนิด คือ ฟอรัลดีไฮด์ แอลเซทอลดีไฮด์ โพรพาแนลและบิวทาแนลในน้ำ ยังไม่ได้ผลเป็นที่น่าพอใจ

คำสำคัญ: แอลดีไฮด์, เส้นใยไนลอน, ไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ลิควิดโครมาโทกราฟี, อิเล็กทรอนิกส์โพลีเมอร์, การสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง

Title Preparation of Nylon Electrospun Coated by 2,4-Dinitrophenyl Hydrazine  
for Determination of Aldehydes in Drinking Water

Student names 1. Sanima Pathanatabutr 5433144023  
2. Napintha Boonwungthong 5433083323

Advisor Dr. Puttaruksa Varanusupakul

Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Academic Year 2014

### Abstract

In this work, nylon fibers were prepared by electrospinning technique and coated with 2,4-dinitrophenylhydrazine (DNPH) for derivatization, preconcentration and extraction of aldehydes by solid phase extraction in one step. Then, aldehyde-DNPH derivatives were analyzed by high-performance liquid chromatography with UV-Visible detector (HPLC/UV-vis). From electrospinning process, the obtained nylon fibers were fine and regular with diameters of  $98 \pm 18$  nm. Then, the obtained nylon fibers were coated with DNPH and used to extract aldehydes in water. Aldehyde-DNPH derivatives prepared from the mixed aldehydes and derivatized in acetonitrile gave higher signal of detection by HPLC/UV-vis than those prepared and done in Milli-Q water. Therefore, the calibration of aldehyde-DNPH derivatives for quantitative analysis was performed using the mixed aldehydes and derivatized in acetonitrile. However, the performance of nylon fibers for extraction of 4 aldehydes, which are formaldehyde, acetaldehyde, propanal and butanal, was not satisfied yet.

Keywords: Aldehydes, Nylon fibers, HPLC, Electrospinning, Solid phase extraction

## กิตติกรรมประกาศ

คณะผู้วิจัยขอขอบพระคุณ อาจารย์ ดร. พุทธรักษา วรรณสุภากุล อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการที่กรุณาให้คำแนะนำในการทำวิจัย ตลอดจนความช่วยเหลือและเอื้อเฟื้อห้องปฏิบัติการ พร้อมทั้งเครื่องมือและสารเคมีในการทำวิจัยจนสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี รวมทั้งการเขียนรายงานฉบับนี้จนเสร็จสมบูรณ์

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วัลภา เอื้องไมตรีภรณ์ อาจารย์ผู้ประสานงานในรายวิชา Senior Project รหัสรายวิชา 2302499 ที่คอยดูแล และให้คำปรึกษาในรายวิชานี้

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ม.ล. ศิริพัศตร์ ไชยันต์ และ อาจารย์ ดร. นิปกา สุขภิรมย์ ประธานกรรมการและกรรมการสอบ การนำเสนอ Senior Project และยังกรุณาให้คำแนะนำ และตรวจสอบการแก้ไขรายงานฉบับนี้ให้มีความสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณนางสาวรุ่งทิพย์ มานะกิจ นางสาววิญญา อัครชาติศรี นายศิริะ นิธิยานนทกิจ นายศิริศักดิ์ ธาราศิริไพฑูรย์นายฐาปนา แพนดอม และกลุ่มวิจัย 1205 ที่คอยให้คำแนะนำ คอยให้การช่วยเหลือ และสอนทักษะต่างๆ ที่ใช้ในการทำวิจัยนี้จนทำให้งานวิจัยสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

โครงการนี้ได้รับการเงินสนับสนุนจากโครงการการเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ประจำปีการศึกษา 2557 คณะผู้วิจัยขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูง

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณ บิดา มารดาของผู้วิจัย รวมทั้งเพื่อนๆ ที่คอยให้กำลังใจ และความช่วยเหลือจนงานวิจัยสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

คณะผู้วิจัย

นางสาวศานิตา พัฒนถาบุตร

นางสาวณพิณธา บุญวังทอง

ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

# สารบัญ

|   |      |
|---|------|
|   | หน้า |
| บทคัดย่อภาษาไทย                                     | ค    |
| บทคัดย่อภาษาอังกฤษ                                  | ง    |
| กิตติกรรมประกาศ                                     | จ    |
| สารบัญ  | ฉ    |
| สารบัญรูป   | ช    |
| สารบัญตาราง   | ญ    |
| คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ                           | ฎ    |
| <br>  |      |
| บทที่ 1 บทนำ  |      |
| 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา                  | 1    |
| 1.2 วัตถุประสงค์และขอบเขตของการวิจัย                | 3    |
| 1.3 ทฤษฎีและแนวความคิดที่เกี่ยวข้องกับการวิจัย      |      |
| 1.3.1 ข้อมูลทั่วไปเกี่ยวกับสารประกอบแอลดีไฮด์       | 3    |
| 1.3.2 อีเล็กโทรสปินนิง                              | 5    |
| 1.3.3 ไนลอน   | 9    |
| 1.3.4 การสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง                      | 10   |
| 1.3.5 การวิเคราะห์สารประกอบแอลดีไฮด์ด้วยเทคนิค HPLC | 11   |
| บทที่ 2 วิธีการทดลอง                                |      |
| 2.1 สารเคมีและอุปกรณ์                               |      |
| 2.1.1 สารเคมี                                       | 12   |
| 2.1.2 สารละลาย                                      | 12   |
| 2.1.3 เครื่อง HPLC system (Water Corporation)       | 14   |
| 2.1.4 เครื่องมืออีเล็กโทรสปินนิง                    | 14   |

|       |  |    |
|-------|--|----|
| 2.2   | วิธีการทดลอง   |    |
| 2.2.1 | การเตรียมแผ่นเส้นใยในลอน โดยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง         | 15 |
| 2.2.2 | การพิสูจน์เอกลักษณ์ของเส้นใยในลอน                          | 16 |
| 2.2.3 | การวิเคราะห์แอลดีไฮด์ด้วย HPLC                             | 17 |
| 2.2.4 | การเคลือบเส้นใยในลอนด้วยสารละลาย DNPH                      | 18 |
| 2.2.5 | การสกัดแอลดีไฮด์ในน้ำด้วยแผ่นเส้นใยในลอนที่เคลือบด้วย DNPH | 18 |
|       | บทที่ 3 ผลการทดลอง และอภิปรายผลการทดลอง                    |    |
| 3.1   | การเตรียมเส้นใยในลอนด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง             | 19 |
| 3.2   | การวิเคราะห์แอลดีไฮด์ด้วย HPLC                             | 20 |
| 3.3   | การศึกษาชนิดของตัวทำละลายที่ใช้ในการทำกราฟมาตรฐาน          | 23 |
| 3.4   | การสกัดแอลดีไฮด์ในน้ำด้วยแผ่นเส้นใยที่เคลือบด้วย DNPH      | 26 |
|       | บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง                                     |    |
| 4.1   | สรุปผลการทดลอง   | 28 |
| 4.2   | ข้อเสนอแนะ   | 28 |
|       | เอกสารอ้างอิง  | 29 |
|       | ภาคผนวก  | 33 |
|       | ประวัติผู้วิจัย  | 36 |

## สารบัญรูปประกอบ

|            | หน้า   |    |
|------------|--|----|
| รูปที่ 1-1 | การจัดวางเครื่องมือในกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิง   | 5  |
| รูปที่ 1-2 | ลักษณะ Taylor cone   | 6  |
| รูปที่ 1-3 | ปฏิกิริยาการเกิด ไนลอน 6   | 9  |
| รูปที่ 1-4 | ขั้นตอนการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง  | 10 |
| รูปที่ 1-5 | ปฏิกิริยาระหว่าง DNPH กับ Carbonyl compound  | 11 |
| รูปที่ 2-1 | การจัดตั้งเครื่องมืออิเล็กโทรสปินนิง   | 15 |
| รูปที่ 2-2 | ลักษณะแผ่นเส้นใยไนลอน (a) จากการทำอิเล็กโทรสปินนิง<br>(b) สำหรับใช้ในการสกัด (ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 13 mm)   | 16 |
| รูปที่ 3-1 | ภาพถ่าย scanning electron microscope (SEM) ของแผ่นเส้นใยไนลอน  | 19 |
| รูปที่ 3-2 | โครมาโทแกรมของการวิเคราะห์สารมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ในน้ำ ความเข้มข้น 0.3 mg/L ด้วย คอลัมน์ C <sub>18</sub> Kinetex  | 20 |
| รูปที่ 3-3 | ภาพขยายโครมาโทแกรมของการวิเคราะห์สารมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ในน้ำ ความเข้มข้น 0.3 mg/L ด้วยคอลัมน์ C <sub>18</sub> Kinetex                                    | 21 |
| รูปที่ 3-4 | โครมาโทแกรมของการวิเคราะห์สารมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ในน้ำ ความเข้มข้น 1.0 mg/L ด้วยคอลัมน์ C <sub>18</sub> Zorbax Eclipse XDB                                | 22 |
| รูปที่ 3-5 | โครมาโทแกรมของการวิเคราะห์สารสกัดจากน้ำตัวอย่างผสมแอลดีไฮด์ ความเข้มข้น 10 µg/L ด้วยคอลัมน์ C <sub>18</sub> Zorbax Eclipse XDB                           | 22 |
| รูปที่ 3-6 | ปริมาณอนุพันธ์แอลดีไฮด์-DNPH ที่วิเคราะห์ได้ในการเตรียมสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ ความเข้มข้น 1.0 mg/L และการทำอนุพันธ์ในตัวทำละลาย ACN และ น้ำ Milli-Q | 23 |
| รูปที่ 3-7 | ปริมาณอนุพันธ์แอลดีไฮด์-DNPH ที่วิเคราะห์ได้ในการสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ ความเข้มข้น 0.1 mg/L และการทำอนุพันธ์ในตัวทำละลาย ACN และ น้ำ Milli-Q       | 24 |



|             |   |    |
|-------------|---|----|
| รูปที่ 3-8  | กราฟมาตรฐานสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ใน ACN ของการวิเคราะห์อนุพันธ์แอลดีไฮด์ ในช่วงความเข้มข้น 0.1-1.0 mg/L                | 25 |
| รูปที่ 3-9  | โครมาโทแกรมของการวิเคราะห์สารสกัดจากสารละลายแบลงก์ ด้วยคอลัมน์ C <sub>18</sub> Zorbax Eclipse XDB                           | 26 |
| รูปที่ 3-10 | โครมาโทแกรมของการวิเคราะห์สารสกัดจากตัวอย่างผสมแอลดีไฮด์ ความเข้มข้น 10 µg/L ด้วยคอลัมน์ C <sub>18</sub> Zorbax Eclipse XDB | 27 |



ภาควิชาเคมี  
 คณะวิทยาศาสตร์  
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## สารบัญตารางประกอบ

|              | หน้า  |    |
|--------------|---|----|
| ตารางที่ 1-1 | ชนิดและความเป็นพิษของสารที่ทำการวิเคราะห์   | 3  |
| ตารางที่ 1-2 | สมบัติทางกายภาพของ DNPH   | 11 |
| ตารางที่ 2-1 | ภาวะในการเตรียมแผ่นเส้นใยไนลอนด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง  | 15 |
| ตารางที่ 2-2 | ภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์อนุพันธ์แอลดีไฮด์-DNPH ด้วยเทคนิค HPLC  | 17 |
| ตารางที่ 3-1 | สมการและค่า $R^2$ ของกราฟมาตรฐานสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ใน ACN ของการวิเคราะห์อนุพันธ์แอลดีไฮด์ในช่วงความเข้มข้น 0.1-1.0 mg/L              | 25 |
| ตารางที่ ๘-1 | พื้นที่ใต้กราฟของสารอนุพันธ์แอลดีไฮด์-DNPH แต่ละชนิด เมื่อเปลี่ยนชนิดตัวทำละลายในการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ ความเข้มข้น 1.0 mg/L | 34 |
| ตารางที่ ๘-2 | พื้นที่ใต้กราฟของสารอนุพันธ์แอลดีไฮด์-DNPH แต่ละชนิด เมื่อเปลี่ยนชนิดตัวทำละลายในการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ ความเข้มข้น 0.1 mg/L | 34 |
| ตารางที่ ๘-3 | พื้นที่ใต้กราฟของสารอนุพันธ์แอลดีไฮด์-DNPH แต่ละชนิด ของสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์เมื่อเตรียมใน ACN ในช่วงความเข้มข้น 0.1-1.0 mg/L           | 35 |

## อธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ

|                   |                                       |
|-------------------|---------------------------------------|
| ACN               | Acetonitrile                          |
| DNPH              | 2,4-Dinitrophenyl hydrazine           |
| g                 | Gram                                  |
| g/L               | Gram per liter                        |
| g/mol             | Gram per moles                        |
| HPLC              | High-performance liquid chromatograph |
| $\mu\text{g}$     | Microgram                             |
| $\mu\text{g/L}$   | Microgram per liter                   |
| $\mu\text{L}$     | Microliter                            |
| $\mu\text{L/min}$ | Microliter per minute                 |
| mg/L              | Milligram per liter                   |
| mg/mol            | Milligram per moles                   |
| mL/min            | Milliliter per minute                 |
| mL                | Milliliter                            |
| nm                | Nanometer                             |
| SEM               | Scanning electron microscope          |
| SPE               | Solid phase extraction                |
| UV-vis            | Ultraviolet-visible spectroscopy      |

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

แอลดีไฮด์เป็นสารประกอบอินทรีย์ซึ่งประกอบด้วยหมู่คาร์บอนิล (Carbonyl group,  $-C=O$ ) ที่มีด้านหนึ่งเชื่อมกับไฮโดรเจน สามารถพบได้ในธรรมชาติเช่น ผัก ผลไม้ รวมไปถึงเนื้อสัตว์ [1] และถูกนำไปใช้ในอุตสาหกรรมเพื่อการแต่งกลิ่นทั้งในอาหารและน้ำอัดลม [2] นอกจากนี้แอลดีไฮด์อาจมาจากบรรจุภัณฑ์บางชนิดในอุตสาหกรรมอาหาร [3] เช่น พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (Polyethylene terephthalate, PET) ซึ่งใช้กันอย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรม เช่น ในกระบวนการฆ่าเชื้อโรค (Disinfection) เป็นต้น ทั้งนี้แอลดีไฮด์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลน้อย เช่น ฟอมัลดีไฮด์ (Formaldehyde) และแอซีทัลดีไฮด์ (Acetaldehyde) จัดเป็นสารที่เป็นอันตรายต่อมนุษย์ อาจทำให้เกิดเยื่อเมือกและก่อมะเร็งได้ [4]

จากงานวิจัยที่ผ่านมา การวิเคราะห์แอลดีไฮด์นิยมทำผ่านสารอนุพันธ์ ซึ่งมีอยู่หลายชนิด เช่น ในปี พ.ศ. 2539 Nawrock และคณะ [5] ทำการตรวจสอบแอลดีไฮด์ผ่านอนุพันธ์ของ o-(2,3,4,5,6-pentafluorobenzyl) hydroxylamine (PFBOA) และปี พ.ศ. 2546 งานวิจัยของ Culleré และคณะ [6] ได้ทำการวิเคราะห์แอลดีไฮด์ C5-C8 ในไวน์ โดยวิเคราะห์ผ่านอนุพันธ์ของ o-(2,3,4,5,6-pentafluorobenzyl)oximes ที่ผ่านการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง (Solid-phase extraction, SPE) และวิเคราะห์ด้วย GC-MS พบว่าสารกลุ่ม Oximes สามารถจับกับตัวดูดซับได้ดี ทำให้สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ในปริมาณมาก นอกจากนี้ปี พ.ศ. 2558 Liu และคณะ [7] ได้ทำการวิเคราะห์หาปริมาณแอลดีไฮด์ในปัสสาวะ โดยการเตรียมอนุพันธ์ 2,4-ไดไนโตรเฟนิลไฮดราซีน (2,4-Dinitrophenylhydrazine, DNPH) แล้ววิเคราะห์ด้วยไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ลิควิดโครมาโทกราฟี (High-performance liquid chromatography, HPLC) โดยมีตัวตรวจวัดเป็น ยูวี-วิสิเบิล (UV-vis) ซึ่งวิธีสุดท้ายเป็นวิธีที่ใช้กันอย่างแพร่หลาย จนกระทั่งถูกจัดเป็นวิธีมาตรฐานในการวิเคราะห์แอลดีไฮด์ [8] ทางผู้วิจัยจึงเลือกที่จะใช้วิธีดังกล่าวเพื่อนำมาพัฒนาการวิเคราะห์ต่อไป

ตัวอย่างที่ผู้วิจัยสนใจได้แก่ น้ำดื่ม ซึ่งมีสารประกอบหลายชนิดเพื่อลดปัญหาการรบกวนจากสารประกอบตัวอื่นๆ การสกัดสารแอลดีไฮด์ออกจากตัวอย่างจึงมีความสำคัญเป็นอย่างยิ่ง ในงานวิจัยนี้สนใจใช้วิธีการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็งเป็นวิธีที่ผู้ทำวิจัยสนใจ เนื่องจากเป็นวิธีสกัดที่ใช้ปริมาณตัวทำ

ละลายน้อยและมีขั้นตอนการสกัดไม่ซับซ้อน เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีสกัดด้วยตัวทำละลาย ( Liquid-liquid extraction, LLE) [9] วิธีสกัดด้วยวัฏภาคของแข็งมีตัวดูดซับได้หลายรูปแบบ เช่น คาร์ทริดจ์ (Cartridge) คอลัมน์ในกระบอกฉีดยา (Syringe barrel) แบบแผ่น (Disk) และแบบเคลือบบนแม่เหล็กคนสาร (Stir-bar) ผู้วิจัยเลือกใช้วิธีสกัดแบบแผ่น ซึ่งใช้ปริมาณสารสำหรับการระเหยน้อย และสามารถใช้อัตราการไหลที่สูงได้ ทำให้สามารถสกัดสารตัวอย่างปริมาณมากได้โดยใช้เวลาในการสกัดน้อยกว่าแบบคาร์ทริดจ์ [9]

จากงานวิจัยการวิเคราะห์แอลดีไฮด์ในน้ำ พบว่าในปี พ.ศ. 2553 Basheer และคณะ [10] ได้ทำการวิจัยเกี่ยวกับการวิเคราะห์หาปริมาณแอลดีไฮด์ในน้ำฝนโดยใช้วิธีสกัดด้วยวัฏภาคของแข็งใช้แผ่นพอลิโพรไพลีน (Polypropylene) เป็นตัวดูดซับ และใช้ DNPH ทำให้เกิดอนุพันธ์ พบว่าวิธีดังกล่าวสามารถลดปริมาณสารละลายที่ใช้สกัด ใช้เวลาในการวิเคราะห์น้อยลง และสามารถลดตัวรบกวนในการวิเคราะห์

ในปี พ.ศ. 2555 Chigome และ Torto [11] ได้ทำบทวิจารณ์งานวิจัยเกี่ยวกับการใช้เส้นใยอิเล็กทรอนิกส์บนนาโนพอลิเมอร์เป็นตัวดูดซับในกระบวนการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง ยกตัวอย่างเช่น การบรรจุเส้นใยพอลิสไตรีน (Polystyrene) ระดับนาโนลงในไมโครปิเปตทิป (Micro-pipette tip) เพื่อใช้เป็นตัวดูดซับแบบไมโครคอลัมน์ และการเตรียมเส้นใยในลอนระดับนาโนในรูปแบบต่างๆ เช่น รูปแบบแผ่น นอกจากนี้ในปี พ.ศ. 2553 Xu และคณะ [12] ได้ทำการวิจัยเกี่ยวกับการใช้แผ่นเส้นใยในลอนอิเล็กทรอนิกส์บนเป็นตัวดูดซับในการสกัดหาปริมาณเอสโตรเจน (Estrogen) 3 ชนิดในน้ำตัวอย่าง ต่อมาในปี พ.ศ. 2553 [13] ได้ใช้แผ่นเส้นใยในลอน 6 ในการตรวจหาปริมาณ phthalate ester ในน้ำตัวอย่าง และในปี พ.ศ. 2553 Wu และคณะ [14] ได้ทำการศึกษากการสกัดหาปริมาณ Bishenol A ในน้ำดื่ม

ในปี พ.ศ. 2556 รุ่งทิพย์ มานะกิจ [15] ได้ทำการวิจัยเกี่ยวกับการวิเคราะห์แอลดีไฮด์ในน้ำ ซึ่งใช้วิธีการสกัดด้วยเส้นใยในลอนอิเล็กทรอนิกส์บนเคลือบด้วย DNPH ในรูปแบบแผ่น พบว่าตัวดูดซับที่ใช้ในงานวิจัยมีความสามารถในการดูดซับได้ดี และสามารถพัฒนาตัวดูดซับได้โดยปรับปรุงลักษณะของเส้นใยหรือพัฒนาวิธีการสกัดให้มีประสิทธิภาพมากขึ้น

ดังนั้นในงานวิจัยนี้ จึงสนใจการเตรียมเส้นใยในลอนจากเทคนิคอิเล็กทรอนิกส์บนนิ่งเช่นเดียวกับงานวิจัยของ รุ่งทิพย์ มานะกิจ [15] โดยพัฒนาปรับขั้นตอนการเคลือบด้วย DNPH และในขั้นตอนการสกัด เช่น ปริมาณสารตัวอย่างที่ใช้ ปริมาณตัวดูดซับที่เหมาะสม หรือสัดส่วนชนิดของตัวชะ [16] เป็นต้น เมื่อทำการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ถูกสไปค์ (Spike) ด้วยแอลดีไฮด์ของวิธีสกัดแต่ละแบบ โดยวัดประสิทธิภาพของการวิเคราะห์จากค่าร้อยละของสารที่ได้กลับคืนมา (%recovery) และค่าร้อยละของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

สัมพัทธ์ (%RSD) โดยมีจุดมุ่งหมายเพื่อที่จะปรับปรุงขั้นตอนการสกัดให้เหมาะสมกับตัวอย่างซึ่งเป็นน้ำดื่ม ให้มีความสามารถวิเคราะห์แอลดีไฮด์ได้อย่างแม่นยำและมีประสิทธิภาพมากขึ้น

## 1.2 วัตถุประสงค์และขอบเขตของการวิจัย

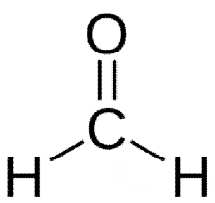
1. พัฒนารูปแบบการเตรียมตัวดูดซับสำหรับการสกัดแอลดีไฮด์จากน้ำดื่ม
2. พัฒนารูปแบบการทดสอบหาปริมาณแอลดีไฮด์ในน้ำดื่ม

## 1.3 ทฤษฎีและแนวความคิดที่เกี่ยวข้องกับการวิจัย

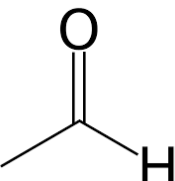
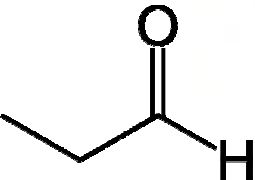
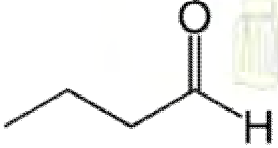
### 1.3.1 ข้อมูลทั่วไปเกี่ยวกับสารประกอบแอลดีไฮด์

แอลดีไฮด์ เป็นสารประกอบอินทรีย์ที่มีหมู่ฟังก์ชัน  $-C=O-$  (Carbonyl) ซึ่งด้านหนึ่งเชื่อมกับ H มักมีสูตรโครงสร้างทั่วไปคือ  $R-CHO$  เนื่องจาก Oxygen มีค่า Electronegativity จึงทำให้เกิดการเคลื่อนของ Electron pair จากคาร์บอนที่อยู่ข้างเคียง ทำให้คาร์บอนในตำแหน่งดังกล่าวมีความเป็นประจุบวกมากยิ่งขึ้น ทำให้มีโอกาสเกิดปฏิกิริยากับ Neucleophile โดยคณะผู้วิจัยสนใจตรวจหาแอลดีไฮด์ชนิดต่อไปนี้ได้แก่ Formaldehyde, Acetaldehyde, Propanal และ Butanal

### ตารางที่ 1-1 ชนิดและความเป็นพิษของสารที่ทำการวิเคราะห์

| Formaldehyde, Methanal  |                     |  |
|---|---------------------|--|
|  | Molecular Formula   | $CH_2O$  |
|   | Appearance (25°C)   | Colorless gas, กลิ่นรุนแรง   |
|   | Molecular weight    | 30.03 g/mol  |
|   | Boiling point       | -19°C  |
|   | Solubility in water | 400 g/L  |
|   | Usage               | ใช้เป็นสารฆ่าเชื้อ เก็บถนอมตัวอย่างทางชีววิทยา และใช้เป็นสารตั้งต้นของสารเคมีหลายๆชนิด                                     |
|   | Toxicity            | ระคายเคืองเมื่อสัมผัส และมีผลเสียต่อระบบหายใจ เพิ่มความเสี่ยงในการเกิดมะเร็งในระบบหายใจ รวมไปถึงมะเร็งเม็ดเลือดขาว [17,18] |

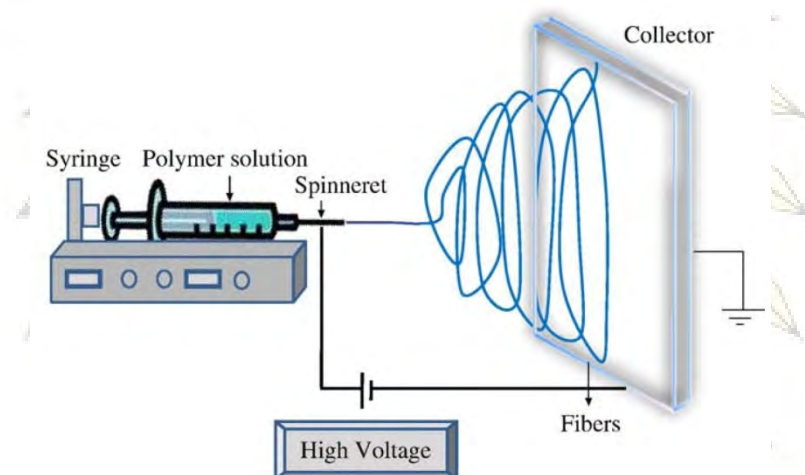
ตารางที่ 1-1 (ต่อ) ชนิดและความเป็นพิษของสารที่ทำกรวิเคราะห์

|   |  |
|---|--|
| Acetaldehyde, Ethanal   |  |
|    | Molecular Formula $C_2H_4O$  |
|   | Appearance (25°C) Colorless liquid, กลิ่นรุนแรง และ Delicate   |
|   | Molecular weight 44.05 g/mol   |
|   | Boiling point 20.2°C   |
|   | Solubility in water Soluble  |
|   | Usage ใช้เพื่อการแต่งกลิ่น เช่นใน น้ำหอม อาหาร   |
|   | Toxicity ระคายเคืองต่อตา ผิว จมูก และระบบหายใจ<br>พบว่าก่อให้เกิดมะเร็งที่ลำคอและจมูกในสัตว์ [19]                          |
| Propionaldehyde, Propanal   |  |
|  | Molecular Formula $C_3H_6O$  |
|   | Appearance (25°C) Colorless liquid, กลิ่นผลไม้ รุนแรง  |
|   | Molecular weight 58.08 g/mol   |
|   | Boiling point 46°C   |
|   | Solubility 20 g/100 mL   |
|   | Usage ใช้ในการผลิต Plastic, ใช้แต่งกลิ่นผลไม้ และใช้ฆ่าเชื้อโรค  |
|   | Toxicity เมื่อสูดดม ระคายเคืองจมูก คอ และปอด [20]  |
| Butyraldehyde, Butanal  |  |
|  | Molecular Formula $C_4H_8O$  |
|   | Appearance (25°C) Colorless liquid, กลิ่นรุนแรง  |
|   | Molecular weight 72.11 g/mol   |
|   | Boiling point 74.8°C   |
|   | Solubility in water 7.6 g/100 mL (20 °C)   |
|   | Usage ใช้ในการแต่งกลิ่นอาหาร และใช้ในการผลิต Plastic   |
|   | Toxicity ก่อให้เกิดการระคายเคืองต่อผิว จมูก และปอด<br>มีรายงานว่าอาจมีความเสี่ยงต่อระบบการสืบพันธุ์ในการทดลองกับสัตว์ [21] |

### 1.3.2 อิเล็กโทรสปินนิง

#### 1) หลักการของอิเล็กโทรสปินนิง

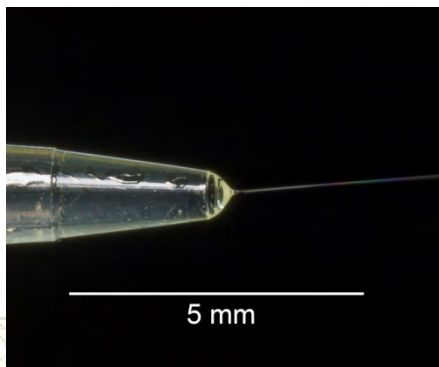
เป็นเทคนิคสำหรับสร้างเส้นใยขนาดนาโนเมตรถึงมิลลิเมตรจากสารละลายพอลิเมอร์โดยใช้หลักการทาง Electrostatic force ทั้งนี้ระบบของ อิเล็กโทรสปินนิง ประกอบด้วย 3 ส่วน คือ High voltage power supply, Spinneret และ Collector (ดังรูป 1-1)



รูปที่ 1-1 การจัดวางเครื่องมือในกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิง

โดยประกอบ เข็ม (spinneret) เข้ากับ syringe ซึ่งบรรจุไปด้วยสารละลายพอลิเมอร์ ควบคุมอัตราการไหลด้วย Syringe pump เมื่อมีการให้กระแสไฟฟ้าเข้าไปในระบบเพื่อเพิ่มความรุนแรงของสนามแม่เหล็กไฟฟ้า จะทำให้หยดสารละลายพอลิเมอร์ ที่ปลายเข็มถูกเหนี่ยวนำให้เกิดการสะสมประจุไฟฟ้า และเกิดลักษณะทรงกรวยที่เรียกว่า Taylor cone (ดังรูปที่ 1-2) และเมื่อได้รับกระแสไฟฟ้าในปริมาณที่เหมาะสมจะทำให้ Repulsive electrostatic force ในสารละลายพอลิเมอร์ มีความรุนแรงมากกว่าแรงตึงผิว (Surface tension) ที่ยึดเหนี่ยวพื้นผิวของสารละลาย ทำให้สารละลายที่ปลาย Taylor cone หลุดตามแรงทางไฟฟ้าจนกระทบเข้ากับ Collector เกิดเป็นเส้นใยขึ้น





รูปที่ 1-2 ลักษณะ Taylor cone

## 2) ปัจจัยในการทำอิเล็กโทรสปินนิง

ปัจจัยที่มีผลต่อลักษณะและขนาดของเส้นใยพอลิเมอร์ ที่สร้างขึ้นด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง แบ่งเป็น 3 ส่วนได้แก่ สารละลาย (Solution parameter), กระบวนการ (Process parameter) และปัจจัยอื่นๆ

### 2.1) Solution parameter

#### (a) Concentration

สำหรับกระบวนการทำอิเล็กโทรสปินนิงพบว่าความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์ มีความสัมพันธ์กับขนาดและลักษณะของเส้นใยในลอนที่เตรียมได้ เนื่องจากความเข้มข้นมีความเกี่ยวข้องโดยตรงกับความหนืด (Viscosity) เมื่อสารละลายมีความเข้มข้นสูงความหนืดของสารละลายจึงสูงขึ้นตาม จากงานวิจัยของ Chowdhury และ Stylios [22] พบว่าการเพิ่มขึ้นของความหนืดทำให้แรงตึงผิวของสารละลายลดลง และให้เส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยในลอนมีขนาดกว้างมากขึ้น ดังนั้นเมื่อต้องการเส้นใยในลอนขนาดเล็กจึงต้องเตรียมสารละลายพอลิเมอร์ที่มีความเข้มข้นต่ำ ในกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิงถ้าความเข้มข้นสารละลายต่ำเกินไปจะทำให้เกิดลักษณะเป็นเม็ด ขึ้นเป็นจำนวนมาก เกิดจากในสารละลายมีตัวทำละลายปริมาณมากเกินไป ทำให้ไม่สามารถระเหยตัวทำละลายออกหมดก่อนตกกระทบกับ Collector ได้

#### (b) Molecular weight

น้ำหนักโมเลกุลมีผลโดยตรงกับคุณสมบัติของสารละลายพอลิเมอร์ ได้แก่ ความหนืด, Surface Tension, Conductivity และ Dielectric Strength ดังนั้นการเลือกชนิดพอลิเมอร์เพื่อใช้ในกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิง จึงเลือกพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลไม่น้อยเกินไป เพื่อลดโอกาสเกิดลักษณะเป็นเม็ดขึ้น

## (c) Viscosity

จากการศึกษาของ Bhardwaj และคณะ [23] พบว่าความหนืดเป็นปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อลักษณะของเส้นใยไนลอนที่สร้างขึ้น การใช้สารละลายพอลิเมอร์ที่มีความหนืดต่ำจนเกินไปจะเกิดเส้นใยที่ไม่ต่อเนื่องและมีลักษณะไม่เรียบ การเพิ่มความหนืดส่งผลให้เส้นใยที่เตรียมมีเส้นผ่านศูนย์กลางกว้างขึ้น แต่มีข้อเสียคือที่ความหนืดมากเกินไปทำให้ไม่สามารถทำอิเล็กโทรสปินนิ่งได้ การสร้างเส้นใยที่คุณภาพดีจึงต้องควบคุมความหนืดให้เหมาะสม โดยความหนืดจะแปรผันตามความเข้มข้นของสารละลายและมวลโมเลกุลของพอลิเมอร์

## (d) Surface tension

พบว่า Surface tension ของสารละลายพอลิเมอร์ จะเปลี่ยนไปเมื่อเปลี่ยนสัดส่วนหรือชนิดของตัวทำละลาย Surface tension ของสารละลายที่มีค่าน้อยสามารถใช้สนามแม่เหล็กไฟฟ้า (Electric field) ที่ต่ำลงขณะทำอิเล็กโทรสปินนิ่งได้

## (e) Conductivity / Surface charge density

Conductivity ของสารละลายจะเปลี่ยนแปลงตามชนิดของพอลิเมอร์, ตัวทำละลายที่ใช้ และความสามารถในการละลายเกลือไอออนของสารละลาย เมื่อสารละลายมี Conductivity สูงทำให้ได้เส้นใยที่ได้มีขนาดเล็กลง

## 2.2) Processing parameter

## (a) Applied voltage

การเพิ่มปริมาณกระแสไฟฟ้าภายในระบบทำให้ความรุนแรงของสนามแม่เหล็กไฟฟ้าเพิ่มขึ้น และส่งผลกระทบต่อแรง Repulsive electrostatic ทำให้สารละลายพอลิเมอร์ที่ปลาย Taylor cone เกิดการยืดตัวได้มากขึ้น เส้นใยที่ได้จึงมีลักษณะแคบและบางขึ้น การใส่กระแสไฟฟ้าเข้าไปมากเกินไปจะมีผลทำให้เกิดลักษณะเป็นเม็ดขึ้นได้เช่นกัน การปรับปริมาณกระแสไฟฟ้าภายในระบบให้เหมาะสมกับความเข้มข้นของสารละลายและระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับ Collector จึงมีความสำคัญต่อเสถียรภาพของ Taylor cone ในกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิ่ง

## (b) Flow rate

อัตราเร็วของสารละลายพอลิเมอร์ส่งผลต่อลักษณะของเส้นใยในลอนที่เตรียมขึ้น และมีผลต่อการคงรูปและเสถียรภาพของ Taylor cone เมื่ออัตราเร็วลดลงทำให้ Taylor cone มีความเสถียรน้อยลงจนทำให้คงสภาพ Taylor cone ได้ยากและได้เส้นใยที่มีลักษณะไม่ต่อเนื่อง [24] การเพิ่มอัตราเร็วจะทำให้เกิดเส้นใยต่อเนื่องขึ้นและขนาดเส้นใยใหญ่ขึ้น อัตราเร็วที่สูงจนเกินไปจะทำให้ในระบบมีสารละลายปริมาณมากยากต่อการจะระเหยตัวทำละลายให้หมดไป และมีโอกาสเกิดเส้นใยลักษณะเป็นเม็ดได้

## (c) Tip to collector distance

ระยะระหว่างปลายเข็มและ collector เป็นอีกปัจจัยที่ส่งผลต่อลักษณะและขนาดของเส้นใยในลอน โดยส่งผลต่อการเกิดลักษณะเป็นเม็ด จากการระเหยของตัวทำละลายในสารละลายพอลิเมอร์ เมื่อเพิ่มระยะห่างทำให้เวลาในการระเหยตัวทำละลายออกไปนานขึ้นก่อนที่เส้นใยจะกระทบกับ Collector และส่งผลต่อความแรงของสนามแม่เหล็กภายในระบบ เมื่อระยะห่างน้อยทำให้สนามแม่เหล็กมีความรุนแรงเพิ่มขึ้นทำให้ขนาดเส้นใยเล็กลง การตั้งระบบอิเล็กทรอนิกส์ป็นิ่งให้มีระยะห่างระหว่างปลายเข็มและ Collector น้อยที่สุดต่อการไล่ตัวทำละลายออกจนหมดจะทำให้เกิดเส้นใยที่มีขนาดเล็กและเรียบ

## 2.3) Parameter อื่นๆ

นอกเหนือไปจาก Solution parameter และ Processing parameter ปัจจัยอื่นที่ส่งผลกระทบต่อกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์ป็นิ่ง ได้แก่ ความชื้น และอุณหภูมิ

## (a) ความชื้น

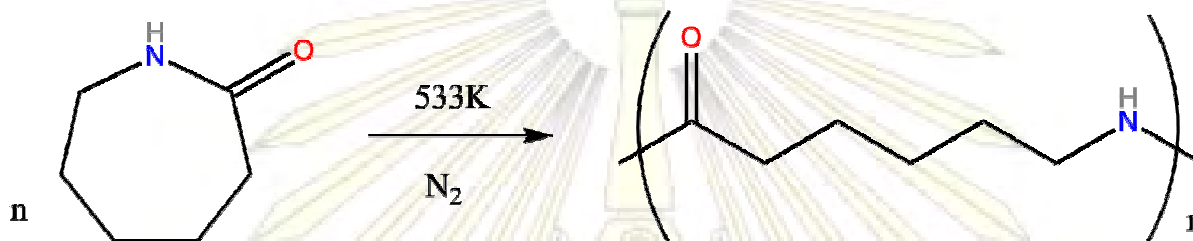
ความชื้นส่งผลกระทบต่อลักษณะของเส้นใย จากงานวิจัยของ Casper และคณะ [25] แสดงให้เห็นว่าเมื่อความชื้นสูงส่งผลให้เกิดรู บนเส้นใยในลอนได้มากยิ่งขึ้น ซึ่งคาดว่าเป็นผลจากการที่ความชื้นมีผลต่อการระเหยของตัวทำละลาย

## (b) อุณหภูมิ

อุณหภูมิมีผลต่อความสามารถในการละลายของสาร เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น สารละลายจะมีความหนืดต่ำลง และส่งผลให้เส้นใยที่ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กลง และมีผลต่อความเร็วในการระเหยของตัวทำละลายในสารละลายพอลิเมอร์

### 1.3.3 ไนลอน

ไนลอนพอลิเมอร์ที่จัดอยู่ในกลุ่ม Polyamide ซึ่งเตรียมด้วยความร้อนสูง ผ่านกระบวนการ Ring-opening polymerization โดยใช้ Monomer คือ Caprolactam จัดเป็นสารในกลุ่ม Lactam หรือสารที่มีลักษณะเป็นวง ประกอบด้วยหมู่ Amine และ Acid โดยมีปฏิกิริยาการเกิดดังรูปที่ 1-3



รูปที่ 1-3 ปฏิกิริยาการเกิด ไนลอน 6

นอกจากนี้ไนลอน มีชื่อเรียกอื่นๆ เช่น Polycaprolactam และ Polyamide 6 (PA6)

ไนลอนมีลักษณะเป็นวัสดุที่มีพื้นผิวคุณภาพดี แข็งแรง คงรูปได้ดี และมี glass transition temperature อยู่ที่  $47^{\circ}\text{C}$  ทำให้ขึ้นรูปได้ง่าย ทนทานต่อการเกิดรอยขีดข่วนและสารเคมีจำพวกไฮโดรคาร์บอนได้ดี แต่มีความทนทานต่อสารเคมีจำพวกกรดต่ำ มีความสามารถในการดูดความชื้นได้ดี และทำให้คุณสมบัติบางประการเปลี่ยนไป จึงไม่ควรเก็บในสภาวะที่มีความชื้นสูง

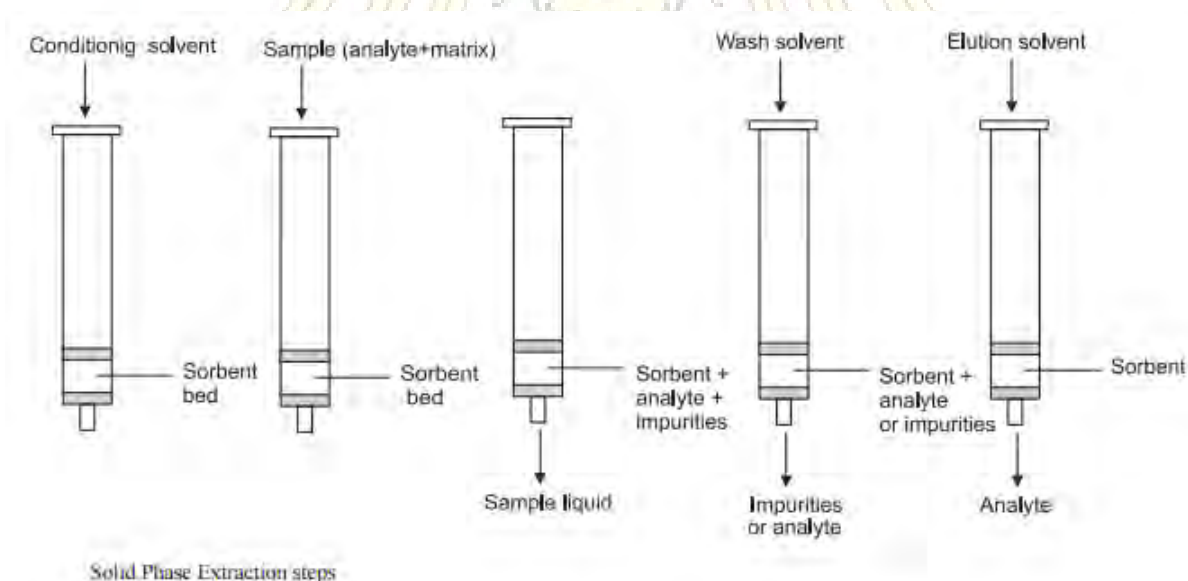
ผู้วิจัยได้ศึกษาขั้นตอนการเตรียมแผ่นเส้นใยไนลอน จากงานวิจัยของ รุ่งทิพย์ มานะกิจ [15] ซึ่งใช้เทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง พบว่าเส้นใยไนลอนจากกระบวนการดังกล่าวมีเส้นผ่านศูนย์กลาง  $91 \pm 11$  nm ซึ่งมีขนาดเล็กและมีความสามารถในการสกัดแอลดีไฮด์ผ่าน DNPH ที่ถูกเคลือบบนเส้นใยได้ดีกว่าเส้นใยชนิด Polystyrene (PS) และ Polyacrylonitrile (PAN) โดยพบว่าขนาดเส้นใยหลังทำการเคลือบด้วย DNPH มีเส้นผ่านศูนย์กลาง  $127 \pm 25$  nm ทั้งนี้ทางผู้วิจัยจึงใช้วิธีการเตรียมแผ่นไนลอนตามวิธีนี้

### 1.3.4 การสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง

การสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง (Solid phase extraction, SPE) เป็นวิธีการสกัดสารที่พัฒนามาจากการสกัดด้วยตัวทำละลาย (Liquid-liquid extraction, LLE) โดยใช้หลักการกระจายตัว (Partitioning) ของสารที่แตกต่างกันในวัฏภาคของเหลว (Mobile phase) และวัฏภาคของแข็ง (Solid phase) ซึ่งในที่นี้ ได้แก่ Matrix และตัวดูดซับ (Sorbent) ตามลำดับ เพื่อที่จะแยกสารตัวอย่างออกจาก Matrix โดยเป็นวิธีที่รวดเร็ว และใช้ปริมาณตัวทำละลายน้อยจึงมีความเป็นพิษต่ำ

กระบวนการนี้ช่วยทำให้สารบริสุทธิ์ยิ่งขึ้น (Purification), สามารถเพิ่มความเข้มข้นของสารตัวอย่าง (Trace enrichment) กำจัดเกลือ (Desalting) และสามารถทำอนุพันธ์ (Derivatization) ได้ในขณะเดียวกัน จึงเป็นกระบวนการที่ถูกใช้เพื่อเป็นการเตรียมสารตัวอย่างก่อนที่จะทำการวิเคราะห์

โดยมีขั้นตอน Precondition, Load, wash และ Elution (ดังรูป 1-4)



รูปที่ 1-4 ขั้นตอนการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง

ตัวดูดซับมีหลายรูปแบบ ได้แก่ คาร์ทริดจ์ (Cartridge) คอลัมน์ในกระบอกฉีดยา (Syringe Barrel) เคลือบบนแม่เหล็กคนสาร (Stir-bar) และแบบแผ่น (Disk)

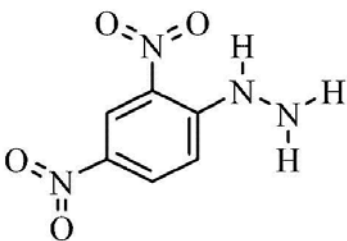
ผู้วิจัยเลือกที่จะใช้ชนิดแบบแผ่น เป็นตัวดูดซับที่ถูกเตรียมในของลักษณะเส้นใยซึ่งมีขนาดเล็กต่างจากแบบคาร์ทริดจ์ เส้นใยที่มีขนาดเล็กจึงมีพื้นที่ผิวปริมาณมาก ทำให้สามารถที่จะจับสารตัวอย่างได้ดีกว่าสามารถใช้สารตัวอย่างและตัวชะ (Elution) ในปริมาณที่น้อย และสามารถใช้อัตราเร็วที่สูงขึ้นได้ ช่วยลดระยะเวลาในการเตรียมสารตัวอย่างให้น้อยลงได้ [26]

### 1.3.5 การวิเคราะห์สารประกอบแอลดีไฮด์ด้วยเทคนิค HPLC

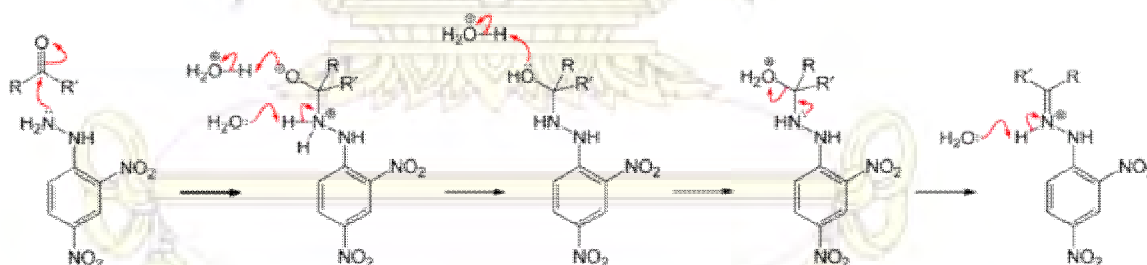
พบว่าสารในกลุ่มสารประกอบแอลดีไฮด์และคีโตน สามารถทำปฏิกิริยากับ DNPH ได้ผลิตภัณฑ์เป็นสารในกลุ่ม DNPH มีลักษณะเป็นตะกอนสีส้มหรือเหลือง ไม่ละลายน้ำ มีความเสถียรสูง และเป็นสารเพิ่มโครงสร้างของวงแอมโรมาติก ให้แก่สารในกลุ่มแอลดีไฮด์และคีโตน เกิดการ Conjugate ระหว่างพันธะสามารถตรวจวัดด้วย UV-vis ที่ความยาวคลื่น 360 nm ได้

DNPH เรียกอีกอย่างว่า Brady's reagent เป็นสารที่นิยมใช้ในการตรวจสอบสารที่มีหมู่ Carbonyl เนื่องจากสามารถสังเกตผล Positive ของปฏิกิริยาจากสีส้มหรือเหลืองที่เกิดขึ้นได้ด้วยตาเปล่า

ตารางที่ 1-2 สมบัติทางกายภาพของ DNPH

| โครงสร้าง  | สมบัติสาร                                  |
|--|--|
|  | Molecular formula $C_6H_6N_4O$             |
|  | Molecular weight 198.14 mg/mol             |
|  | ลักษณะทางกายภาพ ผงผลึกสีแดง หรือสีส้ม      |
|  | Melting point 198-202°C                    |
|  | การละลาย ละลายในน้ำได้เล็กน้อย, ละลายในกรด |

โดย DNPH สามารถทำปฏิกิริยากับหมู่ Carbonyl ได้ (ดังรูป 5-1)



รูปที่ 1-5 ปฏิกิริยาระหว่าง DNPH กับ Carbonyl compound

ปฏิกิริยานี้เป็นปฏิกิริยาการควบแน่น (Condensation) เนื่องจากเป็นปฏิกิริยาการรวมตัวที่เกิดการกำจัดสารโมเลกุลขนาดเล็ก เช่น น้ำ ( $H_2O$ ) ออกจากโครงสร้างหลัก และเป็นปฏิกิริยาแบบ Nucleophilic addition-elimination โดยมี Nucleophile คือ หมู่  $-NH_2$  ให้ Electron ที่ตำแหน่ง  $-C=O$  (Carbonyl) เกิดการกำจัดน้ำออกจากโครงสร้างเพื่อทำให้โมเลกุลเสถียร

## บทที่ 2

### วิธีการทดลอง

#### 2.1 สารเคมีและอุปกรณ์

##### 2.1.1 สารเคมี

- 1) Nylon 6 (PA6) (ขนาดอนุภาค 3.00 nm) (Sigma Aldrich, Germany)
- 2) Formic acid, 85% (CARLO ERBA, France)
- 3) Formaldehyde, 37% (Loba Chemie, India)
- 4) Acetaldehyde, >99% (Merck, Germany)
- 5) Propanal, 99.8% (Merck, Germany)
- 6) Butanal, 99.8% (Merck, Germany)
- 7) Hydrochloric acid, 37% (HCl) (Merck, Germany)
- 8) 2,4-Dinitrophenylhydrazine (DNPH) (Rankem, India)
- 9) Acetonitrile (ACN) (Merck, Germany)

##### 2.1.2 สารละลาย

- (1) สารละลาย DNPH ความเข้มข้น 300 mg/L

เตรียมสารละลาย DNPH ความเข้มข้น 1,000 mg/L โดยชั่ง DNPH 10 mg ละลายด้วยสารละลายผสมของกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น, น้ำ Milli-Q และ ACN ในอัตราส่วน 1:2:1 ปริมาตร 10 mL

เตรียมสารละลาย DNPH ความเข้มข้น 300 mg/L โดยการเจือจางสารละลาย DNPH ความเข้มข้น 1,000 mg/L ด้วยน้ำ Milli-Q

- (2) สารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ในน้ำ ความเข้มข้น 1,000 mg/L

เตรียมสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ในน้ำ ความเข้มข้น 1,000 mg/L โดยปิเปตสารละลาย Formaldehyde, Acetaldehyde, Propanal และ Butanal ปริมาตร 30, 10, 10 และ 10  $\mu$ L ตามลำดับ ปรับปริมาตรเป็น 10 mL ด้วย น้ำ Milli-Q

- (3) สารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ใน ACN ความเข้มข้น 1,000 mg/L

ใช้วิธีการเตรียมเหมือนกับข้อ 2.1.2(2) แต่ใช้ ACN ในการปรับปริมาตรแทนน้ำ Milli-Q

(4) สารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ในน้ำสำหรับทำกราฟมาตรฐาน

เตรียมสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ในน้ำ ความเข้มข้น 10 mg/L ปริมาตร 10 mL โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ในน้ำ ความเข้มข้น 1,000 mg/L (สารละลายข้อ 2.1.2(2)) ปริมาตร 0.10 mL ปรับปริมาตรด้วยน้ำ Milli-Q จนได้ปริมาตร 10 mL

เตรียมสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ในน้ำ 5 ความเข้มข้น คือ 0.2, 0.3, 0.5 ,0.8, และ 1.0 mg/L โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ ความเข้มข้น 10 mg/L ปริมาตร 60, 90, 150, 240 และ 300  $\mu$ L ตามลำดับ เติมสารละลาย DNPH ความเข้มข้น 300 mg/L (สารละลายข้อ 2.1.2(1)) ปริมาตร 500  $\mu$ L แล้วปรับปริมาตรเป็น 3 mL ด้วยน้ำ Milli-Q

(5) สารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ใน ACN สำหรับทำกราฟมาตรฐาน

เตรียมสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ใน ACN ความเข้มข้น 10 mg/L ปริมาตร 10 mL โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ใน ACN ความเข้มข้น 1,000 mg/L (สารละลายข้อ 2.1.2(3)) ปริมาตร 0.10 mL ปรับปริมาตรด้วย ACN จนได้ปริมาตร 10 mL

เตรียมสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ใน ACN 5 ความเข้มข้น คือ 0.1 ,0.3, 0.5 ,0.8 และ 1.0 mg/L โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ใน ACN ความเข้มข้น 10 mg/L ปริมาตร 30, 90, 150, 240 และ 300  $\mu$ L ตามลำดับ เติมสารละลาย DNPH ความเข้มข้น 300 mg/L (สารละลายข้อ 2.1.2(1)) ปริมาตร 500  $\mu$ L แล้วปรับปริมาตรเป็น 3 mL ด้วย ACN

(6) น้ำตัวอย่างที่มีแอลดีไฮด์ความเข้มข้น 10  $\mu$ g/L

เตรียมน้ำตัวอย่างที่มีแอลดีไฮด์ความเข้มข้น 10  $\mu$ g/L โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ใน ACN เข้มข้น 10 mg/L (สารละลายข้อ 2.1.2(4)) ปริมาตร 10  $\mu$ L ปรับปริมาตรด้วยน้ำ Milli-Q จนได้ปริมาตร 10 mL



### 2.1.3 เครื่อง HPLC system (Waters Corporation) ประกอบด้วย

- 1) Pump and Controller รุ่น Waters 600
- 2) Autosampler รุ่น Waters 717 Plus
- 3) Photodiode array detector รุ่น Waters 996
- 4) คอลัมน์  $C_{18}$  Kinetex (4.6 mm x 100mm), particle size: 2.6  $\mu\text{m}$ , Phenomenex
- 5) คอลัมน์  $C_{18}$  Zorbax Eclipse XDB (4.6 mm x 250 mm), particle size: 5.0  $\mu\text{m}$ , Agilent Technologies

### 2.1.4 เครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์ประกอบด้วย

- 1) High Voltage รุ่น 230 series, ยี่ห้อ Bertan
- 2) Syringe Pump รุ่น NE-1000 ยี่ห้อ Prosense
- 3) Collector (แผ่นทองแดงหุ้มด้วยอะลูมิเนียมฟอยล์)
- 4) Syringe ขนาด 3 mL
- 5) Needle (เข็ม) ขนาด 20G



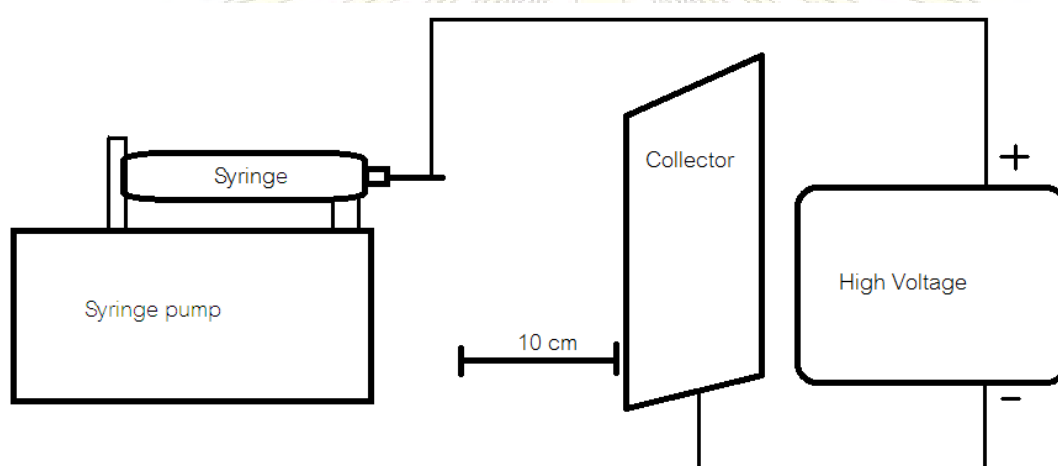
ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## 2.2 วิธีการทดลอง

### 2.2.1 การเตรียมแผ่นเส้นใยไนลอน โดยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง

เตรียมสารละลายไนลอน 32% w/v โดยละลายไนลอน 6 น้ำหนัก 1.6 g ในกรดฟอร์มิกปริมาตร 5 mL กวนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่ 50 °C จนของแข็งละลายหมด

นำสารละลายไนลอน 32% w/v ใส่ Syringe ขนาด 3 mL ที่ต่ออยู่กับเข็มขนาด 20G จัดตั้งอุปกรณ์สำหรับการทำอิเล็กโตรสปินนิง ดังรูปที่ 2-1 และทำการปั่นเส้นใยโดยใช้ภาวะตามตารางที่ 2-1 โดยควบคุมความชื้นขณะทำการทดลองที่ 30-40 % RH

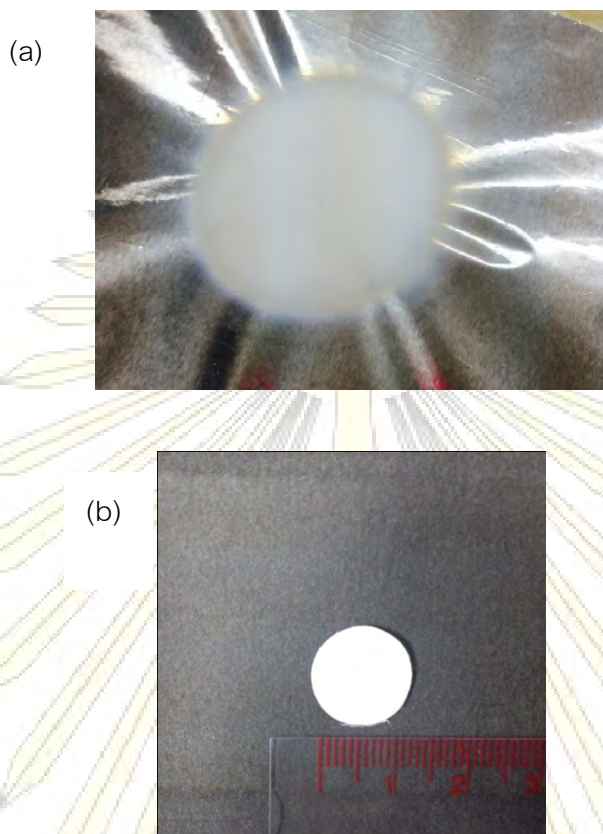


รูปที่ 2-1 การจัดตั้งเครื่องมืออิเล็กโตรสปินนิง

ตารางที่ 2-1 ภาวะในการเตรียมแผ่นเส้นใยไนลอนด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง

| Parameters                            | Conditions                    |
|---------------------------------------|-------------------------------|
| อัตราเร็วของสารละลายไนลอน             | 3.33 $\mu\text{L}/\text{min}$ |
| ปริมาตรสารละลายไนลอน                  | 0.40 mL                       |
| ความต่างศักย์ของกระแสไฟฟ้า            | 23 kV                         |
| ระยะห่างระหว่าง Collector และปลายเข็ม | 10 cm                         |

เมื่อได้แผ่นเส้นใยไนลอนบน Collector แล้ว (รูป 2-2(a)) ทำการตัดแผ่นเส้นใยไนลอนที่เตรียมได้ให้เป็นแผ่นวงกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 13 mm (ดังรูป 2-2(b))



รูปที่ 2-2 ลักษณะแผ่นเส้นใยไนลอน (a) จากการทำอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่ง  
(b) สำหรับใช้ในการสกัด (ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 13 mm)

แบ่งแผ่นเส้นใยเป็น 3 กลุ่ม ตามน้ำหนักคือ 1) 1.0-2.0 g 2) 3.0-4.0 g 3) 5.0-6.0 g  
หมายเหตุ: เก็บแผ่นเส้นใยในเดซิเคเตอร์

### 2.2.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของเส้นใยไนลอน

ตรวจวัดลักษณะของเส้นใยไนลอนด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscopy (SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6480LV และ วัดขนาดของเส้นใยไนลอนที่ได้โดยใช้โปรแกรม ImageJ (National Institutes of Health)

### 2.2.3 การวิเคราะห์แอลดีไฮด์ด้วย HPLC

การวิเคราะห์แอลดีไฮด์ด้วยเทคนิค HPLC ในการทดลองนี้ใช้คอลัมน์ 2 ชนิด โดยใช้ภาวะในการวิเคราะห์ตาม ตารางที่ 2-2

ตารางที่ 2-2 ภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์อนุพันธ์แอลดีไฮด์-DNPH ด้วยเทคนิค HPLC

| Parameter        | Kinetex  |              |               | Zorbax  |              |               |
|------------------|--|--------------|---------------|---|--------------|---------------|
| Column           | C <sub>18</sub> Kinetex<br>(4.6 mm x 100 mm)<br>particle size 2.6 µm |              |               | C <sub>18</sub> Zorbax Eclipse XDB<br>(4.6 mm x 250 mm)<br>particle size 5 µm |              |               |
| Mobile Phase     | Time (min)   | Acetonitrile | Milli-Q water | Time (min)  | Acetonitrile | Milli-Q water |
|                  | <u>Gradient:</u>   |              |               | <u>Isocratic:</u>   |              |               |
|                  | Initial  | 55%          | 45%           | Initial   | 60%          | 40%           |
|                  | 4  | 55%          | 45%           | 10  | 60%          | 40%           |
|                  | 7  | 90%          | 10%           | <u>Post run:</u>  |              |               |
|                  | 9  | 100%         | 0%            | 11  | 100%         | 0%            |
|                  | 20   | 100%         | 0%            | 15  | 100%         | 0%            |
|                  | 21   | 55%          | 45%           | 16  | 60%          | 40%           |
| Flow Rate        | 0.5 mL/min   |              |               | 1.2 mL/min  |              |               |
| Run Time         | 25 min   |              |               | 20 min  |              |               |
| Delay Time       | 5 min  |              |               | 5 min   |              |               |
| Injection Volume | 10 µL  |              |               | 10 µL   |              |               |
| Detection        | UV-Vis ที่ความยาวคลื่น 360 nm  |              |               | UV-Vis ที่ความยาวคลื่น 360 nm   |              |               |

#### 2.2.4 การเคลือบเส้นใยไนลอนด้วยสารละลาย DNPH

ทำการแช่แผ่นเส้นใยในลอนในสารละลาย DNPH ความเข้มข้น 300 mg/L ปริมาตร 3 mL เป็นเวลา 30 min จากนั้นนำแผ่นเส้นใยในลอน มาใส่ใน Holder ทำให้แห้งโดยใช้แก๊สไนโตรเจน เป่าผ่าน Holder จนกระทั่งแผ่นเส้นใยแห้งสนิท

หมายเหตุ: เก็บรักษาแผ่นเส้นใยในลอน โดยปิด Holder ด้วยแผ่นพาราฟินทั้งสองข้างและเก็บไว้ในตู้เย็น

## 2.2.5 การสกัดแอลดีไฮด์ในน้ำด้วยแผ่นเส้นใยในลอนที่เคลือบด้วย DNPH

ทำการ Precondition แผ่นเส้นใยในลอนโดยการผ่านน้ำ 200  $\mu$ L ด้วยอัตราเร็ว 100  $\mu$ L/min จากนั้นนำน้ำตัวอย่างที่มีแอลดีไฮด์เข้มข้น 10  $\mu$ g/L ปริมาตร 10 mL ผ่านแผ่นเส้นใยในลอน ด้วยอัตราเร็ว 1 mL/min ย้ายแผ่นเส้นใยในลอน ไปใส่ Holder ใหม่ ผ่านอะซิโตนไนโตรส ปริมาตร 100  $\mu$ L ด้วยอัตราเร็ว 25  $\mu$ L/min เพื่อชะอนุพันธ์แอลดีไฮด์-DNPH ออกมา เก็บสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วย HPLC

สารตัวอย่างที่ใช้ในการหา %Recovery และน้ำหนัก:

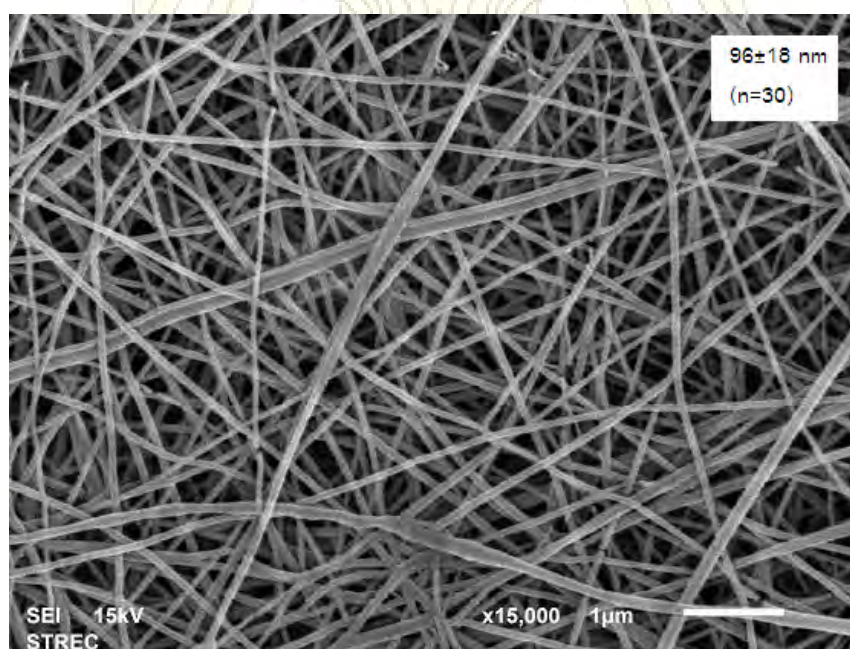
วิเคราะห์แอลดีไฮด์ ใช้ Mixed aldehydes solution ความเข้มข้น 10  $\mu$ g/L

## บทที่ 3

### ผลการทดลอง และอภิปรายผลการทดลอง

#### 3.1 การเตรียมเส้นใยในลอนด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง

เส้นใยในลอนที่เตรียมด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงโดยใช้ภาวะการเตรียมตามงานวิจัยของรุ่งทิพย์ มานะกิจ [15] พบว่าได้เส้นใยในลอนที่มีลักษณะเรียบและมีขนาดสม่ำเสมอ ดังภาพถ่าย SEM ของแผ่นเส้นใยในลอนในรูปที่ 3-1 เมื่อทำการวัดขนาดของเส้นใยผ่านโปรแกรม ImageJ พบว่าเส้นใยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย  $96 \pm 18$  nm ซึ่งจัดเป็นเส้นใยในระดับ 100 nm จากงานวิจัยในปี พ.ศ.2546 ของ Ryu และคณะ [27] พบว่าเส้นใยในลอนอิเล็กโตรสปินที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางระดับ 100 nm จะให้ค่า BET Surface area ประมาณ  $33 \text{ m}^2/\text{g}$  ซึ่งจัดว่าเป็นค่าที่สูงสำหรับตัวดูดซับในรูปแบบเส้นใย ดังนั้นจึงสามารถประมาณการได้ว่าเส้นใยที่ได้น่าจะมีพื้นที่ผิวมากเหมาะกับการใช้เป็นตัวดูดซับในการสกัดด้วยวิฤภาคของแข็ง

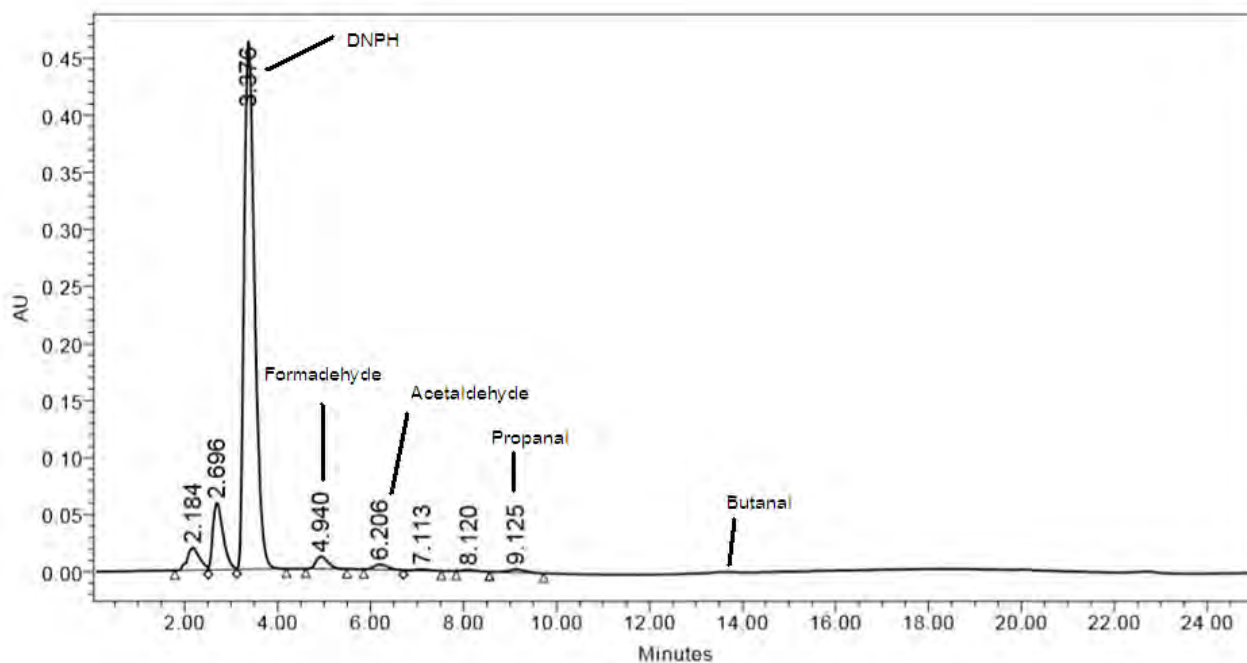


รูปที่ 3-1 ภาพถ่าย Scanning electron microscope (SEM) ของแผ่นเส้นใยในลอน

### 3.2 การวิเคราะห์แอลดีไฮด์ด้วย HPLC

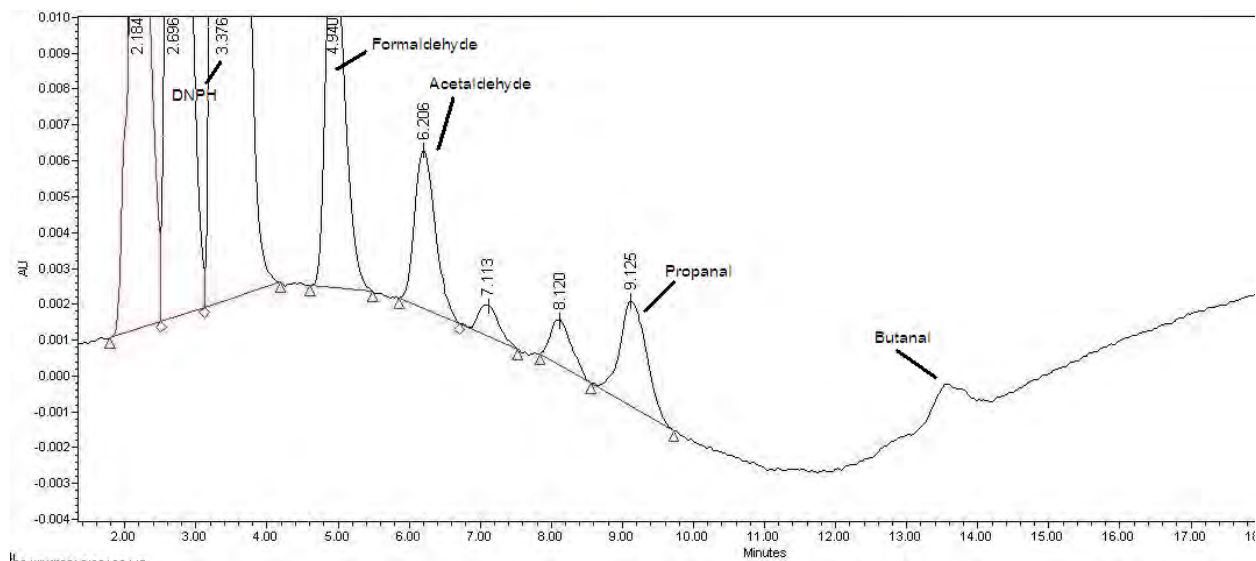
ในงานวิจัยนี้ได้ทำการวิเคราะห์สารในกลุ่มแอลดีไฮด์ 4 ชนิด ได้แก่ Formaldehyde, Acetaldehyde, Propanal และ Butanal โดยใช้เทคนิค HPLC โดยคณะผู้วิจัยใช้คอลัมน์ 2 ชนิดในการวิเคราะห์ได้แก่ คอลัมน์ C<sub>18</sub> Kinetex และ คอลัมน์ C<sub>18</sub> Zorbax Eclipse XDB

จากการใช้คอลัมน์ C18 Kinetex (4.6 mm x 100 mm) ในการวิเคราะห์ ได้โครมาโทแกรมของการแยกสารมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ในน้ำ ดังรูปที่ 3-2 พบว่าสามารถวิเคราะห์อนุพันธ์แอลดีไฮด์-DNPH ทั้ง 4 ชนิดได้สมบูรณ์ โดยใช้เวลาในการวิเคราะห์ 15 นาที แต่โครมาโทแกรมที่ได้มีสัญญาณรบกวนมาก เมื่อทำการวิเคราะห์ที่ความเข้มข้นต่ำพบว่าสัญญาณรบกวนทำให้ไม่เห็นพีคสัญญาณของสารที่เราต้องการวิเคราะห์ (ดังรูปที่ 3-3) อาจเนื่องมาจากประสิทธิภาพของคอลัมน์ไม่ดี



รูปที่ 3-2 โครมาโทแกรมของการวิเคราะห์สารมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ในน้ำ ความเข้มข้น 0.3 mg/L ด้วยคอลัมน์ C<sub>18</sub> Kinetex

คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

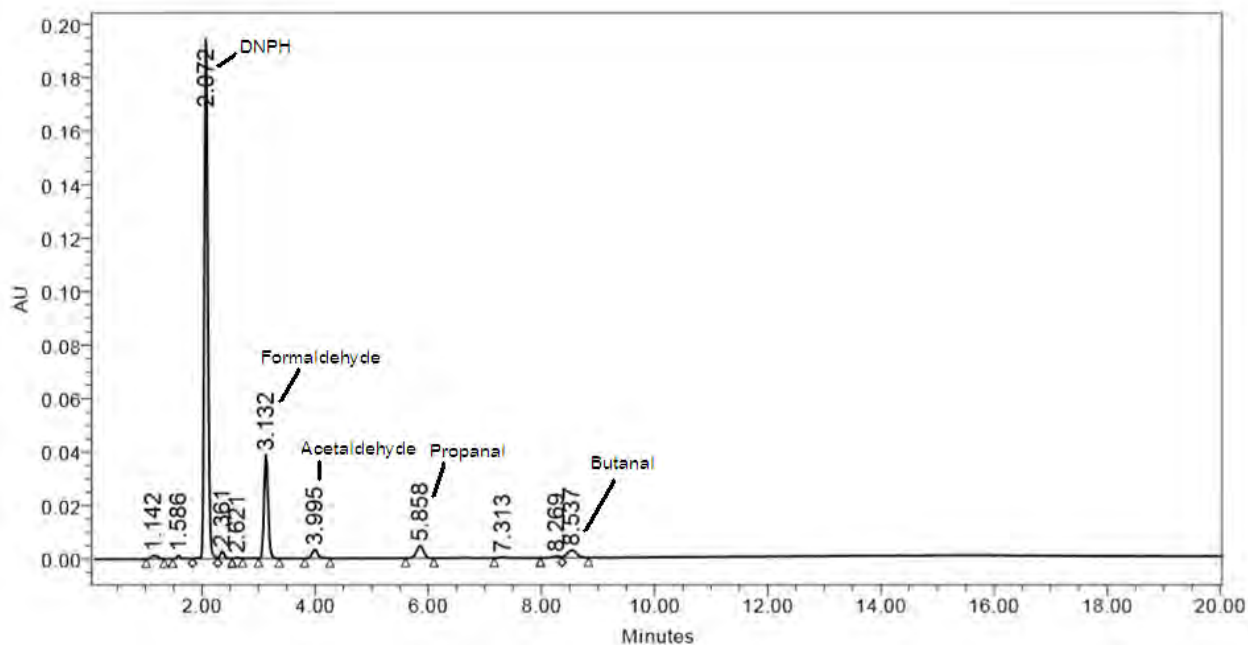


รูปที่ 3-3 ภาพขยายโครมาโทแกรมของการวิเคราะห์สารมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ในน้ำ ความเข้มข้น 0.3 mg/L ด้วย คอลัมน์ C<sub>18</sub> Kinetex

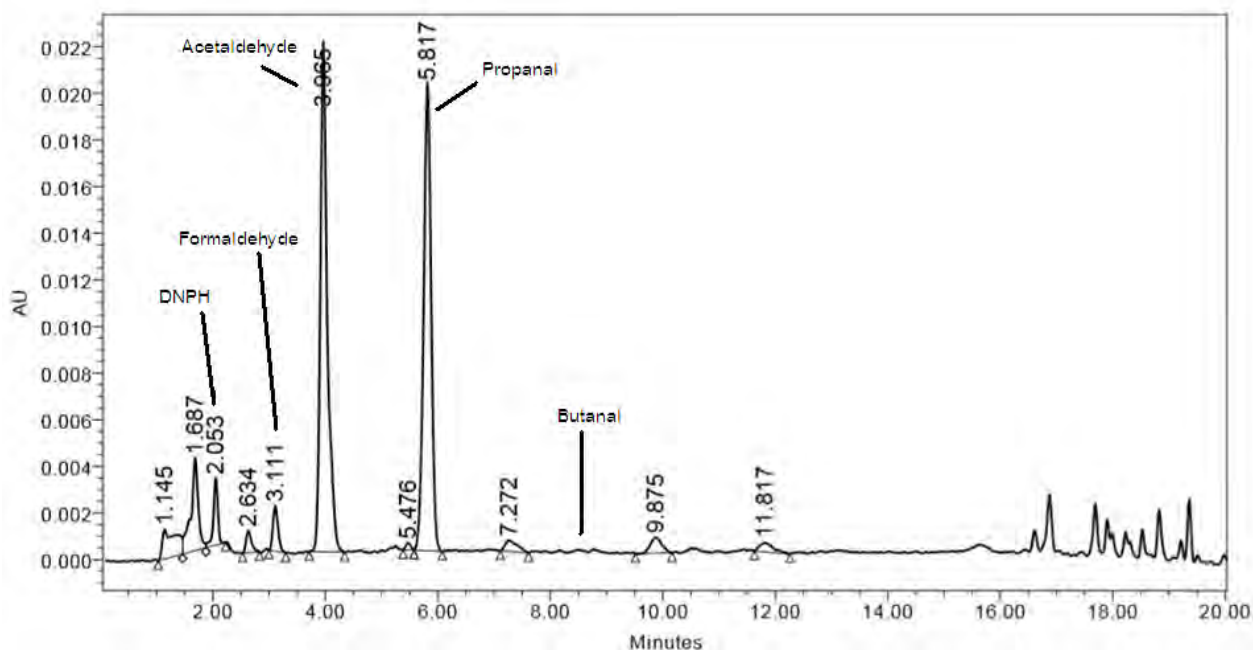
นอกจากนี้คอลัมน์ C<sub>18</sub> Kinetex บรรจุนุภาคขนาดเล็ก (2.6 μm) ทำให้ขณะวิเคราะห์เกิดแรงดันกลับสูง (Back pressure) จึงไม่สามารถใช้อัตราการไหลและอัตราส่วนน้ำในการวิเคราะห์สูงได้ ผู้วิจัยจึงได้เปลี่ยนเป็นคอลัมน์ที่มีขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้น คือคอลัมน์ C<sub>18</sub> Zorbax Eclipse XDB ที่มีอนุภาคขนาด 5 μm

- ในการวิเคราะห์ด้วยคอลัมน์ C<sub>18</sub> Zorbax Eclipse XDB ซึ่งบรรจุนุภาคขนาด 5.0 μm สามารถใช้อัตราการไหลของวัฏภาคเคลื่อนที่ 1.2 mL/min และใช้วัฏภาคเคลื่อนที่แบบคงที่ (Isocratic) ที่สัดส่วน 60% ACN กับ 40% น้ำ MilliQ สำหรับวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ได้โครมาโทแกรม ดังรูปที่ 3-4 พบว่าสามารถวิเคราะห์สารอนุพันธ์แอลดีไฮด์แยกกันได้อย่างสมบูรณ์ทั้ง 4 ชนิด โดยใช้เวลาในการวิเคราะห์ 10 นาที เมื่อทำการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ผสมแอลดีไฮด์ พบว่าสามารถแยกแอลดีไฮด์ทั้ง 4 ชนิดได้อย่างสมบูรณ์ภายใน 10 นาทีเช่นกัน แต่ในการวิเคราะห์ตัวอย่างถัดไปพบพีครบกวนที่เกิดจากสารตัวอย่างตกค้าง ทำให้ไม่สามารถใช้ภาวะเดิมในการวิเคราะห์ได้ ผู้วิจัยจึงปรับเปลี่ยนอัตราส่วนของวัฏภาคเคลื่อนที่เป็นแบบเปลี่ยนสัดส่วนขณะทำการวิเคราะห์ (Gradient) ตามตารางที่ 2-2 โดยผลของการวิเคราะห์สารอนุพันธ์แอลดีไฮด์-DNP-H แสดงผลในช่วงที่เป็นอัตราส่วนแบบคงที่สัดส่วน ACN60%:MilliQ40% จากนั้นปรับสัดส่วนเป็น ACN100% เพื่อกำจัดสารตกค้างจากระบบ เวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์ 20 นาที (ดังรูป 3-5)





รูปที่ 3-4 โครมาโทแกรมของการวิเคราะห์สารมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ในน้ำ ความเข้มข้น 1.0 mg/L โดย  
ด้วยคอลัมน์  $C_{18}$  Zorbax Eclipse XDB : Isocratic ACN60%:Milli-Q40%



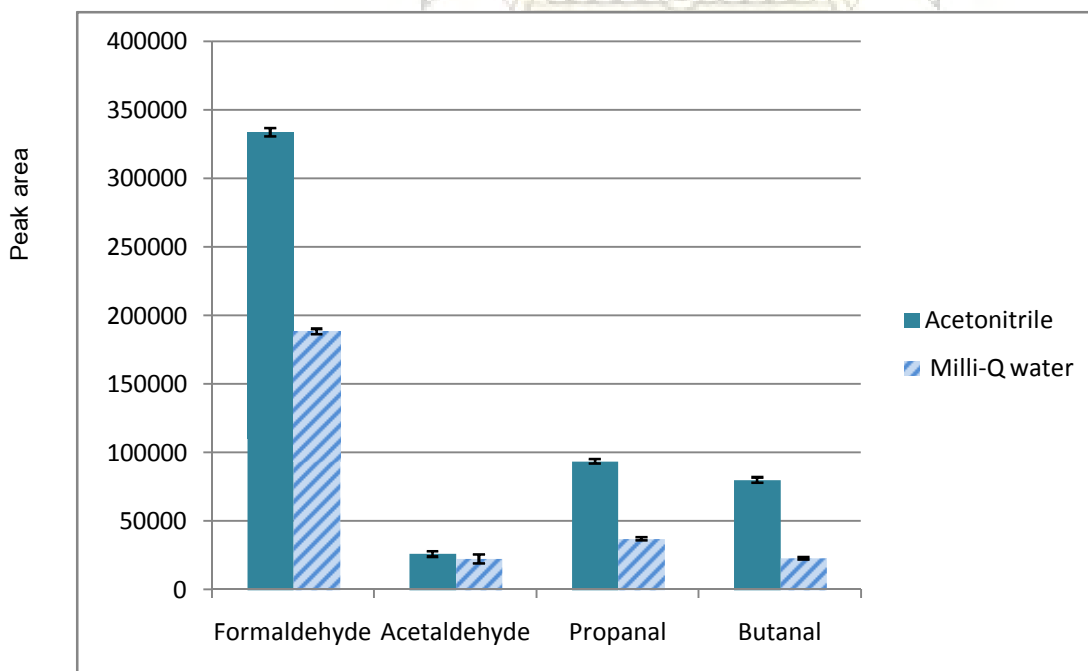
รูปที่ 3-5 โครมาโทแกรมของการวิเคราะห์สารสกัดจากน้ำตัวอย่างผสมแอลดีไฮด์ ความเข้มข้น 10  $\mu$ g/L  
โดยด้วยคอลัมน์  $C_{18}$  Zorbax Eclipse XDB : Gradient ตามตารางที่ 2-2

ดังนั้นในการวิเคราะห์จึงเลือกใช้คอลัมน์  $C_{18}$  Zorbax Eclipse XDB และสำหรับการวิเคราะห์  
สารละลายมาตรฐานเพื่อใช้สร้างกราฟมาตรฐานจะใช้อัตราการไหลของวัฏภาคเคลื่อนที่ 1.2 mL/min และ

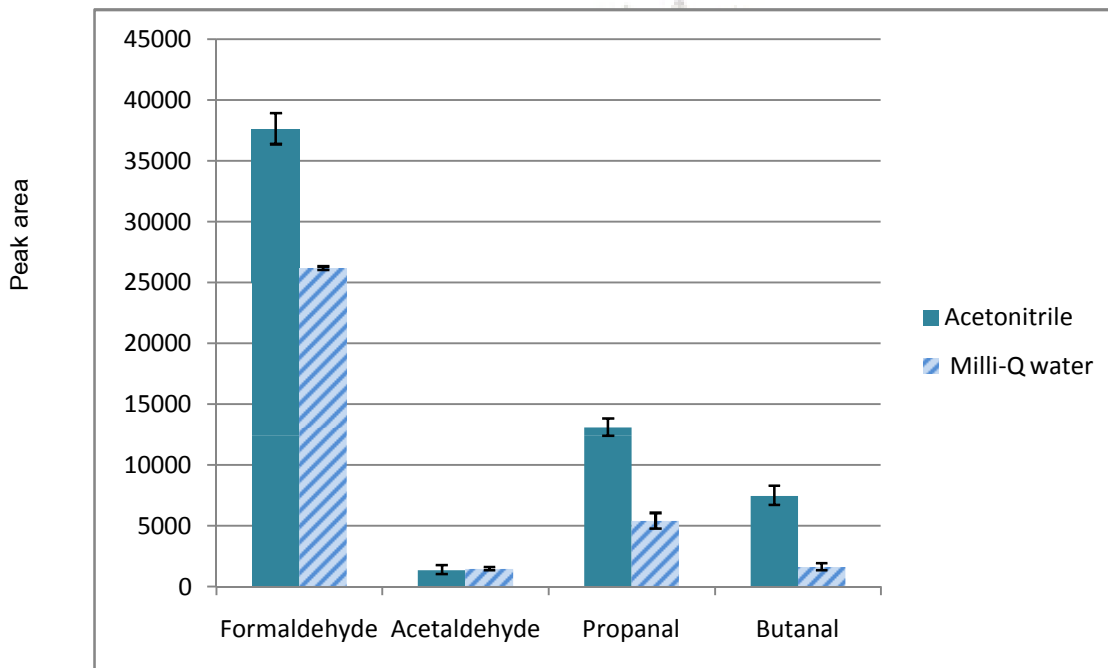
ใช้วัฏภาคเคลื่อนที่แบบคงที่ (Isocratic) ที่สัดส่วน ACN60% : Milli-Q40% โดยใช้เวลาในการวิเคราะห์ 10 นาที และสำหรับการวิเคราะห์สารสกัดจากน้ำตัวอย่างผสมแอลดีไฮด์สามารถใช้อัตราการไหลของวัฏภาคเคลื่อนที่ 1.2 mL/min เช่นกัน แต่ต้องมีการทำ Post run เพื่อปรับสัดส่วน ACN ให้เป็น 100% ซึ่งเป็นการกำจัดสารตกค้างออกจากคอลัมน์ จึงจะสามารถทำการวิเคราะห์ได้อย่างต่อเนื่อง และใช้เวลาในการวิเคราะห์ 20 นาที

### 3.3 การศึกษาชนิดของตัวทำละลายที่ใช้ในการทำกราฟมาตรฐาน

ผู้วิจัยได้ทำการเตรียมกราฟมาตรฐานจากสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ 2 ชนิด ได้แก่ สารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ที่เตรียมในน้ำ Milli-Q และสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ที่เตรียมใน ACN พบว่าสารที่เตรียมใน ACN ปรากฏสัญญาณของอนุพันธ์แอลดีไฮด์ทั้ง 4 ชนิดที่สูงกว่า สารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ที่เตรียมในน้ำ Milli-Q (ดังรูปที่ 3-6, 3-7) ทำให้สามารถตรวจวัดสัญญาณที่ความเข้มข้นต่ำได้ดี เนื่องจากทั้ง DNPH และแอลดีไฮด์มีความสามารถการละลายในน้ำ Milli-Q ได้น้อย จึงไม่สามารถเกิดปฏิกิริยากันได้อย่างสมบูรณ์ ประกอบกับเมื่อทำการสกัดอย่างสมบูรณ์แล้วสารตัวอย่างจะอยู่ในตัวทำละลาย ACN ดังนั้นผู้วิจัยจึงเลือก ACN เป็นตัวทำละลายในการเตรียมสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์

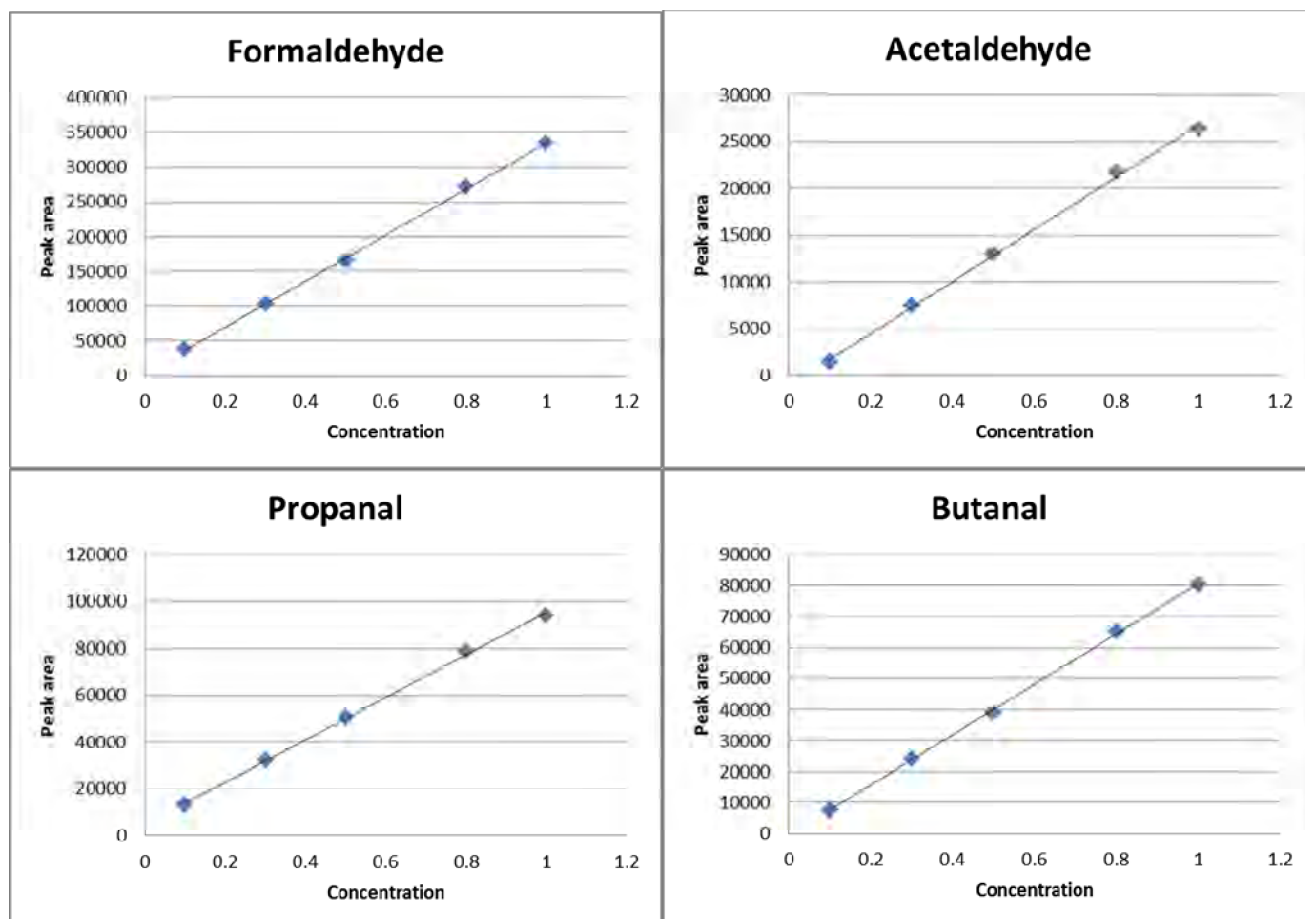


รูปที่ 3-6 ปริมาณอนุพันธ์แอลดีไฮด์-DNPH ที่วิเคราะห์ได้ในการสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ ความเข้มข้น 1.0 mg/L และการทำอนุพันธ์ในตัวทำละลาย ACN และ น้ำ Milli-Q



รูปที่ 3-7 ปริมาณอนุพันธ์แอลดีไฮด์-DNPH ที่วิเคราะห์ได้ในการสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ ความเข้มข้น 0.1 mg/L และการทำอนุพันธ์ในตัวทำละลาย ACN และ น้ำ Milli-Q

สามารถสร้างกราฟมาตรฐานจากสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ใน ACN (ดังรูปที่ 3-8) พบว่ามีความสัมพันธ์แบบเส้นตรงที่ดี อยู่ในช่วงการวิเคราะห์ (Linear range) ที่ 0.1-1.0 mg/L โดยมี สหสัมพันธ์และค่า regression correlation coefficients ( $R^2$ ) ของอนุพันธ์ของ Formaldehyde, Acetaldehyde, Propanal และ Butanal เท่ากับ 0.9996, 0.9986, 0.9989 และ 0.9996 ตามลำดับ (ดัง ตารางที่ 3-1) ทั้งนี้พบว่าค่า  $R^2$  ที่ได้มีค่ามากกว่า 0.995



รูปที่ 3-8 กราฟมาตรฐานสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ใน ACN ของการวิเคราะห์ห่อนุพันธ์แอลดีไฮด์ในช่วงความเข้มข้น 0.1-1.0 mg/L

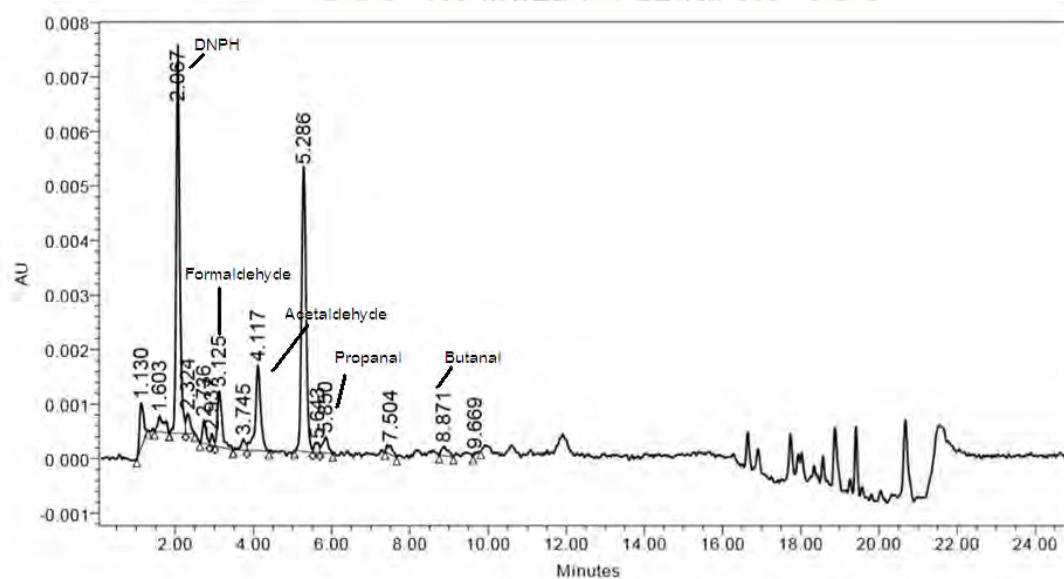
ตารางที่ 3-1 สมการและค่า  $R^2$  ของกราฟมาตรฐานสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ใน ACN ของการวิเคราะห์ห่อนุพันธ์แอลดีไฮด์ในช่วงความเข้มข้น 0.1-1.0 mg/L

| ชนิดสาร      | สมการ             | $R^2$  |
|--------------|-------------------|--------|
| Formaldehyde | $y=331473x+ 3071$ | 0.9996 |
| Acetaldehyde | $y=27973x- 1101$  | 0.9986 |
| Propanal     | $y=90636x+ 4728$  | 0.9989 |
| Butanal      | $y=81235x- 598$   | 0.9996 |

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

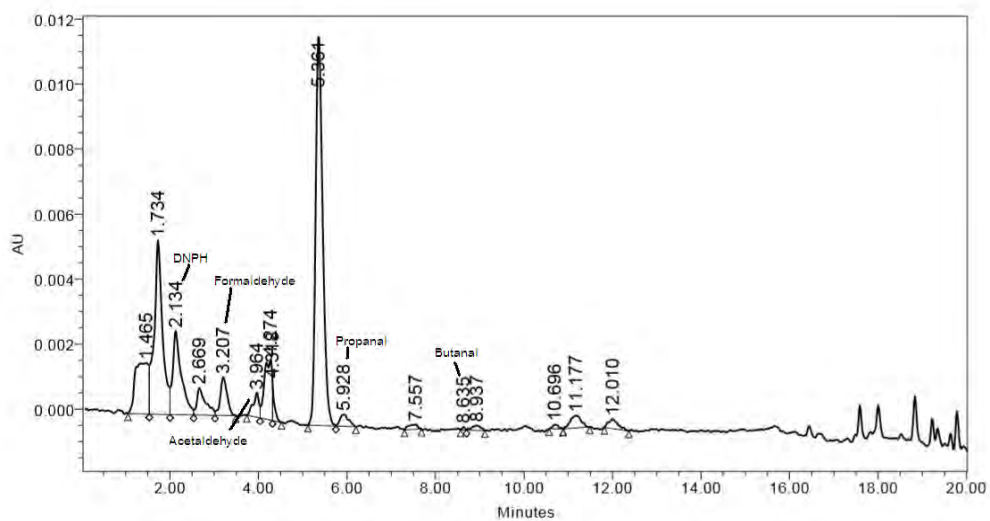
### 3.4 การสกัดแอลดีไฮด์ในน้ำด้วยแผ่นเส้นใยที่เคลือบด้วย DNPH

ผู้วิจัยได้ทำการสกัดสารละลายแบบลงก์ และสารตัวอย่างที่ผสมแอลดีไฮด์ด้วยแผ่นเส้นใยที่เคลือบด้วย DNPH และนำมาวิเคราะห์หาอนุพันธ์ของแอลดีไฮด์ พบว่าโครมาโทแกรมจากการสกัดของสารละลายแบบลงก์ (ดังรูปที่ 3-9) ให้สัญญาณของ DNPH แสดงค่าที่เวลา 2.1 นาที และพบพีคของ Formaldehyde, Acetaldehyde, Propanal และ Butanal ที่ Retention time 3.1, 4.1, 5.8 และ 8.5 นาทีตามลำดับ



รูปที่ 3-9 โครมาโทแกรมของการวิเคราะห์สารสกัดจากสารละลายแบบลงก์ด้วยคอลัมน์ C<sub>18</sub> Zorbax Eclipse XDB

และเมื่อนำมาเปรียบเทียบกับโครมาโทแกรมของสารสกัดจากสารตัวอย่างที่ผสมแอลดีไฮด์ (ดังรูปที่ 3-10) พบว่าสัญญาณของ DNPH แสดงค่าที่เวลาประมาณ 2.1 นาทีเช่นเดียวกัน แต่มีพื้นที่ใต้กราฟลดลงอย่างมีนัยสำคัญ และพบพีคของ Formaldehyde, Acetaldehyde, Propanal และ Butanal ที่ Retention time ดังต่อไปนี้ 3.2, 4.1, 5.9 และ 8.6 นาทีตามลำดับ แต่กลับให้พื้นที่ใต้กราฟใกล้เคียงกับผลการวิเคราะห์ของสารสกัดของสารละลายแบบลงก์ และพบว่าค่าสัญญาณที่วิเคราะห์ได้ในการสกัดแต่ละครั้งให้ไม่เป็นไปทางเดียวกัน ทำให้ไม่สามารถสรุปผลการสกัดได้



รูปที่ 3-10 โครมาโทแกรมของการวิเคราะห์สารสกัดจากตัวอย่างผสมแอลดีไฮด์ ความเข้มข้น 10 µg/L ด้วยคอลัมน์ C<sub>18</sub> Zorbax Eclipse XDB

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## บทที่ 4

### สรุปผลการทดลอง

#### 4.1 สรุปผลการทดลอง

ในการศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์สารในกลุ่มแอลดีไฮด์ ได้แก่ Formaldehyde, Acetaldehyde, Propanal และ Butanal สามารถใช้เทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงในการเตรียมแผ่นเส้นใยในลอนที่มีลักษณะเรียบและมีขนาดสม่ำเสมอ เส้นใยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย  $96 \pm 18$  nm และนำมาเคลือบด้วย DNPH สำหรับใช้ในการสกัดสารกลุ่มแอลดีไฮด์ เป็นการเพิ่มความเข้มข้นและทำอนุพันธ์แอลดีไฮด์-DNPH ในขั้นตอนเดียว เพื่อให้สามารถวิเคราะห์ผ่านเครื่อง HPLC และตรวจวัดด้วยเครื่อง UV-vis ที่ความยาวคลื่น 360 nm โดยใช้ภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ด้วย HPLC ดังที่กล่าวในตารางที่ 2-2 ด้วยคอลัมน์  $C_{18}$  Zorbax Eclipse XDB และในการศึกษาภาวะที่เหมาะสมพบว่าอะซิโตรไนโตรลเป็นตัวอย่างที่ละลายที่เหมาะสมในการเตรียมสารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์สำหรับสร้างกราฟมาตรฐานสามารถสร้างกราฟมาตรฐานเพื่อใช้ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณสำหรับสารประกอบแอลดีไฮด์ทั้ง 4 ชนิด โดยมีช่วงการวิเคราะห์ที่ให้ความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงที่ดีอยู่ในช่วง 0.1-1.0 mg/L เมื่อทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างที่มีแอลดีไฮด์ 10  $\mu\text{g/L}$  ด้วยแผ่นเส้นใยที่เคลือบด้วย DNPH พบว่าสัญญาณที่ได้มีค่าไม่คงที่ และใกล้เคียงกับสัญญาณที่ได้จากการวิเคราะห์สารละลายแบบปกติ ดังนั้นจึงไม่สามารถสรุปถึงประสิทธิภาพในการสกัดสารประกอบแอลดีไฮด์ได้

#### 4.2 ข้อเสนอแนะ

ในการพัฒนางานวิจัยควรเริ่มจากการหาสาเหตุความคลาดเคลื่อนที่เกิดขึ้นในการทดลอง โดยการตรวจสอบแต่ละขั้นตอน เช่น การตรวจหาปริมาณสาร DNPH ที่เคลือบอยู่บนแผ่นเส้นใยเพื่อยืนยันประสิทธิภาพในการเคลือบสาร DNPH การตรวจสอบขั้นตอนสกัดว่าเกิดการทำอนุพันธ์สมบูรณ์หรือไม่ และการตรวจสอบประสิทธิภาพของคอลัมน์ เป็นต้น จากนั้นทำการแก้ไขปัญหาดังกล่าว และทำการหาประสิทธิภาพของแผ่นเส้นใยในการสกัดสารประกอบแอลดีไฮด์ต่อไป

## เอกสารอ้างอิง

1. Uebelacker, M.; Lachenmeier, D. W. Quantitative Determination of Acetaldehyde in Foods Using Automated Digestion with Simulated Gastric Fluid Followed by Headspace Gas Chromatography. *Journal of Automated Methods and Management in Chemistry*. 2011, 2011, 13.
2. Government of Japan Food Safety commission. Evaluation Report of Food Additives Acetaldehyde. *Wired*, July 2005, pp 1-8.
3. Mutsuga, M.; Kawamura, Y.; Sugita-Konishi, Y.; Hara-Kudo, Y.; Takatori, K.; Tanamoto, K. Migration of Formaldehyde and Acetaldehyde into Mineral Water in Polyethylene Terephthalate (PET) Bottles. *Food Additives and Contaminants*. 2006, 23(2), 212–218.
4. Patnaik, P. Aldehydes. In *A Comprehensive Guide to the Hazardous Properties of Chemical Substances*; John Wiley & Sons: Canada, 2007; p 160-161.
5. Nawrocki, J.; Kalkowska, I.; Dobrowska, A. Optimization of Solid-Phase Extraction Method for Analysis of Low-ppb Amounts of Aldehydes-Ozonation By-products. *Journal of Chromatography A*. 1996, 749, 157-163.
6. Culleré, L.; Cacho, J.; Ferreira, V. Analysis for Wine C5–C8 Aldehydes through the Determination of Their *o*-(2,3,4,5,6-pentafluorobenzyl)oximes Formed Directly in the Solid-Phase Extraction Cartridge. *Analytica Chimica Acta*. 2006, 524, 201–206.
7. Liu, J.; Yuan, B.; Feng, Y.; Determination of Hexanal and Heptanal in Human Urine using Magnetic Solid-Phase Extraction coupled with in-situ Derivatization by High Performance Liquid Chromatography. *Talanta*. 2015, 136, 54–59
8. Uchiyama, S.; Matsushima, E.; Aoyagi, S.; Ando, M. Simultaneous Determination of C1-C4 Carboxylic Acids and Aldehydes Using 2,4-Dinitrophenylhydrazine-Impregnated Silica



- Gel and High-Performance Liquid Chromatography. *Analytical Chemistry*. 2004, 76, 5849-5854.
9. Poole, C. F. New Trends in Solid-Phase Extraction. *Trends in Analytical Chemistry*. 2003, 22, 362-372.
  10. Basheer, C.; Pavagadhi, S.; Yu, H.; Balasubramanian, R.; Lee, H. Determination of Aldehydes in Rainwater using Micro-Solid-Phase Extraction and High-Performance Liquid Chromatography. *Journal of Chromatography A*. 2010, 1217, 6366–6372.
  11. Chigome, S.; Torto, N. Electrospun Nanofiber-Based Solid-Phase-Extraction. *TrAC Trend in Analytical Chemistry*. 2012, 38, 21-31.
  12. Xu, Q.; et al. Electrospun Nylon6 Nanofibrous Membrane as SPE Adsorbent for the Enrichment and Determination of Three Estrogens in Environmental Water Samples. *Chromatographia*. 2010, 71(5-6), 487-492.
  13. Xu, Q.; Yin, X.; Wu, S.; Wang, M.; Wen, Z.; Gu, Z. Determination of Phthalate Esters in Water Samples using Nylon6 Nanofiber Mat-Based Solid-Phase-Extraction coupled to Liquid Chromatography. *Microchimica Acta*. 2010, 168(3-4), 267-275.
  14. Wu, S. Y.; et al. Determination of Bisphenol A in Plastic Bottled Drinking Water by High Performance Liquid Chromatography with Solid-Membrane Extraction Based on Electrospun Nylon 6 Nanofibrous Membrane. *Journal of Analytical Chemistry*. 2010, 38(4), 503-507.
  15. รุ่งทิพย์ มานะกิจ. การเตรียมเส้นใยพอลิเมอร์อิเล็กโทรสปินเคลือบด้วย 2,4-ไดไนโตรเฟนิลไฮดราซีน สำหรับการตรวจวัดแอลดีไฮด์ในน้ำดื่ม. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต, สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ภาคเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2556.
  16. Hennion, M. Solid-Phase Extraction: Method Development, Sorbents, and Coupling with Liquid Chromatography. *Journal of Chromatography A*. 1999, 856, 3–54.

17. United States Environmental Protection Agency: Formaldehyde.  
<http://www.epa.gov/airtoxics/hlthef/formalde.html> (accessed Apr 14, 2015).
18. National Cancer Institute: Formaldehyde and Cancer Risk.  
<http://www.cancer.gov/cancertopics/causes-prevention/risk/substances/formaldehyde/formaldehyde-fact-sheet> (accessed Apr 14, 2015).
19. United States Environmental Protection Agency: Acetaldehyde.  
<http://www.epa.gov/airtoxics/hlthef/acetalde.html> (accessed Apr 14, 2015).
20. Stanek, J.; Goldhaber, S.; Stack, F.; Zeiger, E. *Toxicological Review of Propionaldehyde*; CAS No. 123-38-6; U.S.EPA: Washington, DC,2008.
21. United States Environmental Protection Agency: Butyraldehyde.  
<http://www.epa.gov/chemfact/butyr-fs.txt> (accessed Apr 14, 2015).
22. Chowdhury, M.; Stylios, G. Effect of Experimental Parameters on the Morphology of Electrospun Nylon 6 Fiber. *International of Basic & Applied Sciences IJBAS-IJENS*. **2010**,*10(6)*,70-18.
23. Bhardwaj, N.; Kundu, S. C. Electrospinning: A Fascinating Fiber Fabrication Technique. *Biotechnology Advances*. **2010**, *28*, 325-347.
24. Mohammadian, M.; Haghi, A. K. Systematic Parameter Study for Nano-Fiber Fabrication via Electrospinning. *Bulgarian Chemical Communications*. **2014**, *44( 3)*, 545 – 555.
25. Casper, C.L.; Stephens, J. S.; Tassi, N. G.; Chase, D. B.; Rabolt, J. F. Controlling Surface Morphology of Electrospun Polystyrene Fibers: Effect of Humidity and Molecular Weight in the Electrospinning Process. *Macromolecules*. **2004**, *37 (2)*, 573–578.
26. Żwir-Ferenc, A.; Biziuk, M. Solid Phase Extraction Technique – Trends, Opportunities and Applications. *Polish Journal of Environmental Studies*. **2006**, *5*, 677-690.

27. Ryu, Y. J.; Kim, H. Y.; Lee, K. H.; Park, H. C.; Lee, D.R. Transport Properties of Electrospun Nylon 6 Nonwoven Mats. *European Polymer Journal*, 2003, 39, 1883–1889.



ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



# ภาคผนวก

ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ฌ-1 พื้นที่ใต้กราฟของสารอนุพันธ์แอลดีไฮด์-DNPH แต่ละชนิด เมื่อเปลี่ยนชนิดตัวทำละลายในการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ ความเข้มข้น 1.0 mg/L

| Solvent       | Reagent      | Peak area |        |        |        | SD   |
|---------------|--------------|-----------|--------|--------|--------|------|
|               |              | Trial1    | Trial2 | Trial3 | Mean   |      |
| ACN           | Formaldehyde | 332496    | 337764 | 331661 | 333973 | 3308 |
|               | Acetaldehyde | 25098     | 27125  | 26968  | 26397  | 1127 |
|               | Propanal     | 93965     | 93122  | 94930  | 94005  | 904  |
|               | Butanal      | 80596     | 80796  | 79840  | 80410  | 504  |
| Milli-Q water | Formaldehyde | 186701    | 189148 | 190462 | 188770 | 1908 |
|               | Acetaldehyde | 21542     | 22630  | 24576  | 22916  | 1537 |
|               | Propanal     | 39445     | 37609  | 35502  | 37518  | 1973 |
|               | Butanal      | 22896     | 24507  | 22645  | 23349  | 1010 |

ตารางที่ ฌ-2 พื้นที่ใต้กราฟของสารอนุพันธ์แอลดีไฮด์-DNPH แต่ละชนิด เมื่อเปลี่ยนชนิดตัวทำละลายในการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานผสมแอลดีไฮด์ ความเข้มข้น 0.1 mg/L

| Solvent       | Reagent      | Peak area |        |        |       | SD   |
|---------------|--------------|-----------|--------|--------|-------|------|
|               |              | Trial1    | Trial2 | Trial3 | Mean  |      |
| ACN           | Formaldehyde | 36274     | 38776  | 37949  | 37666 | 1274 |
|               | Acetaldehyde | 1492      | 1031   | 1776   | 1433  | 375  |
|               | Propanal     | 12500     | 13891  | 13044  | 13145 | 700  |
|               | Butanal      | 6646      | 7829   | 8137   | 7537  | 787  |
| Milli-Q water | Formaldehyde | 26330     | 26033  | 26221  | 26195 | 150  |
|               | Acetaldehyde | 1517      | 1629   | 1363   | 1503  | 133  |
|               | Propanal     | 6193      | 5074   | 5059   | 5442  | 650  |
|               | Butanal      | 1488      | 2032   | 1531   | 1683  | 302  |

ตารางที่ ผ-3 พื้นที่ใต้กราฟของสารอนุพันธ์แอลดีไฮด์-DNPH แต่ละชนิด ของสารละลายมาตรฐานผสม แอลดีไฮด์เมื่อเตรียมใน ACN ในช่วงความเข้มข้น 0.1-1.0 mg/L

| COMPOUND     | ความเข้มข้น (mg/L) |        |        |        |        |
|--------------|--------------------|--------|--------|--------|--------|
|              | 0.1                | 0.3    | 0.5    | 0.8    | 1.0    |
| Formaldehyde | 37666              | 102536 | 165007 | 271145 | 333973 |
| Acetaldehyde | 1433               | 7424   | 12958  | 21806  | 26397  |
| Propanal     | 13145              | 32208  | 50168  | 78832  | 94005  |
| Butanal      | 7537               | 24191  | 39143  | 65063  | 80410  |



ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## ประวัติผู้วิจัย

นางสาวศานติมา พัฒนธามบุตร เกิดเมื่อวันที่ 23 กรกฎาคม พ.ศ. 2535 ที่กรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาระดับชั้นมัธยมศึกษาตอนปลาย สายสามัญ แผนก วิทยาศาสตร์-คณิต จากโรงเรียนรุ่งอรุณ จังหวัดกรุงเทพมหานคร เมื่อปีการศึกษา 2552 เข้าศึกษาต่อระดับปริญญาตรี หลักสูตร วิทยาศาสตร์บัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2554

ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้หลังจากจบการศึกษาปริญญาตรี 152 ซอยท่าดินแดง 18 ถนนท่าดินแดง เขต/แขวงคลองสาน กรุงเทพมหานคร 10600

นางสาวณพินธา บุญวังทอง เกิดเมื่อวันที่ 13 พฤษภาคม พ.ศ. 2536 ที่จังหวัดกรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาระดับมัธยมศึกษาตอนปลาย สายสามัญ แผนกวิทยาศาสตร์-คณิต จากโรงเรียนสตรีวิทยา จังหวัดกรุงเทพมหานคร เมื่อปีการศึกษา 2553 เข้าศึกษาต่อระดับปริญญาตรี หลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2554

ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้หลังจากจบการศึกษาปริญญาตรี 212/7 ถนนประชาธิปไตย แขวงหิรัญบุรี เขตธนบุรี กรุงเทพมหานคร 10600

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย