

# <sub>โครงการ</sub> การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

# **ชื่อโครงการ** เส้นใยนาโนพอลิไวนิลแอลกอฮอล์อิเล็กโทรส<mark>ปันแบบเรียงตัวสำหรับอัลตราทิน</mark> แลร์โ<mark>คร</mark>มาโทกราฟี

Aligned electrospun polyvinyl alcohol for ultrathin layer chromatography

ชื่อนิสิต	นางสาวบุษรินทร์ ลีเพ็ง
ภาควิชา	เคมี
ปีการศึ <mark>กษา</mark>	2558
S.	£1

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

เส้นใยนาโนพอลิไวนิลแอลกอฮอล์อิเล็กโทรสปันแบบเรียงตัวสำหรับอัลตราทินแลร์โครมาโทกราฟี Aligned electrospun polyvinyl alcohol for ultrathin layer chromatography

> โดย นางส<mark>าวบุษรินทร์ ลีเ</mark>พ็ง

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2558 เรื่อง เส้นใยนาโนพอลิไวนิลแอลกอฮอล์อิเล็กโทรสปันแบบเรียงตัวสำหรับอัลตราทินแลร์โครมาโทกราฟี

โดย นางสาวบุษรินทร์ ลีเพ็ง ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ

ประธานกรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ หม่อมหลวงศิริพัสตร์ ไชยันต์)

...... อาจารย์ที่ปรึกษา

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พุทธรักษา วรานุศุภากุล)

กรรมการ

(อาจารย์ ดร.ดวงก<mark>มล</mark> ตุงคะสมิต)

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดยหัวหน้าภาควิชาเคมี

(รองศาสตราจารย์ ดร.วุฒิชัย <mark>พารา</mark>สุข) หัวหน้าภาควิชาเคมี

วันที่.....เดือน.....พ.ศ.....พ.ศ.

คุณภาพของการเขียนรายงานเล่มนี้อยู่ในระดับ 🗹 ดีมาก 🗆 ดี 🗆 พอใช้

#### ชื่อโครงการ

#### เส้นใยนาโนพอลิไวนิลแอลกอฮอล์อิเล็กโทรสปันแบบเรียงตัวสำหรับอัลตราทินแลร์ โครมาโทกราฟี นางสาวบุษรินทร์ ลีเพ็ง เ<mark>ลขประจำตัว 5</mark>533108523 ชื่อนิสิตในโครงการ

ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พุทธรักษา วรานุศุภากุล

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2558

#### บทคัดย่อ

้ ในงานวิจัยนี้เส้นใ<mark>ยนาโนพอลิไวนิลแอ</mark>ลกอฮอล์อิเ<mark>ล็กโ</mark>ทรสปันแบบเรียงตั<mark>วเตรียมได้ด้</mark>วยเทคนิคอิเล็กโทร ู้สปินนิงโดยใช้ฉากรับแบบหม<mark>น เนื่องจากพอลิไวนิลแอล</mark>กอ<mark>ฮอล์ละลายน้ำได้ทำให้เป็นข้อจำ</mark>กัดในการใช้เป็นเฟสคงที่ ้ในอัลตราทินแลร์โครมาโทกราฟ<mark>ี ดังนั้น จึงทำการเชื่อมขวา</mark>งพ<mark>อลิไวนิลแอลกอฮอล์ด้ว</mark>ยกลูตาราลดีไฮด์เป็นเวลา 5 ้ชั่วโมง ก่อนนำไปอิเล็กโทรสปินนิง โดยภาวะในการเตรี<mark>ยมเส้นใยนาโนพอลิไวนิลแอลกอฮอล์แบบเรียงตัวได้แก่</mark> อัตรา การไหลของพอลิเมอร์เหลว 7 ไมโครลิตรต่อนาที ศักย์ไฟฟ้า 23 กิโลโวลต์ ร<mark>ะยะ</mark>ทางระหว่างปลายเข็มและฉากรองรับ ้เส้นใย 15 เซนติเมตร แ<mark>ละ</mark>ฉากรับเส้นใยแบบหมุนความเร็ว 1250 รอบต่อนาที ได้เส้นใยที่มีลักษณะเรียบและมีการ เรียงตัวเป็นแนวตรงเป็นที่น่าพอใจ ทำการตัดเส้นใยเป็นแผ่นขนาด 2x3 ตารางเซนติเมตร ตามแนวการเรียงตัว 45 ้องศา (45-AE-PVA), 90 องศา (90-AE-PVA) และ 180 องศา (180-AE-PVA) แล้วนำมาเป็นเฟสคงที่ในอัลตราทินแลร์ โครมาโทกราฟี การเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่บนแผ่น 45-AE-PVA, 90-AE-PVA และ 180-AE-PVA UTLC สอดคล้อง ้กับสมการของลูคัส-วิชเบิร์น แ<mark>สดงว่าการเค</mark>ลื่อนที่ข<mark>องเฟสเคลื่อนที่บน</mark>เส้นใย<mark>นาโน</mark>พอ<mark>ลิไว</mark>นิลแอลกอฮอล์อิเล็กโทรสปัน แบบเรียงตัวใช้แรงแคพิลลารีผ่านตั<mark>วกลา</mark>งคล้า<mark>ยกับแผ่นซิลิกา โดยพบว่า</mark>การเคลื่<mark>อน</mark>ที่ของเฟสเคลื่อนที่บนแผ่น 45-AE-PVA เคลื่อนที่เอียงไปตามแนวขอ<mark>งเส้นใย การเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่บนแผ่น</mark> 90-AE-PVA เคลื่อนที่ได้ไวเพราะ ้เคลื่อนที่ไปตามแนวของเส้นใย และการเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่บนแผ่น 180-AE-PVA เคลื่อนที่ช้า เนื่องจาก ้โดยอัตราการเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่บนแผ่นเส้นใยนาโนพอลิไวนิลแอลกอฮอล์แบบ เคลื่อนที่ขวางแนวของเส้นใย เรียงตัว 45, 90 และ 180 องศา คือ 0.0085, 0.0280 และ 0.0050 ตารางเซนติเมตรต่อวินาที ตามลำดับ สุดท้ายทำ การวิเคราะห์กรดอะมิโนด้วยแผ่นเส้นใยในการเรียงตัว 45, 90 และ 180 องศา เทียบกับแผ่นเส้นใยนาโนพอลิไวนิล แอลกอฮอล์อิเล็กโทรสปันและแผ่นซิลิกา พบว่าเส้นใยนาโนพอลิไวนิลแอลกอฮอล์อิเล็กโทรสปันแบบเรียงตัว 45. 90 และ 180 องศา มีจำนว<mark>นเพล</mark>ทน้อยกว่าแผ่นเส้นใยนาโนพอลิไวนิลแอลกอฮอล์อิเล็กโทร<mark>สปันแ</mark>ละแผ่นซิลิกา เนื่องจาก รูปร่างของจุดสารและแนวการเคลื่อนที่ของสารบนแผ่นเส้นใยนาโนพอลิไวนิลแอลกอฮอล์อิเล็กโทรสปันแบบเรียงตัว

คำสำคัญ : อิเล็กโทรสปันแบบเรียงตัว, เส้นใยนาโน, พอลิไวนิลแอลกอฮอล์, อัลตราทินแลร์โครมาโทกราฟี

TitleAligned electrospun polyvinyl alcohol for ultrathin layer chromatographyStudent nameMiss Busarin LeepengID 5533108523AdvisorAsst. Prof. Dr. Puttaruksa VaranusupakulDepartment of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University. Academic Year 2015

#### Abstract

In this study, aligned electrospun polyvinyl alcohol nanofibers (AE-PVA) were fabricated by electrospinning technique on rotational collector. Because PVA is soluble in water, this is a limitation to use as stationary phase for ultrathin layer chromatography (UTLC). Therefore, PVA was crosslinked by glutaraldehyde for 5 h before electrospinning process. The AE-PVA nanofibers were generated at the electrospinning condition as follow; solution flow rate of 7 µL/min, high voltage of 23 kV, collector distance of 15 cm and rotational collector speed of 1250 rpm. The satisfied nanofibers in term of morphology and alignment of fibers were obtained. The fibrous membrane was cut into 2x5 cm<sup>2</sup> plate along the fiber alignment at 45° (45-AE-PVA), 90° (90-AE-PVA) and 180° (180-AE-PVA) and then applied as a stationary phase for UTLC. The mobile phase transport on the 45-AE-PVA, 90-AE-PVA and 180-AE-PVA UTLC was fitted the Lucas-Washburn equation suggested that the transport of mobile phase was mainly based on capillary flow through porous media similar to that on conventional silica TLC. As a result, migration of mobile phase on 45-AE-PVA-UTLC was oblique along the fiber alignment. Fast migration of mobile phase was observed on 90-AE-PVA-UTLC because of the movement along the fiber alignment. While slow migration of mobile phase was observed on 180-AE-PVA-UTLC because moving across the fiber alignment. The velocity constant of 45-AE-PVA, 90-AE-PVA and 180-AE-PVA UTLC was 0.0085, 0.0280 and 0.0050 cm<sup>2</sup>/s, respectively. Finally, the analysis of amino acids on 45-AE-PVA, 90-AE-PVA and 180-AE-PVA UTLC were compared with E-PVA UTLC and silica TLC. The plate number of 45-AE-PVA, 90-AE-PVA and 180-AE-PVA UTLC showed lower efficiency than E-PVA UTLC and silica TLC because of the shape of sample spot and orientation of the movement of mobile phase on the AE-PVA.

Keywords: aligned electrospun, nanofiber, polyvinyl alcohol, UTLC

#### กิตติกรรมประกาศ

การศึกษาโครงงานในครั้งนี้สำเร็จได้ด้วยดีด้วยความกรุณาจาก ผศ.ดร.พุทธรักษา วรานุศุภากุล ที่ได้เสียสละ เวลาอันมีค่ามาเป็นที่ปรึกษาและให้ข้อเสนอแนะแนวทางในการวิจัยอย่างดีและเป็นประโยชน์อย่างมากในการวิจัยใน ครั้งนี้ และทำให้ผลงานวิจัยสมบูรณ์และถูกต้องยิ่งขึ้น ผู้ศึกษาจึงขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูง ขอขอบคุณพี่นิสิตปริญาโทในห้องทดลองที่คอยแนะนำวิธีการทดลอง การใช้เครื่องมือภายในห้องทดลองและ ให้ข้อมูลที่เป็นแนวทางในการทดลอง

สุดท้ายขอขอบคุณ<mark>ทุกคนที่มีส่วนช่วยในการวิจัยครั้งนี้ไม่ว่าจะเป็นข้อแนะนำหรือกำลังใจที่ทำให้การวิจัยครั้ง</mark> นี้สำเร็จไปได้ด้วยดี

นางสาวบุษรินทร์ ลีเพ็ง

		สารบัญ				
าเพอ๊อย่	โลการ		0			
บทๆเคย	เองเเ	9 TEVI2	۴۱			
บทคตย	103115	9 1041 k 19.	¥			
กตตกร	รมบร	ะกาศ	จ			
สารบญ	ູ່ຈູປຈະ	ะกอบ	ซ			
สารบญ	ตารา	งประกอบ •	ฌ			
บทท 1	บทเ					
	1.1	ความเปนมาและมูลเหตุจูงไจ	1			
	1.2	วัตถุประสงค์	2			
	1.3	ขอบเขตงานวิจัย	2			
	1.4	ประโยชน์ที <mark>่คา</mark> ดว่าจะได้รับ	2			
บทที่ 2	ทฤษ	มฎีที่เกี่ยวข้อง				
	2.1	Electrospinning	3			
	2.2	พอลิไวนิลแอลกอฮอล์(PVA)	5			
	2.3	Thin layer chromatography (TLC)	6			
		2.3.1 หลักการแยกส <mark>าร</mark> ด้วย TLC	6			
		2.3.2 องค์ประกอบ <mark>ของแผ่น TLC</mark>	7			
		2.3.3 Ultrathin layer chromatography (UTLC)	7			
		2.3.3.1 โครงสร้างมอนอลิธ (Monolith)	7			
		2.3.3.2 โครงสร้างนาโน (Nanostructure)	8			
		2.3.3.3 เส้นใยนาโนอิเล็กโทรสปัน (Electrospun nanofibers)	9			
บทที่ 3	การ	ทดลอง				
	3.1	สารเคมีและอุปกรณ์	10			
	3.2	การเตรียมสารละลาย				
		3.2.1 สารละลายมาตรฐาน Amino acid	10			
		3.2.2 สารละลาย Ninhydrin	11			
	3.3	การเตรียมเส้นใยนาโนพอลิไวนิลแอลกอฮอล์อิเล็กโทรสปันแบบเรียงตัว				
	3.4	การทดสอบประสิทธิภาพในการวิเคราะห์กรดอะมิโนด้วย UTLC				
		3.4.1 การเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่บนแผ่น AE-PVA UTLC	13			
		3.4.2 การแยกกรดอะมิโน	13			

บทท 4 ผลและอภปรายผลการทดลอง	
4.1 การเตรียมแผ่น AE-PVA UTLC	15
4.2 การใช้ AE-PVA เป็นเฟสคงที่ในการแยกสารด้วยเทคนิค UTLC	
4.2.1 อัตราการเคลื่อนที่ข <mark>องเฟสเคลื่อนที่</mark>	16
4.2.2 ทดสอบการแย <mark>กกรดอะ</mark> มิโน	
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง	
เอกสารอ้างอิง	25
ประวัติผู้วิจัย	28



# สารบัญรูปประกอบ

	- tall Man-	9/
ູຈູປ		หน้า
2.1	(A) แผนภาพอุปกรณ์ในการท <mark>ำอิเล็กโทรสปินนิ</mark> ง (B) ฉากรับเส้นใยแบบแผ่น (C) รูปขยายของ	
	เส้นใยแบบสุ่มที่สร้างบนฉากรั <mark>บแบบแผ่น (D)</mark> ฉากรั <mark>บเส้นใยแบบหมุน (E) รูปขยายข</mark> องเส้นใย	
	แบบเรียงตัวที่สร้างบนฉากรับแบบหมุน	3
2.2	การยึดออกของเส้นใ <mark>ยแบบ Taylor cone</mark> (A) hemi <mark>sph</mark> erical shape, (B) elongated	
	polymer solution, (C) Taylor cone	4
2.3	ปฏิกิริยาการเชื่อมขวางพอ <mark>ลิไวนิลแอลกอฮอล์ด้วยกลูตาร</mark> าล <mark>ดีไฮด์</mark>	5
2.4	อุปกรณ์การแยกสาร <mark>ด้วยเทคนิค TLC</mark>	6
2.5	โครงสร้างมอนอลิธ	8
2.6	ภาพจาก SEM ของ macroporous GLAD thin flim (A and B) isotropic, (C and D)	
	anisotropic และ (E and F) blade-like [10]	8
3.1	แผนภาพในการอิเล็กโ <mark>ทรส</mark> ปินนิ <mark>ง</mark>	11
4.1	ปฏิกิริยาการเชื่อมขว <mark>างพ</mark> อลิไ <mark>วนิลแอล</mark> กอฮอล์ด้วยกลูตาราลดีไฮด์	15
4.2	SEM ของเส้นใยนาโนพอลิ <mark>ไวนิลแอล</mark> กอฮอล์อิเล็กโทรสปันแบบเรียงตัว	15
4.3	ภาพ SEM ของแผ่น UTLC ที่มีทิศทางของเส้นใยแตกต่างกันคือ (A) เส้นใยทำมุม 45°	
	(B) เส้นใยทำมุม 90° และ (C <mark>) เส้นใยทำมุม 180°</mark>	16
4.4	ค่าระยะการเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่บ <mark>นแผ่น UTLC กำลัง 2 กับเวลา</mark> ที่เส้นใยทำมุม	
	45°, 90° และ 180°	16
4.5	การเคลื่อนที่ข <mark>องเฟ</mark> สเคลื่อนที่บนแผ่น 45-AE-PVA UTLC	17
4.6	โครงสร้างของกรดอะมิโน Alanine, Glutamine และMethionine	18
4.7	การวิเคราะห์ก <mark>รดอะมิโนขอ</mark> ง (A) 45-AE-PVA-UTLC, (B) 90-AE-PVA-UTLC,	
	(C) 180-AE-PVA-UTLC	19
4.8	การวิเคราะห์กรดอะมิโนของ (A) E-PVA-UTLC, (B) silica TLC	20
4.9	ค่า R <sub>f</sub> ของกรดอะมิโนบนแผ่น 45°-AE-PVA-UTLC, 90°-AE-PVA-UTLC, 180°-AE-PVA-UTLC,	
	E-PVA-UTLC และsilica TLC	21



# สารบัญตารางประกอบ

ตาร	าง หน้า
3.1	ตัวทำละลายในการเตรียมสาร <mark>ละลายกรดอะ</mark> มิโนที่ศึกษา10
3.2	ภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์กรดอะมิโนด้วย UTLC12
4.1	ค่า velocity constant (K) ของแผ่น UTLC ที่องศา <mark>ต่า</mark> งๆ17
4.2	Analysis time, Spot width, plate number (N), plate height (H) ในการวิเคราะห์ กรดอะมิโนบนแผ่น
	45°-AE-PVA-UTLC, 90°-AE-PVA-UTLC, 180°-AE-PVA-UTLC, E-PVA-UTLC และ Silica TLC



บทที่ 1 บทนำ

#### 1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจ

เทคนิคทินแลร์โครมาโทกราฟี (thin layer chromatography, TLC) เป็นเทคนิคที่ใช้กันอย่างแพร่หลายในการ แยกสารประกอบเพื่อระบุองค์ประกอบของสารประกอบ และใช้พิสูจน์สาร เนื่องจาก TLC เป็นเทคนิคที่ง่ายต่อการ ใช้งาน รวดเร็ว จึงมีการนำไปใช้ในการวิเคราะห์สารต่างๆ หลากหลายด้าน เช่น เภสัชวิทยา (pharmaceutical) สิ่งแวดล้อม อาหาร สมุนไพร (herbal medicinal) รวมถึงทางนิติวิทยาศาสตร์ (forensic) [1-4]

โดยทั่วไปเทคนิค TLC มีเฟสคงที่ (stationary phase) เป็นอนุภาคของแข็งเคลือบเป็นแผ่นบางๆ บนวัสดุที่ไม่ไว ต่อการทำปฏิกิริยา เช่น อนุภาคของ silica gel, alumina, kieselguhr, magnesium silicate และ magnesium oxide [5] ที่มีขนาด 10-12 µm และเคลือบหนา 100-400 µm บนวัสดุที่ไม่ไวต่อการทำปฏิกิริยา เช่น แก้ว อลูมิเนียม หรือ terephathalate foil, polytetrafluoroethylene (PTFE) และ เส้นใยแก้ว เป็นต้น ต่อมามีการ พัฒนาให้เทคนิค TLC มีประสิทธิภาพมากขึ้น โดยใช้เฟสคงที่ที่มีอนุภาคเล็ก โดยในปี ค.ศ. 1970 มีการพัฒนา เทคนิคไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ทินแลร์โครมาโทกราฟี (high-performance thin layer chromatography, HPTLC) ที่ใช้ เฟสคงที่ที่มีอนุภาคขนาด 4-6 µm และมีความหนา 100-200 µm [3] และในปี ค.ศ. 2001 มีการพัฒนาเทคนิคอัล ตราทินแลร์โครมาโทกราฟี (ultrathin layer chromatography, UTLC) ที่ใช้วัสดุนาโน (nanomaterials) เป็นเฟส คงที่และมีความหนา 5-25 µm วัสดุที่ใช้ในการทำแผ่น UTLC มีหลากหลาย เช่น monolith [6,7], นาโนไฟเบอร์ที่ เตรียมด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง [4,8] และ โครงสร้างที่มีลักษณะเป็นโพรงเล็กขนาดนาโนเมตร (nanopores) [6,9,10] เมื่อเปรียบเทียบเทคนิค HPTLC และ UTLC พบว่า UTLC ใช้เวลาในการวิเคราะห์สั้นกว่า ใช้วัสดุในการ ทดลองน้อยกว่า ให้ sensitivity ที่สูงกว่า และมีข้อจำกัดในการทดลองน้อยกว่า [11]

มีงานวิจัยมากมายศึกษาการใช้เส้นใยนาโนที่เตรียมด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง (electrospinning technique) เป็นเฟสคงที่ใน UTLC [4,8,12,13] โดยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงเป็นการใช้แรงทางไฟฟ้าสถิตในการสร้างเส้นใยจาก พอลิเมอร์เหลว ซึ่งเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงนั้นเป็นวิธีที่ง่ายและรวดเร็ว การสร้างเส้นใยด้วยเทคนิคนี้ทำให้ได้เส้นใยที่มี พื้นผิวมากและมีขนาดเส้นใยระดับนาโนเมตร โดยในการสร้างเส้นใยจะมีฉากรับ (collector) เส้นใย ซึ่งฉากรับเส้นใย ที่นิยมใช้มี 2 แบบ คือฉากรับแบบแผ่น (plate collector) และฉากรับแบบหมุน (rotating collector) การสร้างเส้น ใยโดยใช้ฉากรับแบบแผ่นหรือฉากรับแบบหมุนที่ความเร็วรอบต่ำจะได้แผ่นเส้นใยที่เป็นลักษณะไขว้ไปมาไร้ทิศทาง (nonwoven fibers) แต่ถ้าใช้ฉากรับแบบหมุนที่ความเร็วรอบสูงจะได้แผ่นเส้นใยที่มีการเรียงตัวในทิศเดียวกัน (aligned fibers) [14] ซึ่งการใช้เส้นใยที่มีการเรียงตัวเป็นเฟสคงที่ใน UTLC สามารถใช้ประโยชน์คุณสมบัติเชิงกล [14], เพิ่มประสิทธิภาพในการแยกสาร และลดเวลาในการวิเคราะห์ [4]

ในปัจจุบันพอลิเมอร์ถูกนำมาใช้เป็นเฟสคงที่ในเทคนิค TLC เช่น polyacrylonitrile (PAN) [4], polyvinyl alcohol (PVA) [8], polyvinylpyrrolidone (PVP) [15], cellulose acetate [12] เป็นต้น เนื่องจากพอลิเมอร์มี functional groups ที่หลากหลายและสามารถประยุกต์ใช้ในช่วง pH ที่กว้าง [16] กว่า silica ที่สามารถใช้ได้ในช่วง pH 2-8 เท่านั้น นอกจากนี้ได้มีการศึกษาการใช้เส้นใยขนาดนาโนเป็นเฟสคงที่ใน UTLC เช่น งานวิจัยของ Lu [8]

เตรียมพอลิไวนิลแอลกอฮล์อิเล็กโทรสปันโดยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง งานวิจัยของ Clark [11] เตรียมเส้นใยนาโนพอ ลิอะคริโลไนไตรล์ (PAN) ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง เป็นงานวิจัยที่มีการใช้เส้นใยขนาดนาโนจากเทคนิค อิเล็กโทรสปินนิงเป็นเฟสคงที่

2

จากงานวิจัยที่ผ่านมามีการใช้เส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์อิเล็กโทรสปันแบบเรียงตัว (aligned electrospun polyvinylalcohol, AE-PVA) เป็นเฟสคงที่ใน UTLC ซึ่ง AE-PVA UTLC ให้การวิเคราะห์ผลที่เร็วกว่าการใช้ particulate silica TLC และเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์อิเล็กโทรสปันแบบไม่เรียงตัว (E-PVA UTLC) อย่างไรก็ตาม จุดสาร (sample spot) ของการแยกสารโดย AE-PVA UTLC มีขนาดที่ใหญ่กว่า particulate silica TLC และ E-PVA UTLC ทำให้ได้ประสิทธิภาพการแยกสารที่น้อย [17] ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงศึกษาพัฒนาการใช้งาน AE-PVA UTLC เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพแยกสาร โดยทำการทดสอบการใช้งานของ AE-PVA UTLC ในการเรียงตัวของเส้นใยใน องศาต่างๆ เช่น 45°, 90° และ 180° เป็นต้น

#### 1.2 วัตถุประสงค์

- 1.2.1 เตรียมแผ่นเ<mark>ส้นใย</mark>พอลิไวนิลแอลกอฮอล์อิเล็กโทรสปันแบบเรียงตัวสำหรับอัลตราทินแลร์โครมาโทกราฟี
- 1.2.2 เปรียบเทียบสมบัติในการวิเคราะห์สารของเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์อิเล็กโทรสปันแบบเรียงตัวที่องศา ต่างๆ

#### 1.3 ขอบเขตงานวิจัย

- 1.3.1 เตรียมเส้นใยนาโนพอลิไ<mark>วนิล</mark>แอลกอ<mark>ฮอล์แบบเรียงตัวด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินน</mark>ิง
- 1.3.2 ทดสอบประสิทธิภาพการใช้งานของ AE-PVA UTLC ในองศาต่างๆ (45°, 90° และ 180°)
- 1.3.3 เปรียบเทียบการใช้งานของ AE-PVA UTLC ในองศาต่างๆ กับ E-PVA UTLC และ silica TLC

#### 1.4 ประโยชน์ที่คา<mark>ดว่าจะได้</mark>รับ

ได้เส้นใยนาโนพอลิไวนิลแอลกอฮอล์อิเล็กโทรสปันแบบเรียงตัว 45°, 90° และ 180° เป็นทางเลือกในการใช้เฟส คงที่สำหรับอัลตราทินแลร์โครมาโทกราฟีเพื่อใช้แยกกรดอะมิโน

# บทที่ 2 <mark>ท</mark>ฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1 Electrospinning

เทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงเป็นเทคนิคที่ใช้ในการสร้างเส้นใยจากสารละลายพอลิเมอร์ ข้อดีของเทคนิคนี้คือได้เส้น ใยที่มีรูพรุนสูง พื้นที่ผิวมาก เส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยที่เล็กขนาดนาโนเมตรถึงไมโครเมตร สามารถควบคุมคุณสมบัติ ของเส้นใยได้ง่าย ง่ายต่อการใช้งานและมีประสิทธิภาพที่สมกับราคา เส้นใยอิเล็กโทรสปันสามารถใช้งานได้หลากหลาย เช่น ผ้าปิดแผล [18,19] ตัวนำส่งยา [20], ตัวกรอง [21], ตัวตรึงเอนไซม์ [22], ไปโอเซ็นเซอร์ [23] และเฟสคงที่ใน TLC [8,11,12,15]



รูปที่ 2.1 (A) แผนภาพอุปกรณ์ในการทำอิเล็กโทรสปินนิง (B) ฉากรับเส้นใยแบบแผ่น (C) รูปขยายของเส้นใยแบบสุ่ม ที่สร้างบนฉากรับแบบแผ่น (D) ฉากรับเส้นใยแบบหมุน (E) รูปขยายของเส้นใยแบบเรียงตัวที่สร้างบนฉากรับแบบหมุน [24]

การสร้างเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิ่งใช้อุปกรณ์ดังรูปที่ 2.1(A) โดยประกอบด้วย 3 ส่วนใหญ่ๆ คือ เครื่อง จ่ายไฟฟ้าแรงสูง เครื่องพ่นสารละลายพอลิเมอร์ และฉากรับเส้นใย เครื่องจ่ายไฟฟ้าแรงสูงส่วนใหญ่จะต้องให้ ศักย์ไฟฟ้าได้ในช่วง 1-30 kV เครื่องพ่นสารละลายพอลิเมอร์ประกอบด้วย ไซริงค์ที่ต่อกับเข็มปลายตัดและปั้มจ่าย สารละลาย (syringe pump) ในส่วนของฉากรับเส้นใยมี 2 แบบ คือ ฉากรับแบบแผ่น (plate collector) ดังรูปที่ 2.1 (B) และฉากรับแบบหมุน (rotating collector) ดังรูปที่ 2.1 (D)

การเกิดเส้นใยในเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงแสดงในรูปที่ 2.2 โดยสารละลายพอลิเมอร์ที่ปลายเข็มจะมีลักษณะเป็น หยดครึ่งวงกลม (รูปที่ 2.2(A) ) เนื่องจากแรงตึงผิวและเมื่อเริ่มเปิดเครื่องจ่ายไฟฟ้าแรงสูงจะทำให้เกิดประจุบนพื้นผิว ของสารละลายพอลิเมอร์ที่ปลายเข็ม เนื่องจากเกิดประจุชนิดเดียวกันบนพื้นผิวของสารละลายพอลิเมอร์ ทำให้เกิด แรงผลัก จนถึงจุดหนึ่งที่ทำให้สารละลายพอลิเมอร์ยืดออกจากปลายเข็มเป็นรูปทรงกรวย (Taylor cone) ดังรูปที่ 2.2(C) เมื่อสารละลายพอลิเมอร์ยืดออกก็จะเกิดเป็นเส้นใยตกลงบนฉากรับเนื่องจากการระเหยออกไปของตัวทำ ละลาย [24] โดยจะได้เส้นใยพอลิเมอร์ที่มีลักษณะแบบสุ่ม ดังรูปที่ 2.1(C) และถ้าใช้ฉากรับแบบแผ่นที่ความเร็วรอบ สูง จะได้เส้นใยพอลิเมอร์แบบเรียงตัว ดังรูปที่ 2.1(E)



รูปที่ 2.2 การยึดออกของเส้นใยแบบ Taylor cone (A) Hemispherical shape, (B) Elongated polymer solution, (C) Taylor cone [25]



#### 2.2 พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA)

พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (polyvinyl alcohol, PVA) เป็นพอลิเมอร์สังเคราะห์โดยปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสของพอลิไว นิลแอซิเตต (polyvinyl acetate) [26] PVA เป็นสารกึ่งผลึก ชอบน้ำ มีความเข้ากันกับสารชีวภาพ ไม่เป็นพิษ ย่อย สลายได้ มีความคงทนต่อสารเคมี มีความเสถียรต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ มีคุณสมบัติทางกายภาพที่ดี และราคาไม่ แพง PVA มีความสามารถ ในการละลายน้ำได้ดี แต่ไม่ละลายในสารอะลิฟาติกไฮโดรคาร์บอน แอโรมาติก ไฮโดรคาร์บอน เอสเทอร์ คีโตน และน้ำมัน [27] โดยมีการนำ PVA มาประยุกต์ใช้ในด้านต่างๆ เช่น อุตสาหกรรม พาณิชยกรรม การแพทย์ ยาและอาหาร PVA

เนื่องจาก PVA ละลายน้ำได้ดีจึงเป็นข้อจำกัดในการนำ PVA มาใช้ในระบบที่มีน้ำ ดังนั้น การทำการเชื่อมขวาง (crosslink) จะสามารถเพิ่มความคงทนของ PVA ในน้ำได้ มีสารที่ใช้ในการเชื่อมขวาง PVA หลายชนิด เช่น ฟอร์มาลดีไฮด์ (formaldehyde) [28], ไกลออกซอล (glyoxal) [29], กลูตาราลดีไฮด์ (glutaraldehyde) [8,30] ซึ่ง สารที่นิยมใช้ในการทำการเชื่อมขวาง PVA คือ กลูตาราลดีไฮด์ เนื่องจากให้ผลในการเชื่อมขวางที่ดี [31] ดังรูปที่ 2.3



้รูปที่ 2.3 ปฏิกิร<mark>ิย</mark>าเชื่อมขวางของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ด้วยกลู</mark>ตาราลดีไฮด์

การเชื่อมขวางในเส้นใยอิเล็กโทรสปันพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ด้วยกลูตาราลดีไฮด์มี 2 ขั้นตอน [32,33] โดยขั้นแรก คือการสร้างเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง จากนั้นจึงค่อยนำเส้นใยที่ได้ไปทำการเชื่อม ขวางด้วยสารละลายกลูตาราลดีไฮด์และกรดแก่ในอะซิโตน แต่ในปัจจุบันการเชื่อมขวางในเส้นใยอิเล็กโทรสปันพอลิไว นิลแอลกอฮอล์สามารถทำได้ โดยการนำสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์มาเติมกลูตาราลดีไฮด์และกรดไฮโดรคลอริก [8] เพื่อทำให้เกิดการเชื่อมขวางด้วยกลูตาราลดีไฮด์ แล้วจึงนำสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่ถูกเชื่อมขวางแล้วไป ทำการสร้างเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง



#### 2.3 Thin layer chromatography (TLC)

TLC เป็นเทคนิคที่ใช้ในการแยกสารประกอบ โดยเฟสคงที่จะเคลือบอยู่บนแผ่นรองที่ไม่ว่องไวต่อปฏิกิริยา โดย การวิเคราะห์ด้วย TLC จะทำการจุดสาร (spot) ลงบนเฟสคงที่แล้วนำไปวางใน TLC chamber ที่บรรจุเฟสเคลื่อนที่ ไว้ ดังรูปที่ 2.4



ร<mark>ูป</mark>ที่ 2.<mark>4 อุ</mark>ปกรณ์การแยกสารด้วยเทคนิค TLC [34]

#### 2.3.1 หลักการแยกสารด้วย TLC

การแยกสารด้วยเทคนิค TLC เกิดจากแรงกระทำระหว่างโมเลกุลของเฟสคงที่และเฟสเคลื่อนที่ เฟส เคลื่อนที่จะเคลื่อนที่ผ่านเฟสคงที่โดยแรงแคพิลลารี (capillary force) ทำให้เกิดการไหลของเฟสเคลื่อนที่ไปบนเฟส คงที่ การไหลของเฟสเคลื่อนที่ทำให้เกิดแรงดึงต่อสารประกอบที่ถูกดูดซับไว้บนเฟสคงที่ด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ (Van der Waal's) [5] ถ้าสารประกอบมีสภาพขั้วใกล้เคียงกับเฟสคงที่สารประกอบจะเคลื่อนที่ไปได้ไม่ไกล แต่ถ้า สารประกอบมีสภาพขั้วที่ใกล้เคียงเฟสเคลื่อนที่สารประกอบจะเคลื่อนที่ไปได้ไกล โดยการเคลื่อนที่ของสารในเทคนิค TLC แสดงด้วยค่า retardation factor (R<sub>f</sub>) ดังสมการ

$$R_f = \frac{Z_s}{Z_f}$$

**โดย** Z<sub>s</sub> : ระยะทางที่สารที่ต้องการวิเคราะห์เคลื่อนที่ Z<sub>f</sub> : ระยะทางที่เฟสเคลื่อนที่เคลื่อนที่



#### 2.3.2 องค์ประกอบของแผ่น TLC

1) เฟสคงที่ (stationary phase)

เฟสคงที่ที่นิยมใช้ใน TLC ได้แก่ ซิลิกา อลูมิเนียมออกไซด์และเซลลูโลส

ซิลิกามีหมู่ซิลินอล (Si-OH) ซึ่งมีความเป็นกรดสูงและมีขั้วสูง โดยซิลิกามีพื้นที่ผิวเฉลี่ย 400-800 m<sup>2</sup>/g มีขนาดรูพรุนเฉลี่ย 4-12 nm ใช้แยกสารประเภทไฮโดรคาร์บอน, คีโตน, เอสเทอร์ และอะโรมาติ

อลูมิเนียมออกไซด์ (aluminuim oxide) เป็นสารที่มีสภาพขั้วเหมือนซิลิกา มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 5-40 µm มีพื้นที่ผิว 150-200 m²/g มีขนาดรูพรุนเฉลี่ย 2-35 nm อลูมิเนียมออกไซด์สามารถแยกสารประกอบอะลิฟาติก, อะโรมาติก, แอลคารอยด์, สเตียรอยด์, เทอร์พีน และเบส

เซลลูโลส (cellulose) เป็นเส้นใยที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2-20 μm เป็นเส้นใยที่มีโครงสร้างที่มี หมู่ไฮดรอกซี จึงมีความสามารถเป็นเฟสคงที่ที่มีขั้ว เส้นใยเซลลูโลสสามารถใช้แยกสารประเภทกรดอะมิโนและกรด คาร์บอกซิลิก เซลลูโลสเป็นเส้นใยที่ไม่ต้องใช้ตัวช่วยในการยึดเกาะเนื่องจากเส้นใยมีความสามารถในการยึดเกาะอยู่ แล้ว

2) แผ่นรองเฟสคงที่ (support)

เฟสคงที่ต้องเคลือบลงบนแผ่นรองที่เป็นสารที่ไม่ไวต่อการเกิดปฏิกิริยา โดยแผ่นรองเฟสคงที่ที่นิยม ได้แก่ แก้ว แผ่นพลาสติก อลูมิเนียมฟอยล์ terephthalate film และเส้นใยแก้ว

3) ตัวช่วยในการยึดเกาะ (binder)

ตัวช่วยในการยึดเกาะที่ใช้ส่วนใหญ่คือยิปซัมโดยใส่เข้าไปกับเฟสคงที่ก่อนที่จะนำไปเคลือบบนแผ่นรอง ช่วยให้เฟสคงที่ยึดติดกับแผ่นรองเฟสคงที่ได้ดีขึ้น

4) สารเติมแต่ง

สารที่ใช้เติมแต่งเช่น manganese-activated, ซิงค์ซิลิกา และซิงค์แคดเมียม สารประกอบกำมะถันที่ถูก ใส่ลงไปในเฟสคงที่เพื่อทำให้สามารถตรวจสอบสารที่ไม่มีสีได้ภายใต้แสงยูวี

ในการตรวจวัดสารบนแผ่น TLC ถ้าสารที่ทำการวิเคราะห์มีสี เราสามารถเห็นได้ในทันทีบนแผ่น TLC แต่ สารที่ไม่สามารถมองเห็นสีได้ ต้องทำการตรวจวัดภายใต้แสงอัลตร้าไวโอเลต (ultraviolet, UV) หรือทำปฏิกิริยากับ สารที่ทำให้เกิดเป็นสารที่สามารถมองเห็นได้ภายใต้แสงปกติหรือภายใต้แสง UV

#### 2.3.3 Ultrathin layer chromatography (UTLC)

UTLC เป็นการพัฒนาเทคนิค TLC ให้มีประสิทธิภาพในการแยกสูงขึ้น โดยใช้ขนาดเฟสคงที่ที่เล็กกว่าและ เคลือบบางกว่าแผ่น TLC และ HPTLC ทำให้ UTLC สามารถแยกสารได้เร็ว มี sensitivity ที่สูง และใช้สารในการ วิเคราะห์น้อย วัสดุที่ใช้เป็นเฟสคงที่ใน UTLC มีหลายประเภท ได้แก่

#### 2.3.3.1 โครงสร้างมอนอลิธ (Monolith)

โครงสร้างมอนอลิธเป็นโครงสร้างที่มีรูพรุนประกอบด้วยรูพรุนขนาดเมโซ (mesopores) และ ขนาดมาโคร (macropores) แผ่น UTLC ที่เตรียมจากมอนอลิทิกซิลิกา (monolithic silica) เช่น Louis [35] เตรียม monolithic silica ด้วยเทคนิค glancing-angle deposition (GLAD) มีความหนา 10 µm ซึ่งมีชั้นของ mesopores ขนาด 3-4 nm และ macropores ขนาด 1-2 µm ปริมาณรูพรุนที่เหมาะสมคือ 0.3 mL/g มีพื้นที่ผิว 350 m<sup>2</sup>/g มีความหนา 10 µm มอนอลิทิกซิลิกานำไปใช้แยกสารจำพวกกรดอะมิโนและสารกำจัดแมลง (pesticides) [3] นอกจากนี้ยังมีการใช้มอนอลิทิกพอลิเมอร์ (monolithic polymer) (รูปที่ 2.5) ในการเป็นเฟส คงที่ใน UTLC เช่น Barkry [6] เตรียม poly(butyl methacrylate-co-ehylene dimethacrylate) monolith โดย ปฏิกิริยา photoinitiated polymerization มีความหนา 50-200 µm ใช้แยกสารประเภทเปปไทด์ และโปรตีน โดย ใช้เวลาวิเคราะห์ 5-6 นาที ในระยะทาง 6 cm



รูปที่ 2.5 โครงสร้างมอนอลิธ [6]

#### 2.3.3.2 โครงสร้างนาโน (Nanostructure)

โครงสร้างนาโนที่สร้างโดยเทคนิค glancing angle deposition (GLAD) ได้นำมาใช้เป็นเฟส คงที่ใน UTLC จากงานวิจัยของ Jim [10] ได้เตรียมโครงสร้างนาโนฟิล์มบางของซิลิกา ดังรูปที่ 2.6 ซึ่งมีความหนา 4.6-5.3 μm ใช้ในการแยกสารที่มีการย้อมสี ใช้เวลาในการวิเคราะห์น้อยกว่า 2 นาที ด้วยระยะทาง 10 mm ในการ ใช้แยกสารนั้นแผ่น UTLC มี plate number 150-540 และมี Plate height 12-28 μm



รูปที่ 2.6 ภาพจาก SEM ของ macroporous GLAD thin film (A and B) isotropic, (C and D) anisotropic และ (E and F) blade-like [10]

#### 2.3.3.3 เส้นใยนาโนอิเล็กโทรสปัน (Electrospun nanofibers)

เทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงเป็นเทคนิคที่ง่ายต่อการผลิตเส้นใย โดยเส้นใยที่เตรียมได้ ด้วยเทคนิคนี้ สามารถควบคุมความหนาและเส้นผ่านศูนย์กลางได้จากอัตราการไหล ศักย์ไฟฟ้า ระยะห่างของฉากรับ ระยะเวลาใน การสปิน และชนิดของพอลิเมอร์ ตัวอย่างการนำเส้นใยนาโนอิเล็กโทรสปันมาใช้เป็นเฟสคงที่ใน UTLC ได้แก่ งานวิจัย ของ Lu [8] ทำการเตรียมพอลิไวนิลแอลกอฮอล์อิเล็กโทรสปันโดยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง ได้เส้นใยที่มีเส้นผ่าน ศูนย์กลางเฉลี่ย 190 nm มีความหนาแต่ละชั้นของเฟสคงที่บนแผ่น UTLC 15 µm โดยใช้ทดลองในการแยกกรดอะมิ โน โดยแผ่น UTLC จากพอลิไวนิลแอลกอฮอล์มีความสูงของเพลท 30-70 µm และงานวิจัยของ Clark [11] เตรียม เส้นใยนาโน**พอลิอะคริโลไนไตร**ล์ (PAN) ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง ได้เส้นใยที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 400 nm มีความหนาของเฟสคงที่บนแผ่น UTLC 25 µm ใช้แยกสารสเตียรอยด์ แผ่น PAN UTLC มีจำนวนเพลท 5300-29000



# บทที่ 3

#### การท<mark>ด</mark>ลอง

#### 3.1 สารเคมีและอุปกรณ์

- Poly(vinyl alcohol) (PVA, molecular weigh 72000 g/mol, ≥98% hydrolyzed) (Merck, Germany)
- 2) Glutaraldehyde (GA, 25% in aqueous solution) (Merck, Germany)
- 3) Hydrochloric acid (37%) (Merck, Germany)
- 4) Glacial acetic acid (100%) (Merck, Germany)
- 5) Ammonia solution (28%) (Merck, Germany)
- 6) n-Butanol (PANREAC, EU)
- 7) Ethyl acetate (CARLO ERBA, France)
- 8) Methanol (Merck, Germany)
- 9) Ninhydrin (Asia Pacific Specialty Chemicals, Australia)
- 10) L-Alanine (Ala, 98% TLC) (Sigma-Aldirich, USA)
- 11) L-Glutamine (Gln, 98% TLC) (Sigma-Aldirich, Brazil)
- 12) L-Methionine (Met, 98% TLC) (Sigma-Aldirich, Japan)
- 13) TLC silica gel 60  $F_{254}$  (particle sizes 5-40  $\mu$ m) (Merck, Germany)
- 14) Aluminium foil (Diamond, USA)

#### 3.2 การเตรียมสารละลาย

#### 3.2.1 สารละลายมาตรฐาน Amino acid

สารละลาย Amino acid ความเข้มข้น 3 mg/mL เตรียมโดยละลาย Amino acid 3 mg ในตัว ทำละลาย 9 mL ตามตาราง 3.1

#### ตารางที่ 3.1 ตัวทำละลายในการเตรียมสารละลายกรดอะมิโนที่ศึกษา

Amino acids	Solvent
Alanine	water : methanol (1:4 by volume)
Glutamine	1 M HCl : methanol (1:4 by volume)
Methionine	1 M HCl : methanol (1:4 by volume)

#### 3.2.2 สารละลาย Ninhydrin

สารละลาย Ninhydrin เข้มข้น 3 mg/mL เตรียมโดย ละลาย Ninhydrin 15 mg ในตัวทำละลาย ผสม n-butanol 5 mL และ acetic acid 150 µL แล้วนำไป sonicate ที่อุณหภูมิห้อง 15 นาที

#### 3.3 การเตรียมเส้นใยนาโนพอลิไวนิลแอลกอฮอล์อิเล็กโทรสปันแบบเรียงตัว

เส้นใยนาโนพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) อิเล็กโทรสปันแบบเรียงตัวถูกเตรียมด้วยวิธีของวรัญญา [17] โดยใช้สารละลาย PVA ในน้ำ 10% (w/w) เตรียมโดยชั่ง PVA 2 g ละลายในน้ำ 18 mL แล้วนำมาให้ความ ร้อน 80°C และคนสารตลอดเวลา 3 ชั่วโมง จนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นรอสารละลายเย็นที่ อุณหภูมิห้อง ใส่กลูตาราลดีไฮด์ (GA) 498 µL (GA:PVA, 90:1; mol:mol) เป็นตัวเชื่อมขวาง คนสารที่ อุณหภูมิห้อง 10 นาที จากนั้นใส่กรดไฮโดรคลอริก 0.5 M ปริมาณ 1 mL (HCI:GA, 1:5; mol:mol) เป็น ตัวเร่งปฏิกิริยา และคนสารละลายต่ออีก 5 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้องจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

เมื่อทำการเชื่อมขวางพอลิเมอร์เสร็จ นำพอลิเมอร์เหลวที่ได้มาขึ้นรูปเป็นเส้นใยนาโนพอลิไวนิล แอลกอฮอล์อิเล็กโทรสปันแบบเรียงตัวด้วยเทคนิคอิเล็กโทรปินนิง ซึ่งจัดอุปกรณ์ดังรูปที่ 3.1 โดยบรรจุ PVA ในไซริงค์ขนาด 3 mL และปลายเข็มห่างจากฉากรับเส้นใย 15 cm ใช้ Prosense B.V. syringe pump กำหนดอัตราการไหลของสารละลายที่ 7 µL/min ใช้ศักย์ไฟฟ้า 23 kV (series 230, BERTAN, Hicksville, New York, USA) ฉากรับเส้นใยแบบหมุน หมุนด้วยความเร็ว 1250 rpm หุ้มฉากรับเส้นใยด้วยอลูมิเนียม ฟอยล์ ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ที่ประมาณ 40% จากนั้นทำการอิเล็กโทรสปินนิง 5 ชั่วโมง จะได้แผ่นเส้นใย หนา 20-25 µm แล้วตัดเป็นแผ่นขนาด 2x5 cm ตามแนวเส้นใย 45, 90 และ 180 องศา วัดจากแนวขนาน กับการเรียงตัวของเส้นใย



#### 3.4 การทดสอบประสิทธิภาพในการวิเคราะห์กรดอะมิโนด้วย UTLC

สารละลายกรดอะมิโนถูกจุดลงบนแผ่นเส้นใยนาโนพอลิไวนิลแอลกอฮอล์อิเล็กโทรสปันแบบเรียงตัว 45, 90 และ 180 องศา แผ่นเส้นใยนาโนพอลิไวนิลแอลกอฮอล์อิเล็กโทรสปัน และ แผ่นซิลิกา มีภาวะในการ วิเคราะห์ดังตารางที่ 3.2 โดยทำการทดสอบในบีกเกอร์ขนาด 100 mL ปิดด้วยกระจกนาฬิกาทิ้งให้เฟส เคลื่อนที่เข้าสู่สมดุล 10 นาที ก่อนการทดลอง

เนื่องจากกรดอะมิโนไม่มีสี จึงทำการตรว<mark>จวัด</mark>กรดอะมิโนบนแผ่น UTLC โดยการทำปฏิกิริยากับ ninhydrin โดยการฉี<mark>ด Ninhydrin ลงบนแผ่น T</mark>LC แ<mark>ล้วน</mark>ำไปอบที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 4 นาที

MII INN 2.7 11 19 MIEUPRUI 19 1811 19 MUI 19 19 MUI 19 10 11 10 10						
	45-AE-PVA-	90-AE-PVA-	180-AE-PVA-	E-PVA-UTLC	Silica TLC	
	UTLC	UTLC	UTLC	1111 -3		
ขนาดของเพลท	2x5	2x5	2x5	2x5	2x5	
(cm)						
ระยะทางที่ใช้	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	
วิเคราะห์ (cm)	122 11	111 12	SAM N	111 111		
เฟสเคลื่อนที่		n-butar	ol:gacial acetic a	acid:water		
			(12:3:5 โดยปริมาต	าร)		
ปริมาณ	25	25	25	25	200	
สารละลาย		Sugara	() and and			
ตัวอย่างที่ใช้	<i>p</i> -	alconers	( Larrer V	4		
(nL)		A. J. N. J. K.	STAR DATE	S		
ปริมาณเฟส	3	3	3	3	6	
เคลื่อนที่ที่ใช้ใน						
การวิเคราะห์						
(mL)						
เวลาที่ใช้ในการ	14-16	5-6	20-30	15-16	13-14	
วิเคราะห์ (min)	1110			1/10		

ตารางที่ 3.2 ภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์กรดอะมิโนด้วย UTLC



#### 3.4.1 การเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่บนแผ่น AE-PVA UTLC

การเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่แสดงด้วย**ค่า velocitiy constant ซึ่งคำนวณจาก**สมการ ของลูคัส-วอชเบิร์น (สมการที่ 1) [4]

$$Z_{f}^{2} = \frac{\gamma Rt cos \theta}{2\eta}$$

โดย  $Z_f$ : the migration distance of mobile phase

 $\gamma$  : the surface tension

R : the effective capillary (or pore) radius

t : the corresponding time

 $\eta$  : the viscosityy of the mobile phase

 $\boldsymbol{\theta}:$  the contact angle of the mobile phase with the stationary phase

ค่า velocity constant ( $\kappa$ ) เป็นอีกพารามิเตอร์ที่ใช้อธิบายการเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่ ซึ่ง  $\kappa = \gamma R/2\eta$  ในสมการลูคัส-วอชเบิร์น ดังนั้น ความสัมพันธ์ระหว่างการเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่ ( $Z_f$ ) และ velocity constant ของเฟสเคลื่อนที่ ( $\kappa$ ) ได้ตามสมการที่ 2

$$Z_{f}^{2} = \kappa t$$
 (2)

#### 3.4.2 การแยกกรดอะมิโน

โดย

ค่า retardation factor (R<sub>f</sub>) คำนวณตามสมการที่ 3

$$R_f = \frac{Z_s}{Z_f}$$

Z₅ : ระยะทางที่สารที่ต้องการวิเคราะห์เคลื่อนที่ Z₅ : ระยะทางที่เฟสเคลื่อนที่เคลื่อนที่ (1)

(3)

ประสิทธิภาพการแยกของแผ่น TLC เปรียบเทียบจากจำนวนเพลท (N) และความสูงของเพลท (H) ซึ่งคำนวณได้ตามสมการที่ 4 และ 5

$$N = 16 \left(\frac{Z_s}{w}\right)^2 \tag{4}$$

Z<sub>s</sub> : ระยะทางที่สารที่ต้องการวิเคราะห์เคลื่อนที่ โดย W : ความกว้างของจุด  $H = \frac{L}{N}$ N : จ<mark>ำน</mark>วนแผ่น โดย H : ความสูงของแผ่น L : ความกว้างของแผ่น TLC

(5)

### บทที่ 4 ผลการทดล<mark>องและอภิปรายผลการ</mark>ทดลอง

ในงานวิจัยนี้ทำการเตรียมเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์อิเล็กโทรสปันแบบเรียงตัว (AE-PVA) ด้วยเทคนิคอิเล็กโท รสปินนิง โดยทำการเชื่อมขวาง (crosslink) พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ด้วยกลูตาราลดีไฮด์ (glutaraldehyde) ตาม ปฏิกิริยาในรูปที่ 4.1 เพื่อเพิ่มความคงทนของเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ในน้ำและตัวทำละลายที่มีขั้วเมื่อนำไปใช้ เป็นเฟสคงที่ในเทคนิค ultathin layer chromatography (UTLC)



รูปที่ 4.1 <mark>ปฏิกิริยา</mark>การเชื่อมขวาง<mark>พอลิไวนิล</mark>แอลกอฮอล์ด้วยกลูตาราลดีไฮด์

#### 4.1 การเตรียมแผ่น AE-PVA UTLC

เส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่ได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงมีความหนา 10 µm เส้นใยมีการเรียงตัวไปใน ทิศทางเดียวกัน โดยมีค่าการเรียงตัวของเส้นใย (fiber alignment) เท่ากับ 65% (รูปที่ 4.2) จากนั้น ทำการตัดแผ่น เส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์อิเล็กโทรสปันแบบเรียงตัวขนาดกว้าง 2 เซนติเมตร ยาว 5 เซนติเมตร ด้วยทิศทางของ เส้นใยที่แตกต่างกัน คือ ทำมุม 45°, 90° และ 180° กับแนวขนานกับการเรียงตัวของเส้นใย ดังรูปที่ 4.3 [17]



รูปที่ 4.2 SEM ของเส้นใยนาโนพอลิไวนิลแอลกอฮอล์อิเล็กโทรสปันแบบเรียงตัว [17]



รูปที่ 4.3 ภาพ SEM ของแผ่น UTLC ที่มีทิศทางของเส้นใยที่คาดได้จากการหมุนภาพที่ 4.2 คือ (A) เส้นใยทำมุม 45° (B) เส้นใยทำมุม 90° และ (C) เส้นใยทำมุม 180° [17]

# 4.2 การใช้ AE-PVA เป็นเฟสคงที่ในการแยกสารด้วยเทคนิค UTLC 4.2.1 อัตราการเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่

เนื่องจากเฟสเคลื่อนที่ใน UTLC เคลื่อนที่ด้วยแรงแคพิลลารี ดังนั้น อัตราการเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่ (migration of mobile phase) บน AE-PVA UTLC นำมาใช้ในการเปรียบเทียบเวลาของการวิเคราะห์ โดยใช้ ระบบวัฏภาคเคลื่อนที่ (Mobile phase) เป็นสารละลายผสม n-butanol : acetic acid : water (12:3:5 by volume) พล็อตกราฟระหว่างกำลังสองของระยะทาง (Z<sup>2</sup><sub>r</sub>) ที่สารละลายเคลื่อนที่และระยะเวลาที่ใช้ในการเคลื่อนที่ ของสารละลายในระยะทางที่เท่ากัน ดังรูปที่ 4.4 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเส้นใยในองศาต่างมีผลต่ออัตราการเคลื่อนที่ของ เฟสเคลื่อนที่เนื่องจากแรง capillary ของเส้นใย



รูปที่ 4.4 ค่าระยะการเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่บนแผ่น UTLC กำลัง 2 กับเวลา ที่เส้นใยทำมุม 45°, 90° และ 180°

ค่า velocity constants ของเฟสเคลื่อนที่ (**k**) ของแผ่น UTLC ที่ทำมุมองศาต่างๆ กันในระบบเฟสคงที่ สารละลายผสม n-butanol : acetic acid : water (12:3:5 by volume) ดังตารางที่ 4.1 ได้ว่าค่า velocity constants นั้นมีค่าต่างกันไปตามองศาของเส้นใย จากตารางที่ 4.1 จะเห็นว่าแผ่น UTLC ที่เส้นใย 90° มีอัตราเร็วใน การเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่เร็วที่สุดเนื่องจากเส้นใยมีการวางตัวไปในทางเดียวกับการเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที ทำให้แรง capillary เสริมให้มีการแพร่ที่เร็วขึ้น และเมื่อดูจากแผ่น UTLC ที่เส้นใย 180° พบว่ามีอัตราการเคลื่อนที่ ของเฟสเคลื่อนที่ช้าที่สุดเนื่องจากเส้นใยวางตัวในแนวขวางการเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่ทำให้แรง capillary ระหว่าง เส้นใยมีการดึงดูดกันในแนวนอน ซึ่งเป็นการขวางการเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่ ทำให้อัตราเร็วในการเคลื่อนที่ช้าลง แต่สามารถเคลื่อนที่ได้จากเส้นใยส่วนที่ไม่ได้อยู่ในแนวนอนเนื่องจากเส้นใยที่ได้จากการสปินมีการเรียงตัวเพียง 65% ของเส้นใยทั้งหมด ซึ่งในแผ่น UTLC ที่เส้นใย 45° ก็เช่นกันดังรูปที่ 4.5 จะเห็นว่าการเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่จะ เฉียงไปตามแนวของเส้นใย ซึ่งแสดงให้เห็นว่าแรง capillary ของเส้นใยนั้นมีผลอย่างมากในการเคลื่อนที่ของเฟส เคลื่อนที่

Z <sub>f</sub> (cm)	AE-PVA UTLC	$\mathcal{K}_{avg}(cm^2/s)$	SD	
	45°	0.0085	0.0007	
3.0	900	0.0280	0.0006	
	180°	0.0050	0.0018	

ตารางที่ 4.1 ค่า velocity constant (**k**) ของแผ่น UTLC ที่องศาต่างๆ

รูปที่ 4.5 การเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่บนแผ่น 45-AE-PVA UTLC

#### 4.4.2 ทดสอบการแยกกรดอะมิโน

การทดสอบการแยกกรดอะมิโนถูกทดสอบบนแผ่น UTLC แบบ 45-AE-PVA UTLC, 90-AE-PVA UTLC และ 180-AE-PVA UTLC เทียบกับ E-PVA UTLC และ silica TLC โดยดูการแยกของกรดอะมิโน 3 ชนิดคือ Alanine, Glutamine และ Methionine (รูปที่ 4.6) ทดสอบการใช้งานของแผ่น UTLC แบบ 45°(45-AE-PVA UTLC), 90°(90-AE-PVA UTLC) และ 180°(180-AE-PVA UTLC) ได้ผลดังรูปที่ 4.7 เมื่อทดสอบการใช้งานแผ่น 45-AE-PVA UTLC จะเห็นว่ากรดอะมิโนจะเคลื่อนที่ไปในทิศทางเดียวกันกับเส้นใยซึ่งทำให้เมื่อต้องการทดสอบสารที่ มีการเคลื่อนที่ไปได้ไกลอย่าง Methionine สารจะหลุดออกไปกองที่ของของแผ่น ดังรูปที่ 4.7(A) R<sub>f</sub> ได้ ค่า R<sub>f</sub> คำนวณได้ดังรูปที่ 4.9





รูปที่ 4.7 การวิเคราะห์กรดอะมิโนของ (A) 45-AE-PVA-UTLC, (B) 90-AE-PVA-UTLC และ (C) 180-AE-PVA-UTLC



รูปที่ 4.8 การวิเ<mark>คราะห์กรดอะมิโนของ (A) E-PVA-UTLC และ (B) silica TLC อ้างอิงจากงานของวรัญญา</mark> [17]





รูปที่ 4.9 ค่า R<sub>f</sub> ของกรดอะมิโนบนแผ่น 45-AE-PVA UTLC, 90-AE-PVA UTLC, 180-AE-PVA UTLC, E-PVA UTLC และ silica TLC

จากรูปที่ 4.9 จะเห็นว่าค่า R<sub>f</sub> ของกรดอะมิโนบนแผ่น 45-AE-PVA UTLC, 90-AE-PVA UTLC และ 180-AE-PVA UTLC สามารถใช้วิเคราะห์เทียบกับ E-PVA UTLC และ silica TLC ได้ แต่จะเห็นว่าค่า R<sub>f</sub> ของแผ่น 180-AE-PVA UTLC มีค่าค่อนข้างต่ำเนื่องจากมีการเคลื่อนที่ของกรดอะมิโนที่สั้นและข้าโดยเป็นผลมาจากแรง capillary ที่ กระทำต่อการเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่



ตารางที่ 4.2 Analysis time, Spot width, plate number (N), plate height (H) ในการวิเคราะห์กรดอะมิโนบน แผ่น 45-AE-PVA UTLC, 90-AE-PVA UTLC, 180-AE-PVA UTLC, E-PVA UTLC และ Silica TLC

Amino	Stationary	angle	Migration distance	Analysis time	Spot width (cm)	Ν	H
acid	pnase	4	(cm)	(min)	Will -		(mm)
	AE-PVA	45		15.40	0.70	13	2.32
		90		6.89	0.90	13	2.38
Ala		180	3	<mark>20.</mark> 95	0.50	9	3.49
	E-PVA[17]			1 <mark>6.2</mark> 6	0.20	160	0.19
	Silica[17]		1 I M	<mark>13.</mark> 7	0.30	114	0.26
	AE-PVA	45		<mark>14.0</mark> 6	0.80	6	4.80
		90		5.45	0.90	13	2.37
Gln		180	3	28.01	0.30	7	4.22
	E-PVA[17]	17-11		15.35	0.25	23	1.30
	Silica[19]	- 11	////A	13.75	0.25	64	0.47
	AE-PVA	45	1/1/23	16.35	0.70	47	0.64
Met		90	11/2 2	5.02	0.70	26	1.13
		180	3	30.01	0.30	44	0.68
	E-PVA[17]	1-1	11 2	15.35	0.30	113	0.26
	Silica[17]	- ()	1 2119	13.63	0.30	300	0.10



ประสิทธิภาพการแยกของแผ่น 45-AE-PVA UTLC, 90-AE-PVA UTLC และ 180-AE-PVA UTLC สามารถ ประเมินได้จากการคำนวณค่า plate number (N) และ plate height (H) ดังตารางที่ 4.2 ซึ่งจะเห็นได้ว่า ค่า plate number (N) ของแผ่น45-AE-PVA UTLC, 90-AE-PVA UTLC และ 180-AE-PVA UTLC มีค่าต่ำกว่าแผ่น E-PVA UTLC และ Silica TLC ค่อนข้างมมาก ทำให้ประสิทธิภาพในการใช้งานของแผ่น 45-AE-PVA UTLC, 90-AE-PVA UTLC และ 180-AE-PVA UTLC ต่ำกว่าแผ่น E-PVA UTLC และ Silica TLC ดูได้จากค่า plate height (H) ที่สูงกว่า ทำให้ประสิทธิภาพในการแยกสารไม่ดีนัก จากการทดสอบการแยกสารผสมพบว่าในการแยกของแผ่น 45-AE-PVA UTLC นั้นการแยกของสารผสมนั้นไม่ชัดเจนและเมื่อสารเคลื่อนที่ในระยะทางที่มากทำให้สารไปกองอยู่ตรงขอบแผ่น 45-AE-PVA UTLC และเนื่องจากการเคลื่อนที่ของเฟสคงที่บน 45-AE-PVA UTLC เอียงตามแนวเส้นใยจึงทำให้ไม่ เหมาะแก่การนำ 45-AE-PVA มาใช้เป็นเฟสคงที่ใน UTLC และเนื่องจากการทดสอบการวิเคราะห์ด้วย 180-AE-PVA UTLC พบว่าเวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์มากกว่าแผ่น UTLC และ TLC ถึง 2 เท่า ทำให้ 180-AE-PVA ไม่เหมาะแก่การ ใช้เป็นเฟสคงที่ใน UTLC เช่นกัน

## บทที่ 5 ส<mark>รุปผลการทดลอง</mark>

จากการทดลองเตรียมเส้นใยนาโนพอลีไวนิลแอลกอฮอล์อิเล็กโทรสปันแบบเรียงตัว 45°, 90° และ 180° (45-AE-PVA UTLC, 90-AE-PVA UTLC และ 180-AE-PVA UTLC) ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปันนิง เพื่อเป็นเฟสคงที่ในอัล ตราทินแลร์โครมาโทกราฟี โดยทำการเชื่อมขวางเส้นใยด้วยกลูตาราลดีไฮด์เพื่อเพิ่มความคงทนของเส้นใยในน้ำ ก่อน นำมาอิเล็กโทรสปันด้วย อัตราการไหล 7 ไมโครลิตรต่อนาที ศักย์ไฟฟ้า 23 กิโลโวลต์ ปลายเซ็มห่างจากฉากรับเส้นใย 15 เซนติเมตร และใช้ความเร็วการหมุนของฉากรับเส้นใยแบบหมุน 1250 รอบต่อนาที แล้วนำมาทดสอบ ประสิทธิภาพการแยกกรดอะมิโนเทียบกับแผ่นเส้นใยนาโนพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (E-PVA-UTLC) และ แผ่นซิลิกา TLC พบว่า ค่าคงที่ความเร็วบนแผ่น 45-AE-PVA UTLC, 90-AE-PVA UTLC และ 180-AE-PVA UTLC คือ 0.0085, 0.0280 และ 0.0050 cm<sup>2</sup>/s ตามลำดับ เทียบกับค่าคงที่ความเร็วบนแผ่น E-PVA UTLC คือ 0.0092 cm<sup>2</sup>/s สุดท้ายได้ทำการวิเคราะห์กรดอะมิโนด้วยแผ่น 45-AE-PVA UTLC, 90-AE-PVA UTLC, 90-AE-PVA UTLC และ 180-AE-PVA UTLC เทียบกับ E-PVA UTLC และ silica TLC โดยวิแคราะห์ประสิทธิภาพการแยกด้วยค่า plate number (N) และ plate height (H) พบว่าแผ่น 45-AE-PVA UTLC, 90-AE-PVA UTLC และ 180-AE-PVA UTLC ให้ประสิทธิภาพการ แยกที่ต่ำกว่า E-PVA UTLC และ silica TLC

#### เอกสารอ้างอิง

- [1] Mennickent, S.; de Diego, M.; and Vega, M.; Ultrathin-layer chromatography (UTLC). *Chromatographia*, 76(19-20),**2013**, 1233-1238.
- [2] Poole, C.F.; Chapter 6 Thin-Layer Chromatography. *in Poole, C.F. (ed.)The essence of chromatography pp*, Amsterdam Elsevier Science. **2003**, 499-567.
- [3] Patel, R.; Gopani, M.; and Patel, M.; UTLC: An advanced technique in planar chromatography. *Chromatographia*, 76(19-20), **2013**, 1225-1231.
- [4] Beilke, M.C.; Zewe, J.W.; Clark, J.E.; and Olesik, S.V. Aligned electrospun nanofibers for ultrathin layer chromatography. *Analytica Chimica Acta*, 761, **2013**, 201-208.
- [5] Spangenberg, B.; Poole, C.; and Weins, C. The stationary phase in thin-layer chromatography *Quantitative Thin-Layer Chromatography*. Springer Berlin Heidelberg, **2011**.
- [6] Bakry, R.; Bonn, G.K.; Mair, D.; and Svec, F. Monolithic porous polymer layer for the separation of peptides and proteins using thin-layer chromatography coupled with MALDI-TOF-MS. *Analytical Chemistry*, 79(2), 2007, 486-493.
- [7] Frolova, A.M.; Konovalova, O.Y.; Loginova, L.P.; Bulgakova, A.V.; and Boichenko, A.P. Thinlayer chromatographic plates with monolithic layer of silica: Production, physical-chemical characteristics, separation capabilities. *Journal of Separation Science*, 34(16-17), 2011, 2352-2361.
- [8] Lu, T.; and Olesik, S.V. Electrospun polyvinyl alcohol ultra-thin layer chromatography of amino acids. *Journal of Chromatography B*, 912, **2013**, 98-104.
- [9] Oko, A.J.; Jim, S.R.; Taschuk, M.T.; and Brett, M.J. Analyte migration in anisotropic nanostructured ultrathin-layer chromatography media. *Journal of Chromatography A*, 1218(19), 2011, 2661-2667.
- Jim, S.R.; Taschuk, M.T.; Morlock, G.E; Bezuidenhout, L.W.; Schwack, W.; and Brett, M.J.
  Engineered anisotropic microstructures for ultrathin-layer chromatography. *Analytical Chemistry*, 82(12), 2010, 5349-5356.
- [11] Clark, J.E. and Olesik, S.V. Technique for ultrathin layer chromatography using an electrospun nanofibrous stationary phase. *Analytical Chemistry*, 81(10), **2009**, 4121-4129.
- [12] Tidjarat, S; Winotapun, W; Opanasopit, P; Ngawhirunpat, T; and Rojanarata, T. Uniaxially aligned electrospun cellulose acetate nanofibers for thin layer chromatographic screening of hydroquinone and retinoic acid adulterated in cosmetics. *Journal of Chromatography A*, 1367, **2014**, 141-147.
- [13] Newsome, T.E. and Olesik, S.V. Silica-based nanofibers for electrospun ultra-thin layer chromatography. *Journal of Chromatography A*, 1364(0), **2014**, 261-270.
- [14] Lee, J. and Deng, Y. Increased mechanical properties of aligned and isotropic electrospun PVA nanofiber webs by cellulose nanowhisker reinforcement. *Macromolecular Research* 20(1), 2012, 76-83.

- [15] Newsome, T.E. and Olesik, S.V. Electrospinning silica/polyvinylpyrrolidone composite nanofibers. *Applied Polymer Science*, 131(21), **2014**, 40966.
- [16] Smith, R.M. Chapter 2 Column liquid chromatography. *Chromatography Library*, ed. Heftmann, E. Vol. Volume 69: Elsevier, 2004.
- [17] Wanranya Akhahardsri; Aligned electrospun poly(vinyl alcohol) nanofibers for ultrathin layer chromatography. Master's thesis, **2014**.
- [18] Rho, K.S., et al. Electrospinning of collagen nanofibers; Effects on the behavior of normal human keratinocytes and early-stage wound healing. *Biomaterials*, 27(8), 2006, 1452-1461.
- [19] Min, B.-M; Lee, G; Kim, S.H; Nam, Y.S; Lee, T.S; and Park, W.H. Electrospinning of silk fibroin nanofibers and its effect on the adhesion and spreading of normal human keratinocytes and fibroblasts in vitro. *Biomaterials*, 25(7–8), **2004**, 1289-1297.
- [20] Kenawy, E.-R; et al. Release of tetracycline hydrochloride from electrospun poly(ethyleneco-vinylacetate), poly(lactic acid), and a blend. *Controlled Release*, 81(1–2), **2002**, 57-64.
- [21] Tsai, P.P; Schreuder-Gibson, H; and Gibson, P. Different electrostatic methods for making electret filters. Journal of *Electrostatics*, 54(3–4), 2002, 333-341.
- [22] Ye, P; Xu, Z.-K.;Wu, J; Innocent, C; and Seta, P. Nanofibrous membranes containing reactive groups: electrospinning from poly(acrylonitrile-co-maleic acid) for lipase immobilization. *Macromolecules*, 39(3), **2006**, 1041-1045.
- [23] Wang, X; Drew, C; Lee, S.-H; Senecal, K.J; Kumar, J; and Samuelson, L.A. Electrospun nanofibrous membranes for highly sensitive optical sensors. *Nano Letters*, 2(11), 2002, 1273-1275.
- [24] Jiang, T; Carbone, E.J; Lo, K.W.H; and Laurencin, C.T. Electrospinning of polymer nanofibers for tissue regeneration. *Progress in Polymer Science*, 46(0), **2015**, 1-24.
- [25] Baji, A; Mai, Y.-W; Wong, S.-C; Abtahi, M; and Chen, P. Electrospinning of polymer nanofibers: Effects on oriented morphology, structures and tensile properties. Composites Science and Technology, 70(5), 2010, 703-718.
- [26] Baker, M.I; Walsh, S.P; Schwartz, Z; and Boyan, B.D. A review of polyvinyl alcohol and its uses in cartilage and orthopedic applications. *Biomedical Materials Research Part B Applied Biomaterials*, 100B(5), **2012**, 1451-1457.
- [27] DeMerlis, C.C. and Schoneker, D.R. Review of the oral toxicity of polyvinyl alcohol (PVA). Food and Chemical Toxicology, 41(3), **2003**, 319-326.
- [28] Chen, C.T; Chang, Y.J; Chen, M.C; and Tobolsky, A.V. Formalized poly(vinyl alcohol) membranes for reverse osmosis. *Applied Polymer Science*, 17(3), **1973**, 789-796.

- [29] S, P. and R, S. Chemically Resistant Asymmetric Membranes Made from PVA for the Separation of Organic Solvents and Phenols from Aqueous Solutions. *Synthetic Membranes: Volume II. Vol. 154: American Chemical Society*, 1981.
- [30] Kim, K.-J; Lee, S.-B; and Han, N.W. Effects of the degree of crosslinking on properties of poly(vinyl alcohol) membranes. *Polymer Journal*, 25(12), **1993**, 1295-1302.
- [31] Bolto, B; Tran, T; Hoang, M; and Xie, Z. Crosslinked poly(vinyl alcohol) membranes. Progress in Polymer Science, 34(9), 2009, 969-981.
- [32] Wang, X; Chen, X; Yoon, K; Fang, D; Hsiao, B.S; and Chu, B. High flux filtration medium based on nanofibrous substrate with hydrophilic nanocomposite coating. *Environmental Science and Technology*, 39(19), **2005**, 7684-7691.
- [33] Wang, Y; and Hsieh, Y.L. Immobilization of lipase enzyme in polyvinyl alcohol (PVA) nanofibrous membranes. Journal of *Membrane Science*, 309(1–2), **2008**, 73-81.
- [34] Hahn-Deinstrop, E. Solvent Systems, Developing Chambers and Development. Applied Thin-Layer Chromatography. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, **2007**.
- [35] Bezuidenhout L. and Brett M. Ultrathin layer chromatography on nanostructured thin films. Journal of Chromatography A, 39(1-2), **2008**, 179-185.



#### ประวัติผู้วิจัย

นางสาวบุษรินทร์ ลีเพ็ง เกิดเมื่อวันที่ 5 เดือนสิงหาคม พ.ศ. 2536 ที่จังหวัดลพบุรี สำเร็จการศึกษาชั้น มัธยมศึกษาตอนปลายจากโรงเรียนวินิตศึกษาในพระราชูปถัมภ์ฯ จังหวัดลพบุรี เมื่อปีการศึกษา 2554 เข้าศึกษาต่อใน หลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2555 ที่อยู่ที่ สามารถติดต่อได้ บ้านเลขที่ 61 หมู่ 4 ตำบลกกโก อำเภอเมืองลพบุรี จังหวัดลพบุรี 15000 อีเมล busarin.l@hotmail.com

