

**Thesis Title** Optimization of Column Efficiency in Gas Chromatography and Modern Liquid Chromatography

**Author** Ms.Sunanta Wangkarn

**M.S.** Chemistry

**Examining Committee :** Lecturer Dr.Mongkon Rayanakorn Chairman  
Assist. Prof. Dr.Yuthsak Vaneeson Member  
Lecturer Dr.Surasak Watanesk Member

ABSTRACT

In employing both gas-liquid chromatography (GLC) and modern liquid chromatography, optimum conditions for achieving the shortest analysis time consistent with the required separation were determined experimentally. Three stationary phases, namely 10% Carbowax 20M, 10% DEGS and 10% FFAP coated on Chromosorb WHF solid support were investigated in terms of column efficiency for the determination of fermentation products by GLC with a flame-ionization detection system. It was found that the minimum analysis time was obtained with the 10% Carbowax column, but the elution order for all these three columns was acetone, ethanol, butanol-1, acetic acid and butyric acid. In addition, the Kovats retention index system was applied in estimating the analysis time required by using Carbowax 20M as stationary phase. The results obtained from test runs at various column lengths and column temperatures indicated that the deviation between the experimental and estimated values did not exceed  $\pm 5\%$ . Conditions for the separation and quantitation of sugars by modern liquid chromatography were done on a "Carbohydrate Analysis" column employing a differential refractometer as detector.

The optimum mobile phases for separating a mixture of xylose, fructose, glucose, mannitol, sucrose and maltose and a mixture of four monosaccharides (xylose, fructose, glucose, mannitol) of interest in the presence of sorbitol were found to be the mixture of acetonitrile and water in the ratio of 90:10 and 95:5 (by volume), respectively, at the same flow rate of  $1.5 \text{ cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$ . Under these conditions, both separations could be achieved within 23 minutes. As for the modern liquid chromatographic work involving the use of a Radial-Pak column,  $\mu$ Bondapak  $C_{18}$  coupled with a radial compression system, an ultraviolet spectrophotometric detector was used at 264 nanometer. The optimum mobile phase was a mixture of acetonitrile and water (10:90 v/v) at flow rate  $3.0 \text{ cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$  which could be used for separating a mixture of ascorbic acid and uracil and a mixture of ascorbic acid, uracil and acetone, yielding the analysis time of 2 and 3 minutes, respectively.

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University

All rights reserved

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์

การหาสภาวะที่เหมาะสมของประสิทธิภาพของคอลัมน์ทางแก๊สโคร-  
มาโทกราฟี และโครมาโทกราฟีของเหลวแบบใหม่

ชื่อผู้เขียน

น.ส.สุนันทา วังกานต์

วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต

สาขาวิชาเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบวิทยานิพนธ์:

อ.ดร.มงคล รายนาคกร

ประธานกรรมการ

ผศ.ดร.ยุทธศักดิ์ วัฒนีสอน

กรรมการ

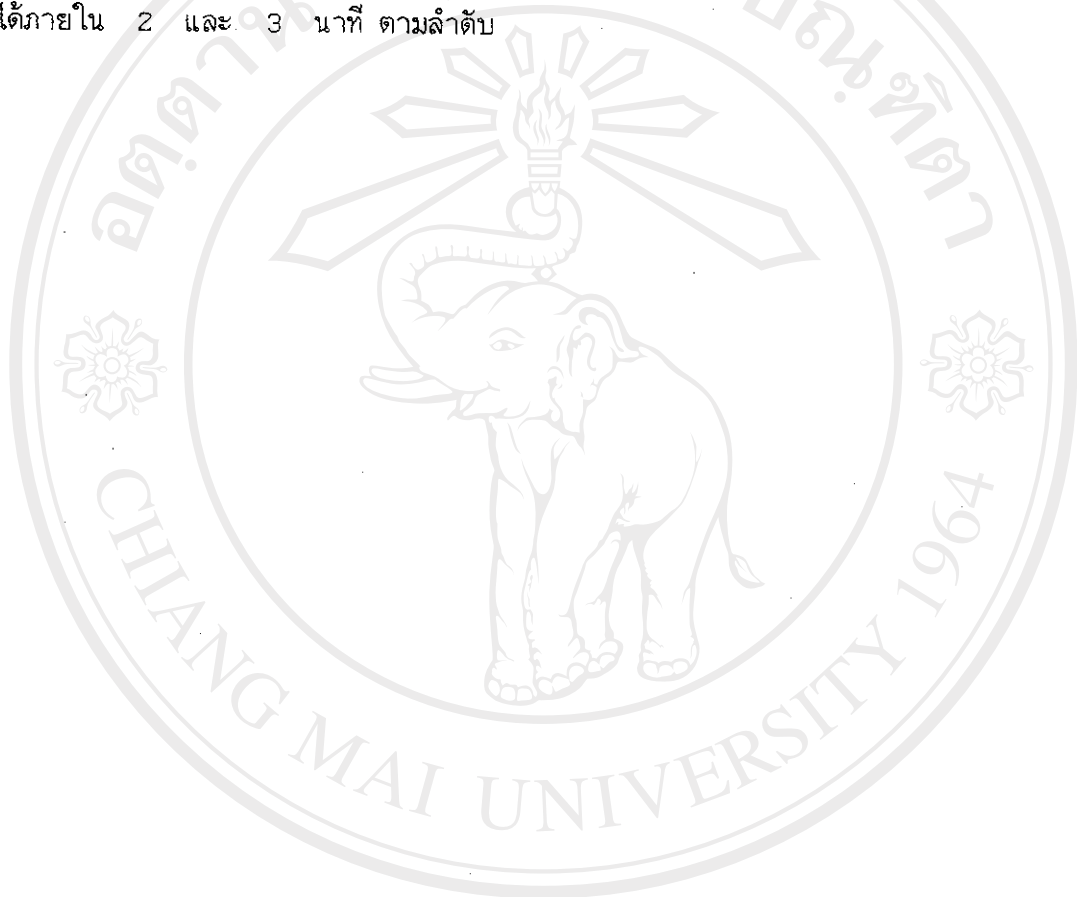
อ.ดร.สุรศักดิ์ วัฒนเนสก์

กรรมการ

### บทคัดย่อ

ในการใช้เทคนิคแก๊สลิควิดโครมาโทกราฟี (จีแอลซี) และโครมาโทกราฟีของเหลวแบบใหม่ ได้หาสภาวะที่เหมาะสมโดยมุ่งถึง เวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์ที่สั้นที่สุดที่ทำให้ได้การแยกที่ต้องการ ได้ใช้ 10% คาร์โบแว็กซ์ 20เอ็ม 10% ดีอีจีเอส และ 10% เอฟเอฟเอฟ เป็นเฟสคงที่ซึ่งเคลือบอยู่บน สารแข็งรองรับที่เป็นโครโมซอร์บ ดับเบิ้ลยูเอชพี ในการหาประสิทธิภาพของคอลัมน์สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณผลิตภัณฑ์จากการหมักโดยวิธีจีแอลซี โดยมีระบบตรวจวัดสัญญาณแบบเฟลมไอออนไนเซชัน ปรากฏว่า คอลัมน์คาร์โบแว็กซ์ 20เอ็ม ใช้เวลาในการวิเคราะห์น้อยที่สุด แต่ลำดับของสารออกจากคอลัมน์ทั้งสามเหมือนกัน คือ อะซีโตน เอทานอล บิวทานอล-1 กรดอะซีติก และกรดบิวทริก นอกจากนี้ยังได้นำระบบตรวจวัดชนิดของโคเวนต์มาประยุกต์ใช้ในการประมาณเวลาที่จำเป็นต้องใช้ในการวิเคราะห์ โดยใช้สารทดสอบดังกล่าวและใช้คาร์โบแว็กซ์ 20เอ็ม เป็นเฟสคงที่ พบว่าเวลาในการวิเคราะห์ที่ได้จากการทดลองและการประมาณ ที่ ความยาวคอลัมน์ และอุณหภูมิต่าง ๆ กัน ให้ค่าความคลาดเคลื่อนไม่เกิน  $\pm 5\%$  สำหรับวิธีโครมาโทกราฟีของเหลวแบบใหม่ สภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์หาปริมาณสารผสมที่ประกอบด้วย ไฮโลส ฟรุคโตส กลูโคส แมนนิทอล ซูโครส และมอลโตส และสารผสมที่ประกอบด้วย มอโนแซ็กคาไรด์ 4 ชนิด (ไฮโลส ฟรุคโตส กลูโคส แมนนิทอล) โดยมีซอร์บิทอลอยู่ด้วย ได้ใช้คอลัมน์ "คาร์โบไฮเดรท อะแนลลิซิส" โดยมีระบบตรวจวัดสัญญาณแบบตรวจวัดหักเห ระบบเฟสเคลื่อนที่ที่เหมาะสม คือ ส่วนผสมของอะซีโตน ไทโวลีนกับน้ำเป็น 90:10 และ 95:5 (โดยปริมาตร) ตามลำดับ ที่อัตราการเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่เท่ากันที่ 1.5 ซม<sup>3</sup>/นาที ภายใต้สภาวะดังกล่าว สามารถแยกสารผสมออกจากกันได้ภายในเวลา 23 นาที เท่ากัน ส่วนงานด้าน

โครมาโทกราฟีของเหลวแบบใหม่ ซึ่งอาศัยคอลัมน์แบบเรเดียลแพค ที่เป็นไมโครบอนดาแพคซี 18 ร่วมกับระบบเรเดียลคอมเพรสชัน ได้ใช้ระบบตรวจวัดสัญญาณแบบอูลตราไวโอเลท สเปคโตรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 264 นาโนเมตร เฟสเคลื่อนที่ที่เหมาะสม คือส่วนผสมของอะซีโตไนไตรล์กับน้ำเป็น 10:90 โดยปริมาตร ที่อัตราการเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่เป็น 3.0 ซม<sup>3</sup>/นาที พบว่าสามารถแยกสารผสมของกรดแอสคอร์บิก และยูเรซิล และสารผสมของกรดแอสคอร์บิก, ยูเรซิล และอะซีโตน ได้ภายใน 2 และ 3 นาที ตามลำดับ



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่  
Copyright© by Chiang Mai University  
All rights reserved