



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการสังเคราะห์ Retinol และ α -tocopherol-MIP และใช้เป็นตัวดูดซับจำเพาะ เพื่อ
แยก Vitamin A&E ออกจากน้ำมันปลา

โดย ดร. วชิร สีสี่ชานาญธุรกิจ

เดือนธันวาคม ปีพ.ศ. 2553 เสร็จโครงการวิจัย

บทคัดย่อ

รหัสโครงการ: MRG5180249

ชื่อโครงการ: การสังเคราะห์ Retinol และ α -tocopherol-MIP และใช้เป็นตัวดูดซับจำเพาะ เพื่อแยก Vitamin A&E ออกจากน้ำมันปาล์ม

ชื่อนักวิจัย และสถาบัน : ดร.วัชรวิทย์ สีสหัชชา นายณัฐระกิจ

สถานวิจัยผลิตภัณฑ์เสริมอาหารและอาหารเพื่อสุขภาพ

คณะอุตสาหกรรมเกษตร มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

อำเภอหาดใหญ่ จังหวัดสงขลา 90112

อีเมล: seevatcharee@yahoo.com

ระยะเวลาโครงการ: 15 พฤษภาคม 2551 – 28 กุมภาพันธ์ 2554 (3 ปี)

บทคัดย่อ:

ในระยะเวลาหลายสิบปีที่ผ่านมา ได้มีงานวิจัยเกี่ยวกับการเตรียม molecularly imprinted solid phase extraction (MISPE) เพื่อใช้เป็นตัวดูดซับ (adsorbent) และสกัดสารให้มีความเข้มข้นขึ้น (pre-concentration) ประโยชน์เพื่อใช้เป็นวัตถุดิบในการแยกสารที่สนใจออกจากสิ่งเจือปน (interference) ผู้วิจัยจึงมีความสนใจเตรียม MISPE เพื่อประยุกต์ใช้เป็นตัวดูดซับวิตามินเอหรือ retinol ที่ปะปนอยู่ในน้ำมันปาล์มทดแทนไบโอดีเซล แล้วนำผลผลิตพลอยได้วิตามินเอมาใช้ในอุตสาหกรรมอาหารและเครื่องสำอาง สารแต่งสี (food colorant) และส่วนประกอบอาหารเพื่อสุขภาพ (functional food ingredient) เป็นต้น ในงานวิจัยดังกล่าวนี้ ได้ทำการสังเคราะห์พอลิเมอร์ที่มีรอยพิมพ์ประทับ *trans*-retinol-imprinted polymer (R-MIP) ขึ้นจากปฏิกิริยา free radical copolymerization ระหว่าง *trans*-retinol (template), methacrylic acid (MAA, functional monomer), ethylene glycol dimethacrylate (EDMA, cross-linker) โดยมีตัวเร่งปฏิกิริยา (initiator) คือ 1,1'-Azobis-(cyclohexanecarbonitrile) (ABCN) ภายใต้ปฏิกิริยา photo-copolymerization คุณลักษณะของพอลิเมอร์พิมพ์ประทับที่ได้ เมื่อส่องด้วยเครื่อง scanning electron microscope (SEM) พบรูพรุนขนาดเล็กชนิด homogeneous monolith ขณะที่พอลิเมอร์ตัวควบคุม (control polymer) มีลักษณะอนุภาคเป็นกลุ่มก้อนขนาดเล็ก อยู่เป็นกระจุก มีรูพรุนแบบ mesopore ไอโซเทอมของการจับกับโมเลกุลพิมพ์ประทับ (binding isotherm) เป็นไปตามสมการของ Freundlich คุณสมบัติการบวมตัว (swelling property) ของพอลิเมอร์พิมพ์ประทับในตัวกลาง 3 ชนิด ได้แก่ คลอโรฟอร์ม อะซีโตไนไตร และเมทานอล พบว่าไม่มีความแตกต่างของการบวมตัวในตัวกลาง 3 ชนิด จากข้อมูล IR spectroscopy สรุปได้ว่าอันตรกิริยาระหว่างโมเลกุลพิมพ์ประทับ *trans*-retinol กับ MAA จับกันด้วยพันธะ

ไฮโดรเจน โดยโมเลกุล *trans-retinol* ใช้หมู่ไฮดรอกซิลเกิดพันธะไฮโดรเจนกับหมู่คาร์บอนิลของโมเลกุล MAA จากข้อมูล $^1\text{H NMR titration}$ วิเคราะห์โดยใช้ *job's plot analysis* สามารถสรุปได้ว่าปริมาณสารสัมพันธ์ (stoichiometry) ระหว่างโมเลกุลพิมพ์ประทับ *trans-retinol* กับ MAA มีอัตราส่วนโมลเท่ากับ 1:1 อุณหภูมิเป็นปัจจัยหนึ่งที่มีความสำคัญต่อการจับกันระหว่างโมเลกุลพิมพ์ประทับ *trans-retinol* กับ MAA ในตัวกลางคลอโรฟอร์มเช่นเดียวกัน จะเห็นว่าที่อุณหภูมิ 30°C พอลิเมอร์พิมพ์ประทับ มีความจำเพาะเจาะจงต่อ *trans-retinol* ได้มากที่สุด และมากกว่าพอลิเมอร์ควบคุม คือมีค่า *Imprinting factor* มากที่สุดที่อุณหภูมิ 30°C นอกจากนี้จากการศึกษา *cross-reactivity* ของพอลิเมอร์พิมพ์ประทับ พบว่าพอลิเมอร์พิมพ์ประทับยังคงมีความสามารถจับกับโมเลกุล *trans-retinol* และโมเลกุลอื่น ๆ ที่มีโครงสร้างคล้ายกับ *trans-retinol* ได้ในความสามารถแตกต่างกัน

คำหลัก : *Trans-retinol*, molecularly imprinted polymer, methacrylic acid, ethylene glycol dimethacrylate, *cross-reactivity*, $^1\text{H NMR titration}$, tocopherol, tocotrienol

Abstract

Project Code : MRG5180249

Project Title : Synthesis of Retinol and α -tocopherol-Imprinted Polymer and its Selective Extraction of Vitamin in Palm Oil Based on Molecularly Imprinted Solid Phase Extraction (MISPE)

Investigator : Dr. Vatcharee Seechamnanturakit

E-mail Address : seevatcharee@yahoo.com

Project Period : May 15, 2008 – February 28, 2011 (3 years)

Abstract:

Trans-retinol imprinted polymers (R-MIP) have been prepared by using as a sorbents for the extraction of *trans*-retinol (Vitamin A) and α -tocopherol (Vitamin E) from crude palm oil. In this study, the copolymer (MAA-EDMA) was produced via *trans*-retinol as a template and methacrylic acid (MAA) as a functional monomer. Ethylene glycol dimethacrylate (EDMA) was used as a cross-linker and 1,1'-azobis-(cyclohexane-carbonitrile) as an initiator with the 1:16:30 molar ratio of template : MAA : EDMA in chloroform media. From FTIR spectroscopic data, the interaction between hydroxyl group on *trans*-retinol, as H-donor, and carbonyl group on MAA, H-acceptor, forms hydrogen bonding. From ^1H NMR titration, the job's plot analysis was considered that *trans*-retinol interacted with MAA in a 1:1 molar ratio of the template-functional monomer complex. The batch binding study was indicated that the binding of R-MIP was reached to the equilibrium shorter than that of the control polymers (non-imprinted polymer). The SEM micrograph revealed that the R-MIP particle was a homogeneous monolith. The binding isotherm of the imprinted polymer was fitted to the Freundlich model and the binding affinity constant was provided for $0.064 \mu\text{M}^{-1}$. Cross-reactivity study was showed that the binding capability in template was highest than other structurally related substances. The number and position of substituted methyl group on chromane ring of tocol structures have affected to the molecular recognition of the imprinted polymer. However, the studies in this paper described the potential characterization of the molecular binding of *trans*-retinol-imprinted polymer.

Keywords : *Trans*-retinol, molecularly imprinted polymer, methacrylic acid, ethylene glycol dimethacrylate, cross-reactivity, ^1H NMR titration, tocopherol, tocotrienol

•