

Thesis Title Solid-Phase Extraction with Reversed-Phase High Performance Liquid Chromatography for the Analysis of Some Anionic and Nonionic Surfactants in Water Samples

Author Miss Phimpha Soisungnoen

Degree Master of Science (Chemistry)

Thesis Advisory Committee Dr. Sunanta Wangkarn Chairperson

Asst. Prof. Dr. Mongkon Rayanakorn Member

ABSTRACT

Conditions of high performance liquid chromatography (HPLC) were optimized for the separation of linear alkylbenzene sulfonates (LAS), simultaneous determination of LAS and Triton X-100 and analysis of sodium dodecyl sulfate (SDS). The effect of mobile phase composition, type and concentration of common salts, i.e. sodium chloride, sodium acetate and ammonium acetate, on resolution, analysis time, precision and accuracy of analysis were examined. The optimum condition for the separation of four LAS compounds was the mixture of 80% methanol in water containing 1 mM sodium chloride or 2 mM sodium acetate or 1.5 mM ammonium acetate at the flow rate of 1.0 ml min⁻¹ and the detection wavelength of 224 nm. In addition, the mixture of 75% methanol in water containing 2 mM ammonium acetate at the flow rate of 1.0 ml min⁻¹

and the detection wavelength of 224 nm are able to efficiently separate four LAS compounds and Triton X-100 within 11 min. The detection limits of C₁₀ LAS, C₁₁ LAS, C₁₂ LAS, C₁₃ LAS and Triton X-100 were 1.4, 7.9, 7.1, 8.4 and 28.5 ppb, respectively. The developed method offers the advantages of improvement in resolution, short analysis time and using less amount of common salt. In addition, the use of simple mobile phase containing a low amount of salt would not cause salt deposit at the entrance of mass spectrometric detector.

The method is applicable to simultaneous determination of LAS and Triton X-100 in wastewater and natural water samples. Prior to HPLC analysis, water samples were subjected to purification and preconcentration on C₁₈ solid-phase extraction (SPE) using 3 ml of methanol as eluent. C₁₁ LAS and C₁₂ LAS were found to be the major compounds present in all wastewater samples examined. In natural water samples except water sample from an irrigation canal, no LAS compounds were detected. Triton X-100 was not also detected in all samples. LAS surfactants present in these samples were also successfully confirmed using electrospray mass spectrometry.

In addition, the HPLC-UV method was developed for the analysis of SDS using mobile phase containing lidocaine. The suitable condition was the mixture of 40% methanol in water containing 5 ppm lidocaine at pH 3.4, the flow rate of 1.0 ml min⁻¹ and the detection wavelength of 230 nm. This method offers simple method and short analysis time for the screening of SDS in water samples using HPLC-UV technique.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์

การสกัดด้วยเฟสของแข็งร่วมกับลิควิด โครมาโทกราฟี

สมรรถนะสูงชนิดรีเวอร์สเฟสเพื่อการวิเคราะห์สารลด

แรงตึงผิวประจุลบและไม่มีประจุบางชนิดในตัวอย่างน้ำ

ผู้เขียน

นางสาวพิมพ์พร สร้อยสูงเนิน

ปริญญา

วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)



คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ดร. สุนันทา ว่างกานต์



ประธานกรรมการ

ผศ. ดร. มงคล ราชะนาคร

กรรมการ

บทคัดย่อ

ทำการปรับสภาพที่เหมาะสมของลิควิด โครมาโทกราฟีสมรรถนะสูง (เอชพีแอลซี)

สำหรับการแยกอัลคิลซัลโฟเนตสายโซ่ตรง (แอลเอเอส) การวิเคราะห์แอลเอเอสและไททรอนเอ็กซ์-

100 และการวิเคราะห์โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (เอสดีเอส) โดยได้ทำการตรวจสอบผลของอัตราส่วน

ของเฟสเคลื่อนที่ ชนิดและความเข้มข้นของเกลือ ได้แก่ โซเดียมคลอไรด์ โซเดียมอะซิเตต และ

แอมโมเนียมอะซิเตตต่อค่าความสามารถในการแยก เวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์ ความแม่นยำและความ

ถูกต้องของการวิเคราะห์ สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการแยกสารประกอบแอลเอเอส 4 ชนิด คือ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

การใช้สารละลายผสมของ 80 เปอร์เซ็นต์ เมทานอลในน้ำที่มี 1 มิลลิโมลาร์ โซเดียมคลอไรด์ หรือ 2 มิลลิโมลาร์ โซเดียมอะซิเตต หรือ 1.5 มิลลิโมลาร์ แอมโมเนียมอะซิเตต ที่อัตราการไหล 1.0 มิลลิลิตร ต่อนาที และตรวจวัดที่ความยาวคลื่น 224 นาโนเมตร นอกจากนี้ สารละลายผสมของ 75 เปอร์เซ็นต์ เมทานอลในน้ำที่มี 2 มิลลิโมลาร์ แอมโมเนียมอะซิเตต ที่อัตราการไหล 1.0 มิลลิลิตร ต่อ นาที และตรวจวัดที่ความยาวคลื่น 224 นาโนเมตร สามารถแยกสารประกอบแอลเอเอส 4 ชนิดและ ไททรอนเอ็กซ์-100 ได้อย่างมีประสิทธิภาพภายในเวลา 11 นาที ค่าขีดจำกัดของการตรวจวัดของ แอลเอเอสที่มีจำนวนคาร์บอนในสายโซ่ 10, 11, 12, 13 อะตอม และไททรอนเอ็กซ์-100 มีค่าเป็น 1.4, 7.9, 7.1, 8.4 และ 28.5 พีพีบี ตามลำดับ ข้อดีของวิธีที่ได้พัฒนาขึ้นนี้คือ ค่าความสามารถในการ แยกดีขึ้น ใช้เวลาในการวิเคราะห์น้อยและใช้เกลื่อนในปริมาณน้อย ซึ่งการใช้เฟสเคลื่อนที่ที่มีเกลือเป็นส่วนผสมน้อยนั้นจะไม่ทำให้เกิดการสะสมของเกลือตรงตำแหน่งทางเข้าของหัวตรวจวัดสัญญาณชนิด แมสสเปกโตรเมทรี

มีการนำวิธีที่ได้มาประยุกต์ในการวิเคราะห์หาปริมาณแอลเอเอสและไททรอนเอ็กซ์-100 ในตัวอย่างน้ำเสียและน้ำธรรมชาติ ซึ่งก่อนจะทำการวิเคราะห์ด้วยเอชพีแอลซี ได้ทำการกำจัดสิ่งรบกวนและเพิ่มความเข้มข้นของสาร โดยการนำตัวอย่างไปสกัดด้วยเฟสของแข็ง (เอสพีอี) ชนิดซี 18

โดยใช้เมทานอล 3 มิลลิลิตร เป็นตัวชะ ในการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำเสีย พบว่ามีแอลเอเอสที่มีจำนวน คาร์บอนในสายโซ่ 11 และ 12 อะตอม เป็นสารประกอบหลัก ส่วนในตัวอย่างน้ำธรรมชาติ ยกเว้น ตัวอย่างน้ำจากคลองชลประทาน ตรวจไม่พบสารประกอบแอลเอเอสเลย และไททรอนเอ็กซ์-100 ก็ตรวจไม่พบเลยในทุกๆตัวอย่าง อีกทั้งยังได้ยืนยันผลที่พบสารลดแรงตึงผิวกลุ่มแอลเอเอสในตัวอย่าง น้ำเหล่านี้โดยการใช้อิเล็กโตรสเปรย์แมสสเปกโตรเมทรี

นอกจากนี้ ได้ทำการพัฒนาวิธีเอชพีแอลซี – ยูวี สำหรับการวิเคราะห์เอสดีเอสโดยใช้เฟสเคลื่อนที่ที่มีลิโดเคนเป็นส่วนประกอบ พบว่า สภาวะที่เหมาะสม คือ การใช้สารละลายผสมของ 40 เปอร์เซ็นต์ เมทานอลในน้ำที่มีลิโดเคน 5 พีพีเอ็ม ที่พีเอช 3.4 อัตราการไหล 1.0 มิลลิลิตรต่อนาที และตรวจวัดที่ความยาวคลื่น 230 นาโนเมตร ซึ่งวิธีที่ได้นี้เป็นวิธีที่ง่ายและใช้เวลาน้อยในการตรวจหาเอสดีเอสเบื้องต้นในตัวอย่างไม่ด้วยเทคนิคเอชพีแอลซี - ยูวี



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved