| | |
|---|---|
| Thesis Title | High Performance Liquid Chromatographic Determination of 2,4-Dichlorophenoxyacetic Acid in Water After Solid Phase Extraction |
| Author | Mr. Sittichai Wirojanupatump |
| M.S. | Chemistry |
| Examining Committee | Dr. Mongkon Rayanakorn Chairman |
| | Dr. Surasak Watanesk Member |
| | Asst. Prof. Dr.Yuthsak Vaneesorn Member |

**Abstract**

The optimum conditions for extraction of 2,4-dichlorophenoxyacetic acid (2,4-D) in water using octadecyl solid phase extraction column (C-18 SPE column) and quantification by reversed-phase high performance liquid chromatography (RP-HPLC) with UV-VIS detector were investigated. The optimum RP-HPLC conditions for 2,4-D analysis were found to be the following: mixture of methanol / 0.01% aqueous hydrochloric acid (60/40) as mobile phase at the flow rate of 1.0 ml/min and the detector wavelength at 230 nm. Detection limit and limit of determination were found to be 0.02 μg/ml and 0.08 μg/ml, respectively.

The optimum conditions for extraction of 2,4-D in water were obtained by using a C-18 SPE column with a 500 mg amount of the C-18 sorbent for 200 ml of water sample volume. After the percolation of the sample, the SPE column was washed with 20 ml each of 10 % and 20 % methanol in 0.8 % aqueous hydrochloric acid and then the analyte was eluted with methanol. From the first 0.5 ml fraction of the eluate, 20 μl aliquot was injected onto the μBondapak™ C-18 HPLC column.

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

The results of the study of the effective parameters for extraction efficiency indicated that the sample matrix could affect the loading capacity and efficiency of the re-used C-18 SPE column. For distilled water and tap water, a C-18 SPE column could be used efficiently up to six times but the same type of SPE column could be used up to three times only with relatively lower percentages of efficiency when the matrix was river water. For the investigation of the effect of storage time and storage treatment on percent recovery of stored 2,4-D, river water media spiked with 2,4-D were stored under different conditions including storage in a bottle at 4°C, storage in a SPE column at 4°C, storage at room temperature without exposure to light and storage in a SPE column at room temperature up to 6 weeks. Best results were obtained with water kept in dark bottles at 4°C.

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

**ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์** การหาปริมาณ 2,4 -ไดคลอโรฟีนอกซีอะซิติกแอซิด ในน้ำ โดยวิธีโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงภายหลังการสกัดด้วยเฟสของแข็ง

**ชื่อผู้เขียน** นายสิทธิชัย วิโรจนุปถัมภ์

**วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต** สาขาวิชาเคมี

**คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์** : ดร. มงคล รายะนาคร ประธานกรรมการ
ดร. สุรศักดิ์ วัฒเนสก์ กรรมการ
ผศ. ดร. ยุทธศักดิ์ วณีสอน กรรมการ

## บทคัดย่อ

ได้ทำการหาภาวะที่เหมาะสมของการสกัด 2,4-ไดคลอโรฟีนอกซีอะซีติก แอซิด (2,4-ดี)ในน้ำโดยใช้คอลัมน์สำหรับการสกัดด้วยเฟสของแข็ง (ซี-18 เอสพีอี คอลัมน์) ที่มีออกตะเดคิลเป็นสารดูดซับ และวิเคราะห์ปริมาณด้วยโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงแบบกลับเฟส ที่มีระบบตรวจวัดสัญญาณแบบอัลตราไวโอเลต พบว่าภาวะที่เหมาะสมของระบบโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงแบบกลับเฟส สำหรับวิเคราะห์ 2,4-ดี คือ การใช้เมธานอลผสมกับสารละลายกรดไฮโดรคลอริกในน้ำเข้มข้น 0.01% ในอัตราส่วน 60 ต่อ 40 โดยปริมาตร เป็นเฟสเคลื่อนที่ ด้วยอัตราการไหล 1.0 มิลลิลิตรต่อนาที ที่ความยาวคลื่นของระบบตรวจวัดสัญญาณ 230 นาโนเมตร ขีดต่ำสุดของปริมาณที่จะตรวจวัดได้ และขีดจำกัดของการหาปริมาณ มีค่าเป็น 0.02 และ 0.08 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ตามลำดับ

ภาวะการสกัดที่เหมาะสมสำหรับ 2,4-ดี ในน้ำคือการใช้คอลัมน์ ซี-18 เอสพีอี ที่บรรจุคาร์บอน-18 ปริมาณ 500 มิลลิกรัม สำหรับน้ำตัวอย่าง 200 มิลลิลิตร ภายหลังการผ่านน้ำตัวอย่างไปบนคอลัมน์แล้ว ล้างคอลัมน์ด้วยสารละลาย 10% และ 20% เมธานอล จาก 0.5 มิลลิลิตรของอีลูเอทแรกที่เก็บได้ ฉีดปริมาตร 20 ไมโครลิตร เข้าคอลัมน์ไมโครบอนดาแพ็คของระบบโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ผลการศึกษา พารามิเตอร์ที่มีผลต่อประสิทธิภาพของการสกัด พบว่าเมทริกซ์ของน้ำตัวอย่างมีผลต่อความจุสาร และประสิทธิภาพในการใช้ซ้ำของคอลัมน์ ซี-18 เอสพีอี โดยพบว่าสำหรับในน้ำกลั่นและน้ำประปา สามารถใช้คอลัมน์ ซี-18 เอสพีอีซ้ำ ในการสกัดได้ถึง 6 ครั้ง ในขณะที่น้ำจากแม่น้ำ ใช้ซ้ำได้เพียง 3 ครั้งและให้ค่าร้อยละของการกลับคืนต่ำกว่าน้ำตัวอย่างอื่นๆ

สำหรับการศึกษาผลของวิธีการเก็บ และระยะเวลาในการเก็บ ที่มีต่อค่าร้อยละของการกลับคืนของ 2,4-ดี โดยการเก็บ 2,4-ดี ที่เติมลงในตัวกลางที่เป็นน้ำจากแม่น้ำ ภายใต้ภาวะต่างๆกันอันได้แก่ การเก็บไว้ในขวด ที่อุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส, เก็บไว้ในคอลัมน์เอสพีอี ที่อุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส, เก็บไว้ในคอลัมน์เอสพีอี ที่อุณหภูมิห้องโดยปราศจากแสง และเก็บไว้ในคอลัมน์เอสพีอี ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 6 สัปดาห์ ผลการทดลองที่ดีที่สุดได้จากน้ำที่เก็บไว้ในขวดสีทึบ ที่อุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved