

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การหาปริมาณเพนตاكลอโรฟินอลในผลิตภัณฑ์หนังสัตว์โดยใช้เทคนิคการสกัดแบบเร่งด้วยตัวทำละลายและโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง		
ชื่อผู้เขียน	นางสาวปริญญา มาสวัสดิ์		
วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต	สาขาวิชาเคมี	ประยุกต์	กระบวนการ
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ :	ผศ.ดร.สายสุนีย์ เหลี่ยวเรืองรัตน์	ประธานกรรมการ	กรรมการ
	ผศ.ดร.ยุทธศักดิ์ วนิษฐอน		
	รศ.ดร.บุญสม เหลี่ยวเรืองรัตน์	กรรมการ	

บทคัดย่อ

ได้พัฒนาวิธีโครมาโทกราฟีของเหลว 2 วิธีสำหรับการหาปริมาณเพนตاكลอโรฟินอล (พีซีพี) ในผลิตภัณฑ์หนังสัตว์ คือ โครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (เอชพีเอลซี) และ ไอออนโครมาโทกราฟี (ไอซี) ทำการสกัดพีซีพีออกจากตัวอย่าง โดยใช้เทคนิคการสกัดแบบซอกเลทและเทคนิคการสกัดแบบเร่งด้วยตัวทำละลาย (เออเอตี) ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการแยกพีซีพีออกจากตัวอย่างคือเทคนิคการสกัดแบบเออเอตี การใช้สารละลายผสมของเมทานอล (80 เปอร์เซ็นต์) และแอนโนเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 40 มิลลิโนลาร์เป็นสารละลายสำหรับสกัด อุณหภูมิสำหรับสกัดเป็น 80 องศาเซลเซียสที่ความดัน 1500 ปอนด์ต่อตารางนิวตัน ได้ศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการหาปริมาณของพีซีพีในสารละลายตัวอย่าง โดยวิธีโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงแบบกลับเฟส พบว่า พีซีพีในสารละลายตัวอย่างสามารถแยกและหาปริมาณได้โดยใช้ค่าลัมมน์ชนิด SYMMETRY® C₁₈ ซึ่งใช้สารละลายผสมของอะซีโตไนโตรลและกรดฟอฟอริกเข้มข้น 0.04 เปอร์เซ็นต์ (80:20) เป็นเฟสเคลื่อนที่ด้วยอัตราการไหล 1.0 มิลลิลิตรต่อนาทีที่ความยาวคลื่นของระบบตรวจสัญญาณ 254 นาโนเมตร จีดีจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์และปริมาณต่ำสุดที่สามารถจะวิเคราะห์ได้มีค่าเป็น 0.05 และ 0.07 ในโครกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ และได้ศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับ

การหาปริมาณพีซีพีในสารละลายน้ำอ่อนโกรนาโทกราฟใช้ ten-port valves เพื่อกำจัดแม่ทริกซ์ โดยใช้สารละลายน้ำเดี่ยมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.2 มอลาร์ สำหรับกำจัดแอนไออกอนอื่น ๆ ยกเว้นพีซีพีในรูปที่เป็นแอนไออกอนและใช้สารละลายน้ำเดี่ยมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 25 มิลลิโมลาร์กับอะซีโตไนโตรล 55 เปอร์เซ็นต์เป็นเฟสเคลื่อนที่ด้วยอัตราการไหล 1.0 มิลลิลิตรต่อนาที ที่ความยาวคลื่นของระบบตรวจวัดสัญญาณ 254 นาโนเมตร จีดีจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์และปริมาณต่ำสุดที่สามารถจะวิเคราะห์ได้มีค่าเป็น 0.01 และ 0.04 ในโกรกรัมต่อกรัม ตามลำดับ ได้ประยุกต์วิธีโกรนาโทกราฟของเหลวทั้ง 2 วิธินี้เพื่อหาปริมาณพีซีพีในตัวอย่างผลิตภัณฑ์หนังสัตว์ หลังจากสกัดโดยใช้เทคนิคการสกัดแบบชอกเลทและเออสี พบร่วมกับที่ได้สอดคล้องกัน

**Determination of Pentachlorophenol in Leather Products by
Accelerated Solvent Extraction and High Performance
Liquid Chromatography**

Author Miss Prinya Masawat

M.S. Chemistry

Examining Committee : Assistant. Prof. Dr. Saisunee Liawruangrath

Chairman

Assistant. Prof. Dr. Yuthsak Vaneesorn

Member

Associate Prof. Dr. Boonsom Liawruangrath

Member

Abstract

Two liquid chromatographic methods have been developed for the determination of pentachlorophenol (PCP) in leather products: high performance liquid chromatography (HPLC) and ion chromatography (IC). PCP in the samples was extracted using Soxhlet and accelerated solvent extraction (ASE) methods under optimum conditions. The optimum conditions for the isolation of PCP from the sample matrix were a mixture of methanol (80%) and 40 mM of ammonium hydroxide at a temperature of 80°C and pressure of 1500 psi. Optimum conditions for the determination of PCP in the sample extracts by reversed phase HPLC were investigated. PCP in the sample solutions could be separated and determined on a SYMMETRY[®] C₁₈ column using a mixture of acetonitrile and 0.04% phosphoric acid (80:20) as mobile phase at a flow rate of 1.0 ml/min with ultraviolet detection at 254 nm. The detection limit and the limit of determination were found to be 0.05 and 0.07 µg/g PCP respectively. With respect to the ion chromatography (IC) method, optimum conditions for the determination were again studied. A ten-port valve was used to allow matrix elimination. A 0.2 M sodium hydroxide solution was used to eliminate other anions except pentachlorophenolate ions from the enrichment column using a mixture of

25 mM sodium hydroxide and 55% acetonitrile as mobile phase at a flow rate of 1.0 ml/min with ultraviolet detection at 254 nm. The detection limit and the limit of determination were 0.01 and 0.04 µg/g PCP respectively. Both methods were applied to the determination of PCP in leather product samples after extraction using Soxhlet and ASE methods. The results obtained were in agreement.