

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์

การแยก และการหาปริมาณ สารลดแรงตึงผิวประจุบวก

บางชนิดในน้ำเสียโดยการสกัดด้วยเฟสของแข็งตามด้วย

ลิควิดโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโทรเมตรี

ผู้เขียน

นางสาวเสาวรัตน์ ทับใจ

ปริญญา

วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต (เคมี)

คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ดร.อุไร เต็งเจริญกุล

ประธานกรรมการ

ดร.สมพร จันทระ

กรรมการ

บทคัดย่อ

การหาสภาวะที่เหมาะสมของแมสสเปกโทรมิเตอร์สำหรับการจำแนกสารลดแรงตึงผิวประจุบวกห้าชนิดประกอบด้วย โดเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ เบนซาลโคเนียมคลอไรด์ โดมิเฟนโบรไมด์ ซีทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ และ เฮกซะเดซิลพิริดีเนียมโบรไมด์ โดยเทคนิคโพลินเจกชันแมสสเปกโทรมิเตอร์ซึ่งมีอิเล็กโตรสเปรย์ไอออนในเซชันเป็นตัวกลาง ได้มีการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมของตัวแปรต่างๆของแมสสเปกโทรมิเตอร์ได้แก่ ความต่างศักย์ไฟ

ฟ้าที่แฟรกเมนเตอร์ อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน ความดันที่เนบิวไลเซอร์ อุณหภูมิของแก๊สไนโตรเจน และความต่างศักย์ไฟฟ้าที่แคปิลลารี ภายใต้อิทธิพลของสนามไฟฟ้าที่เป็นบวก ส่วนการแยกโดยทางโครมาโทกราฟีได้ใช้คอลัมน์ C_{18} ในการวิเคราะห์โดยมีเฟสเคลื่อนที่เป็นสารผสมของอะซิโตนไนโตรล กับ 10 มิลลิโมลาร์ แอมโมเนียมฟอर्मेट ในอัตราส่วนปริมาตร 70 ต่อ 30 (pH 3.5)

และอัตราการไหล 0.5 มิลลิลิตรต่อนาที พบว่าสามารถแยกสารลดแรงตึงผิวประจุบวกที่สนใจได้ภายในเวลา 20 นาที และผลจากแมสสเปกตรัมสามารถยืนยันการแยกของสารลดแรงตึงผิวประจุ

บวกแต่ละตัวได้ ซีดต่ำสุดของการตรวจวัดสารลดแรงตึงผิวประจุบวกเหล่านี้ทั้งหมดอยู่ในช่วง 0.02 ถึง 0.12 มิลลิกรัมต่อลิตร

ในการศึกษาสภาวะการสกัดสารลดแรงตึงผิวประจุบวกที่เหมาะสมโดยการสกัดด้วยเฟสของแข็ง โดยใช้สารดูดซับเป็น C_{18} และ SCX ในการสกัด พบว่า C_{18} เป็นสารดูดซับที่เหมาะสมสำหรับการสกัด โดยคอลัมน์เฟสของแข็งจะถูกปรับสภาวะก่อนทำการผ่านสารละลายผสมของสารละลายมาตรฐานลงไป ซึ่งสารลดแรงตึงผิวประจุบวกที่สนใจจะถูกชะด้วยสารละลายผสมของเมทานอลและเอทิลอะซิเตท ในอัตราส่วนปริมาตร 1 ต่อ 1 ที่มี 0.01 เปอร์เซ็นต์ ของแอมโมเนียมคลอไรด์ จากนั้นสารถูกชะออกมาจะถูกระเหยจนเกือบแห้งและนำมาละลายใน 1 มิลลิลิตร ของเมทานอล สารละลายที่ได้ 10 ไมโครลิตร จะถูกวิเคราะห์โดยเทคนิคคลิควิดโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมตรี ประสิทธิภาพการสกัดโดยเฟสของแข็งมีค่าร้อยละการคืนกลับอยู่ในช่วง 58 ถึง 107 เปอร์เซ็นต์ ด้วยค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ในช่วง 3 ถึง 4 เปอร์เซ็นต์

ได้นำสภาวะที่เหมาะสมของการสกัดมาประยุกต์กับน้ำตัวอย่างจริงสำหรับการวิเคราะห์สารลดแรงตึงผิวประจุบวกที่สนใจ ได้ทำการเติมสารละลายมาตรฐานในน้ำตัวอย่างจริงและหาค่าร้อยละการคืนกลับพบว่าอยู่ในช่วง 66 ถึง 117 เปอร์เซ็นต์ สารลดแรงตึงผิวประจุบวกที่ตรวจวัดได้ในน้ำ

ตัวอย่างจริงคือ เบนซาลโคเนียมคลอไรด์ (C_{12}) เบนซาลโคเนียมคลอไรด์ (C_{14}) และ โดมิเฟนโบรไมด์ ในช่วงความเข้มข้น ไม่สามารถตรวจวัดได้ ถึง 0.33 ถึง 0.19 ถึง 0.60 และ 0.36 ถึง 0.76

มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

Thesis Title	Separation and Determination of Some Cationic Surfactants in Wastewater by Solid-Phase Extraction Followed by Liquid Chromatography-Mass Spectrometry	
Author	Miss Saovarat Tubjai	
Degree	Master of Science (Chemistry)	
Thesis Advisory Committee	Dr.Urai Tengjaroenkul	Chairperson
	Dr.Somporn Chantara	Member

ABSTRACT

The optimum MS conditions for identification of five cationic surfactants including dodecyltrimethylammonium bromide (DTAB), benzalkonium chloride (BAC), domiphen bromide, cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) and hexadecylpyridinium bromide (HPB) were performed using a flow injection analysis-mass spectrometer (FIA-MS) by electrospray ionization (ESI) as interface. The optimum MS parameters were obtained from a study of fragmentor voltage, drying gas flow rate, nebulizer pressure, drying gas temperature and capillary voltage under positive ion mode. The chromatographic separation was performed using C₁₈ column and mobile phase consisting of acetonitrile and 10 mM ammonium formate (70/30 v/v) at pH 3.5 and a flow rate of 0.5 mL/min. It was found that this condition was appropriate for separation of selected cationic surfactants within 20 minutes. Mass spectrum confirmed the separation of each cationic surfactant. Limits of detection of those cationic surfactants were in a range of 0.02-0.12 mg/L.

The optimum conditions of solid phase extraction (SPE) for the determination of selected cationic surfactants in real water samples were obtained. The C₁₈ and SCX (Strong Cation Exchange) were used as sorbent for the extraction of mixed standards. It was found that the C₁₈ SPE was a suitable sorbent for the analysis of those cationic surfactants. The SPE column was firstly conditioned and then loaded with mixed standard solution. The interesting cationic surfactants were eluted with a mixture of methanol-ethyl acetate in a volume ratio of 1:1 (0.01% NH₄Cl). Furthermore, the eluate was evaporated to nearly dryness and then dissolved in 1.0 mL methanol. An aliquot of 10 µL was subjected to LC-ESI-MS. SPE extraction efficiencies obtained for the determination of those cationic surfactants were in a range of 58-107% with 3-4% RSD.

The optimal SPE conditions were applied to real water samples for the determination of selected cationic surfactants. By spiking standards in real water samples, the percent recoveries were obtained in a range of 66-117%. The detected cationic surfactants were BAC (C₁₂), BAC (C₁₄) and domiphen bromide, of which those concentrations were in a range of ND-0.33, 0.19-0.60 and 0.36-0.76 mg/L, respectively.