

**Thesis Title** Separation and Determination of Some Cationic Surfactants  
in Wastewater by High Performance Liquid Chromatography

**Author** Miss Lalida Srivichai

**Degree** Master of Science (Chemistry)

**Thesis Advisory Committee** Lecturer Dr. Somporn Chantara Chairperson

Lecturer Dr. Urai Tengjaroenkul Member

### ABSTRACT

Conditions of high performance liquid chromatography (HPLC) have been optimized for the analysis of cationic surfactants, benzalkonium chloride, domiphen bromide and cetylpyridinium bromide. The three cationic surfactants were separated by a reverse-phase C<sub>18</sub> column (150x4.60 mm and 5 μm particle diameters) equipped with HPLC-UV. Mobile phase composition, its pH, amount of salt added and flow rate as well as detection wavelength for separations of those three cationic surfactants were optimized. It was found that an optimum ratio of mobile phase was 70% acetonitrile and 30% of 10 mM ammonium formate (pH 3.5), while the flow rate was 1 mL/min and the detection wavelength was 262 nm.

Detection limit of the HPLC-UV for analysis of benzalkonium chloride homologues (C<sub>12</sub> and C<sub>14</sub>), domiphen bromide and cetylpyridinium bromide were 0.18, 0.09, 0.09 and 0.19 ppm, respectively. Separation profile of those cationic surfactants

has been done by collecting 0.5 mL eluent fractions from C<sub>18</sub> sorbent packed in a cartridge. The eluent was 3 mL of 1% CaCl<sub>2</sub> in methanol. Recoveries of those cationic surfactants have been calculated from known amount of spiked mixed standard solution in 100 mL distilled water. The values were in a range of 76-96%.

Three water samples were collected from industrial wastewater, household wastewater and natural water. They were extracted by C<sub>18</sub> solid phase extraction (SPE) following with HPLC-UV analysis. Benzalkonium chloride (C<sub>12</sub>), benzalkonium chloride (C<sub>14</sub>), domiphen bromide and cetylpyridinium bromide were found in a range of ND-0.21, ND-0.041, ND-0.069 and ND-0.054, respectively. Analyte peaks found in the chromatogram of water samples have been confirmed by LC-MS based on their t<sub>R</sub> and m/z values.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์

การแยกและการหาปริมาณสารลดแรงตึงผิวประจุบวก

บางชนิดในน้ำเสียโดยลิวิดโครมาโทกราฟีสมรรถนะสูง

ผู้เขียน

นางสาวลลิตา ศรีวิชัย

ปริญญา

วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)

คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

อาจารย์ ดร. สมพร จันทระ

ประธานกรรมการ

อาจารย์ ดร. อุไร เตังเจริญกุล

กรรมการ

บทคัดย่อ

ทำการปรับสภาพที่เหมาะสมของลิวิดโครมาโทกราฟีสมรรถนะสูงในการวิเคราะห์

สารลดแรงตึงผิวประจุบวก คือ เบนซาลโคเนียมคลอไรด์ โดมิฟีนโบรไมด์ และซีทริลไพริดีนียม

โบรไมด์ สารลดแรงตึงผิวทั้ง 3 ชนิดถูกแยกด้วยคอลัมน์คาร์บอน 18 ที่มีความยาว 150 มิลลิเมตร

เส้นผ่านศูนย์กลาง 4.60 มิลลิเมตร และเส้นผ่านศูนย์กลางอนุภาคของคาร์บอน 5 ไมโครเมตร ของ

เครื่องลิวิดโครมาโทกราฟีสมรรถนะสูงที่มีตัวตรวจวัดเป็นยูวี โดยทำการปรับสภาพอัตราส่วน

เฟสเคลื่อนที่ พีเอสของเฟสเคลื่อนที่ ปริมาณเกลือ อัตราการไหลและความยาวคลื่นในการตรวจวัด

พบว่าอัตราส่วนเฟสเคลื่อนที่ที่เหมาะสมคือ 70 เปอร์เซ็นต์ของอะซิโตนไตริล และ 30

เปอร์เซ็นต์ของ 10 มิลลิโมลาร์ แอมโมเนียมฟอर्मेट (พีเอช 3.5) ที่อัตราการไหล 1 มิลลิลิตรต่อ

นาที ตรวจวัดที่ความยาวคลื่น 262 นาโนเมตร

จีดจำกัดของการตรวจวัดของเครื่อง HPLC-UV ที่ใช้ในการวิเคราะห์ไฮโมลอกของเบนซาลโคเนียมคลอไรด์ ( $C_{12}$  และ  $C_{14}$ ) โดมิฟีนโบรไมด์ และซิทริลไพริดีเนียมโบรไมด์ คือ 0.18, 0.09, 0.09 และ 0.19 พีพีเอ็ม ตามลำดับ ทำการศึกษารูปแบบการแยกของสารลดแรงตึงผิวประจุบวกทั้ง 3 ชนิดจากการเก็บตัวอย่างแพรคชันละ 0.5 มิลลิลิตร จากคาร์ทีริดจ์ที่มีตัวดูดซับเป็นคาร์บอน 18 โดยใช้ตัวชะเป็น 1 เปอร์เซ็นต์แคลเซียมคลอไรด์ในเมทานอลปริมาตร 3 มิลลิลิตร การหำร้อยละการกลับคืนของสารลดแรงตึงผิวประจุบวกได้จากการคำนวณปริมาณสารมาตรฐานลงในน้ำกลั่นปริมาณ 100 มิลลิลิตร โดยพบว่าร้อยละการกลับคืนอยู่ในช่วง 76 ถึง 96

ทำการเก็บน้ำตัวอย่างจากน้ำทิ้งของโรงงานอุตสาหกรรม ที่อยู่อาศัย และ แหล่งน้ำธรรมชาติ นำมาทำการสกัดด้วยเฟสของแข็ง ทำการตรวจวัดด้วยลิควิดโครมาโทกราฟีสมรรถนะสูงที่มีตัวตรวจวัดเป็นยูวี พบเบนซาลโคเนียมคลอไรด์ ( $C_{12}$ ) เบนซาลโคเนียมคลอไรด์ ( $C_{14}$ ) โดมิฟีนโบรไมด์ และซิทริลไพริดีเนียมโบรไมด์ ในช่วงความเข้มข้น ND-0.21, ND-0.041, ND-0.069 และ ND-0.054 ตามลำดับ โดยมีการยืนยันผลด้วยลิควิดโครมาโทกราฟีแมสสเปกโตรเมตรีซึ่งพบว่าพีคของสารลดแรงตึงผิวที่ได้จากโครมาโทแกรมจากตัวอย่างน้ำมีความสัมพันธ์กับสารมาตรฐานโดยใช้ค่าเวลาที่สารนั้นออกจากคอลัมน์และค่ามวลต่อประจุ