

Thesis Title	Simultaneous Determination of Some Phenols in Water Samples by High Performance Liquid Chromatography After Sample Pretreatment Using Solid Phase Extraction		
Author	Mr. Amorn Chaivasat		
M.S.	Chemistry		
Examining Committee	Asst. Prof. Dr. Mongkon	Rayanakorn	Chairman
	Asst. Prof. Dr. Surasak	Watanesk	Member
	Assoc. Prof. Dr. Kate	Grudpan	Member

Abstract

The optimum conditions for extraction of ten phenols in water samples using octadecyl solid phase extraction column and quantification by reversed-phase high performance liquid chromatography (RP-HPLC) with UV-VIS detector were investigated. The optimum RP-HPLC conditions for the analysis of ten phenols obtained from the simplex method, achieving the shortest analysis time consistent with the required separation, were determined experimentally, and found to include the following: mixture of 30 mM ammonium acetate pH 4.5: acetonitrile : methanol (50.3: 39.0: 10.7 v/v) as mobile phase at the flow rate of 0.7 ml/min and the detector wavelength at 288 nm. Analysis time of ten phenols was well within 18 minutes. Limits of detection based on direct injection of standard phenols onto the HPLC column were found to be in the range 0.044-0.077 mg/L.

The optimum conditions for extraction of ten phenols in water were obtained by using a C₁₈ SPE column with a 500 mg amount of the C₁₈ sorbent for 80 and 400 mL of surface water and bottled drinking water, respectively. These samples contained 20% sodium chloride (w/v) and were adjusted to pH 2.1 with phosphoric acid. After the column conditioning with sequential addition of 8 mL acetonitrile , 8 mL methanol and 8

mL 0.01M phosphoric acid followed by the percolation of the sample, the SPE column was washed with 8 mL 0.01M phosphoric acid and then the analyte was eluted with 2 mL of acetonitrile : methanol (80 : 20). The eluate was mixed with 2 mL 30 mM ammonium acetate (pH 4.5) and 100 μ L aliquot was injected onto the symmetry C₁₈ HPLC column.

In using the optimum conditions of this method for spiked distilled water, recoveries greater than 80% were obtained with seven phenols: 4,6-dinitro-2-methylphenol (4,6-DN-2-MP), 2-nitrophenol (2-NP), 2,4-dimethylphenol (2,4-DMP), 4-chloro-3-methylphenol (4-C-3-MP), 2,4-dichlorophenol (2,4- DCP), 2,4,6-trichlorophenol (2,4,6-TCP) and pentachlorophenol (PCP). For spiked water samples, six phenols with recoveries greater than 80% include 4,6-DN-2-MP, 2,4-DMP, 4-C-3-MP, 2,4- DCP, 2,4,6-TCP and PCP. 2-NP, 2,4-DMP, 4-C-3-MP, 2,4-DCP, 2,4,6-TCP and PCP compounds gave good recoveries in water samples from three sources (Mae Ngud, Mae Ping and Huay Hong Krai) while the Mae Kuang and bottled drinking water sample gave good recoveries for most of the phenols with an exception of 2-NP (< 80% recovery).

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การหาปริมาณสารกลุ่มฟีนอลบางตัวพร้อมกันในตัวอย่างน้ำ โดยเทคนิคโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงหลังจาก เตรียมตัวอย่างโดยวิธีการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง		
ชื่อผู้เขียน	นายอมร	ไชยสัตย์	
วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต	สาขาวิชาเคมี		
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	ผศ.ดร.มงคล	رایชนะนคร	ประธานกรรมการ
	ผศ.ดร.สุรศักดิ์	วัฒนเนสก์	กรรมการ
	รศ. ดร. เกตุ	กรุดพันธ์	กรรมการ

บทคัดย่อ

สภาวะที่เหมาะสมของการสกัดสารฟีนอล 10 สาร ในตัวอย่างน้ำโดยใช้คอลัมน์สำหรับการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง ที่มีตัวดูดซับชนิดออกตะเดคซิล และวิเคราะห์ปริมาณด้วยโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงแบบกลับเฟส ที่มีระบบตรวจวัดสัญญาณแบบอัลตราไวโอเลต สภาวะที่เหมาะสมของโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงแบบกลับเฟสที่ได้รับการใช้วิธีซิมเพล็กซ์ที่มุ่งถึงเวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์ที่สั้นที่สุดที่ทำให้ได้การแยกที่ต้องการสำหรับสารฟีนอลทั้ง 10 สาร พบว่าการใช้สารผสมของ 30 มิลลิโมลาร์ แอมโมเนียมอะซิเตต (พี-เอช 4.5) อะซิโคโนไทรล์และเมทานอล ในอัตราส่วน 50.3 ต่อ 39.0 ต่อ 10.7 โดยปริมาตร เป็น วัฏภาคเคลื่อนที่ ด้วยอัตราการไหล 0.7 มิลลิลิตรต่อนาที ที่ความยาวคลื่นของระบบตรวจวัดสัญญาณ 288 นาโนเมตร ในขณะที่ให้เวลาในการวิเคราะห์สารฟีนอลทั้ง 10 สารภายในเวลา 18 นาที ซึ่งจำกัดของการหาปริมาณของสารฟีนอล 10 สารที่ได้ฉีดสารฟีนอลมาตรฐานเข้าสู่คอลัมน์โครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง โดยตรงพบว่าอยู่ในช่วง 0.044-0.077 มิลลิกรัมต่อลิตร

สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสกัดสารฟีนอล 10 สาร ในน้ำคือ การใช้คอลัมน์ ซี18 เอสพีอี ที่บรรจุตัวดูดซับ คาร์บอน 18 ปริมาณ 500 มิลลิกรัม สำหรับ 80 และ 400 มิลลิลิตร ของตัวอย่างน้ำผิวดินและน้ำดื่มบรรจุขวดตามลำดับ ซึ่งตัวอย่างเหล่านี้มีเกลืออยู่ร้อยละ 20 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร และถูกปรับพีเอชให้มีค่า 2.1 หลังจากปรับสภาวะคอลัมน์ด้วย 8 มิลลิลิตรของอะซิโคโนไทรล์ 8 มิลลิลิตรของเมทานอล และ 8 มิลลิลิตรของ 0.01 โมลาร์ กรดฟอสฟอริก

ตามลำดับแล้ว สารตัวอย่างจะถูกผ่านเข้าไป จากนั้นล้างด้วย 8 มิลลิลิตรของ 0.01 โมลาร์ กรดฟอสฟอริก สารที่วิเคราะห์ถูกพาออกจากคอลัมน์ด้วย 2 มิลลิลิตรของอะซิโตนในโทรล์ต่อเมธานอล (80 ต่อ 20) แล้วถูกผสมด้วย 2 มิลลิลิตร 30 มิลลิโมลาร์ แอมโมเนียมอะซิเตท (พีเอช 4.5) ฉีดสารที่ได้ปริมาตร 100 ไมโครลิตรเข้าคอลัมน์ ซิมเมทรี ซี 18 ของระบบ โครมาโทกราฟีของเหลว สมรรถนะสูง

เมื่อใช้สภาวะที่เหมาะสมของวิธีนี้พบว่าในน้ำกลั่น มีสารฟีนอลอยู่ 7 สาร ที่ให้ร้อยละการกลับคืนมากกว่า 80 คือ 4,6-ไดไนโตร-2-เมธิลฟีนอล (4,6-ดีเอ็น-2-เอ็มพี), 2-ไนโตรฟีนอล (2-เอ็นพี), 2,4-ไดเมธิลฟีนอล (2,4-ดีเอ็มพี), 4-คลอโร-3-เมธิลฟีนอล (4-ซี-3-เอ็มพี), 2,4-ไดคลอโรฟีนอล (2,4-ดีซีพี), 2,4,6-เตตระคลอโรฟีนอล (2,4,6-ทีซีพี) และเพนตะคลอโรฟีนอล (พีซีพี) สำหรับตัวอย่างน้ำมีสารฟีนอลอยู่ 6 สารที่ให้ร้อยละการกลับคืนมากกว่า 80 คือ 4,6-ดีเอ็น-2-เอ็มพี, 2,4-ดีเอ็มพี, 4-ซี-3-เอ็มพี, 2,4-ดีซีพี, 2,4,6-ทีซีพี และพีซีพี สำหรับสาร 4,6-ดีเอ็น-2-เอ็มพี, 2,4-ดีเอ็มพี, 4-ซี-3-เอ็มพี, 2,4-ดีซีพี, 2,4,6-ทีซีพี และพีซีพี ให้ร้อยละการกลับคืนมาสูงในตัวอย่างน้ำ 3 แหล่ง (แม่จัด แม่ปิงและห้วยฮ่องไคร้) ในขณะที่ตัวอย่างน้ำจากแหล่งแม่กวงและน้ำดื่มบรรจุขวด ให้ร้อยละการกลับคืนมาของสารฟีนอลส่วนใหญ่สูงคล้ายๆกันยกเว้น 2-เอ็นพี (น้อยกว่าร้อยละ 80 การกลับคืน)