

## บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ ศึกษาความเป็นไปได้ในการประยุกต์ใช้การ์ดคอลลัมน์ซี 18 มาทดแทน คอลลัมน์วิเคราะห์ที่นิยมใช้ทั่วไปร่วมกับวิธีไมเซลล์ลาริลควิดโครมาโทกราฟีสำหรับการแยกและ วิเคราะห์เมทิลพาราเบน เอทิลพาราเบน โพรพิลพาราเบน และบิวทิลพาราเบน จากการศึกษา พฤติกรรมทางโครมาโทกราฟีเพื่อปรับปรุงประสิทธิภาพของคอลลัมน์นี้พบว่า ส่วนกลับของคาปาซิตี แพลกเตอร์ของพาราเบนแต่ละชนิดมีความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงกับความเข้มข้นของไมเซลล์ สภาวะที่เหมาะสมของวิธีวิเคราะห์โดยใช้วิธีซีเอ็มเฟล็กซ์ออฟฟิไมเซชันคือ สารละลายโซเดียมโดเดซิล ซัลเฟตที่ความเข้มข้น 0.046 โมลต่อลิตร เป็นเฟสเคลื่อนที่ ที่อัตราการไหล 0.612 มิลลิลิตรต่อนาที และตรวจวัดที่ 254 นาโนเมตร ได้กราฟมาตรฐานในช่วงความเข้มข้นของพาราเบนแต่ละชนิด 1-100 ไมโครโมลต่อลิตร ค่าสัมประสิทธิ์ความเป็นเส้นตรงมากกว่า 0.9990 และความเข้มข้นต่ำสุดที่ วิเคราะห์ได้ 0.04-0.10 ไมโครโมลต่อลิตร ร้อยละของการกลับคืนของวิธีการสกัดมีค่า 92.4-109.2 วิธีนี้ได้นำไปประยุกต์ใช้ในการหาปริมาณสารกลุ่มพาราเบนในเครื่องสำอางทางการค้าและ เครื่องสำอางชุมชนของไทย วิธีนี้แสดงให้เห็นว่าไม่เพียงแต่เป็นวิธีวิเคราะห์แบบสะอาด ยังเป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพและมีราคาไม่แพงอีกด้วย

ในส่วนที่สองของงานวิจัยนี้ เกี่ยวข้องกับการพัฒนาวิธีลิดควิดโครมาโทกราฟี แมสสเปกโตรเมตรี (แอลซี-เอ็มเอส/เอ็มเอส) สำหรับการวิเคราะห์เปอร์คลอเรตในตัวอย่างสิ่งแวดล้อม วิธีนี้อยู่บนพื้นฐานของวิธีไอออนอินเตอร์แอคชัน (ไอออนแพร์) โครมาโทกราฟี โดยใช้แคทไอออนิก ไอออนแพร์ริงรีเอเจนต์ คือ เฮกซะเมทโทเนียม โบรไมด์ ในการฟอร์มบนคอลลัมน์ซี 18 ในการแยก เปอร์คลอเรต ใช้เมทานอลและเฮกซะเมทโทเนียม โบรไมด์ที่ความเข้มข้น 10 ไมโครโมลต่อลิตร ที่อัตราส่วน 10 ต่อ 90 เป็นเฟสเคลื่อนที่ ที่อัตราการไหล 0.40 มิลลิลิตรต่อนาที และปริมาตรสาร ตัวอย่าง 100 ไมโครลิตร ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมพบว่า เปอร์คลอเรตมีความเป็นเส้นตรง ในช่วงความเข้มข้น 4-1000 ไมโครกรัมต่อลิตร สัมประสิทธิ์ความเป็นเส้นตรงมีค่า 0.99 98 และความเข้มข้นต่ำสุดที่วิเคราะห์ได้ 2 ไมโครกรัมต่อลิตร ซึ่งเพียงพอกับข้อกำหนดของหน่วยงาน สิ่งแวดล้อมแห่งสหรัฐอเมริกา (วิธีอีพีเอ 314.1 และ 331.0) สำหรับการศึกษาสารบวกรบบพบว่า คลอไรด์ ไนเตรต ไนไตรต์ คาร์บอเนต โบรไมด์ ไฮโอเดต และไฮโอไดด์ ที่ความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร จะไม่รบกวนการวิเคราะห์ในตัวอย่างสิ่งแวดล้อม ส่วนฟอสเฟตและซัลเฟตจะรบกวนการวิเคราะห์ที่ความเข้มข้น 0.5 และ 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ วิธีการยืนยันนี้พบว่า มีประสิทธิภาพในการนำไปประยุกต์ใช้ในการหาปริมาณเปอร์คลอเรตในตัวอย่างน้ำและดิน

### Abstract

In this work, the possibility in application of guard column C18 replacement conventional analytical column was investigated incorporating to micellar liquid chromatography (MLC) for separation and determination of methyl paraben, ethyl paraben, propyl paraben and butyl paraben. The chromatographic behavior was studied to prove the performance of this column and it was found that the reciprocal value of capacity factors of each parabens were linear to micellar concentration. The optimum conditions, by simplex optimization, were 0.046 mol L<sup>-1</sup> sodium dodecyl sulfate with a flow rate of 0.612 mL min<sup>-1</sup> and detection at 254 nm. The calibration curves of each paraben were linear in the range of 1-100 µmol L<sup>-1</sup> with  $R^2 > 0.9990$  and detection limits were 0.04-0.10 µmol L<sup>-1</sup>. The percentage recoveries of extraction step were in the range of 92.4-109.2 %. This proposed method was applied for determination of parabens in commercial cosmetics and Thai community cosmetics. This method illustrated that it is not only a greener analytical method but also an effective and inexpensive method.

The second part of this work involves the development of liquid chromatography mass spectrometry (LC-MS/MS) for determination of perchlorate in environmental samples. The method was based on ion interaction (ion pair) chromatography with cationic ion-pairing reagent, hexamethonium bromide, which was formed on C18 column. The separation of perchlorate was carried out using methanol and 10 µmol L<sup>-1</sup> hexamethonium bromide (10 : 90) as mobile phase with a flow rate of 0.40 mL min<sup>-1</sup> at 100 µL injection volume. Under the optimal conditions, the linearity range of perchlorate was 4-1000 µg L<sup>-1</sup> with correlation coefficient ( $R^2$ ) at 0.9998. The detection limit was found to be 2 µg L<sup>-1</sup> and was within U.S. EPA requirements (EPA method 314.1 and 331.0). For interferences study, chloride, nitrate, nitrite, carbonate, bromide, iodate and iodide at concentration of 50 mg L<sup>-1</sup> were not interfered perchlorate analysis in environmental samples. The tolerant limits of phosphate and sulphate were 0.5 and 100 mg L<sup>-1</sup>, respectively. This confirmatory method can be effectively applied to the quantitation of perchlorate in water and soil samples.