

**Thesis Title** Optimization of High Performance Liquid Chromatography-Mass Spectrometry for the Analysis of Some Anionic Surfactants in Water

**Author** Mr. Charoen Phichai

**Degree** Master of Science (Chemistry)

**Thesis Advisory Committee**

Asst. Prof. Dr. Mongkon Rayanakorn

Chairperson

Dr. Sunanta Wangkarn

Member

**Abstract**

Optimization of high performance liquid chromatography-mass spectrometry for determination of anionic linear alkyl benzene sulfonates (LAS) and sodium lauryl ether sulfates (SLES) was investigated. The optimal conditions for electrospray ionization for both surfactants were capillary exit 150 volt, capillary voltage 4000 volt, nebulizer pressure 60 psi, drying gas flow rate 12 L/min and drying gas temperature 350°C. Sufficiently well shaped peaks and reasonable analysis time were obtained using a mobile phase containing methanol/5.0 mM ammonium acetate 70:30

(v/v) mixture at a flow rate of 0.5 mL/min. Detection limits within the range 1.2-4.2 ng/mL for LAS homologues and 1.5-3.6 ng/mL for SLES oligomers were obtained. The precision of LC-MS analysis expressed in terms of relative standard deviation was found in the range 1.5-2.0% for LAS homologues and 2.5-8.5% for SLES oligomers.

The extraction of both surfactants by solid-phase extraction (SPE) procedure was obtained with 1.5 mL of 80% MeOH in water. A good recovery was obtained by extraction with C<sub>18</sub> SPE cartridge only. Percent recoveries were found in the range 82-108 for LAS homologues and 78-106 for SLES oligomers. The optimized methods were used for the analysis of both surfactants in five water samples collected from various sites in Chiang Mai District, Chiang Mai Province, and these surfactants were found in all samples. The concentrations were found in the range 2-51 ng/mL for LAS homologues and 2-6 ng/mL for SLES oligomers in natural water samples while higher concentrations were found in the range 34-1590 ng/mL for LAS homologues and 4-3559 ng/mL for SLES oligomers in wastewater samples.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์                      การหาสภาวะที่เหมาะสมของลิกวิดโครมาโทกราฟีสมรรถนะสูง-  
แมสสเปกโตรเมตรีเพื่อการวิเคราะห์สารลดแรงตึงผิวประจุลบ

บางชนิดในน้ำ

ผู้เขียน

นายเจริญ พิชัย

ปริญญา

วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต (เคมี)

คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. มงคล ราชะนาคร

ประธานกรรมการ

ดร. สุนันทา ว่างกานต์

กรรมการ

บทคัดย่อ

ได้ทำการหาสภาวะที่เหมาะสมของ ลิกวิดโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมตรี(แอลซี-เอ็ม

เอส) สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณสารลดแรงตึงผิวประจุลบ ลิเนียร์อัลคิลเบนซินซัลโฟเนต (แอลเอ

เอส) และโซเดียมลอรีลอีเทอร์ซัลเฟต (เอสแอลอีเอส) สภาวะเหมาะสมที่ได้ ประกอบด้วย

ศักย์ไฟฟ้าปลายทางของแคพิลลารี 150 โวลต์ ศักย์ไฟฟ้าของแคพิลลารี 4000 โวลต์ ความดันของ

เนบิวไลเซอร์ 60 พีเอสไอ อัตราการไหลของแก๊สที่ช่วยให้แห้ง 12 ลิตรต่อนาที และอุณหภูมิของ

แก๊สที่ช่วยให้แห้ง 350 องศาเซลเซียส การใช้เฟสเคลื่อนที่เป็นสารละลายผสมของเมทานอลและ

5 มิลลิโมลาร์แอมโมเนียมอะซิเตต อัตราส่วน 70:30 โดยปริมาตร ที่อัตราการไหล 0.5 มิลลิลิตรต่อ

นาที่ ทำให้ได้พืชที่มีรูปลักษณะดีและใช้เวลาในการวิเคราะห์ที่เหมาะสม ค่าต่ำสุดที่วิเคราะห์ได้อยู่ในช่วง 1.2-4.2 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร สำหรับแอลเอเอสไฮโมลอก และ 1.5-3.6 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร สำหรับเอสแอลอีเอสโอลิโกเมอร์ ความเที่ยงของการวิเคราะห์โดยแอลซี-เอ็มเอส แสดงในรูปของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์อยู่ในช่วง 1.5-2.0% สำหรับแอลเอเอสไฮโมลอก และ 2.5-8.5% สำหรับ เอสแอลอีเอสโอลิโกเมอร์

การสกัดสารลดแรงตึงผิวทั้งสองชนิดด้วยวิธีสกัดด้วยของแข็ง (เอสพีอี) โดยใช้ 1.5 มิลลิลิตร 80% เมทานอลในน้ำเป็นตัวชะ ได้ร้อยละการกลับคืนที่ดีเมื่อใช้เฟสของแข็งชนิดซี-18 เอสพีอีคาร์ทริดจ์ ให้ร้อยละการกลับคืน อยู่ในช่วง 82-108 สำหรับแอลเอเอสไฮโมลอก และ 78-106 สำหรับเอสแอลเอเอสโอลิโกเมอร์ ได้นำวิธีวิเคราะห์ที่มีการปรับได้เหมาะสมแล้วนี้ไปใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำ ซึ่งเก็บตัวอย่างจากจุดต่างๆในเขตอำเภอเมือง จังหวัดเชียงใหม่ จำนวน 5 ตัวอย่าง และตรวจพบสารลดแรงตึงผิวทั้งสองชนิดในตัวอย่างน้ำทุกตัวอย่าง ปริมาณที่ตรวจพบอยู่ในระดับ 2-51 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร สำหรับแอลเอเอสไฮโมลอก และ 2-6 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตรสำหรับเอสแอลอีเอสโอลิโกเมอร์ในตัวอย่างน้ำจากแหล่งน้ำธรรมชาติ ในขณะที่ตัวอย่างที่เป็นน้ำทิ้ง ตรวจพบในปริมาณความเข้มข้นที่สูงกว่า เป็น 34-1590 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร สำหรับแอลเอเอสไฮโมลอก และ 4-3559 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร สำหรับเอสแอลอีเอสโอลิโกเมอร์