

ข้อมูลข่าวสารของกรมวิทยาศาสตร์บริการ
ตาม พ.ร.บ. ข้อมูลข่าวสารของราชการ พ.ศ. 2540

๖๗
กม
๓๒ 32

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมิน
เพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 8 ว

ของ

นางสาวจันทร์เพ็ญ ใจธีรภาพกุล
นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

การพัฒนาวิธีวิเคราะห์หาชนิดและปริมาณสารลดแรงตึงผิวประเภทแอน
ไอออนิกที่มีโครงสร้างแบบกิ่งและแบบเส้นตรงโดยเทคนิค HPLC

ผู้ร่วมดำเนินงาน
นางยุภรณ์ มิตเลอร์
นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

กลุ่มงานอินทรีย์เคมีวิเคราะห์
กองเคมี
กรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทคัดย่อ

การพัฒนาวิธีวิเคราะห์หาชนิดและปริมาณสารลดแรงตึงผิวประเภทแอนไอออนิกที่มีโครงสร้างแบบกิ่งและแบบเส้นตรงในผลิตภัณฑ์ผงซักฟอกแทนการวิเคราะห์การย่อยสลายทางชีวภาพตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม มอก.78-2528 : ผงซักฟอก¹ ซึ่งเป็นมาตรฐานบังคับเพื่อควบคุมการใช้สารลดแรงตึงผิวที่มีโครงสร้างแบบกิ่งด้วยเทคนิคเครื่องมือพิเศษต่างๆ ได้แก่ อินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (infrared spectrophotometer) นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ (nuclear magnetic resonance) แก๊สโครมาโตกราฟี (gas chromatography) ไฮเพอร์ฟอร์มแมนติควิดโครมาโตกราฟี (high performance liquid chromatography) และแมสสเปกโตรมิเตอร์ (mass spectrometer) พบว่าเทคนิคส่วนใหญ่จะมีขั้นตอนในการเตรียมยุ่งยาก แต่การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคไฮเพอร์ฟอร์มแมนติควิดโครมาโตกราฟี เป็นวิธีการที่ง่ายและเหมาะสมที่สุด สามารถประหยัดเวลาในการวิเคราะห์ได้ถึง 20 วัน ประหยัดแรงงานของบุคลากรทุกขั้นตอนของการวิเคราะห์ มีความปลอดภัยในการวิเคราะห์มากขึ้นเนื่องจากใช้สารเคมีที่เป็นอันตรายน้อยลง

เทคนิคดังกล่าวประกอบด้วย คอลัมน์ Lichrospher RP-18 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4.5 มม. ยาว 330 มม. ตัวทำละลายเคลื่อนที่ (mobile phase) คือ สารละลายของเกลือโซเดียมเปอร์คลอเรต (NaClO_4) ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ ในตัวทำละลายผสมอะซิโตนไนโตรและน้ำอัตราส่วน 45 : 55 ทำการทดลองที่อุณหภูมิห้อง ความเร็วของการเคลื่อนที่ของตัวทำละลายเคลื่อนที่ 1.0 ลบ.ซม./ นาที ดีเทคเตอร์ที่ใช้คือ ยูวีไดโอดอะเรย์ (UV diode array) ที่ความยาวคลื่น 224 นาโนเมตร ความเข้มข้นของสารที่ใช้ 0.4 กรัม/ลิตร ปริมาณสารที่ฉีด 20 ไมโครลิตร

| |
|--------------------|
| เลขหมู่ |
| เลขทะเบียน 11267 |
| วันที่ 9 / 12 / 46 |

สารบัญรูป

| |
|------------|
| ด้วยอธิบดี |
| จาก |
| กษัตริย์ |
| หรือ |
| |

รูปที่

หน้า

| | |
|--|----|
| 1. IR Spectrum ของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน LAS | 39 |
| 2. IR Spectrum ของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน ABS | 40 |
| 3. IR Spectrum ของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน Marlon A | 41 |
| 4. IR Spectrum ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก แฟ้บ | 42 |
| 5. IR Spectrum ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก บริส | 43 |
| 6. IR Spectrum ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก เปา | 44 |
| 7. one-pulse experiment with ^1H decoupling NMR (400 MHz, CDCl_3) spectrum ของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน ABS | 45 |
| 8. one-pulse experiment with ^1H decoupling NMR (400 MHz, CDCl_3) spectrum ของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน Marlon A | 46 |
| 9. one-pulse experiment with ^1H decoupling NMR (400 MHz, CDCl_3) spectrum ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก แฟ้บ | 47 |
| 10. dept 135 NMR (400 MHz, CDCl_3) spectrum ของสารลดแรงตึงผิว มาตรฐาน LAS | 48 |
| 11. dept 135 NMR (400 MHz, CDCl_3) spectrum ของสารลดแรงตึงผิว มาตรฐาน ABS | 49 |
| 12. dept 135 NMR (400 MHz, CDCl_3) spectrum ของสารลดแรงตึงผิว มาตรฐาน Marlon A | 50 |
| 13. dept 135 NMR (400 MHz, CDCl_3) spectrum ของสารลดแรงตึงผิวในตัว อย่างผงซักฟอก แฟ้บ | 51 |
| 14. โครมาโตแกรม (GC) ของ desulfonated LAS | 52 |
| 15. โครมาโตแกรม (GC) ของ desulfonated Marlon A | 53 |

| <u>รูปที่</u> | <u>หน้า</u> |
|--|-------------|
| 16. โครมาโตแกรม (GC) ของ LAB (จากบริษัทไลอ้อน ประเทศไทย) | 54 |
| 17. โครมาโตแกรม (GC) ของ desulfonated ABS | 55 |
| 18. โครมาโตแกรม (GC) ของ desulfonated LAS จากเอกสารอ้างอิง 16 (บน) และเอกสารอ้างอิง 11 (ล่าง) | 56 |
| 19. desulfonation apparatus | 57 |
| 20. โครมาโตแกรม (GC-MS) ของ desulfonated LAS ABS และ Marlon A | 58 |
| 21. แมสสเปกตรัมของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน Marlon A | 59 |
| 22. แมสสเปกตรัมของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน Marlon A (ต่อ) | 60 |
| 23. แมสสเปกตรัมของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน ABS | 61 |
| 24. แมสสเปกตรัมของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน ABS (ต่อ) | 62 |
| 25. โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน LAS, ABS & Marlon A โดยวิธี Multicomponent analysis | 63 |
| 26. ตัวอย่างข้อมูล ของ Multicomponent analysis ของ unknown sample | 64 |
| 27. โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน LAS & ABS จาก เอกสารอ้างอิง | 65 |
| 28. โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน LAS, ABS & Marlon A | 66 |
| 29. โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก UB 133 และผสมกับ ABS | 67 |
| 30. โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก UA 239 และผสมกับ ABS | 68 |
| 31. โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก TY 725 และผสมกับ ABS | 69 |

สารบัญตาราง

| <u>ตารางที่</u> | <u>หน้า</u> |
|--|-------------|
| 1. ผลการวิเคราะห์สารลดแรงตึงผิวด้วยเทคนิค FT-IR | 25 |
| 2. ผลการวิเคราะห์สารลดแรงตึงผิวด้วยเทคนิค FT-NMR | 26 |
| 3. ผลการวิเคราะห์สารลดแรงตึงผิวด้วยเทคนิค GC | 27 |
| 4. ผลการวิเคราะห์สารลดแรงตึงผิวด้วยเทคนิค GC-MS | 28 |
| 5. ผลการวิเคราะห์สารลดแรงตึงผิวด้วยเทคนิค HPLC | 30 |
| 6. ผลการวิเคราะห์การย่อยสลายทางชีวภาพ (biodegradability) ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก | 35 |
| 7. ข้อมูลผลการวิเคราะห์การย่อยสลายทางชีวภาพ (biodegradability) ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอกของกลุ่มงานอินทรีย์เคมีวิเคราะห์ | 37 |

สารบัญ

| | <u>หน้า</u> |
|---------------------------------------|-------------|
| บทคัดย่อ | i |
| สารบัญ | ii |
| สารบัญตาราง | iii |
| สารบัญรูป | iv-vi |
| บทที่ 1 บทนำ | 1 |
| 1.1 ปัญหาและที่มาของการทดลอง | 1 |
| 1.2 วารสารปริทัศน์ | 4 |
| 1.3 วัตถุประสงค์ | 7 |
| 1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ | 7 |
| 1.5 ระยะเวลาดำเนินการ | 7 |
| บทที่ 2 วัสดุ อุปกรณ์และวิธีดำเนินการ | 8 |
| 2.1 ตัวอย่าง | 8 |
| 2.2 วัสดุ อุปกรณ์ | 8 |
| 2.3 สารเคมี | 9 |
| 2.4 วิธีดำเนินการ | 11 |
| บทที่ 3 ผลการวิเคราะห์ | 17 |
| บทที่ 4 วิจารณ์ผล | 19 |
| บทที่ 5 สรุปผลและข้อเสนอแนะ | 21 |
| คำขอขอบคุณ | 22 |
| เอกสารอ้างอิง | 23 |
| ภาคผนวก | |
| ตาราง | 25-38 |
| รูปภาพ | 39-76 |

| <u>รูปที่</u> | <u>หน้า</u> |
|---|-------------|
| 32. โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก TY 465 และผสมกับ ABS | 70 |
| 33. โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก TW 21 และผสมกับ ABS | 71 |
| 34. โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก TP 62 และผสมกับ ABS | 72 |
| 35. โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก TM 612 และผสมกับ ABS | 73 |
| 36. โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก TB 873 และผสมกับ ABS | 74 |
| 37. โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวใน Marlon A และผสมกับ ABS | 75 |
| 38. โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวใน TY 465 และผสมกับ ABS (ครั้งที่ 2) | 76 |

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ปัญหาและที่มาของการทดลอง

สารลดแรงตึงผิวเป็นองค์ประกอบที่สำคัญในการทำความสะอาด ซึ่งเกี่ยวข้องในชีวิตประจำวันของเราอย่างมาก ผลิตภัณฑ์สำหรับอุปโภคต่างๆ เช่น ผงซักฟอก น้ำยาล้างจาน น้ำยาซักล้าง สบู่ ยาสีฟัน น้ำยาทำความสะอาดเครื่องสุขภัณฑ์ ฯลฯ ล้วนแต่ประกอบด้วยสารลดแรงตึงผิวทั้งสิ้น สารลดแรงตึงผิวเป็นสารเคมีที่ละลายในน้ำและจะแสดงสมบัติที่ช่วยลดแรงตึงผิวของน้ำ ช่วยให้สิ่งสกปรกเปียกน้ำได้ง่ายและหลุดจากที่ขีดยเกาะ เช่น เสื้อผ้า หรือร่างกาย

เนื่องจากความก้าวหน้าทางวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ตลอดจนการแข่งขันในด้านการตลาด ทำให้มีผลิตภัณฑ์ทำความสะอาดใหม่ๆ และรูปแบบต่างๆกัน ออกมาสู่ท้องตลาดเป็นจำนวนมาก ซึ่งบางครั้งผู้ผลิตก็ไม่ได้ตระหนักถึงผลเสียของสารเคมีที่ใช้ เช่น การใช้สารอัลคิลเบนซินซัลโฟเนต (alkylbenzene sulphonate) ที่มีโครงสร้างเป็นแบบกิ่ง (branched chain) หรือ ABS ในผงซักฟอก สาร ABS มีอัตราการย่อยสลายทางชีวภาพช้ามาก ทำให้ผงซักฟอกที่เหลือจากการใช้งานยังคงสภาพอยู่นาน เป็นสาเหตุหนึ่งที่ทำให้เกิดภาวะมลพิษของแหล่งน้ำต่างๆ กระทรวงอุตสาหกรรมจึงได้กำหนดให้โรงงานผลิตผงซักฟอกใช้สารลดแรงตึงผิวประเภทลิเนียอัลคิลเบนซินซัลโฟเนต (linear alkylbenzene sulphonate) หรือ LAS ซึ่งมีโครงสร้างแบบเส้นตรง (linear chain) มีการสลายตัวได้ง่ายและเร็วกว่า ABS

ABS เป็นสารลดแรงตึงผิวที่ใช้กันมากในช่วงทศวรรษ 1950 และต้นทศวรรษ 1960 LAS ก็ได้เข้ามาแทนที่เนื่องจากปัญหาการย่อยสลาย⁴⁹ ถึงแม้จะมีการห้ามใช้ในหลายประเทศแต่ก็ยังมีการใช้อยู่ในประเทศที่กำลังพัฒนาโดยใช้เป็นวัตถุตั้งต้นในการผลิตสารช่วยให้เปียก (wetting agent) และสารอิมัลซิฟายเออร์ ABS จัดเป็นสารประกอบประเภท xenobiotic คือเป็นสารอินทรีย์ที่ไม่ได้เกิดเองตามธรรมชาติ ย่อยสลายได้ยาก นอกจากสบู่แล้ว LAS เป็นสารลดแรงตึงผิวประเภทแอนไอออนิกที่นิยมใช้กันมากในผลิตภัณฑ์สำหรับทำความสะอาดไม่เฉพาะในครัวเรือนแต่รวมไปถึงในโรงงานอุตสาหกรรมด้วย

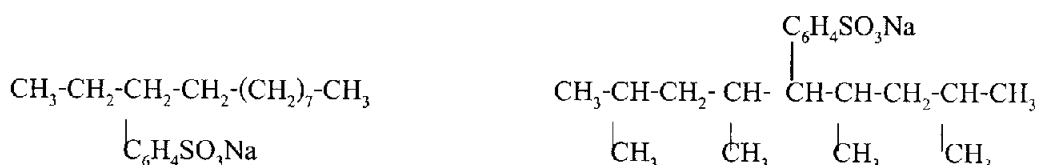
คุณลักษณะทางเคมีของ LAB & LAS¹¹

ในอุตสาหกรรมการผลิตผงซักฟอก LAS เป็นสารประกอบผสมระหว่าง secondary isomers ของหมู่อัลคิลที่มีคาร์บอน 9-14 อะตอม และมีอัลริล (aryl) หรือฟีนิล (phenyl) ยึดอยู่ที่หมู่เมธิลีน (methylene) อันใดอันหนึ่ง¹⁹ ในกระบวนการผลิต linear alkylbenzene (LAB) โดยปฏิกิริยา Friedel-Crafts catalysed alkylation ระหว่าง benzene กับ aluminium chloride หรือ HF จะได้ LAB ที่มีอัตราส่วนของ benzene ring

ที่ต่อกับโซ่ของคาร์บอนที่ตำแหน่งต่างๆกัน ส่วนใหญ่จะแตกต่างกันที่ตำแหน่ง 2-phenyl ซึ่งจะประกอบด้วยกลุ่มหลัก 2 กลุ่มคือ

1. กลุ่มโซ่สั้น (short chain) ส่วนใหญ่คือ C₉ และ C₁₀
2. กลุ่มโซ่ยาว (long chain) ส่วนใหญ่คือ C₁₂ และ C₁₃

LAS ที่เตรียมส่วนใหญ่ก็จะมีส่วนผสมของ linear carbon chain ความยาวตั้งแต่ C₁₀ ถึง C₁₄ มีโครงสร้าง 2 แบบคือ โครงสร้างแบบกิ่ง (branched chain) และ โครงสร้างแบบเส้นตรง (linear chain)



โครงสร้างแบบเส้นตรง

โครงสร้างแบบกิ่ง

Dodecylbenzenesulphonic acid sodium salt

Tetrapropylene benzenesulphonic acid sodium salt

isomer ของ LAS

isomer ของ ABS

จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC พบว่า โครมาโตแกรมที่ได้มีพีคใหญ่เป็นอนุพันธ์ของหมู่ฟีนิล (phenyl isomer) และจะไม่ปรากฏอนุพันธ์ 1-phenyl เลย ส่วนพีคเล็กคือ by product จะเป็นสารประกอบ tetralins และ branched alkylbenzenes¹¹ ปริมาณของกลุ่มเหล่านี้ขึ้นอยู่กับกระบวนการผลิตที่ใช้และไม่สามารถจะแยกโดยการกลั่นได้ ในโรงงานสามารถปรับเปลี่ยนกระบวนการผลิตเพื่อให้ได้ปริมาณ carbon chain length ตามต้องการ ซึ่งปริมาณ carbon chain length นี้จะทำให้สารมีสมบัติต่างๆกัน เช่น สมบัติในการลดแรงตึงผิว (surface tension) การละลาย (solubility) ความหนืด (viscosity) การเป็นฟอง (foam stability) และการทำความสะอาด (detergency) จากการวิจัย¹⁸ พบว่าเมื่อ carbon chain length เพิ่มสมบัติต่างๆจะดีขึ้น ยกเว้นการละลาย การวิเคราะห์หาการกระจายของกลุ่มอัลคิล (alkyl chain distribution) และอนุพันธ์ฟีนิล โดยใช้เทคนิค reversed phase HPLC โดยมี octadecyl silanized silica gel เป็น stationary phase และ เฟสเคลื่อนที่ คือ สารละลายของโซเดียมเปอร์คลอเรต (NaClO₄) ผลการวิเคราะห์ใกล้เคียงกับการวิเคราะห์ที่ใช้ GC เพียงแต่เทคนิค GC จำเป็นจะต้องเตรียมอนุพันธ์ desulfonated LAS ก่อน

สมบัติในการย่อยสลายของสารประกอบ xenobiotic⁹

การที่สารประกอบ xenobiotic ถูกย่อยสลายได้ยากเนื่องจากจุลินทรีย์จะไม่สัมผัสโครงสร้างของสารประกอบเหล่านี้หรือสัมผัสได้ยาก ดังนั้นจึงไม่มีเอนไซม์ที่เหมาะสมในการเมตาโบลิซึม โครงสร้างที่คง

ทนต่อการถูกย่อยสลายได้แก่ กลุ่ม terminal quaternary กลุ่ม non-alkyl substituents และกลุ่มอัลคิลที่มีโครงสร้างแบบกิ่งของอัลคิลเบนซินซัลโฟเนต (ABS)

สมบัติในการย่อยสลายของ LAB & LAS ¹¹

โพลิเมอร์ที่มีโครงสร้างแบบกิ่งซึ่งมีสมบัติในการทำความสะอาดได้ดีมักจะถูกย่อยสลายได้ยากในกระบวนการกำจัดน้ำเสีย แต่ถ้าเป็นโพลิเมอร์ที่มีโครงสร้างเป็นเส้นตรงเช่นกรดไขมันของสบู่จะถูกย่อยสลายได้ง่าย ได้มีการศึกษาพฤติกรรมในการย่อยสลายของ LAS อย่างละเอียดพบว่า การกำจัด LAS ในการบำบัดตะกอนของเสีย (sewage sludge treatment) ภายใต้ภาวะที่มีออกซิเจน LAS สามารถถูกย่อยสลายได้อย่างสมบูรณ์ แต่ภายใต้ภาวะที่ไม่มีออกซิเจน (anaerobic) จะย่อยสลายได้ช้าลง

การย่อยสลายประกอบด้วย 3 ส่วน ⁹ คือ

1. long hydrocarbon side chain อาจเป็นแบบเส้นตรงหรือแบบกิ่ง
2. benzene ring ที่ต่อกับ hydrocarbon
3. กลุ่มซัลโฟเนตที่ต่อกับ benzene ring

การย่อยสลายถึงแม้ว่าจะยังไม่เป็นที่แน่ชัด ส่วนใหญ่เชื่อว่าเริ่มจากการแตกที่กลุ่ม side chain ก่อน sulphonate group และ benzene ring แต่ก็ยังมีผู้รายงานว่าเกิดการดีซัลโฟเนชันของ benzene ring ก่อนการเกิด β -oxidation ของกลุ่ม alkyl chain และผลสุดท้ายก็จะได้คาร์บอนไดออกไซด์ น้ำ กลีออลินทรีย์ซัลเฟต

การย่อยสลายของ LAS แบ่งเป็น 2 ขั้นตอนคือขั้นต้นแรก เมื่อโมเลกุลตั้งต้นเปลี่ยนโครงสร้างเนื่องจากปฏิกิริยาของแบคทีเรีย ขั้นตอนที่สองคือการเปลี่ยนโครงสร้างของ LAS เป็นคาร์บอนไดออกไซด์ น้ำ กลีออลินทรีย์ซัลเฟตโดยไม่มีสารอื่นๆ (ที่เป็นผลจากปฏิกิริยาเมตาโบลิซึม metabolism ของแบคทีเรีย) ที่เสถียร ดังนั้นถ้าโครงสร้างโมเลกุลเป็นกิ่งซับซ้อนมากจะมีความเสถียรมาก¹⁷ การย่อยสลายโดยแบคทีเรียย่อมจะยากและใช้เวลามากขึ้นและเป็นสาเหตุที่ทำให้น้ำในแหล่งน้ำที่มีสารเหล่านี้เน่าเสีย จึงต้องมีการบังคับให้โรงงานอุตสาหกรรมผงซักฟอก ผลิตผงซักฟอกที่มีการใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดที่สามารถถูกย่อยสลายทางชีวภาพได้ไม่น้อยกว่า 80% ตามมอก. 78-2528 : ผงซักฟอก ¹ และวิธีวิเคราะห์ตามมอก. 578-2540 : วิธีวิเคราะห์และทดสอบผงซักฟอก ² ซึ่งวิธีการย่อยสลายใช้เวลาในการวิเคราะห์ 20 วัน มีการเตรียมตัวอย่างหลายขั้นตอน กรมวิทยาศาสตร์บริการเป็นหน่วยงานเดียวที่ให้บริการการวิเคราะห์ ดังนั้นเพื่อแก้ปัญหาดังกล่าว กองเคมีจึงได้ศึกษา ทดลองหาวิธีการใหม่เพื่อทดแทนวิธีเดิม

1.2 วารสารปริทัศน์

การวิเคราะห์สารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในทางการค้า (commercial surfactant) มีความยุ่งยากมากขึ้นเมื่อโมเลกุลมีความซับซ้อนมากขึ้น วิธีการวิเคราะห์ที่นิยมกันคือ สกัดสารลดแรงตึงผิวออกมาแล้วแยกด้วยเทคนิคคอลัมน์โครมาโตกราฟี จากนั้นจึงจะทำการวิเคราะห์หาชนิดและปริมาณของแต่ละส่วนที่แยกออกมา ในแวดวงเฉพาะของตลาดไม่จำเป็นที่จะต้องมีการวิเคราะห์อย่างสมบูรณ์ คือหาองค์ประกอบทุกตัว แต่จะหาชนิดของสารลดแรงตึงผิวที่ปนกัน (combination of various surfactants) ให้ได้อย่างต่อเนื่องและรวดเร็ว การใช้เทคนิคเครื่องมือ (instrumental method) ในการวิเคราะห์มาประยุกต์ใช้จึงเกิดขึ้น⁵

การวิเคราะห์สารลดแรงตึงผิวด้วยเทคนิคการใช้เครื่องมือ (instrumental analysis) ได้มีผู้ศึกษาการวิเคราะห์สารลดแรงตึงผิวประเภทแอนไอออนิกที่มีโครงสร้างแบบกิ่งและแบบเส้นตรงด้วยเทคนิคการใช้เครื่องมือมานานแล้ว ซึ่งจะแยกกล่าวดังนี้

1.2.1 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปี (spectroscopy)

1.2.1.1 ultraviolet / visible spectrophotometry¹⁷ (UV-Vis)

- ultraviolet absorbance

alkylbenzenesulfonate จะดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นประมาณ 223 นาโนเมตร เหมาะในการหาปริมาณโดยตรงและจะต้องเป็นสารตัวเดียว เพราะกลุ่ม LAS ที่มี alkyl chain มากกว่า 6 จะดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นเดียวกัน (molar absorptivity เท่ากัน)

- visible absorbance

วิธีการที่ใช้กับเทคนิคนี้คือสารจะต้องรวมตัวเป็น ion pair หรือสารประกอบเชิงซ้อน (complex) ที่ละลายได้ในตัวทำละลายอินทรีย์ เช่นการหาปริมาณสารลดแรงตึงผิวแบบ two phase titration โดยรวมตัวกับ methylene blue¹²

1.2.1.2 infrared and near-infrared spectroscopy (IR & NIR)

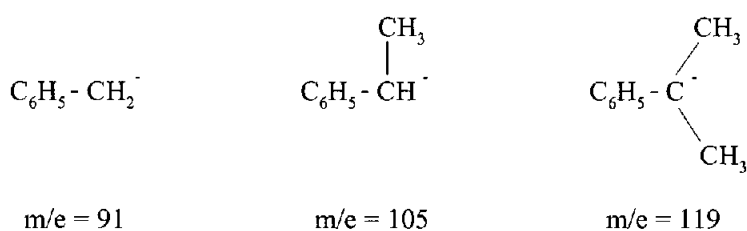
ปกติ IR Spectroscopy ใช้มากในเชิงคุณภาพวิเคราะห์ Muller¹⁷ รายงานว่าสามารถดูความแตกต่างของโครงสร้างแบบกิ่งและแบบเส้นตรงของกลุ่มอัลคิลได้ คือดูความเข้มของพีคเมทิลที่ ความถี่ 1379 และ 1361 และพีคของกลุ่มเมทิลีน (CH₂)_n ที่ 719 และถ้าเอากลุ่ม sulfonate ออกโดยทำปฏิกิริยา desulfonation พีคดังกล่าวจะชัดขึ้นและทำให้เห็นความแตกต่างของโครงสร้างที่เป็นกิ่ง ถ้าเป็นสารที่บริสุทธิ์ตำแหน่งตรง 750-840 cm⁻¹ จะบอกว่าเป็น o- p- หรือ m- substitute แต่จะดูได้ยากถ้าเป็นสารผสม และจาก ASTM D 2357²⁰ พีคซิลโฟเนตจะมีความเข้มสูงที่ความถี่ 1235-1176 แต่เป็นพีคที่กว้าง ส่วนการดูดกลืนแสงในช่วง near - IR จะไม่ชัดเจนเท่าในช่วง IR

1.2.1.3 nuclear magnetic resonance spectroscopy (NMR)

NMR ใช้ในการซึ่งคุณลักษณะของสารที่บริสุทธิ์มากกว่าการหาปริมาณ¹⁷ ได้มีการใช้ ¹³C NMR ในการหาจำนวนกิ่งของ alkylbenzenesulfonate⁵ โดยบอกความแตกต่างของเมทิลและเมทิลีนโปรตอน

1.2.1.4 mass spectrometry (MS)

เทคนิค MS เป็นเทคนิคที่ใช้มากในการหาคุณภาพวิเคราะห์ของสารอินทรีย์¹⁷ รูปแบบการแตกตัว (fragmentation pattern) โดยเทคนิค MS ช่วยในการดูการจัดตัวของ isomer และข้อมูลอื่นๆทางเคมีเช่น ตำแหน่งของ unsaturation ตำแหน่งของ side chain และจำนวนของกิ่ง เช่นการจัดตัวของคาร์บอนที่ต่อกับ benzene ring ในกลุ่ม alkylbenzenesulfonate จะให้การแตกตัวต่างกันคือ



การใช้ เทคนิค GC-MS จะต้องเตรียมอนุพันธ์ของสารลดแรงตึงผิวทั้งนี้เพื่อให้สารตัวอย่างเป็นสารที่ระเหยได้ main ions ที่ได้คือ $\text{C}_{n+6} \text{H}^+_{2n+6}$ ส่วนเทคนิค fast atomic bombardment สามารถใช้ได้กับสารตัวอย่างที่ไม่ระเหย

1.2.2. การวิเคราะห์สารลดแรงตึงผิวด้วยเทคนิคโครมาโตกราฟี (chromatography)

1.2.2.1 เทคนิคก๊าซโครมาโตกราฟี (gas chromatography)

เทคนิค GC มีประโยชน์ในการหาข้อมูลการจัดตัวของสารประเภทเดียวกัน (homologues) แต่เทคนิคนี้มีข้อแม้คือตัวอย่างที่ฉีดจะต้องเป็นสารที่ระเหยได้ กลุ่มซัลโฟเนตและกลุ่มซัลเฟตของสารลดแรงตึงผิวชนิดแอนไอออนิกมีสมบัติไม่ระเหย ดังนั้นในการใช้เทคนิคนี้จึงจำเป็นต้องมีการเตรียมอนุพันธ์ของตัวอย่างก่อน หรือใช้วิธีกำจัดกลุ่มซัลโฟเนตที่เรียกว่าดีซัลโฟเนชัน การทำดีซัลโฟเนชันที่นิยมได้แก่ การต้มกับกรดฟอสฟอริก¹⁷

ในปี 1959 Knight และคณะ¹³ ได้วิเคราะห์สารลดแรงตึงผิวชนิดแอนไอออนิกประเภทซัลโฟเนตและซัลเฟตพบว่าในการเตรียมตัวอย่าง desulfonation ของ tetrapropylene benzene sulfonate (ABS) ปฏิกริยากับกรดจะเกิดช้ามากที่อุณหภูมิต่ำ (185 องศาเซลเซียส) ต้องใช้อุณหภูมิประมาณ 215 องศาเซลเซียสปฏิกริยาจึงจะเร็วประมาณร้อยละ 70-80 ใน 90 นาที ซึ่งอัตราความเร็วจะเพิ่มเมื่อนำหนักโมเลกุลของกลุ่มอัลคิลน้อยลง

ในปี 1986 Osburn¹⁶ ได้วิเคราะห์หาปริมาณ LAS ในตัวอย่างน้ำและน้ำเสีย โดยเตรียมตัวอย่างด้วยการทำดีซัลโฟเนชันกับกรดฟอสฟอริก แล้วใช้เทคนิค GC มี ภาวะดังนี้ คอลัมน์ : Supelco DB-1 fused silica capillary column (ความยาว 15 เมตร, ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.32 ไมโครเมตร, ความหนาของฟิล์ม 1.0 ไมโครเมตร) อัตราการแยก 25:1 อุณหภูมิของ injector และ detector FID 300 °ซ อุณหภูมิโปรแกรม 100-170 °ซ อัตราการเพิ่ม 5 °ซ / นาที

1.2.2.2 เทคนิคลิควิดโครมาโตกราฟี (liquid chromatography)

เทคนิคนี้ที่นิยมใช้คือไฮเพอร์ฟอร์มแมนซ์ลิควิดโครมาโตกราฟี (high performance liquid chromatography) เรียกย่อๆว่า HPLC ใช้ในการหาสมบัติของสารลดแรงตึงผิว จัดแบ่งตามส่วนประกอบของโมเลกุล (molecular composition) ข้อดีคือไม่ต้องเตรียมอนุพันธ์ตัวอย่าง (derivatization) ก่อน ดังนั้นจึงเหมาะสำหรับงานประจำมากกว่า GC ได้มีผู้ศึกษาการแยกชนิดและปริมาณของสารลดแรงตึงผิวประเภทแอนไอออนิกที่มีโครงสร้างแบบกิ่งและแบบเส้นตรงด้วยเทคนิค HPLC มานานแล้ว โดยใช้วิธีการแบบ reverse phase chromatography ซึ่งจะมีเกลือละลายอยู่ใน เฟสเคลื่อนที่ ถ้าเกลือนี้เป็นแคทไอออน การแยกนี้เราเรียกว่า paired ion chromatography

ในปี 1970 Shintaro & Kazuo⁸ ได้แยก “soft” (LAS) และ “hard” (ABS) alkylbenzenesulfonate ที่ผสมกันด้วยวิธี salting-out chromatography โดยใช้ คอลัมน์ ขนาดเส้นผ่านศก. 26 มม. ยาว 500 มม. บรรจุด้วย ion exchanged resin Amberlite CG 80 (100-200 mesh) มีสารละลาย 0.5 M ammonium sulfate ใน methanol solution ร้อยละ 43 เป็นเฟสเคลื่อนที่ อุณหภูมิคอลัมน์ 50 °ซ

ในปี 1981 Nakae¹⁴ ได้ศึกษากลุ่มโซ่อัลคิล (alkyl chain distribution) โดยแยก LAS ตามความยาวของกลุ่มโซ่อัลคิลและ phenyl isomer ด้วยเทคนิค reversed-phase HPLC มี octadecylsilanized silica gel เป็นเฟสนิ่ง (stationary phase) และสารละลายผสมของน้ำกับอะซีโตไนไตรท์ที่มีเกลือโซเดียมเปอร์คลอเรตละลายอยู่เป็นเฟสเคลื่อนที่ (เฟสเคลื่อนที่) มีภาวะในการทดลองดังนี้

คอลัมน์ Hitachi Gel 3053 เส้นผ่านศูนย์กลาง 4.6 มม. ยาว 150 มม., สารละลายเคลื่อนที่ 0.1 M NaClO₄ in acetonitrile/water 45:55, อัตราการไหล 1.0 มล./นาที, ความดัน 100 kg/cm², คอลัมน์ อุณหภูมิ 40 °ซ, detector UV 225 นาโนเมตร, ปริมาณที่ฉีด 5 ไมโครลิตร, ความเข้มข้นของตัวอย่างร้อยละ 0.1

โครมาโตแกรมที่ได้คล้ายกับโครมาโตแกรมที่ Nakae และคณะ¹⁵ ได้ศึกษาไว้ในการหาปริมาณ alkylbenzene sulfonate เช่นกันแต่ใช้ fluorimetric detector

1.3 วัตถุประสงค์

เพื่อพัฒนาวิธีวิเคราะห์การหาชนิด และปริมาณของสารลดแรงตึงผิวในผลิตภัณฑ์สำหรับอุปโภค โดยการใช้เทคนิคเครื่องมือพิเศษ เช่น แมสสเปกโตรเมตรี ก๊าซโครมาโตกราฟี และไฮเพอร์ฟอร์มเมนซ์ลิกวิดโครมาโตกราฟีร่วมกัน โดยคำนึงถึงความถูกต้อง แม่นยำ รวดเร็ว และประหยัด

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

1.4.1. ผลของโครงการนี้เป็นการเพิ่มสมรรถนะและขีดความสามารถให้แก่กรมวิทยาศาสตร์บริการ ด้านการให้บริการแนะนำทางวิชาการ วิธีวิเคราะห์และทดสอบสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในผลิตภัณฑ์ผงซักฟอก

1.4.2. ทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ผลิตขึ้นเพื่อจำหน่ายในประเทศและเพื่อการส่งออก มีสารลดแรงตึงผิวถูกต้องตามข้อกำหนดในด้านชนิดและปริมาณที่อนุญาตให้ใช้ตามประกาศหรือข้อกำหนดต่างๆ ทั้งนี้เนื่องจากมีหน่วยงานที่สามารถดำเนินการวิเคราะห์ และทดสอบหาชนิด และปริมาณของสารลดแรงตึงผิวได้อย่างถูกต้อง แม่นยำ รวดเร็ว

1.4.3. เป็นแนวทางในการวิเคราะห์สารลดแรงตึงผิวในผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมอื่นๆ

1.4.4. โครงการนี้สอดคล้องกับแผนพัฒนาเศรษฐกิจและสังคมแห่งชาติ ฉบับที่ 7 หัวข้อ 4.6 การพัฒนาคุณภาพสิ่งแวดล้อม ด้วยการลดมลพิษทางน้ำ กากของเสีย และสารอันตราย เนื่องจากข้อมูลที่ได้เป็นประโยชน์ในการ ควบคุม และผลักดันให้ผู้ผลิตนำไปใช้เป็นข้อมูลสำหรับการพัฒนาผลิตภัณฑ์

1.4.5. เพื่อใช้ประกอบในการพิจารณาและแก้ไขมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมที่เกี่ยวข้อง

1.4.6. เพื่อเผยแพร่วิธีวิเคราะห์ที่ได้ให้แก่ห้องปฏิบัติการของรัฐและเอกชนได้นำไปใช้ในทางปฏิบัติเพื่อการควบคุมคุณภาพของการผลิต การซื้อขาย ตลอดจนการส่งออก

1.5 ระยะเวลาดำเนินการ

1 ต.ค. 2539 - มี.ค 2543 (3 ปี 6 เดือน)

บทที่ 2

วัสดุ อุปกรณ์และวิธีดำเนินการ

2.1 ตัวอย่าง

2.1.1 Dodecylbenzene sulfonic acid sodium salt (LAS) 95 % ^{ชั้นคุณภาพ} Technical ของบริษัท

Fluka

2.1.2 Tetrepropylenesulphonic acid sodium salt (ABS) 5 % ^{ชั้นคุณภาพ} GR ของบริษัท Merck

2.1.3 Marlon A 350 50 % ^{ชั้นคุณภาพ} commercial ของบริษัท Huls

2.1.4 ตัวอย่างผงซักฟอกชนิดซักด้วยเครื่องและมือประเภทแอนไอออนิกที่กลุ่มงานอินทรีย์เคมีวิเคราะห์

ได้รับ

| ตัวอย่าง | ประเภท | หมายเลข ปฏิบัติการ | ตัวอย่าง | ประเภท | หมายเลข ปฏิบัติการ |
|---------------|----------------|-----------------------|----------|----------------|-----------------------|
| แพ็บเมติกพลัส | ซักด้วยเครื่อง | RW 143 | สมอ. | ซักด้วยมือ | TM 612 |
| บริสคัลเลอร์ | ซักด้วยมือ | RW 751 | สมอ. | ซักด้วยเครื่อง | TP 62 |
| เปาซีโอไลท์ | ซักด้วยมือ | SB 545 | สมอ. | ซักด้วยมือ | TW 21 |
| สมอ. | ซักด้วยเครื่อง | SM 187 | สมอ. | ซักด้วยมือ | TY 465 |
| สมอ. | ซักด้วยเครื่อง | SO 609 | สมอ. | ซักด้วยเครื่อง | TY 725 |
| สมอ. | ซักด้วยเครื่อง | SV 262 | สมอ. | ซักด้วยเครื่อง | UA 239 |
| สมอ. | ซักด้วยเครื่อง | SW 896 | สมอ. | ซักด้วยมือ | UB 133 |
| สมอ. | ซักด้วยมือ | TB 873 | | | |

2.2 วัสดุ อุปกรณ์

2.2.1 แมสสเปกโตรมิเตอร์ (mass spectrometer, MS) รุ่น Profile ของบริษัท Kratos ประเทศอังกฤษ

2.2.2 ก๊าซโครมาโตกราฟี (gas chromatograph, GC) รุ่น 5890 Series II Plus ของบริษัท Hewlett

Packard ประเทศสหรัฐอเมริกา

2.2.3 ไฮเพอร์ฟอร์มแมนซ์ลิกวิดโครมาโตกราฟี (high performance liquid chromatograph, HPLC)

ของบริษัท Varian ประเทศสหรัฐอเมริกา

2.2.4 ยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-Visible spectrophotometer) รุ่น Cary 5 ของบริษัท

Varian ประเทศสหรัฐอเมริกา

- 2.2.5 พูรีयरานสฟอร์มนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ (fourior transform nuclear magnetic resonance, FT-นาโนเมตรR) รุ่น Avance DPX-400 ของบริษัท Bruker ประเทศอังกฤษ
- 2.2.6 พูรีयरานสฟอร์อินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (fourior transform infrared spectrometer, FT- IR) รุ่น IFS28 ของบริษัท Bruker ประเทศอังกฤษ
- 2.2.7 เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH meter) รุ่น EA 920 ของบริษัท Mettler ประเทศอังกฤษ
- 2.2.8 เครื่องดีไอออนไนซ์น้ำ(deionizer) Barnstead รุ่น D4742 ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 2.2.9 เครื่องระเหยแบบสุญญากาศ (rotary evaporator)
- 2.2.10 ตู้อบ (oven)
- 2.2.11 เครื่องอุลตราโซนิค (ultrasonic bath)
- 2.2.12 เครื่องชั่งไฟฟ้าชนิดอ่านค่าได้ถึงทศนิยม 2 ตำแหน่ง
- 2.2.13 เครื่องชั่งไฟฟ้าชนิดละเอียดอ่านค่าได้ถึงทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- 2.2.14 อุปกรณ์เครื่องแก้วชุด desulfonation
- 2.2.15 คอลัมน์ LiChrosphere (spherical silica sorbents) ของบริษัท Merck
- 2.2.16 คอลัมน์ Macrosphe WCX 7U (carboxylic acid) ของบริษัท Alltech

2.3 สารเคมี

- 2.3.1 คลอโรฟอร์ม (chloroform) 99.0-99.4 % ชั้นคุณภาพ GR ของบริษัท Merck
- 2.3.2 เอทานอล (ethanol) 99.8 % ชั้นคุณภาพ GR ของบริษัท Merck
- 2.3.3 นอร์มัลเพนเทน (n-pentane) 99.8 % ชั้นคุณภาพ GR ของบริษัท Merck
- 2.3.4 กรดฟอสฟอริกเข้มข้น 85 % ชั้นคุณภาพ AR ของบริษัท BDH
- 2.3.5 นอร์มัลเฮกเซน (n-hexane) 100% ชั้นคุณภาพ HPLC ของบริษัท Baker Analyzed
- 2.3.6 อะซิโตไนไตร (acetonitrile) 100% ชั้นคุณภาพ HPLC ของบริษัท Baker Analyzed
- 2.3.7 เมทานอล (methanol) 100% ชั้นคุณภาพ HPLC ของบริษัท Baker Analyzed
- 2.3.8 ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ (isopropyl alcohol) 100% ชั้นคุณภาพ HPLC ของบริษัท Baker Analyzed
- 2.3.9 โซเดียมเปอร์คลอเรต (NaClO_4) ชั้นคุณภาพ GR ของบริษัท Merck
- 2.3.10 แอมโมเนียมซัลเฟต ชั้นคุณภาพ GR ของบริษัท Merck

- 2.3.11 โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (KH_2PO_4) ความเข้มข้น 99% มาตรฐาน GR ของ บริษัท Merck
- 2.3.12 ไดโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (K_2HPO_4) ความเข้มข้น 99% มาตรฐาน GR ของ บริษัท Merck
- 2.3.13 ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ความเข้มข้น 99.5% มาตรฐาน GR ของบริษัท Merck
- 2.3.14 แอมโมเนียมคลอไรด์ (NH_4Cl) ความเข้มข้น 99.8% มาตรฐาน GR ของบริษัท Merck
- 2.3.15 แมกนีเซียมซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) ความเข้มข้น 99.5% มาตรฐาน GR ของ บริษัท Merck
- 2.3.16 แคลเซียมคลอไรด์ ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ความเข้มข้น 99.5% มาตรฐาน GR ของบริษัท Merck
- 2.3.17 ไอร์ออน(III) คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ความเข้มข้น 99% มาตรฐาน GR ของ บริษัท Merck
- 2.3.18 เบนซีโทเนียมคลอไรด์ (benzethonium chloride) ความเข้มข้นมากกว่า 98 % มาตรฐาน GR ของบริษัท Merck
- 2.3.19 ไดมิเดียมโบรไมด์แอซิดบลู 1 (dimidiumbromide acid blue 1) ความเข้มข้น 99 % มาตรฐาน GR ของบริษัท Merck
- 2.3.20 เมทิลีนบลู (methylene blue) ความเข้มข้น 99 % มาตรฐาน GR ของบริษัท Merck

2.4 วิธีดำเนินการ

2.4.1 ศึกษาผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้องที่มีผู้รายงานไว้แล้ว รวมทั้งข้อมูลวิธีการวิเคราะห์จากหนังสือวารสารและเอกสารต่างๆ จากในและต่างประเทศ

2.4.2 ดำเนินการจัดซื้อ และติดตั้งเครื่องมือดีไอออไนซ์น้ำ เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง

2.4.3 จัดหาเคมีภัณฑ์ วัสดุ เครื่องแก้ว และอุปกรณ์ประกอบที่จำเป็นในการเตรียมตัวอย่าง

2.4.4 การเตรียมตัวอย่างสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน LAS, ABS และ Marlon A

2.4.4.1 ระบุตัวอย่างบนเครื่องอองไอน้ำแล้วอบที่อุณหภูมิ 100 ± 5 องศาเซลเซียส 30 นาที เก็บไว้ในเดสิคเคเตอร์

2.4.4.2 ถ้าเตรียมเป็นสารละลาย ใช้วิธีคำนวณจากความบริสุทธิ์ของสาร

2.4.5 การเตรียมตัวอย่างสารลดแรงตึงผิวของตัวอย่างผงซักฟอก

2.4.5.1 สกัดด้วยตัวทำละลายคลอโรฟอร์ม

ชั่งตัวอย่างผงซักฟอกประมาณ 5 กรัมใส่ปีเกอร์ เทตัวทำละลายคลอโรฟอร์มประมาณ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปิดกระจกนาฬิกาแล้วอุ่นบนเครื่องอองไอน้ำให้เดือดประมาณ 5 นาที เทเฉพาะสารละลายส่วนบนผ่านกระดาษกรองเบอร์ 2 จากนั้นสกัดผงซักฟอกด้วยวิธีการเดียวกันอีก 2 ครั้งด้วยคลอโรฟอร์มครั้งละ 30 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำสารละลายที่กรองได้ไประเหยบนเครื่องอองไอน้ำจนแห้งแล้วนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 100 ± 5 องศาเซลเซียสประมาณ 30 นาที เก็บสารลดแรงตึงผิวที่สกัดได้ในเดสิคเคเตอร์เพื่อใช้ในการวิเคราะห์ต่อไป

2.4.5.2 ถ้าเตรียมเป็นสารละลาย ให้ชั่งตัวอย่างที่สกัดได้จาก 2.4.5.1

2.4.6 วิเคราะห์สารด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี

ใช้ตัวอย่างจาก 2.4.4.1 และ 2.4.5.1 เพื่อดูความแตกต่างของสารในการดูดกลืนแสงช่วง IR (ความถี่ 400-4000 cm^{-1}) ของสารมาตรฐาน LAS, ABS, และ Marlon A และสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก

ผลวิเคราะห์ ดูตารางที่ 1 รูปที่ 1-6

2.4.7 วิเคราะห์สารด้วยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์

ใช้ตัวอย่างจาก 2.4.4.1 และ 2.4.5.1 ละลายในตัวทำละลายที่ไม่มีไฮโดรเจน (deuterated solvent) ได้แก่ CDCl_3 , CD_3COCD_3 เพื่อดูความแตกต่างของโครงสร้างของสารลดแรงตึงผิวระหว่างสารมาตรฐานและสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในตัวอย่างผงซักฟอก

ผลวิเคราะห์ ดูตารางที่ 2 รูปที่ 7-13

2.4.8 วิเคราะห์สารด้วยเทคนิคก๊าซโครมาโตกราฟี

เนื่องจากเทคนิคนี้จำเป็นต้องเตรียมอนุพันธ์ ตัวอย่าง(derivative) ให้อยู่ในรูปสารประกอบที่ระเหยได้ ซึ่งมีวิธีเตรียมที่นิยม 2 แบบคือ วิธีดีซัลโฟเนชัน (desulphonation) และวิธีเมทิลเอสเทอร์ (methyl ester) วิธีหลังเหมาะสำหรับการวิเคราะห์สารลดแรงตึงผิวที่มีปริมาณน้อย เนื่องจากสามารถกำจัดสารที่ใช้ในการเตรียมอนุพันธ์ (derivatizing reagent) ที่มากเกินไปได้ง่าย ในขณะที่วิธีดีซัลโฟเนชัน ต้องใช้การสกัด

2.4.8.1 การเตรียมอนุพันธ์ตัวอย่างด้วยวิธีดีซัลโฟเนชัน (desulphonation)¹⁶ เพื่อให้ได้อัลคิลเบนซีน

- ชั่งสารลดแรงตึงผิวจากข้อ 2.4.4.1 และ 2.4.5.1 ประมาณ 1 มก. ใส่ในขวดก้นกลมขนาด 100 ลบ. ซม. ซึ่งมี boiling chips 2-3 ชิ้น
- ใส่กรดฟอสฟอริก จำนวน 25 ลบ. ซม.
- ต่อเครื่องมือดังรูป (ภาพที่ 19) ที่กรวยจับสาร ใส่เฮกเซนและน้ำให้ได้ระดับพอดี
- กลับกลับ (reflux) โดยคอยระวังไข่น้ำออกไม่ให้ระดับน้ำล้นลงในขวดก้นกลม
- เมื่ออุณหภูมิถึง 215 องศาเซลเซียส คงไว้ประมาณ 1-3 ชั่วโมง (สำหรับการทำคุณภาพวิเคราะห์ 1 ชั่วโมง ก็เพียงพอ)
- ปิดไฟทิ้งไว้ให้เย็น แล้วไข่น้ำออกจากกรวยจับสาร
- ล้างคอนเดนเซอร์ด้วยนอร์มัลเพนเทน ครั้งละ 1 ลบ. ซม. 3 ครั้ง
- ไขสารละลายที่ได้ลงในขวดตัวอย่าง(vial) ที่ใส่แอนไฮดรัสโซเดียมซัลเฟต เพื่อกำจัดน้ำ ปิดจุก เขย่าแล้ววางทิ้งไว้ประมาณ 10 นาที ค่อยส่วนใสแยกใส่ขวดใหม่ ปล่อยให้ตัวทำละลายระเหย แล้วละลายสารที่เหลือด้วยโทลูอีน 0.5 ลบ. ซม.
- นำไปฉีด GC

2.4.8.2 ภาวะที่วิเคราะห์

คอลัมน์ RTX-1 (100% dimethyl polysiloxane), ความยาว 30 ม. เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.53 มม. ความหนาของฟิล์ม 1 ไมโครเมตร ดีเทคเตอร์ FID อัตราการไหล 5.0 ลบ. ซม./นาที อัตราส่วนการแยก (split ratio) 10:1 attenuation 5 อุณหภูมิของดีเทคเตอร์ 280 °ซ อุณหภูมิของการฉีด 280 °ซ อุณหภูมิเริ่มต้น 100 °ซ เวลาเริ่มต้น 5 นาที อัตราการเพิ่มอุณหภูมิครั้งแรก 5 °ซ/นาที ช่วงเวลาแรก 25 นาที อุณหภูมิสุดท้าย 250 °ซ เวลาสุดท้าย 10 นาที ความสมดุลของอุณหภูมิในตู้ 3 นาที อุณหภูมิเริ่มต้น 175 °ซ อัตราการเพิ่มอุณหภูมิครั้งต่อไป 20 °ซ/นาที อุณหภูมิสูงสุดของตู้ 300 °ซ ความกว้างของพีค 0.05 นาที

ผลวิเคราะห์ ดูตารางที่ 3 รูปที่ 14-18

2.4.8.3 การเตรียมอนุพันธ์ตัวอย่างด้วยวิธี methyl sulfonate ¹⁰

เตรียมสารลดแรงตึงผิวให้อยู่ในรูป methylene blue active substance (MBAS) เพื่อแยก LAS จากสารรบกวนอื่นๆ ที่อาจมี ใช้ตัวอย่างจาก 2.4.4.1 และ 2.4.5.1 → สารประกอบ methylene blue complex → สกัดด้วยคลอโรฟอร์ม → ระเหยภายใต้ความดัน → ละลายส่วนที่เหลือด้วยเอทานอล → ผ่าน cation exchange resin Dowex 50 WX 8, 50-100 mesh เพื่อแยก methylene blue → ระเหย → ละลายส่วนที่เหลือด้วยน้ำ → ล้างด้วยคลอโรฟอร์ม → ระเหยให้แห้ง → ทำปฏิกิริยากับฟอสฟอรัสเพนตะคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10 นาที → ต้มกับเมทานอลที่ 70 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 20 นาที จะได้อนุพันธ์ของ methyl sulfonate → ระเหย → ละลายสารที่เหลือด้วยนอร์มัลเฮกเซน ความเข้มข้นประมาณ 20 มก./มล.

2.4.8.4 ภาวะที่วิเคราะห์ ดู 2.4.8.2

2.4.9. วิเคราะห์สารด้วยเทคนิคร่วมก๊าซโครมาโตกราฟีและแมสสเปกโตรมิเตอร์

2.4.9.1 นำตัวอย่างจาก 2.4.8.3 ไปฉีด GC-MS ด้วยภาวะดังนี้

คอลัมน์ fused silica capillary tubing เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.2 มม. อัตราการไหล 1.0 ลบ.ซม./นาที อัตราส่วนการแยก (split ratio) 10:1 อุณหภูมิของการฉีด 240 °ซ อุณหภูมิในตู้อบ 120 °ซ (2 นาที) อัตราการเพิ่มอุณหภูมิครั้งต่อไป 2.5 °ซ/นาที เมื่ออุณหภูมิถึง 200 °ซ เพิ่มอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที จนอุณหภูมิถึง 275 °ซ

Transfer line temperature, mass range 40-300 amu, EM voltage 1800, emission current, solvent delay 2 min. scan threshold 1000 ,scan/second 0.86

ผลวิเคราะห์ ดูตารางที่ 4 รูปที่ 20-24

2.4.10. วิเคราะห์สารด้วยเทคนิคลิควิดโครมาโตกราฟี

2.4.10.1 จากเอกสารอ้างอิงหมายเลข 8 และ 7 ได้นำหลักการมาประยุกต์ใช้กับสารมาตรฐาน LAS, Marlon A และ ABS โดยปรับเปลี่ยน อัตราการไหล, ชนิดและอัตราส่วนของ เฟสเคลื่อนที่ และอุณหภูมิของ คอลัมน์ จนได้ภาวะที่เหมาะสมที่สุด ดังนี้

คอลัมน์ : Macrospher WCX 7U (weak cationic carboxylic acid, ความยาว 250 มม., เส้นผ่านศูนย์กลาง 4.6 มม.)

เฟสเคลื่อนที่ : อัตราส่วนของ CH₃OH/H₂O 40 ต่อ 60 ดีเทกเตอร์คือ UV diode array วัดที่ 254 นาโนเมตร อัตราการไหล 1.0 มล./นาที, อุณหภูมิคอลัมน์ทดลองที่อุณหภูมิห้อง, ความไว 1.0 AUFS, ปริมาณที่

ฉีด 20 ไมโครลิตร, ความเข้มข้นของตัวอย่าง ใช้ตัวอย่างจาก 2.4.4.1 ละลายในน้ำ แล้วผสม LAS & ABS ในอัตราส่วนต่างๆกัน

ผลวิเคราะห์ ดูตารางที่ 5 รูปที่ 25-26

ในการใช้โปรแกรม multicomponent โดยทำเปรียบเทียบตัวอย่างกับสารมาตรฐาน LAS & ABS พบว่าถ้าลองใช้สารมาตรฐาน LAS เป็นสาร unknown ผลการวิเคราะห์รายงานเป็น LAS แต่เมื่อใช้ตัวอย่างผงซักฟอก ผลวิเคราะห์จะรายงานเป็น ABS ซึ่งไม่ถูกต้อง จึงต้องทดลองหาวิธีใหม่

2.4.10.2 จากเอกสารอ้างอิงหมายเลข 3 และ 14 ได้นำหลักการมาประยุกต์ใช้กับสารมาตรฐาน LAS, Marlon A และ ABS โดยปรับเปลี่ยน อัตราการไหล, ชนิดและอัตราส่วนของ เฟสเคลื่อนที่ และ อุณหภูมิของ คอลัมน์ จนได้ภาวะที่เหมาะสมที่สุด ดังนี้

คอลัมน์ที่เลือกใช้คือ คอลัมน์ LiChrosorp RP-18 ดีเทคเตอร์ UV diode array ที่ 224 นาโนเมตร ตัวทำละลายเคลื่อนที่ 0.1 M NaClO₄ ในตัวทำละลาย acetonitrile : water (45:55) อัตราการไหล 1.0 มล./นาที่ ความเข้มข้นของตัวอย่าง 0.4 กรัม/ลิตร ปริมาณที่ฉีด 20 ไมโครลิตร ในการทดลองฉีดตัวอย่างที่มีส่วนผสมของ ABS ในอัตราส่วนร้อยละ 0 10 15 และ 20

ผลการวิเคราะห์ ดูตารางที่ 5 รูปที่ 27-38

2.4.11. วิเคราะห์การย่อยสลายทางชีวภาพ (วิธีวิเคราะห์โดยละเอียดดู มอก. 578-2540 : วิธีวิเคราะห์และทดสอบผงซักฟอก² ข้อ 11.2 และ 12 วิธีนี้ใช้กับผงซักฟอกที่มีสารลดแรงตึงผิวประเภทแอนไอออนิกเป็นส่วนประกอบเท่านั้น)

2.4.11.1 วิธีเตรียมสารละลายตัวอย่าง

สกัดตัวอย่างผงซักฟอกประมาณ 20 กรัมด้วยเอทานอลร้อยละ 95 ร้อน กรองแล้วระเหยให้แห้ง นำสารที่ไม่ระเหยมาละลายน้ำกลั่น ทำให้เป็นปริมาตร 250 ลบ.ซม.

2.4.11.2 หาปริมาณสารลดแรงตึงผิว¹²

ปิเปตสารละลายจาก 2.4.11.1 จำนวน 2 ลบ.ซม. ดีเตรทด้วยสารละลายมาตรฐานเบนซีโทเนียมคลอไรด์ (benzethonium chloride) มีไดมิเดียมโบรไมด์แอซิดบลู (dimidium bromide acid blue 1) เป็นอินดิเคเตอร์ คำนวณหาปริมาณสารลดแรงตึงผิวแล้วเตรียมสารละลายตัวอย่างใหม่ โดยเจือจางสารละลายจากข้อ 2.4.11.1 ให้มีความเข้มข้น 1 กรัมต่อ 1 ลบ.คม.

2.4.11.3 เตรียมสารละลายมาตรฐานมาร์ลอนเอ

สารละลายมาตรฐานมาร์ลอนเอ เป็นสารลดแรงตึงผิวที่ถูกย่อยสลายได้มากกว่าร้อยละ 90 เตรียมให้มีความเข้มข้น 1 กรัมต่อ 1 ลบ.คม.

2.4.11.4 เตรียมสารละลายจุลินทรีย์

- นำดินสำหรับเพาะปลูก 100 กรัม เติมน้ำ 1 ลบ.คม. คนแล้วตั้งทิ้งไว้ 30 นาที กรองแล้วผ่านอากาศลงไปนสารละลายตลอดจนกว่าจะนำไปใช้
- เตรียมอาหารเลี้ยงเชื้อซึ่งประกอบด้วยสารละลาย 4 ชนิดคือ

ก. สารละลาย A 100 ลบ.ซม. ประกอบด้วย

- โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต KH_2PO_4 0.85 กรัม
- ไดโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต K_2HPO_4 2.175 กรัม
- ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟตไดไฮเดรต $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 3.34 กรัม
- และแอมโมเนียมคลอไรด์ NH_4Cl 0.17 กรัม

ข. สารละลาย B 100 ลบ.ซม. ประกอบด้วย

- แมกนีเซียมซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 2.25 กรัม

ค. สารละลาย C 50 ลบ.ซม. ประกอบด้วย

- แคลเซียมคลอไรด์ CaCl_2 1.38 กรัม

ง. สารละลาย D 50 ลบ.ซม. ประกอบด้วย

- ไอร์ออน (III) คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.0125 กรัม

2.4.11.5 ขั้นตอนการย่อยสลาย

- นำน้ำกลั่น 1 ลิตรใส่ขวดรูปกรวยขนาด 1 ลิตรจำนวน 3 ใบใส่สารละลายตัวอย่าง (2.4.11.2) 5 ลบ.ซม. สารละลายมาร์ลอนเอ (2.4.11.3) 5 ลบ.ซม. แยกใส่แต่ละขวด และทำแบ่งก 1 ขวด เติมสารละลายจุลินทรีย์ 10 ลบ.ซม.และอาหารเลี้ยงเชื้อ 4 ชนิด อย่างละ 1 ลบ.ซม.ลงในแต่ละขวด เขย่าให้เข้ากัน อุดปากขวดด้วยสำลีหวมๆ แล้วนำไปเขย่าที่อุณหภูมิ 27 ± 2 องศาเซลเซียสโดยมิให้ถูกแสงสว่าง
- เก็บสารละลายตัวอย่างหาปริมาณสารลดแรงตึงผิวในช่วงเวลาครั้งแรกเมื่อเริ่มทำการวิเคราะห์และเมื่อครบ 19 วัน โดยให้สารลดแรงตึงผิวทำปฏิกิริยากับเมทิลีนบลูภายใต้ภาวะที่กำหนดแล้วได้สารประกอบเชิงซ้อนสีน้ำเงินที่ไม่ละลายน้ำแต่ละลายในคลอโรฟอร์ม วัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยยูวีวิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-Visible

spectrophotometer) ที่ความยาวคลื่น 652 นาโนเมตร แล้วคำนวณหาความเข้มข้นโดยเทียบกับกราฟมาตรฐาน (standard curve) ของสารละลายมาตรฐานมาร์ลอนเอที่ความเข้มข้นต่างๆกัน

2.4.11.6 การคำนวณ

$$\text{ใช้สูตร } A_t = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100$$

A_t คือ การย่อยสลายทางชีวภาพเมื่อวันที่ t เป็นร้อยละ

C_0 คือความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวเมื่อเริ่มตรวจสอบเป็น มก.ต่อ ลบ.ชม.

C_t คือความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวเมื่อวันที่ t เป็น มก.ต่อ ลบ.ชม.

2.4.11.7 เกณฑ์การตัดสิน

- ในการทดลองแต่ละครั้งต้องทำการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานมาร์ลอนเอด้วย โดยผลการตรวจสอบจะเชื่อถือได้เมื่อการย่อยสลายทางชีวภาพของสารละลายมาตรฐานมาร์ลอนเอ มีค่าระหว่างร้อยละ 90 ถึง 95 ภายในเวลา 14 วัน
- การตรวจสอบตัวอย่างภายใน 19 วันต้องมีค่าการย่อยสลายทางชีวภาพมากกว่าร้อยละ 80 จึงจะถือว่าผ่าน

บทที่ 3

ผลการวิเคราะห์

3.1. ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

IR สเปกตรัมของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน LAS ABS และ Marlon A และสารลดแรงตึงผิวที่สกัดได้จากตัวอย่างผงซักฟอก ไม่มีความแตกต่างกันและเหมือนกับเอกสารอ้างอิง คูตารางที่ 1 และรูปที่ 1-6

3.2. ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มมิดิเคิลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ (FT-NMR)

จาก ตารางที่ 2 และรูปที่ 7-9 ในการ run ^{13}C with ^1H decoupling เพื่อดูสเปกตรัมของกลุ่มอัลคิลคาร์บอนและอะโรมาติกคาร์บอน พบว่าสเปกตรัมของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐานมาร์ลอนเอ และสารลดแรงตึงผิวที่สกัดได้จากตัวอย่างผงซักฟอก แสดงตำแหน่งอัลคิลคาร์บอนในช่วง 10-50 ppm และอะโรมาติกคาร์บอนที่ตำแหน่ง substituted carbon ในช่วง 140-152 ppm ที่ตำแหน่ง unsubstituted carbon ในช่วง 125-130 ppm เหมือนกัน ส่วน Tetrapropylene benzene sulfonate (ABS) จะมีสเปกตรัมกลุ่มอัลคิลคาร์บอนจำนวนมาก แสดงให้เห็นถึงการจับตัวที่ไม่เป็นระเบียบของสาร

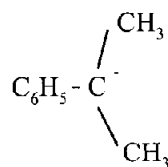
นอกจากนี้ในการ run DEPT (distortionless enhancement by polarization transfer) ที่ 135 องศา (รูปที่ 10-13) เพื่อดูการแยกจำนวน CH_3 , CH (positive peak) และ CH_2 (negative peak) พบว่าสเปกตรัมของมาร์ลอนเอ LAS และสารลดแรงตึงผิวที่สกัดได้จากตัวอย่างผงซักฟอกเพ็บบเหมือนกันและแตกต่างจากสเปกตรัมของ ABS อย่างเห็นได้ชัดเจน

3.3. ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคก๊าซโครมาโตกราฟี

โครมาโตแกรมของสารมาตรฐาน LAS และ Marlon A เหมือนกับโครมาโตแกรมตามเอกสารอ้างอิงและโครมาโตแกรมของสารลดแรงตึงผิวที่สกัดได้จากตัวอย่างผงซักฟอก เว้นแต่ปริมาณของโซ่คาร์บอนที่ตำแหน่งต่างๆกันจะไม่เท่ากัน ซึ่งต่างกับโครมาโตแกรมของ ABS คือโซ่คาร์บอนที่ตำแหน่งต่างๆกันจะแยกไม่ชัดเจน คูตารางที่ 3 และรูปที่ 14-18

3.4. ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคร่วมก๊าซโครมาโตกราฟีและแมสสเปกโตรเมทรี (GC-MS)

จาก ตารางที่ 4 และรูปที่ 20 พบว่าผลโครมาโตแกรมของสารลดแรงตึงผิวMarlon A และ LAS เหมือนกันคือประกอบด้วยโมเลกุลของ C_{10} , C_{11} , C_{12} และ C_{13} ดังแมสสเปกตรัมของ Marlon A รูปที่ 21-22 ในขณะที่โครมาโตแกรมของ ABS จะประกอบด้วยโมเลกุลของคาร์บอนต่างๆ ซึ่งมีแมสสเปกตรัมหลักที่เป็น branched chain คือ m/e ratio 119 รูปที่ 23-24



3.5. ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคลิควิดโครมาโตกราฟี

3.5.1 ด้วยวิธี reversed phase และการใช้โปรแกรม multicomponent สามารถนำมาประยุกต์ใช้กับสารลดแรงตึงผิวมาตรฐานได้โดยมีเปอร์เซ็นต์ recovery อยู่ในช่วงร้อยละ ± 20 แต่ไม่สามารถนำมาใช้กับสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอกได้ คูตารางที่ 5 และรูปที่ 25-26

3.5.2 ด้วยวิธี reversed phase เช่นกันแต่ใช้ คอลัมน์และภาวะต่างกันและใช้วิธีผสมสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน ABS ลงไปพบว่าสามารถดูการปนของ ABS ได้ชัดเจนจากโครมาโตแกรมตั้งแต่ร้อยละ 10 ขึ้นไป และจากอัตราร้อยละ 20 ซึ่งเป็นอัตราส่วนสูงสุดของ ABS ที่ยังคงให้อัตราการย่อยสลายร้อยละ 80 ขึ้นไป พบว่าพื้นที่พีคที่สนใจ (ช่วง retention time 7-8 นาที) ต้องไม่มากกว่าร้อยละ 5 คูตารางที่ 5 และรูปที่ 27-38

3.6. ผลการวิเคราะห์การย่อยสลายของตัวอย่างผงซักฟอก

จากตารางที่ 6 พบว่าสารลดแรงตึงผิวมาตรฐานชนิดแอนไอออนิกประเภท โครงสร้างเป็นเส้นตรง โดเดซิลเบนซีนซัลโฟเนต (dodecylbenzenesulfonate) มีความสามารถในการย่อยสลายได้ประมาณร้อยละ 85-90 ส่วนสารลดแรงตึงผิวที่สกัดได้จากผงซักฟอกที่จำหน่ายทั่วไปในท้องตลาด มีความสามารถในการย่อยสลายได้ถึงร้อยละ 90-95 คูตารางที่ 7

บทที่ 4

วิจารณ์ผล

การเตรียมสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก ด้วยวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายคลอโรฟอร์มในขณะนี้ เป็นวิธีการที่เหมาะสมและสะดวกที่สุดก่อนที่จะนำไปวิเคราะห์ขั้นต่อไป ถึงแม้ว่าเอทานอลจะใช้ทดแทนได้และปลอดภัยกว่าก็ตาม แต่มีสารเติมแต่งหลายตัวรวมทั้งค่าที่ละลายได้ดีในเอทานอลทำให้ได้สารปนเปื้อนมากกว่าวิธีใช้คลอโรฟอร์มสกัด จากผลการทดลองโดยใช้เทคนิคเครื่องมือพิเศษต่างๆพบว่า

4.1 เทคนิค IR ค่อนข้างง่ายไม่ยุ่งยาก แต่ไม่สามารถบอกความแตกต่างของโครงสร้างที่เป็นกิ่งและเส้นตรงได้อย่างชัดเจน

4.2 เทคนิค NMR ค่อนข้างยุ่งยากในการเตรียมตัวอย่าง เนื่องจากความสามารถในการละลายของสารลดแรงตึงผิว (2.4.4.1 และ 2.4.5.1) ในตัวทำละลายที่ไม่มีไฮโดรเจน (deuterated solvent) ได้แก่ $CDCl_3$, CD_3COCD_3 , ไมดี หรืออาจเนื่องจากความไม่บริสุทธิ์ของสาร จึงทำให้สเปกตรัมที่ได้ไม่ชัดเจนเท่าที่ควร แต่ก็สามารถบอกความแตกต่างของสเปกตรัมของโครงสร้างที่เป็นกิ่งและเส้นตรงได้ในลักษณะคุณภาพวิเคราะห์ ส่วนปริมาณวิเคราะห์ไม่สามารถทำได้

4.3 เทคนิค GC ต้องยุ่งยากและเสียเวลาในการเตรียมอนุพันธ์ ถึงแม้ว่าโครมาโตแกรมจะสามารถเห็นความแตกต่างและหาปริมาณ carbon chain distribution ของ LAS ได้ก็ตาม แต่ในกรณีที่เป็นสารผสมพิกของ desulfonated ABS ยังไม่สามารถแยกได้

4.4 เทคนิค GC-MS สามารถบอกโครงสร้างของแต่ละ carbon ของกลุ่มอัลคิลได้ค่อนข้างชัดเจนกว่าวิธีใดๆ แต่ก็ต้องเตรียมอนุพันธ์ก่อนและเป็นเทคนิคที่ยุ่งยากในการหาปริมาณเช่นกัน

4.5 เทคนิค HPLC เป็นเทคนิคที่มีขั้นตอนในการทำค่อนข้างง่าย สะดวกและรวดเร็ว ไม่ต้องเตรียมอนุพันธ์ตัวอย่าง เห็นความแตกต่างของพีคระหว่างโครงสร้างแบบกิ่งและแบบเส้นตรงของสารลดแรงตึงผิวประเภทแอนไอออนิกอย่างชัดเจน และเมื่อผสมกันด้วยอัตราส่วนต่างกันก็สามารถเห็นการเปลี่ยนแปลงของพีคที่สนใจ เมื่อเปรียบเทียบกับเทคนิค NMR หรือ GC-MS ซึ่งการเตรียมตัวอย่างและวิธีการวิเคราะห์ค่อนข้างยาก ใช้เวลาในการวิเคราะห์นานกว่าและสิ้นเปลืองค่าใช้จ่ายในการเปิดเครื่องวิเคราะห์มากกว่า และถึงแม้ว่าเทคนิค HPLC ในการหาปริมาณโดยโปรแกรม multicomponent (10.1) จะใช้ได้กับสารลดแรงตึงผิวมาตรฐานเท่านั้น ไม่ประสบผลสำเร็จเมื่อใช้กับการวิเคราะห์สารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก ซึ่งอาจเป็นผลมาจาก LAS หรือ ABS หรือ Marlon A รวมทั้งสารลดแรงตึงผิวในผงซักฟอกไม่ใช่เป็นสารเดี่ยว แต่เป็นสารผสมของกลุ่มอัลคิลที่มีคาร์บอนต่างกัน แต่จากวิธีการ standard addition เติม ABS ลงไปและทำ

เปรียบเทียบผลกับวิธีการย่อยสลายทางชีวภาพก็สรุปได้ว่า ABS ไม่เกินร้อยละ 20 ที่ผสมในผงซักฟอก หรือพื้นที่พิศที่สนใจของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่าง จะต้องไม่เกินร้อยละ 5 จึงจะทำให้ความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพผ่านตามเกณฑ์กำหนดได้ ความสิ้นเปลืองของสารเคมีและจำนวนวัสดุ อุปกรณ์ที่ต้องใช้ในการวิเคราะห์การย่อยสลายทางชีวภาพต่อผงซักฟอกจำนวน 1 ตัวอย่าง เปรียบเทียบกับการวิเคราะห์โดยเทคนิค HPLC แสดงในตารางที่ 8

บทที่ 5

สรุปผลและข้อเสนอแนะ

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคไฮเพอร์ฟอร์มแมนซ์ลิควิดโครมาโตกราฟี เป็นวิธีการที่ง่ายและเหมาะสมที่สุด สามารถประหยัดเวลาในการวิเคราะห์ได้ถึง 20 วัน ประหยัดแรงงานของบุคลากรทุกขั้นตอนของการวิเคราะห์ มีความปลอดภัยในการวิเคราะห์มากขึ้นเนื่องจากใช้สารเคมีที่เป็นอันตรายน้อยลง

เทคนิคดังกล่าวประกอบด้วย คอลัมน์ Lichrospher RP-18 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4.5 มม. ยาว 330 มม. ตัวทำละลายเคลื่อนที่ (mobile phase) คือ สารละลายของเกลือโซเดียมเปอร์คลอเรต (NaClO_4) ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ ในตัวทำละลายผสมอะซิโตนไตรและน้ำอัตราส่วน 45 : 55 ทำการทดลองที่อุณหภูมิห้อง ความเร็วของการเคลื่อนที่ของตัวทำละลายเคลื่อนที่ 1.0 ลบ.ซม./นาทิตีเทคเตอร์ที่ใช้คือ ยูวีไดโอดอะเร (UV diode array) ที่ความยาวคลื่น 224 นาโนเมตร ความเข้มข้นของสารที่ใช้ 0.4 กรัม/ลิตร ปริมาณสารที่ฉีด 20 ไมโครลิตร

ในปัจจุบันถึงแม้สารลดแรงตึงผิวประเภทแอนไอออนิกที่มีโครงสร้างเป็นแบบกิ่ง (ABS) ไม่มีการผลิตเพื่อใช้ในอุตสาหกรรมผงซักฟอกแล้วก็ตาม เนื่องจากในต่างประเทศมีการห้ามใช้และในประเทศไทยเองก็มีการห้ามใช้ โดยมีพระราชบัญญัติควบคุม แต่ในมาตรฐานผลิตภัณฑ์ผงซักฟอกก็ยังคงต้องควบคุมการใช้ ABS ด้วยการวิเคราะห์การย่อยสลายทางชีวภาพอยู่ ทั้งนี้เนื่องจากเทคโนโลยีในการผลิตผงซักฟอกยังคงรุดหน้าและมีความซับซ้อนของโครงสร้างของสารลดแรงตึงผิวที่เป็นผลจากการวิจัยอยู่ตลอดเวลาและมากขึ้น นอกจากนี้สารลดแรงตึงผิวประเภทอื่นเช่น นอนไอออนิก แคลทไอออนิก และแอมโฟเทอริก ในผลิตภัณฑ์อุปโภคอย่างอื่น เช่น สารขัดล้าง น้ำยาล้างถ้วยชาม แชมพู เป็นต้น ซึ่งจำเป็นจะต้องใช้สารที่มีโครงสร้างที่สามารถย่อยสลายทางชีวภาพได้เร็วเช่นกันก็นิยมใช้มากขึ้น และบางครั้งมีการใช้สารลดแรงตึงผิว 2 ประเภทผสมกันเช่น นอนไอออนิกผสมกับแคลทไอออนิก หรือผสมกับแอนไอออนิก ดังนั้นการศึกษาวิจัยสารลดแรงตึงผิวประเภทดังกล่าวจึงเป็นเรื่องที่น่าสนใจ และแนวทางในการวิจัยก็น่าจะเป็นหลักการเดียวกัน

คำขอบคุณ

ผู้รายงานขอขอบพระคุณ นางส่องแสง เลี้ยวขวลิต ผู้อำนวยการกองเคมี ที่กรุณาให้คำแนะนำที่เป็นประโยชน์และตรวจแก้ไขข้อบกพร่อง ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่กลุ่มงานเคมีประยุกต์ ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการวิเคราะห์ด้วย NMR และ IR นายคมสัน ตันยีนยงค์ที่ให้ความอนุเคราะห์ด้านเทคนิค GC และนายมานพ สิทธิเดชที่ให้ความอนุเคราะห์ด้านเทคนิคGC-MS เนื่องจากเครื่อง GC-MS ของกองเคมีขัดข้อง ผู้ปฏิบัติงานในกลุ่มงานอินทรีย์เคมีวิเคราะห์ที่ให้ข้อมูลผลการวิเคราะห์การย่อยสลายทางชีวภาพ และฝ่ายเครื่องมือวิทยาศาสตร์ กองฟิสิกส์และวิศวกรรมที่ช่วยเหลือในการทำชุด desulfonation ทำให้งานวิจัยสำเร็จ ลุล่วงตามวัตถุประสงค์

เอกสารอ้างอิง

1. สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม : ผงซักฟอก มอก. 78-2541
2. สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม : วิธีวิเคราะห์ และทดสอบผงซักฟอก มอก. 578-2540
3. Bear, G.R. Surfactant characterization by reversed-phase ion pair chromatography. **Journal of Chromatography**. 1986, vol. 371, p. 387-402.
4. Berna, J.L., et al. The Behaviour of LAS in the Environment. **Journal of Chemical Technology and Biotechnology** . 1991, vol. 50, p. 387-398.
5. Carminati, G., et al. Application of ^{13}C NMR to the identification of surfactants in mixture. **The Journal of the American Oil Chemists' Society**. April, 1988, vol. 65, no.4, p. 669-677.
6. El-Emary, Mahmoud and Morgan, L.O. Structural features of linear alkylbenzene sulfonates as observed in ^{13}C magnetic resonance spectra. **The Journal of the American Oil Chemists' Society**. July, 1978, vol. 55, p.593-599.
7. Excoffier, Jean-Louis., et al. Faster quantitative evaluation of high-performance liquid chromatography-ultraviolet diode-array data by multicomponent analysis. **Journal of Chromatography**. 1993, vol. 631, p. 15-21.
8. Fudano, Shintaro and Konishi, Kasuo. Separation and determination of linear and branched chain alkylbenzene sulfonates by salting-out chromatography. **Journal of Chromatography**. 1970, vol. 51, p. 211-218.
9. Hashim, M.A., et al. Biodegradability of Branched Alkylbenzene Sulphonates. **Journal of Chemical Technology and Biotechnology**. 1992, vol. 54, p. 207-214.
10. Hiromi Hon-Nami and Tanaka Hanya, **Water Research**, vol. 14, p 1254-1256.
11. **Industrial application of surfactant III**. edited by D.R. Karsa 1992.

12. Surface active agent - Detergents - Determination of anionic - active matter (direct two - phase titration procedure), **ISO 2271** , International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland, 1989.
13. Knight, et al. Analysis of surfactant mixture 1. **The Journal of the American Oil Chemists' Society**. May, 1959, vol. 36, p. 197-200.
14. Nakae, Atsuo., et al. Determination of alkyl chain distribution of alkylbenzene sulfonates by liquid chromatography. **Analytical Chemistry**. October, 1981, vol. 53, no. 12, p. 1818-1821.
15. Nakae, Atsuo., et al. Determination of trace amounts of alkylbenzenesulfonates by high-performance liquid chromatography with fluorimetric detection. **Analytical Chemistry**. December, 1980, vol. 52, no. 14, p. 2275-2277.
16. Osburn, Q.W. Analytical methodology for linear alkylbenzene sulfonate (LAS) in waters and wastes. **The Journal of the American Oil Chemists' Society**. February, 1986, vol. 63, no. 2, p. 669-677.
17. Schmitt, T.M. **Analysis of Surfactants : Characterization of Anionic Surfactants**. (Surfactant Science Series.) vol. 40. 1990.
18. Smith, D.L. Impact of Composition on the Performance of Sodium Linear Alkylbenzenesulfonate (NaLAS) . **The Journal of the American Oil Chemists' Society**. 1997, vol.74, no 7, p. 837-845.
19. Taylor, W. Phillip and Nickless, Graham. Paired-ion high-performance liquid chromatography of partially biodegraded linear alkylbenzenesulphonate. **Journal of Chromatography**. 1979, vol. 178, p. 259-269.
20. **The American Society for Testing and Materials**. Standard for qualitative classification of surfactants by infrared absorption. ASTM D 2357-74 (Reapproved 1995).
21. Thurman, E.M., et al. Determination of alkylbenzenesulfonate surfactants in groundwater using macroreticular resins and carbon-13 nuclear magnetic resonance spectrometry. **Analytical Chemistry**. July 15, 1987, vol. 59, no. 14, p. 1798-1802.

ภาคผนวก

ตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค fourior transform infrared spectroscopy (FT-IR)

| ตัวอย่าง | หมายเลข ปฏิบัติการ | ช่วงการดูดกลืนแสงที่สำคัญ ความถี่ (cm ⁻¹) | | | | | | | หมายเหตุ |
|--------------|-----------------------|---|-----------|------|------|------|-----|---|---|
| | | 1493 | 1235-1176 | 1136 | 1042 | 1010 | 833 | | |
| บรีสคัลเลอร์ | RW 751 | / | / | / | / | / | / | / | จาก Table 1 เอกสารอ้างอิง ²⁰ ; Infrared Absorption Bands of Typical Commercial Detergents frequency.cm ⁻¹ band shape band intensity identity 1493 shoulder weak aromatic bands 1235-1176 broad* strong sulfonate group 1136 sharp medium sulfonate group 1042 sharp strong ABS bands 1010 sharp strong ABS bands 833 broad medium para-substitution / หมายถึงสเปกตรัมเป็นไปตามเอกสารอ้างอิง * อาจแยกเป็น 2 พีค ABS = alkylbenzenesulfonate |
| เฟ้บเมติกพาส | RW 143 | / | / | / | / | / | / | / | |
| เมลาซีโอไลท์ | SB 545 | / | / | / | / | / | / | / | |
| LAS | | / | / | / | / | / | / | / | |
| แพ็บ | | / | / | / | / | / | / | / | |
| ABS(TBS) | | / | / | / | / | / | / | / | |
| บรีส | | / | / | / | / | / | / | / | |
| เปลา | | / | / | / | / | / | / | / | |
| Marlon A | | / | / | / | / | / | / | / | |

ตารางที่ 2 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค fourier transform nuclear magnetic resonance (FT - NMR)

| ตัวอย่าง | ประเภทของการวิเคราะห์ | การวินิจฉัยผล | เอกสารอ้างอิง ^{5,6,21} | หมายเหตุ |
|----------|--|--|---|--|
| Marlon A | ¹³ C with ¹ H decoupling | alkyl carbon : $\delta = 10-50$ aromatic carbon : - substituted carbons @ $\delta = 140-152$ - unsubstituted carbons @ $\delta = 125-130$ | alkyl carbon : $\delta = 10-50$ aromatic carbon : - substituted carbons @ $\delta = 140-152$ - unsubstituted carbons @ $\delta = 125-130$ | |
| แฟ้ม | ¹³ C with ¹ H decoupling | เหมือน Marlon A | | |
| ABS | ¹³ C with ¹ H decoupling | spectrum ที่กลุ่ม alkyl carbon มีมากไม่เป็นระเบียบ | | |
| Marlon A | dept 135 | CH ₃ , CH positive CH ₂ negative | APT ¹³ C NMR show methyl, methine, and protonated aromatic carbons are negative, but methylene, quaternary, and non-protonated aromatic carbons are positive | DEPT = Distortionless Enhancement by Polarization Transfer |
| แฟ้ม | dept 135 | เหมือน Marlon A | | |
| LAS | dept 135 | เหมือน Marlon A | | |
| ABS | dept 135 | มีจำนวน และตำแหน่ง spectrum แตกต่างจาก Marlon A | | |

ตารางที่ 3 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี (GC)

| ตัวอย่าง | GC – chromatogram | หมายเหตุ |
|----------|--|---|
| LAB | Chromatogramme คัดถ่าย เอกสารอ้างอิงหมายเลข 11 | คอลัมน์ RTX-1 (100% dimethyl polysiloxane), ความยาว 30 ม., เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.53 มม., ความหนาของฟิล์ม 1 ไมโครเมตร |
| LAS | Chromatogramme คัดถ่าย LAB | ดีเทคเตอร์ FID อัตราการไหล 5.0 ลบ.ซม./นาที, อัตราส่วนการแยก (split ratio) 10:1 attenuation 5 อุณหภูมิของดีเทคเตอร์ 280 °ซ, อุณหภูมิของการฉีด 280 °ซ อุณหภูมิเริ่มต้น 100 °ซ, เวลาเริ่มต้น 5 นาที, อัตราการเพิ่มอุณหภูมิครั้งแรก 5 °ซ/นาที, ช่วงเวลาแรก 25 นาที, อุณหภูมิสุดท้าย 250 °ซ, เวลาสุดท้าย 10 นาที ความคมชัดของอุณหภูมิในตู้เย็น 3 นาที, อุณหภูมิเริ่มต้น 175 °ซ, อัตราการเพิ่มอุณหภูมิครั้งต่อไป 20 °ซ/นาที อุณหภูมิสูงสุดของตู้เย็น 300 °ซ ความกว้างของพีค 0.05 นาที |
| Marlon A | Chromatogramme คัดถ่าย LAB | |
| ABS | Chromatogramme ต่างกับ LAB และพีคไม่สามารถแยกโดยเด็ดขาดได้ | |

ตารางที่ 4 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคร่วมก๊าซโครมาโทกราฟีและแมสสเปกโตรมิเตอร์ (GC-MS)

| Retention time | | Library Search | | จำนวนคาร์บอนของกุ่มอัลคิล | |
|----------------|--------|------------------|------------------------------------|---------------------------|-----|
| นาที | | Marlon A และ LAS | ABS | | |
| Marlon A | LAS | ABS | ABS | LAS & Marlon A | ABS |
| - | - | 7.158 | benzene,(1,1,2-trimethylpropyl)- | - | 6 |
| - | - | 8.296 | benzene,(1,1,2-trimethylpropyl)- | - | 6 |
| 14.089 | 14.089 | - | benzene, (1-butylhexyl) - | 10 | - |
| 14.399 | 14.415 | 14.318 | benzene, (1-propylheptyl) - | 10 | 9 |
| - | - | 14.776 | benzene,(1,1-dimethyldecyl)- | - | 12 |
| 15.099 | 15.097 | 15.305 | benzene, (1-ethyloctyl) - | 10 | 18 |
| - | - | 15.793 | benzene,(1,1,2-trimethylpropyl)- | - | 11 |
| - | - | 16.006 | Benzene,(1-methyl-1-propylpentyl)- | - | 9 |
| 16.444 | 16.453 | 16.545 | benzene, (1-methylnonyl) - | 10 | 6 |
| - | - | 16.922 | benzene,(1-methylundecyl)- | - | 12 |
| - | - | 17.093 | benzene,(1-methyl-1-propylpentyl)- | - | 9 |
| 17.735 | 17.676 | 17.730 | benzene, (1-pentylhexyl) - | 11 | 20 |
| 17.898 | 17.894 | - | benzene, (1-butylheptyl) - | 11 | - |
| - | - | 18.019 | benzene,(1-methyl-1-propylpentyl)- | - | 9 |
| - | - | 18.083 | benzene,octadecyl- | - | 18 |
| 18.262 | 18.249 | 18.210 | benzene, (1-propyloctyl) - | 11 | 20 |

ตารางที่ 4 (ต่อ) ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคมวลสารที่ทราบค่าและเมสสเปกโตรมิเตอร์ (GC-MS)

| Retention time นาที | | | Library Search | | | จำนวนคาร์บอนของกลุ่มอัลคิล | |
|------------------------|--------|--------|------------------------------|------------------------------|----------------|----------------------------|--|
| Marlon A | LAS | ABS | Marlon A และ LAS | ABS | LAS & Marlon A | ABS | |
| - | - | 18.646 | - | benzene,(1,1-dimethyldecyl)- | - | 12 | |
| - | - | 18.895 | - | benzene,octadecyl- | - | 18 | |
| 19.062 | 19.038 | 19.007 | benzene, (1-ethylonyl) - | benzene,(1-ethyl-octadecyl)- | 11 | 18 | |
| - | - | 19.398 | - | benzene,octadecyl- | - | 18 | |
| 20.480 | 20.472 | 20.404 | benzene, (1-methyldecyl) - | benzene,octadecyl- | 11 | 18 | |
| - | - | 20.619 | - | benzene,(1,1-dimethyldecyl)- | - | 12 | |
| - | - | 21.032 | - | benzene,(1,1-dimethyldecyl)- | - | 12 | |
| 21.625 | 21.613 | - | benzene, (1-pentylheptyl) - | - | 12 | - | |
| 21.818 | 21.781 | - | benzene, (1-butyl-octyl) - | - | 12 | - | |
| 22.280 | 22.252 | - | benzene, (1-propylonyl) - | - | 12 | - | |
| 23.096 | 23.102 | - | benzene, (1-ethyldecyl) - | - | 12 | - | |
| 24.580 | 24.579 | - | benzene, (1-methylundecyl) - | - | 12 | - | |
| 25.527 | 25.518 | - | benzene, (1-pentyl-octyl) - | - | 13 | - | |
| 25.783 | 25.788 | - | benzene, (1-butylonyl) - | - | 13 | - | |
| 26.279 | 26.270 | - | benzene, (1-propyldecyl) - | - | 13 | - | |
| 27.164 | 27.155 | - | benzene, (1-ethylundecyl) - | - | 13 | - | |
| 28.627 | 28.639 | - | benzene, (1-methylundecyl) - | - | 12 | - | |

ตารางที่ 5 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค High performance liquid chromatography (HPLC) วิธี 10.1

| ตัวอย่าง | ปริมาณที่ได้ ไมโครกรัม | ปริมาณที่คำนวณได้จากโครมาโตแกรม โดยโปรแกรม MCA | | หมายเหตุ |
|-----------|---------------------------|---|---------------------|---|
| | | LAS : ABS ไมโครกรัม | LAS : ABS ร้อยละ | |
| LAS | 500 | * | - | คอลัมน์ : Macrosphe ^r WCX 7U (weak cationic carboxylic acid, ความยาว 250 มม., เส้นผ่านศูนย์กลาง 4.6 มม.) เฟสเคลื่อนที่ : อัตราส่วนของ CH ₃ OH/H ₂ O 40 ต่อ 60 อัตราการไหล : 1.0 มล./นาที อุณหภูมิของคอลัมน์ เป็น อุณหภูมิห้อง ดีเทคเตอร์ : UV diode array วัดที่ 254 นาโนเมตร ความไว : 1.0 AUFS ปริมาณที่ฉีด : 20 ไมโครลิตร * เป็นตัวหลักที่ใช้ในการคำนวณ MCA = Multicomponent analysis |
| LAS : ABS | 100 : 500 | * | - | |
| LAS : ABS | 500 : 500 | 447 : 395 | 89.4 : 79.6 | |
| | 500 : 300 | 431 : 285 | 86.2 : 95 | |
| | 500 : 100 | 460 : 97.2 | 92 : 97.2 | |
| | 500 : 70 | 490 : 68 | 98 : 97.1 | |
| | 500 : 50 | 493 : 47.9 | 98.6 : 95.8 | |
| | 500 : 30 | 490 : 28.7 | 98 : 95.7 | |
| LAS : ABS | 500 : 5 | 509 : 5.39 | 101.8 : 107.8 | |
| | 500 : 30 | 489 : 32.9 | 97.8 : 109.7 | |
| | 500 : 50 | 478 : 52.4 | 95.6 : 104.8 | |
| | 500 : 70 | 478 : 67.9 | 95.6 : 97.0 | |
| | 500 : 100 | 491 : 88.8 | 98.2 : 88.8 | |
| | 500 : 300 | 453 : 262 | 90.6 : 87.3 | |
| | 500 : 500 | 443 : 419 | 88.6 : 83.8 | |

อัตราส่วนของ LAS : ABS ของข้อมูลทั้ง 2 ชุดปรับเปลี่ยนเฉพาะค่า ABS
 % recovery ของข้อมูลทั้ง 2 ชุดมีค่าตั้งแต่ 80 – 110 (± 20 %)

ตารางที่ 5(ต่อ) ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค high performance liquid chromatography (HPLC) วิธี 10.1

| ตัวอย่าง | ปริมาณที่ได้ ไมโครกรัม | ปริมาณที่คำนวณได้จากโครมาโตแกรม โดยโปรแกรม MCA | | หมายเหตุ |
|--------------------|---------------------------|---|---------------------|---|
| | | LAS : ABS ไมโครกรัม | LAS : ABS ร้อยละ | |
| LAS : ABS | 400 : 100 | 401 : 109 | 100.2 : 109 | อัตราส่วนของ LAS : ABS ปรับเปลี่ยน โดยคงผลรวมทั้งหมดเป็น 500 ไมโครกรัม %recovery ของข้อมูล มีค่าตั้งแต่ 82 – 112 |
| | 375 : 125 | 358 : 103 | 95.5 : 82.4 | |
| | 350 : 150 | 350 : 157 | 100 : 104.7 | |
| | 300 : 200 | 297 : 209 | 99 : 104.5 | |
| | 250 : 250 | 262 : 242 | 104 : 96.8 | |
| | 200 : 300 | 283 : 223 | 94.3 : 111.5 | |
| | 150 : 350 | 343 : 167 | 98 : 111.3 | |
| | 125 : 375 | 339 : 141 | 90.4 : 112.8 | |
| | 100 : 400 | 395 : 112 | 98.8 : 112 | |
| ผงซักฟอกเฟ็บ | 500 | -15.2 : 466 | | |
| ผงซักฟอกเฟ็บ : ABS | 400 : 100 | -12.3 : 473 | | |
| ผงซักฟอกบริส | 500 | 52.1 : 416 | | |
| ผงซักฟอกบริส : ABS | 400 : 100 | 37.8 : 439 | | |
| ผงซักฟอกเปา | 500 | -20.8 : 473 | | |
| ผงซักฟอกเปา : ABS | 400 : 100 | -19 : 478 | | ผลการวิเคราะห์ อ่านค่าได้ถูกต้อง |
| LAS : ABS | 400 : 100 | 418 : 102 | 104.5 : 102 | |

ตารางที่ 5 (ต่อ) ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค high performance liquid chromatography (HPLC) วิธีที่ 10.2

| ตัวอย่าง | อัตราส่วนร้อยละ | พื้นที่พีคที่สนใจร้อยละ | Chromatogram | หมายเหตุ |
|--------------|-----------------|-------------------------|-------------------------------|---|
| LAS | 100 | - | เหมือนเอกสารอ้างอิงหมายเลข 14 | คอลัมน์ : LiChrosorp RP-18 |
| Marlon A | 100 | - | เหมือน LAS | ดีเทคเตอร์ : UV diode array ที่ 224 นาโนเมตร |
| ABS | 100 | - | เหมือนเอกสารอ้างอิงหมายเลข 14 | ตัวทำละลายเคลื่อนที่ : 0.1 M NaClO ₄ ในตัวทำละลาย acetonitrile / water (45:55) |
| UB 133 | 100 | 0.53 | เหมือน LAS | อัตราการไหล : 1.0 มล./นาที อุณหภูมิของคอลัมน์ เป็น อุณหภูมิห้อง |
| UB 133 + ABS | 10 15 20 | 2.14 2.84 6.26 | | ความเข้มข้นของตัวอย่าง : 0.4 กรัม/ลิตร ปริมาณที่ฉีด 20 ไมโครลิตร |
| UA 239 | 100 | 0.97 | เหมือน LAS | พีคที่สนใจ คือพีคในช่วง retention time 7.0-8.0 |
| UA 239 + ABS | 10 15 20 | 3.43 4.78 5.10 | | |
| TY 725 | 100 | 0.61 | เหมือน LAS | |
| TY725 + ABS | 10 15 20 | 3.78 8.00 8.69 | | |

ตารางที่ 5 (ต่อ) ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค high performance liquid chromatography (HPLC) วิธีที่ 10.2

| ตัวอย่าง | อัตราส่วน ร้อยละ | พื้นที่พีคที่สนใจ ร้อยละ | Chromatogram | หมายเหตุ |
|------------------------|---------------------|-----------------------------|--------------|--|
| TY 465 TY 725 + ABS | 100 | 2.10 | เหมือน LAS | คอลัมน์ : LiChrosorp RP-18 ดีเทคเตอร์ : UV diode array ที่ 224 นาโนเมตร ตัวทำละลายเคลื่อนที่ : 0.1 M NaClO ₄ ในตัวทำละลาย acetonitrile / water (45:55) อัตราการไหล : 1.0 มล./นาที อุณหภูมิของคอลัมน์ เป็น อุณหภูมิห้อง ความเข้มข้นของตัวอย่าง : 0.4 กรัม/ลิตร ปริมาณที่ฉีด 20 ไมโครลิตร |
| | 10 | 4.15 | | |
| | 15 | 5.05 | | |
| | 20 | 5.50 | | |
| TW 21 TW 21 + ABS | 100 | 1.01 | เหมือน LAS | |
| | 10 | 3.62 | | |
| | 15 | 2.74 | | |
| | 20 | 6.30 | | |
| TP 62 TP 62 + ABS | 100 | 1.23 | เหมือน LAS | |
| | 10 | 4.42 | | |
| | 15 | 5.09 | | |
| | 20 | 5.82 | | |
| TM 612 TM 612 + ABS | 100 | 0.92 | เหมือน LAS | |
| | 10 | 3.76 | | |
| | 15 | 4.88 | | |
| | 20 | 5.84 | | |

ตารางที่ 5 (ต่อ) ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค high performance liquid chromatography (HPLC) วิธีที่ 10.2

| ตัวอย่าง | อัตราส่วน ร้อยละ | พื้นที่พีคที่สนใจ ร้อยละ | Chromatogram | หมายเหตุ |
|----------------------------|---------------------|-----------------------------|--------------|--|
| TB 873 TB 873 + ABS | 100 | 1.32 | เหมือน LAS | คอลัมน์ : LiChrosorp RP-18 ดีเทคเตอร์ : UV diode array ที่ 224 นาโนเมตร ตัวทำละลายเคลื่อนที่ : 0.1 M NaClO ₄ ในตัวทำละลาย acetonitrile / water (45:55) |
| | 10 | 2.11 | | |
| | 15 | 3.74 | | |
| | 20 | 5.70 | | |
| Marlon A Marlon A + ABS | 100 | 2.64 | เหมือน LAS | อัตราการไหล : 1.0 มล./นาที อุณหภูมิของคอลัมน์ เป็น อุณหภูมิห้อง ความเข้มข้นของตัวอย่าง : 0.4 กรัม/ลิตร ปริมาณที่ฉีด 20 ไมโครลิตร |
| | 10 | 4.03 | | |
| | 15 | 5.04 | | |
| | 20 | 6.27 | | |
| TY 465 TY 465 + ABS | 100 | 0.87 | เหมือน LAS | สารละลายเตรียมใหม่ / ผู้วิเคราะห์คนละคนกับตัวอย่าง ช่วงบน / ประสิทธิภาพของคอลัมน์ต่ำกว่า / พีคที่สนใจช่วง retention time 7.0 – 8.0 นาที |
| | 15 | 5.39 | | |
| | 20 | 5.69 | | |

ตารางที่ 6 ผลการวิเคราะห์การย่อยสลาย (biodegradability) ของตัวอย่างผงซักฟอก

| ตัวอย่าง | หมายเลข ปฏิบัติการ | อัตราส่วนเป็นร้อยละ ผงซักฟอก : ABS | การย่อยสลายทาง ชีวภาพ เป็นร้อยละ | ผลการวิเคราะห์ | หมายเหตุ |
|----------------------|-----------------------|---|-------------------------------------|--------------------------------------|---|
| Marlon A ผงซักฟอก | - SM 187 | Marlon A 100% 100 : 0 75 : 25 | 90.6 92.4 65.6 | ผ่าน ผ่าน ไม่ผ่าน | Marlon A คือสารลดแรงดึงผิวมาตรฐานที่สามารถย่อย สลายทางชีวภาพได้ประมาณร้อยละ 92 |
| Marlon A ผงซักฟอก | - SO 609 | Marlon A 100% 90 : 10 | 90 94.6 | ผ่าน ผ่าน | ABS หรือ TBS (tetrapropylene benzene sulfonate) คือสารลดแรงดึงผิวมาตรฐานที่ไม่สามารถย่อย สลายทางชีวภาพหรือย่อยสลายได้น้อย(ร้อยละ 0-35) |
| Marlon A ผงซักฟอก | - SV 262 | Marlon A 100% 87.5 : 12.5 85 : 15 80 : 20 ตัวอย่าง 100% | 94 88 86 82 93 | ผ่าน ผ่าน ผ่าน ผ่าน ผ่าน | ผ่าน หมายถึงความสามารถในการย่อยสลายได้ไม่ต่ำ กว่าร้อยละ 80 ภายในเวลา 19 วัน ¹ |
| Marlon A ผงซักฟอก | - SW 896 | Marlon A 100% 77.5 : 22.5 75 : 25 | 87 70 75 | ผ่าน ไม่ผ่าน ไม่ผ่าน | |

ตารางที่ 6 (ต่อ) ผลการวิเคราะห์การย่อยสลาย (biodegradability) ของตัวอย่างผงซักฟอก

| ตัวอย่าง | หมายเลข ปฏิบัติการ | อัตราส่วนเป็นร้อยละ LAS : ABS | การย่อยสลายทาง ชีวภาพ เป็นร้อยละ | ผลการวิเคราะห์ | หมายเหตุ |
|-------------|-----------------------|----------------------------------|-------------------------------------|-------------------------|---|
| Marlon A | - | Marlon A 100 % | 92.4 (14วัน) 95.3 (19วัน) | ผ่าน ผ่าน | LAS คือสารลดแรงตึงผิวมาตรฐานที่มีโครงสร้างเป็นเส้นตรง |
| LAS | - | 100 : 0 80 : 20 75 : 25 | 95.1 84.4 79.0 | ผ่าน ผ่าน ไม่ผ่าน | หมายถึงความสามารถในการย่อยสลายได้ไม่ต่ำกว่าร้อยละ 80 ภายในเวลา 19 วัน |
| ผงซักฟอกเบา | - | 100 : 0 80 : 20 75 : 25 | 98.1 86.6 78.5 | ผ่าน ผ่าน ไม่ผ่าน | เกณฑ์ตัดสิน ² ผลการตรวจสอบจะเชื่อถือได้เมื่อการย่อยสลายทางชีวภาพของ Marlon A มีค่าระหว่างร้อยละ 90-95 ภายในเวลา 14 วัน |

ตารางที่ 7 ข้อมูลสถิติการย่อยสลายทางชีวภาพตัวอย่างผงซักฟอกของกลุ่มงานอินทรีย์เคมีวิเคราะห์

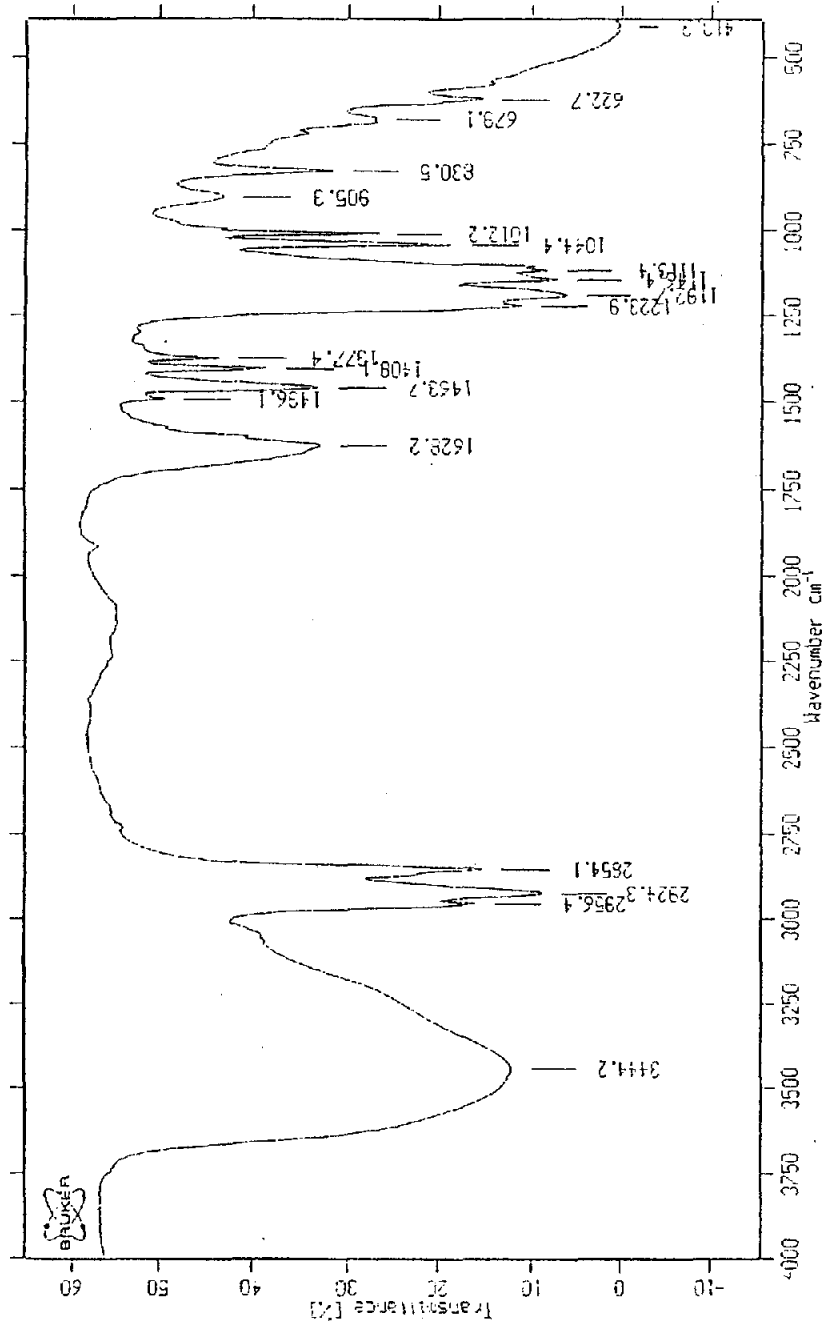
| หมายเลขปฏิบัติการ | ประเภทตัวอย่าง | การย่อยสลายทางชีวภาพ ร้อยละ |
|-------------------|-----------------------|-----------------------------|
| TN 468 | ซักด้วยมือ | 93 |
| TN 833 | ซักด้วยมือ | 97 |
| TN 834 | ซักด้วยมือ | 96 |
| TO 9 | ซักด้วยเครื่อง | 97 |
| TO 53 | ซักด้วยเครื่อง | 93 |
| TO 87 | ซักด้วยมือหรือเครื่อง | 94 |
| TO 88 | ซักด้วยมือหรือเครื่อง | 96 |
| TO 699 | ซักด้วยเครื่อง | 94 |
| TO 700 | ซักด้วยเครื่อง | 96 |
| TO 934 | ซักด้วยมือ | 91 |
| TO 935 | ซักด้วยมือ | 91 |
| TP 62 | ซักด้วยเครื่อง | 98 |
| TP 168 | ซักด้วยเครื่อง | 91 |
| TP 764 | ซักด้วยเครื่อง | 91 |
| TQ 285 | ซักด้วยเครื่อง | 92 |
| TR 697 | ซักด้วยเครื่อง | 93 |
| TR 583 | ซักด้วยเครื่อง | 94 |
| TR 761 | ซักด้วยมือ | 84 |
| TS 724 | ซักด้วยมือ | 94 |
| TS 725 | ซักด้วยมือ | 91 |
| TS 912 | ซักด้วยเครื่อง | 93 |
| TT 443 | ซักด้วยเครื่อง | 92 |
| TT 444 | ซักด้วยมือ | 93 |
| TT 445 | ซักด้วยมือ | 92 |

ตารางที่ 7 ข้อมูลผลวิเคราะห์การย่อยสลายทางชีวภาพตัวอย่างผงซักฟอกของกลุ่มงานอินทรีย์เคมีวิเคราะห์ (ต่อ)

| หมายเลขปฏิบัติการ | ประเภทตัวอย่าง | การย่อยสลายทางชีวภาพ ร้อยละ |
|-------------------|----------------|-----------------------------|
| TT 446 | ซักด้วยมือ | 94 |
| TT 658 | ซักด้วยเครื่อง | 83 |
| TT 659 | ซักด้วยเครื่อง | 84 |
| TT 953 | ซักด้วยเครื่อง | 90 |
| TU 188 | ซักด้วยเครื่อง | 94 |
| TW 21 | ซักด้วยมือ | 91 |
| TY 325 | ซักด้วยเครื่อง | 86 |
| TY 465 | ซักด้วยมือ | 93 |
| TY 725 | ซักด้วยเครื่อง | 89 |
| UA 239 | ซักด้วยเครื่อง | 96 |
| UB 133 | ซักด้วยมือ | 91 |
| UB 727 | ซักด้วยเครื่อง | 96 |
| UC 577 | ซักด้วยเครื่อง | 97 |
| UC 578 | ซักด้วยเครื่อง | 94 |
| UE 74 | ซักด้วยมือ | 97 |
| UE 173 | ซักด้วยมือ | 93 |
| UF 661 | ซักด้วยเครื่อง | 97 |
| UH 820 | ซักด้วยมือ | 90 |
| UI 290 | ซักด้วยเครื่อง | 82 |

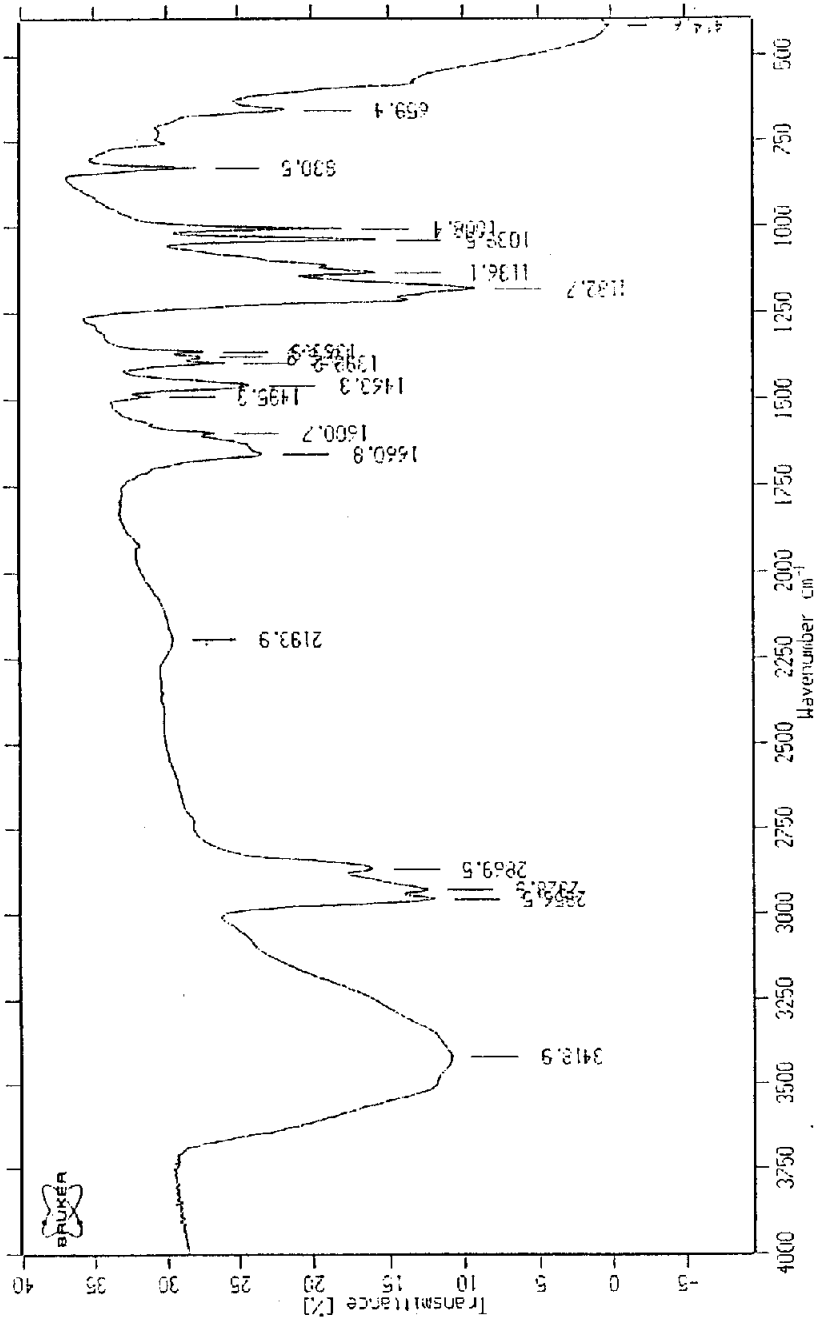
- หมายเหตุ
1. สารลดแรงตึงผิวทั้งหมดเป็นชนิดแอนไอออนิก
 2. ข้อมูลตั้งแต่เดือน มกราคม 2541 – กันยายน 2542

Department of Science Service



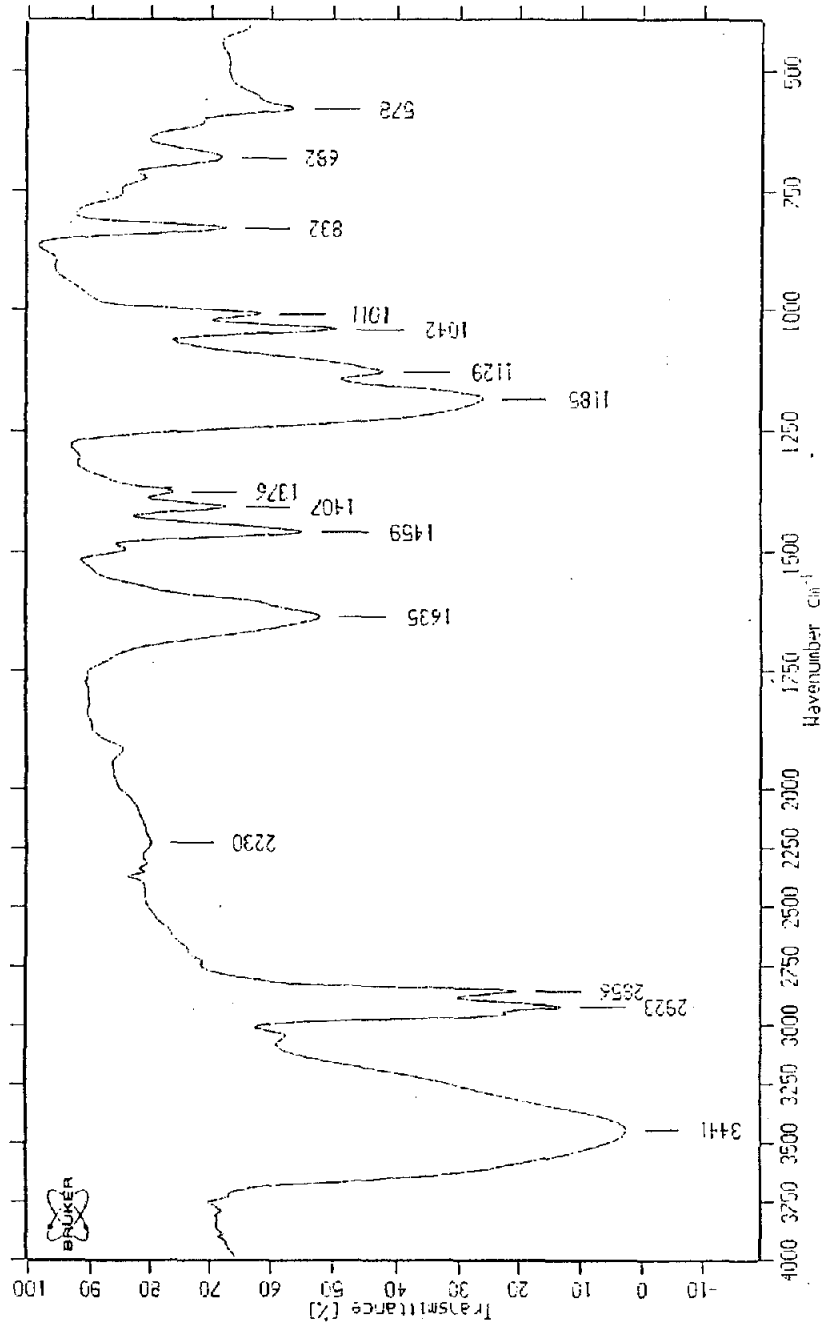
รูปที่ 1 IR Spectrum ของสารตัวอย่างที่มีสูตร LAS

Department of Science Service



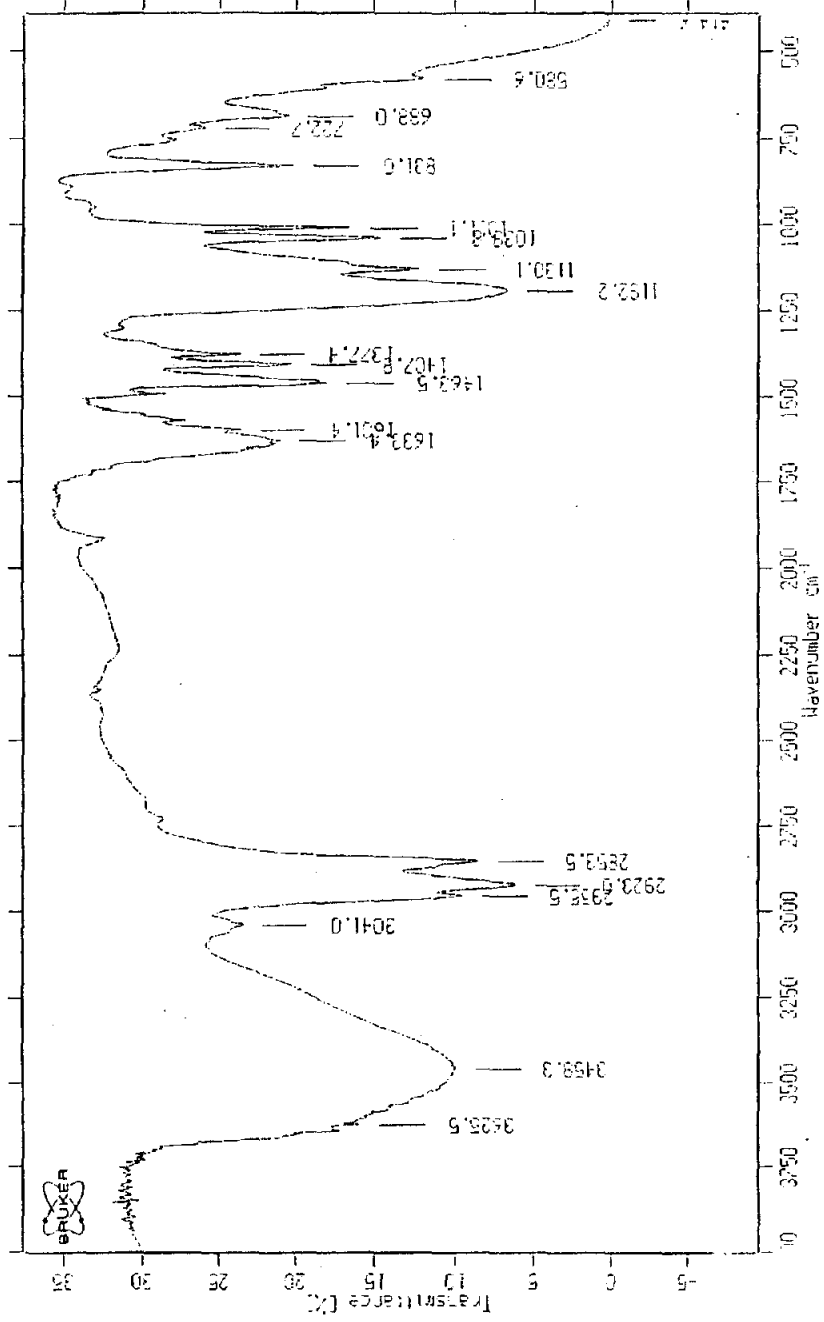
รูปที่ 2 IR Spectrum ของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน ABS

Department of Science Service



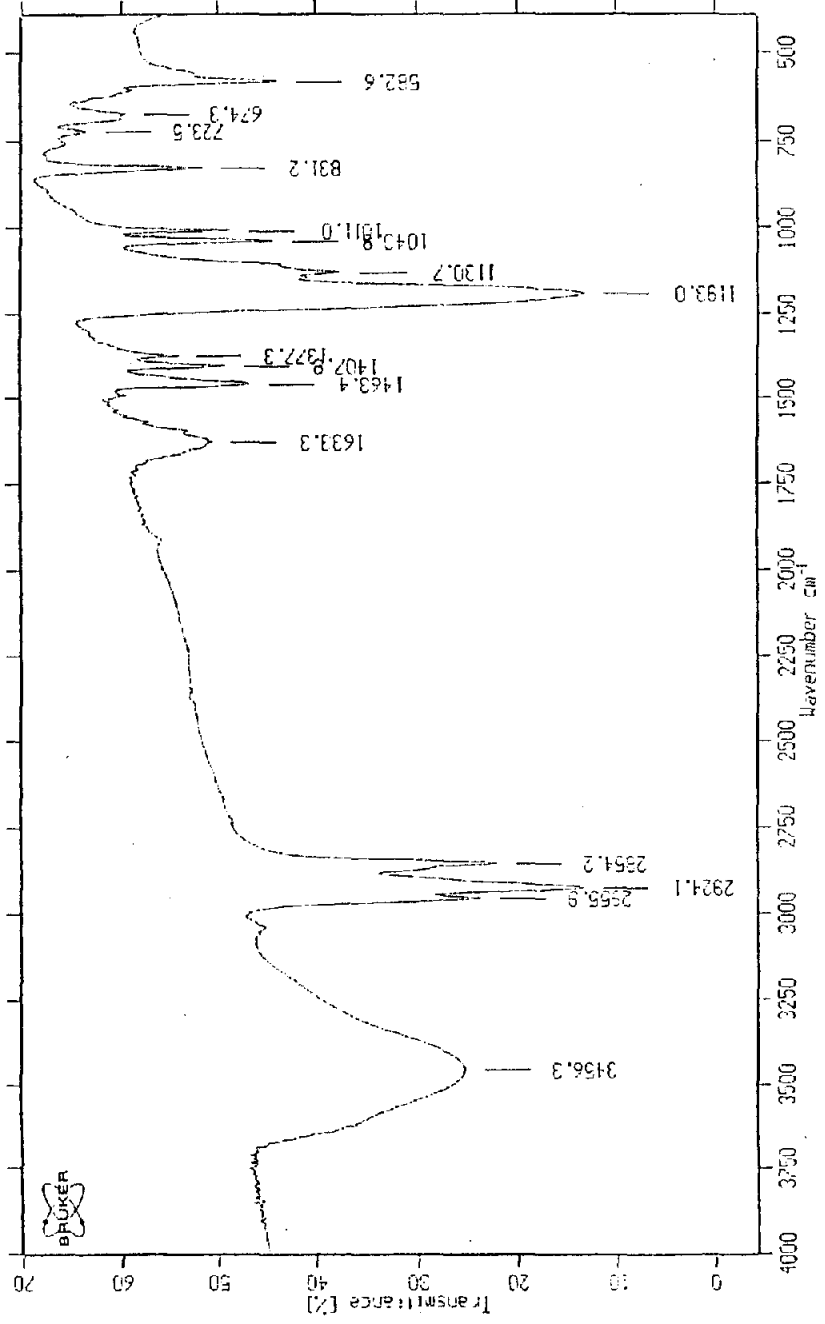
รูปที่ 3 IR Spectrum ของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน Marlon A

Department of Science Service



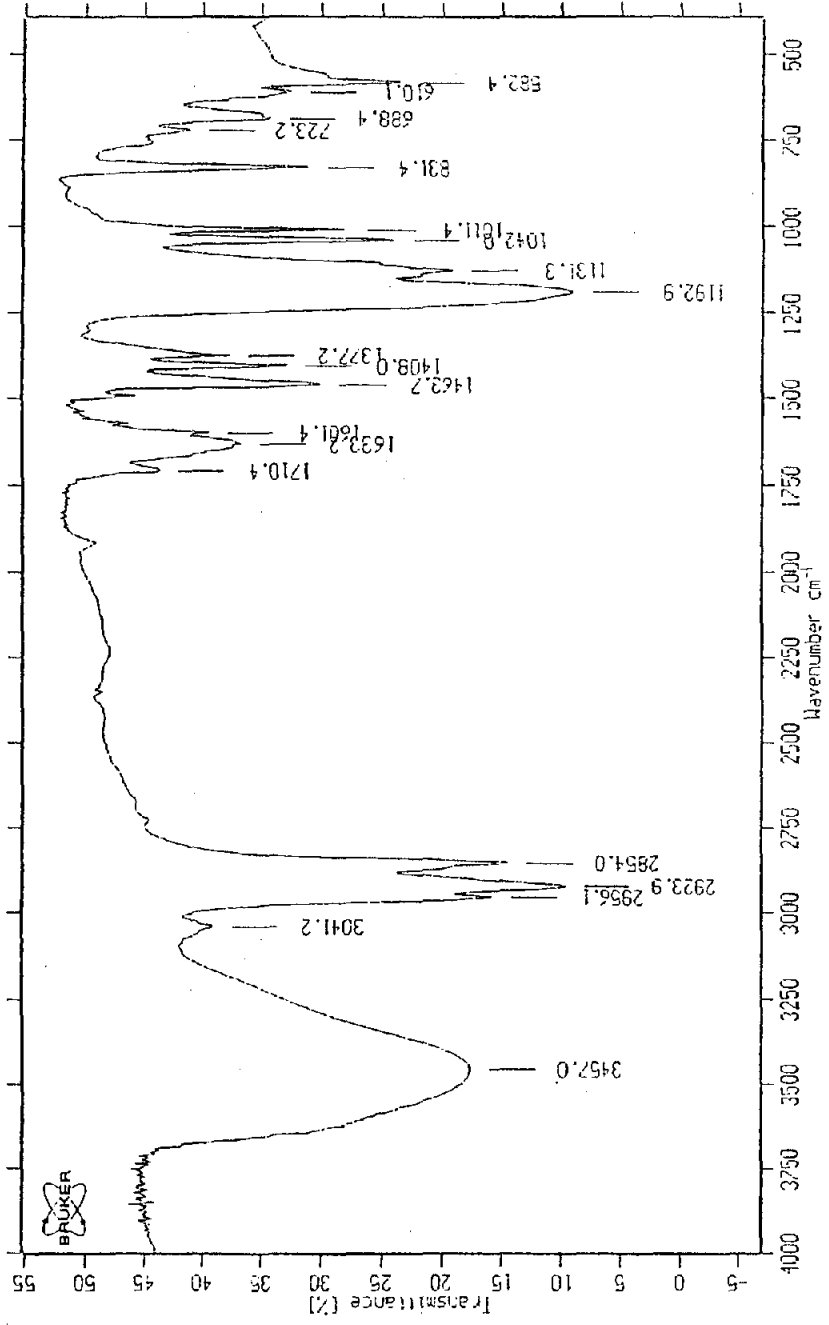
รูปที่ 4 IR Spectrum ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก เฝ้าย

Department of Science Service



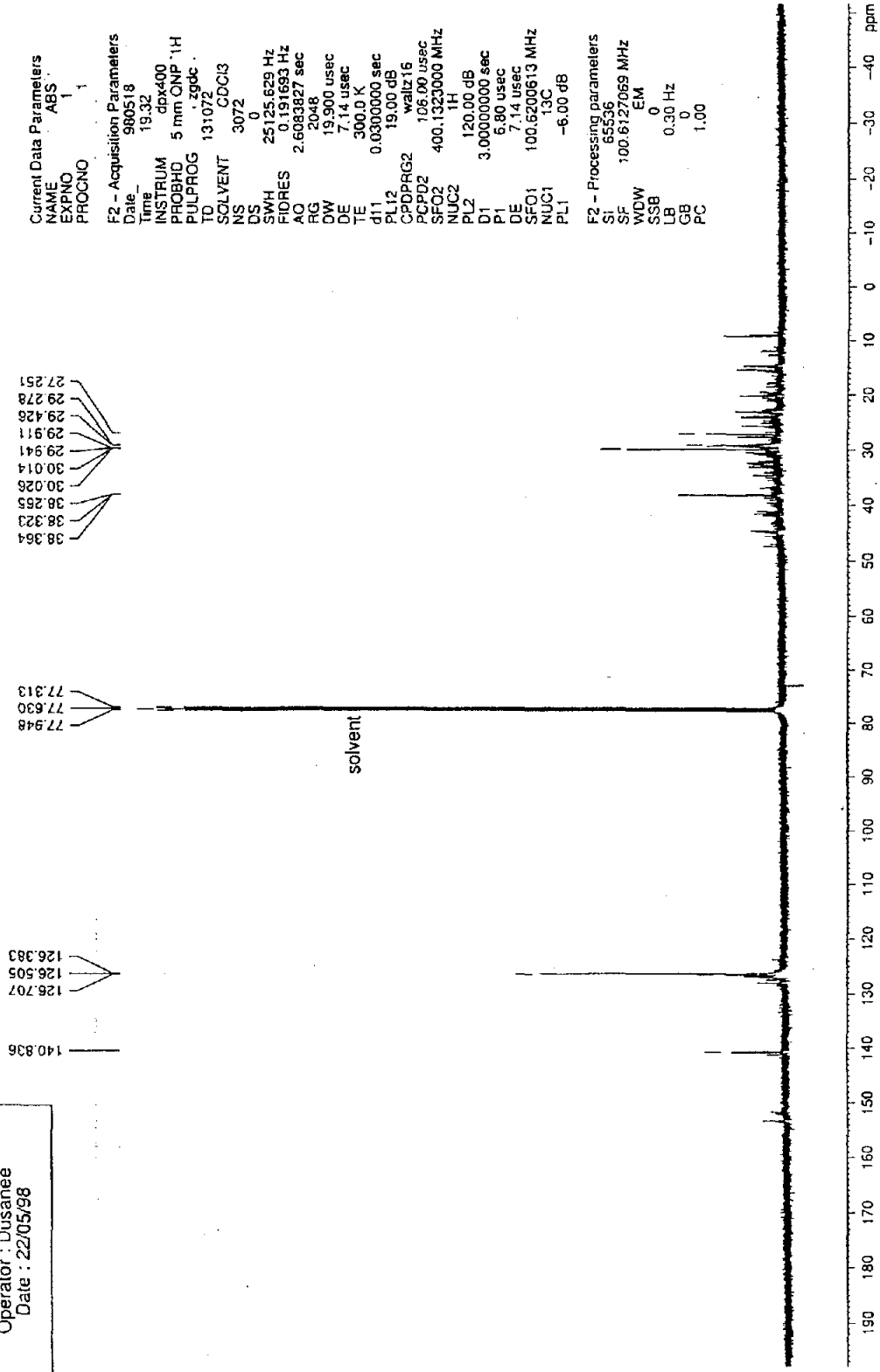
รูปที่ 5 IR Spectrum ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก บริษัท

Department of Science Service



รูปที่ 6 IR Spectrum ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก เป่า

Department of Science Service
 Chemistry Division
 Name of sample : ABS
 Instrument : Avance DPX-400
 Solvent : Chloroform-d1
 Operator : Dusanee
 Date : 22/05/98



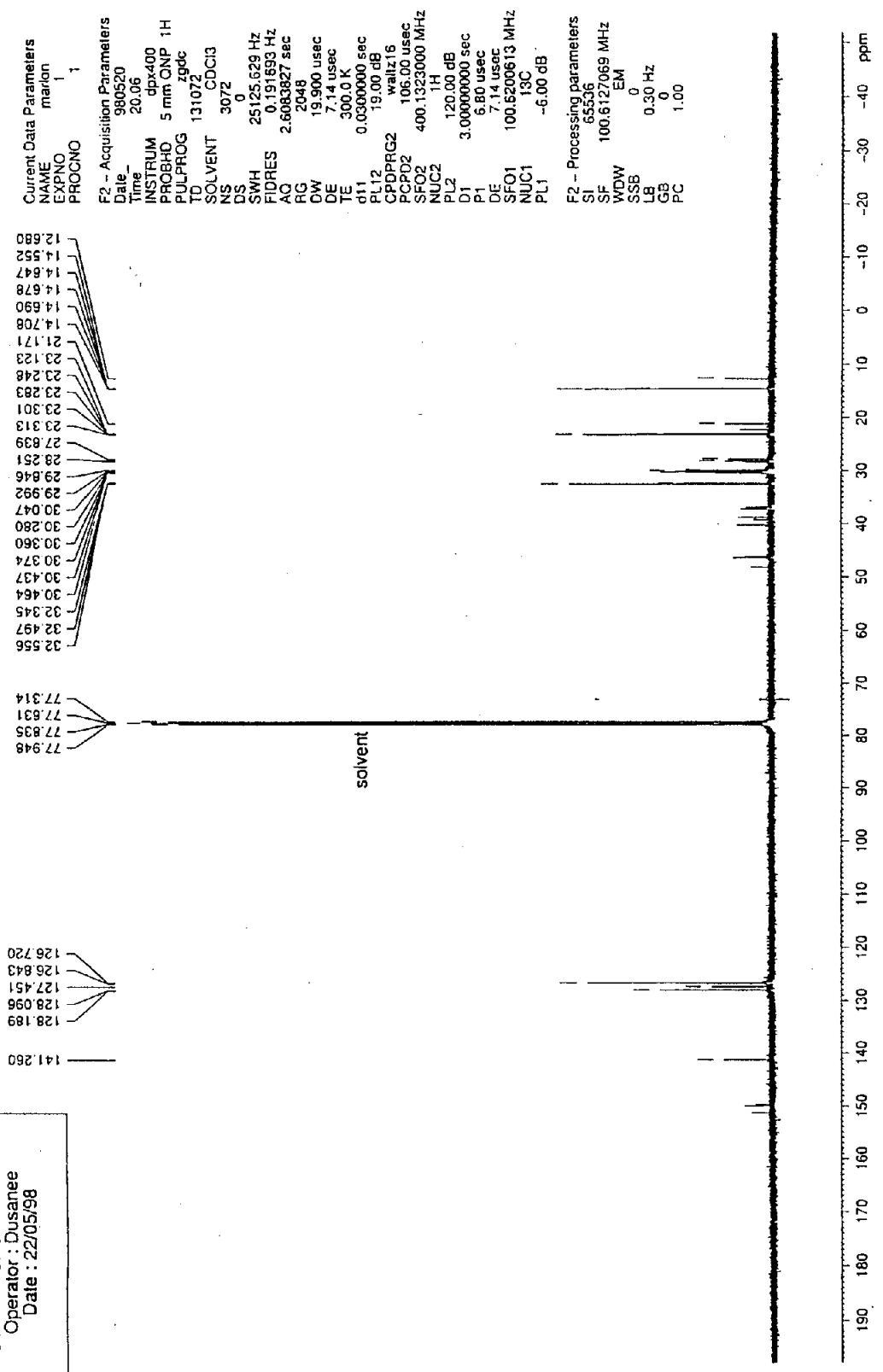
Current Data Parameters
 NAME ABS
 EXPNO 1
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 980518
 Time_ 19.32
 INSTRUM dbx400
 PROBHD 5 mm QNP 1H
 PULPROG zgdc
 TD 131072
 SOLVENT CDCl3
 NS 3072
 DS 0
 SWH 25125.629 Hz
 FIDRES 0.191693 Hz
 AQ 2.6083827 sec
 RG 2048
 DW 19.900 usec
 DE 7.14 usec
 TE 300.0 K
 d11 0.0300000 sec
 PL12 19.00 dB
 CPDPRG2 waltz16
 PCPD2 166.00 usec
 SFO2 400.1323000 MHz
 NUC2 1H
 PL2 120.00 dB
 D1 3.0000000 sec
 P1 6.80 usec
 DE 7.14 usec
 SFO1 100.6200613 MHz
 NUC1 13C
 PL1 -6.00 dB

F2 - Processing parameters
 SI 65536
 SF 100.6127069 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 PC 1.00

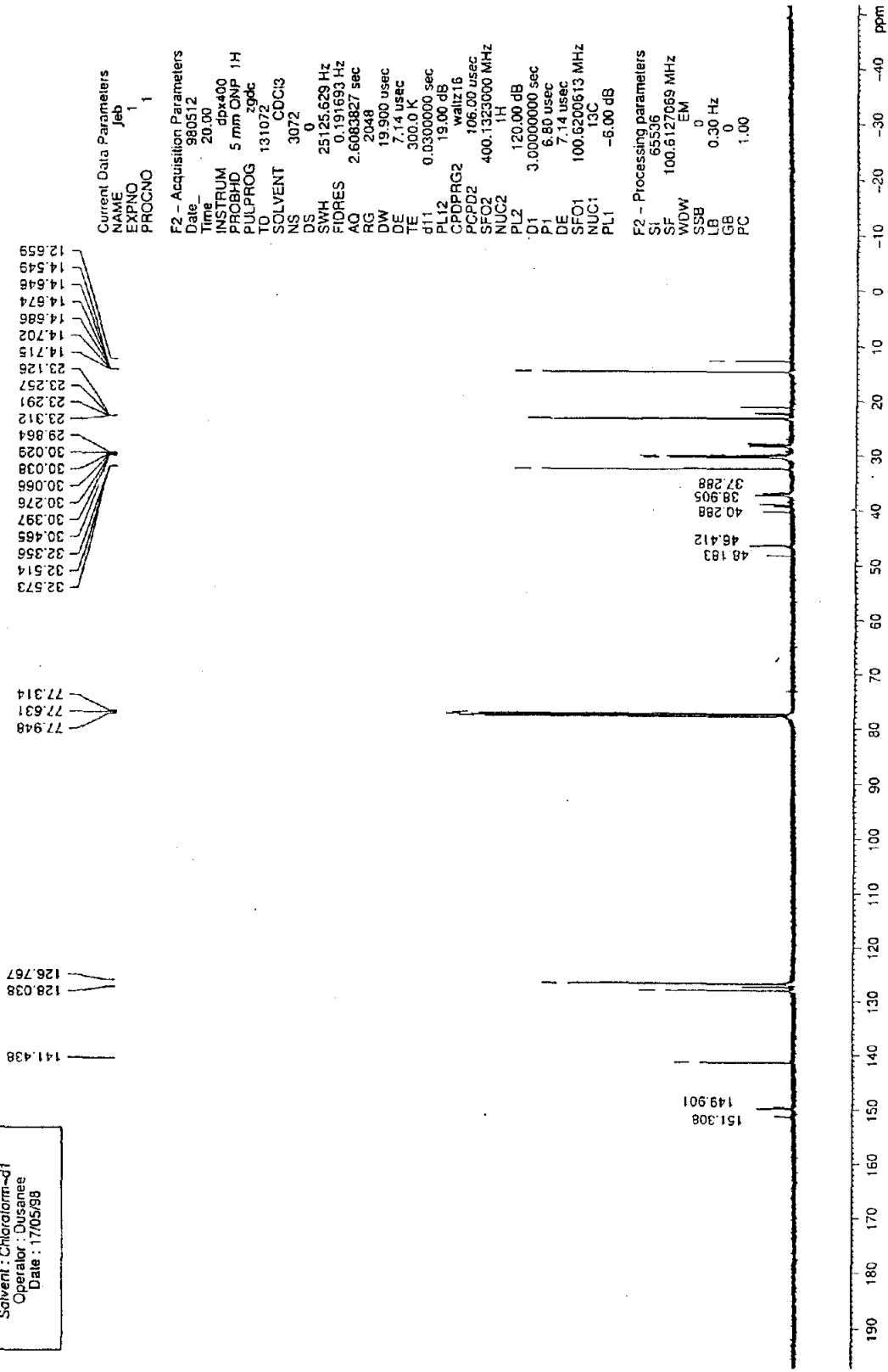
รูปที่ 7 one-pulse experiment with ¹H decoupling NMR (400 MHz, CDCl₃) Spectrum ของสารทดสอบซึ่งมีนามว่า ABS

Department of Science Service
 Chemistry Division
 Name of sample : Marlon
 Instrument : Avance DPX-400
 Solvent : Chloroform-d1
 Operator : Dusanee
 Date : 22/05/98



รูปที่ 8 one-pulse experiment with ¹H decoupling NMR (400 MHz, CDCl₃) Spectrum ของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน Marlon A

Department of Science Service
 Chemistry Division
 Name of sample : Fb
 Instrument : Avance DPX-400
 Solvent : Chloroform-d1
 Operator : Dusanee
 Date : 17/05/98



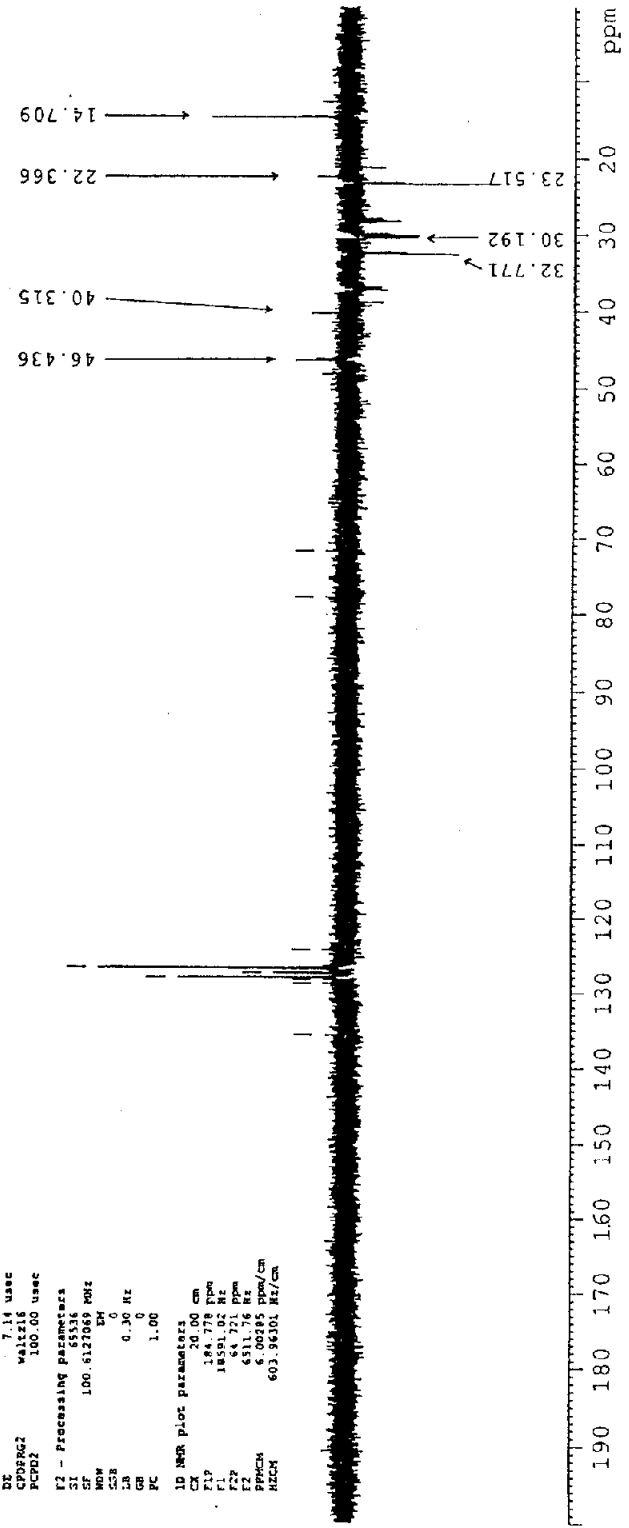
รูปที่ 9 one-pulse experiment with ¹H decoupling NMR (400 MHz, CDCl₃) Spectrum ของสารลดแรงดึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก เม่น้ำ

Department of Science Service
 Chemistry Division
 Name of sample : LAS
 Instrument : Avance DPX-400
 Solvent : Chloroform-d1
 Operator : Apaporn
 Date : 03/09/98

77.847
 71.783

135.669
 128.844
 128.300
 128.032
 127.382
 126.832
 126.722
 124.278

Current Data Parameters
 NAME las
 EXPNO 4
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 980904
 Time_ 15.36
 INSTRUM dmsh00
 PROBHD 5 mm QNP 1H
 PULPROG zgpg30
 TD 65536
 SOLVENT CDCl3
 NS 4000
 DS 8
 SWH 20080.320 Hz
 FIDRES 0.153201 Hz
 AQ 3.2452048 sec
 RG 327.5
 DW 24.900 usec
 DE 7.14 usec
 TE 300.0 K
 F1 6.90 usec
 P1 11.00 usec
 P2 11.00 usec
 P4 22.0 usec
 CNST2 145.0000000
 d2 0.0034483 sec
 d12 0.0002000 sec
 DELTA 3.0000000 sec
 DI 3.0000000 sec
 FL2 0.00 dB
 SFO2 400.1323000 MHz
 NU21 100.6227702 MHz
 PUL1 waltz16
 P0 -6.00 dB
 P1 16.50 usec
 P12 19.00 dB
 DE 7.14 usec
 CPDPRG2 waltz16
 PCPD2 100.00 usec
 F2 - Processing Parameters
 SI 65536
 SF 100.6127069 MHz
 DS 4
 SWH 20080.320 Hz
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 PC 1.00
 ID NMR plot parameters
 CX 20.00 cm
 F1 18.700 MHz
 F12 18591.02 Hz
 F22 64.721 Ppm
 F2 6311.76 Hz
 PPMCHA 6.00285 Ppm/cm
 RECH 603.96101 Hz/cm

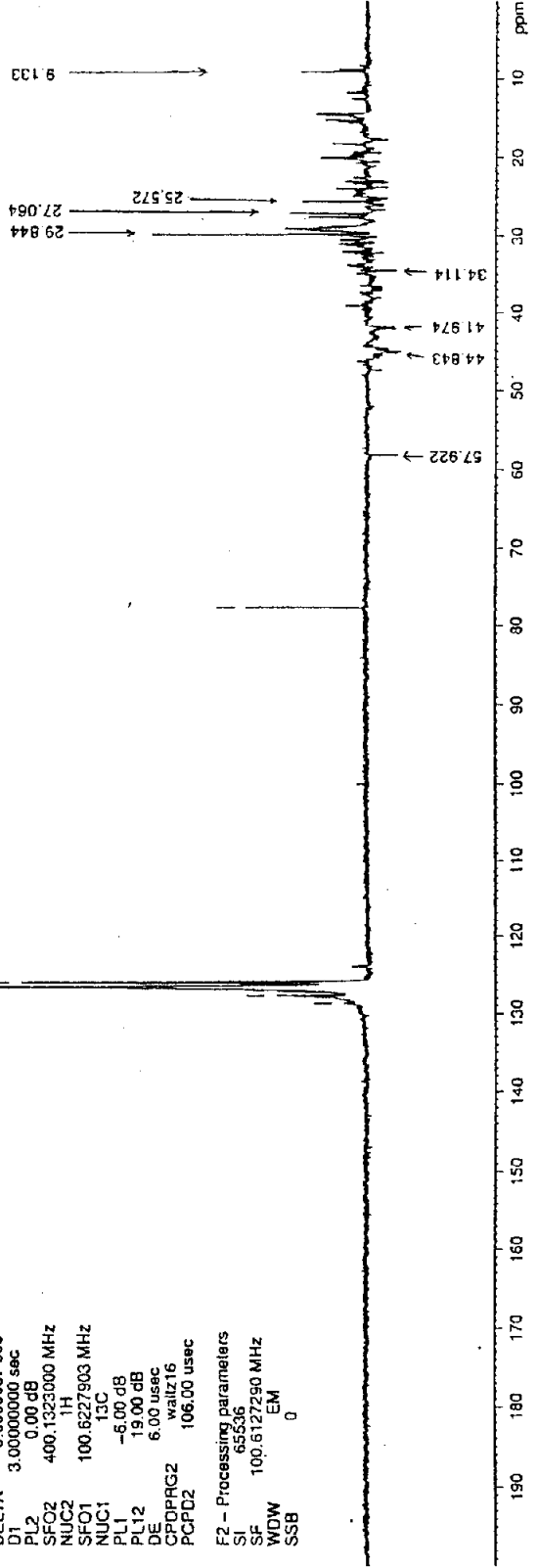


รูปที่ 10 dept 135 NMR (400 MHz, CDCl₃) Spectrum ของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน LAS

Department of Science Service
 Chemistry Division
 Name of sample :abs
 Instrument : Avance DPX-400
 Solvent : Chloroform-d1
 Operator : Ruth
 Date : 03/09/98

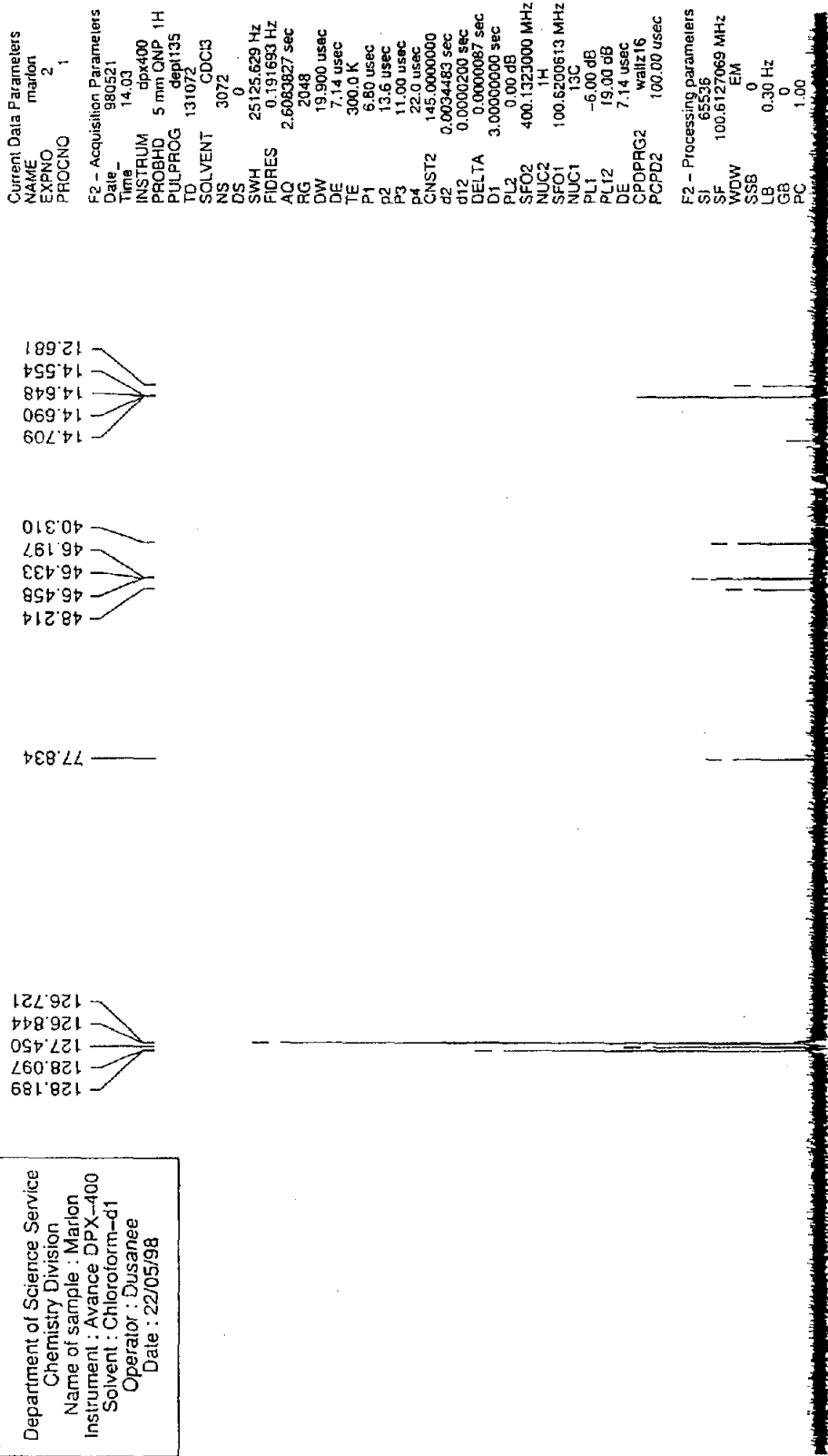
128.834
 128.882
 128.896
 126.741
 126.569
 126.464
 125.929

Current Data Parameters
 NAME abs
 EXPNO 5
 PROCNO 1
 F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 980903
 Time_ 9.44
 INSTRUM dpx400
 PROBHD 5 mm QNP 1H
 PULPROG dept135
 TD 65536
 SOLVENT CDCl3
 NS 4096
 DS 8
 SWH 20080.320 Hz
 FIDRES 0.306401 Hz
 AQ 1.6318964 sec
 RG 2048
 DW 24.900 usec
 DE 6.00 usec
 TE 300.0 K
 P1 6.80 usec
 P2 13.6 usec
 P3 11.00 usec
 P4 22.0 usec
 CNST2 145.0000000
 d2 0.0034483 sec
 d12 0.0000200 sec
 DELTA 0.0000087 sec
 D1 3.000000000 sec
 PL2 0.00 dB
 SFO2 400.1323000 MHz
 NUC2 1H
 SFO1 100.6227903 MHz
 NUC1 13C
 PL1 -6.00 dB
 PL12 19.00 dB
 DE 6.00 usec
 CPDPRG2 waltz16
 PCPD2 106.00 usec
 F2 - Processing parameters
 SI 65536
 SF 100.612250 MHz
 WDW EM
 SSB 0



รูปที่ 11 dept 135 NMR (400 MHz, CDCl₃) Spectrum ของสารดูดแรงดึงผิวมาทรฐาน ABS

Department of Science Service
 Chemistry Division
 Name of sample : Marlon
 Instrument : Avance DPX-400
 Solvent : Chloroform-d1
 Operator : Dusanee
 Date : 22/05/98



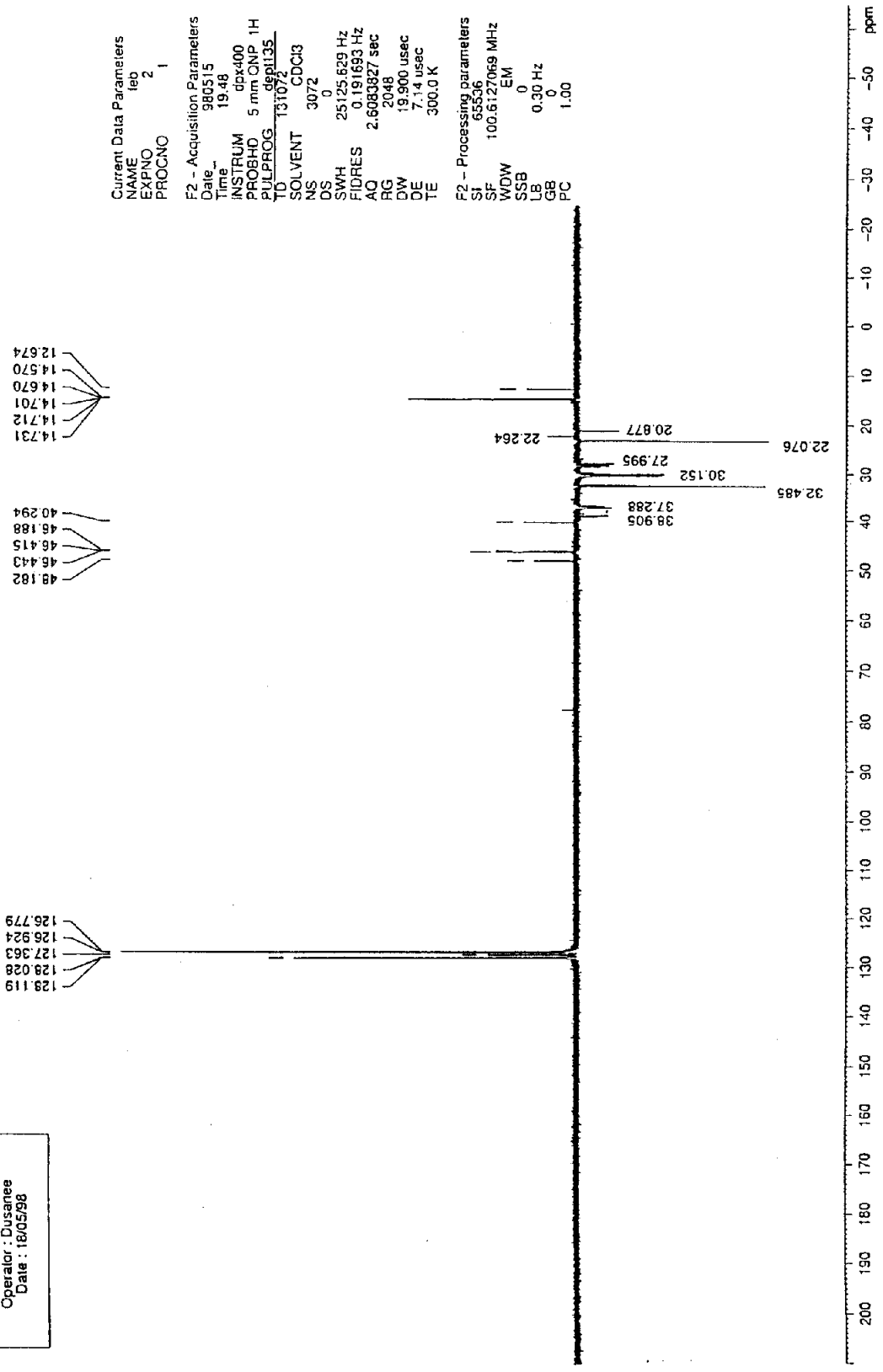
Current Data Parameters
 NAME marlon
 EXPNO 2
 PROCNO 1

F2 - Acquisition Parameters
 Date_ 980521
 Time 14.03
 INSTRUM dpx400
 PROBHD 5 mm QNP 1H
 PULPROG dept135
 TD 131072
 SOLVENT CDCl3
 NS 3072
 DS 0
 SWH 25125.629 Hz
 FIDRES 0.191693 Hz
 AQ 2.6083827 sec
 RG 2048
 DW 19.900 usec
 DE 7.14 usec
 TE 300.0 K
 P1 6.80 usec
 P2 13.6 usec
 P3 11.00 usec
 P4 22.0 usec
 CNST2 145.0000000
 d12 0.0004483 sec
 d2 0.000200 sec
 DELTA 0.0000087 sec
 D1 3.0000000 sec
 D12 0.00 dB
 PL2 0.00 dB
 SFO2 400.1323000 MHz
 NUC2 1H
 SFO1 100.6200613 MHz
 NUC1 13C
 PL1 -6.00 dB
 PL12 19.00 dB
 DE 7.14 usec
 CPOPRG2 waltz16
 PCPD2 100.00 usec

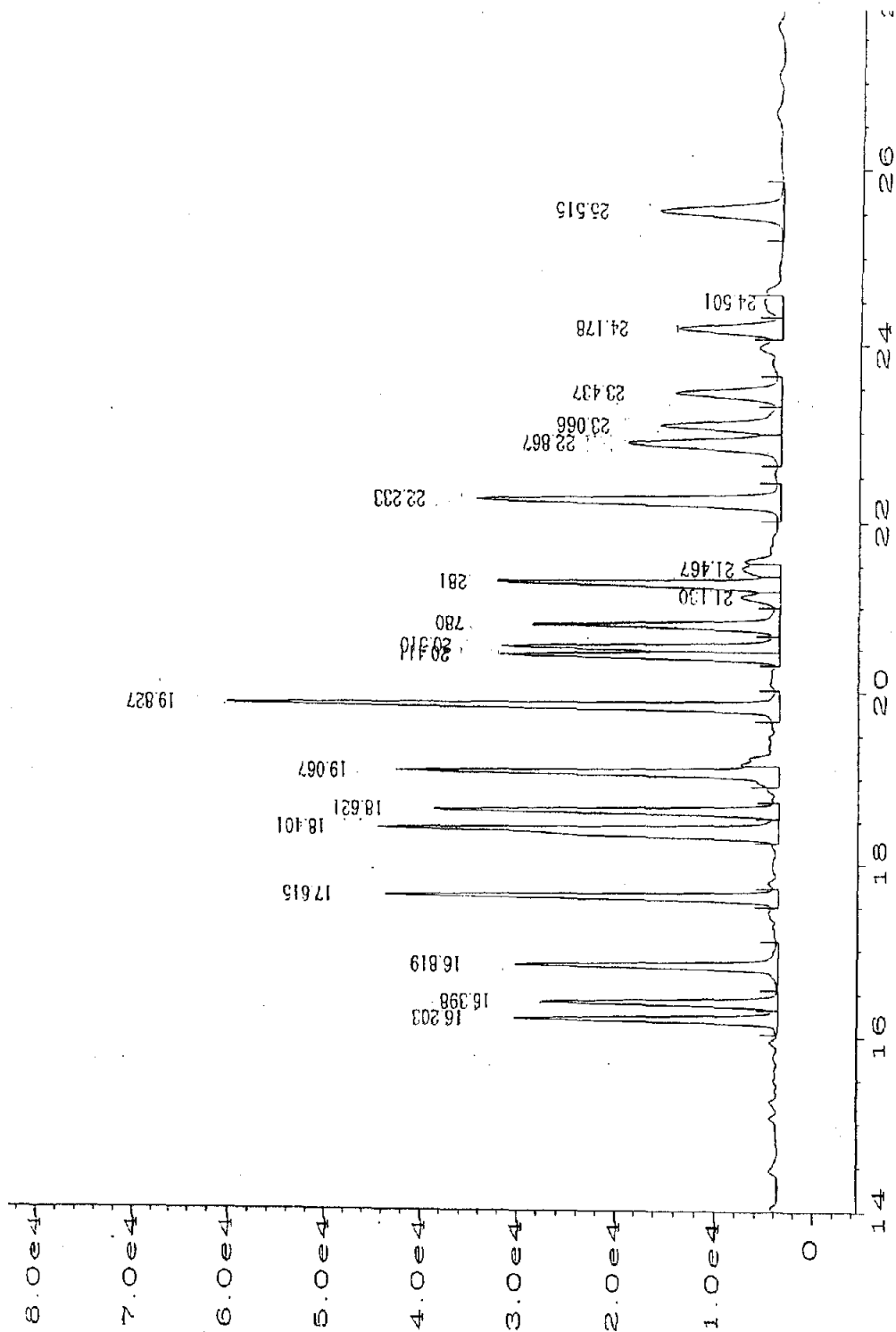
F2 - Processing parameters
 SI 65536
 SF 100.6127069 MHz
 WDW EM
 SSB 0
 LB 0.30 Hz
 GB 0
 PC 1.00

รูปที่ 12 dept 135 NMR (400 MHz, CDCl₃) Spectrum ของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน Marlon A

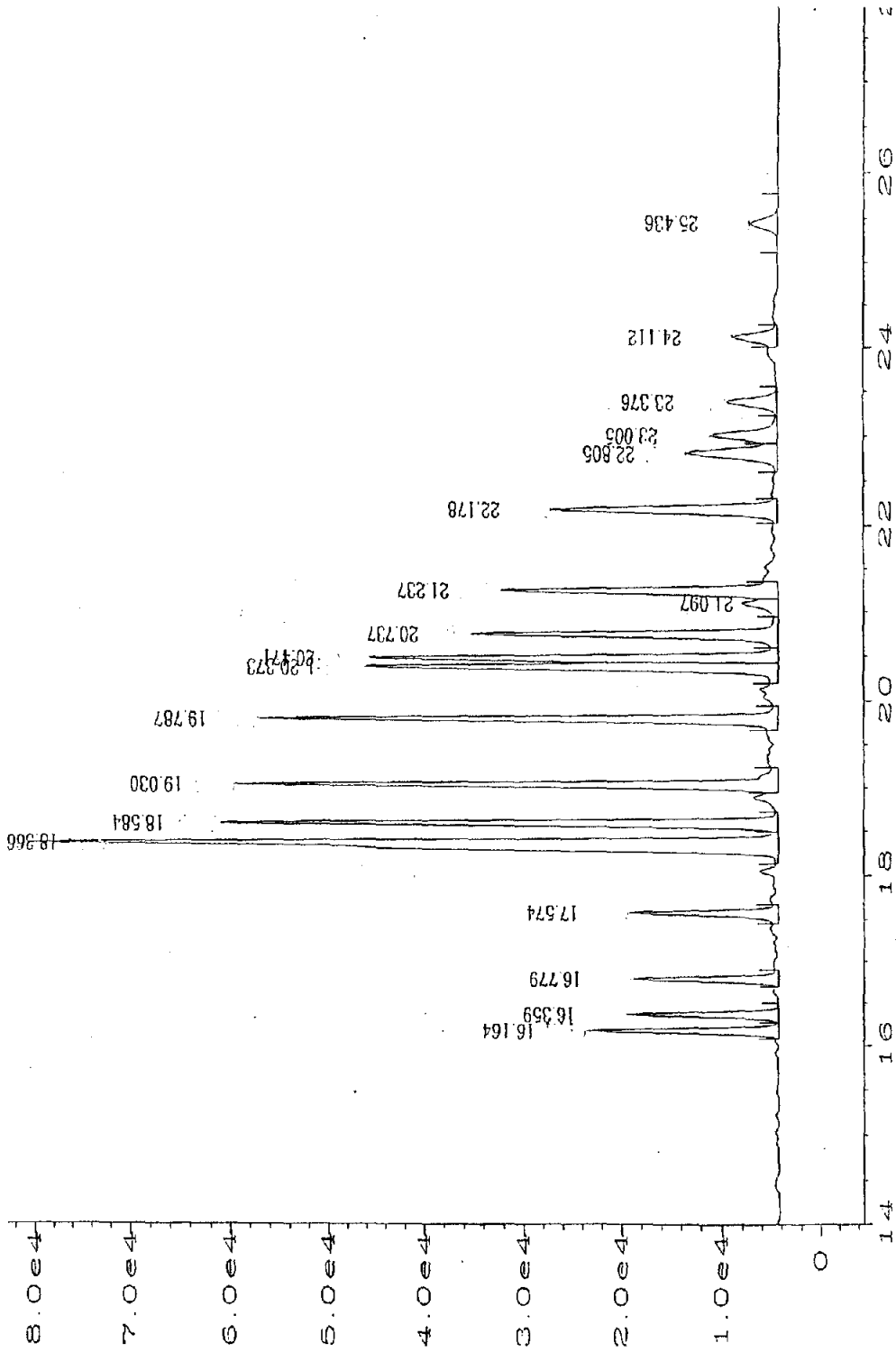
Department of Science Service
 Chemistry Division
 Name of sample : Feb
 Instrument : Avance DPX-400
 Solvent : Chloroform-d1
 Operator : Dusanee
 Date : 18/05/98



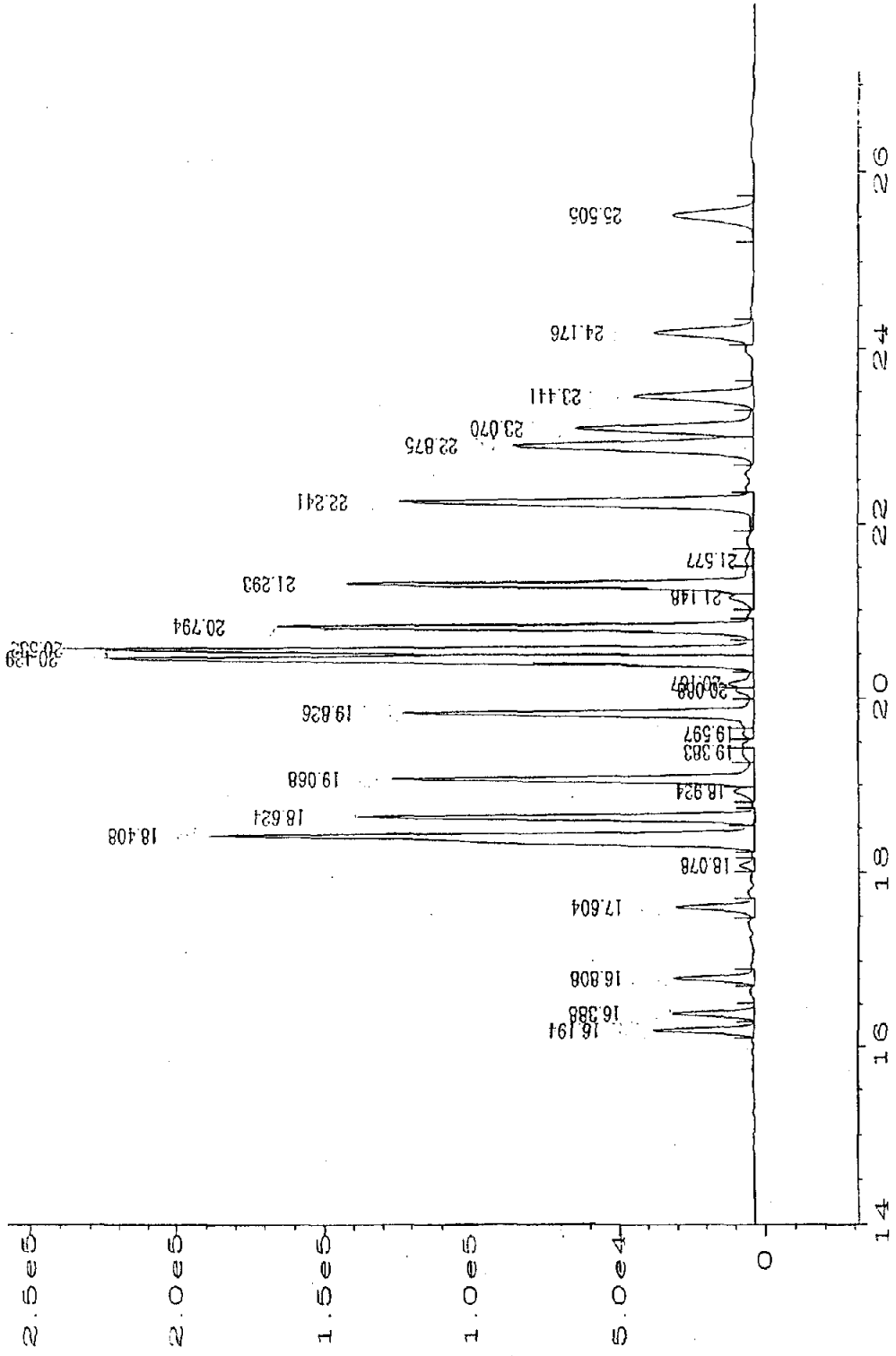
รูปที่ 13 dept 135 NMR (400 MHz, CDCl₃) Spectrum ของสารตั้งต้นด้วยผงซักฟอก Feb



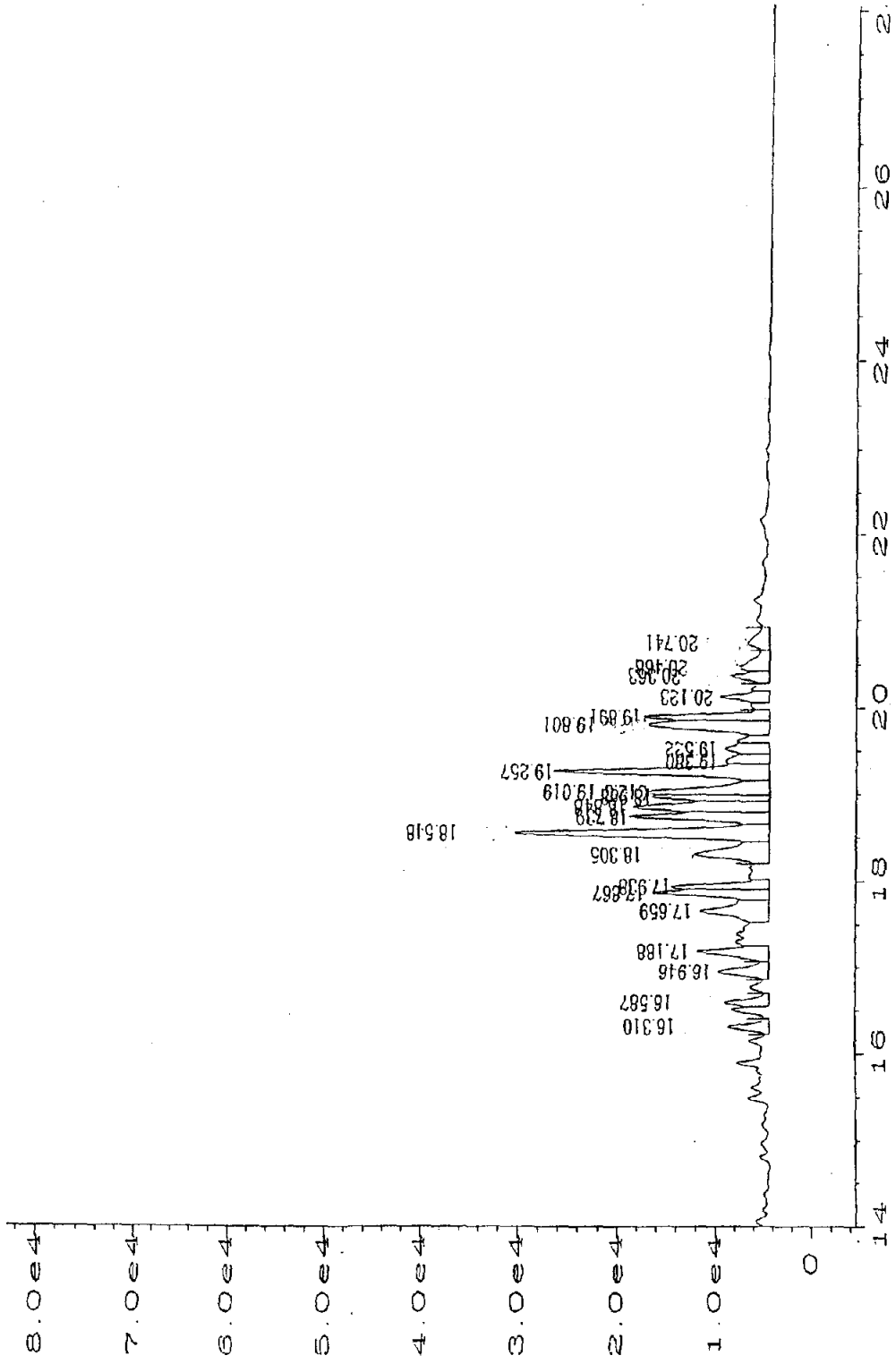
รูปที่ 14 โครมาโตแกรม (GC) ของ desulfonated LAS



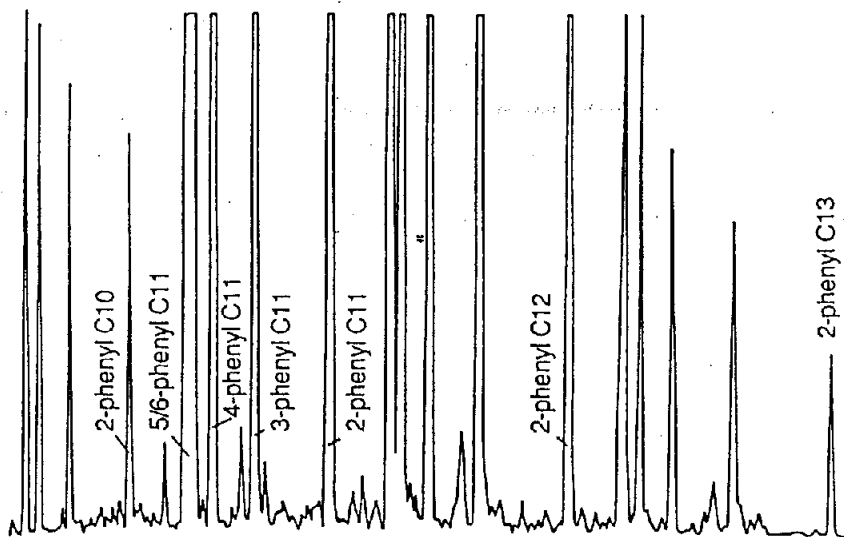
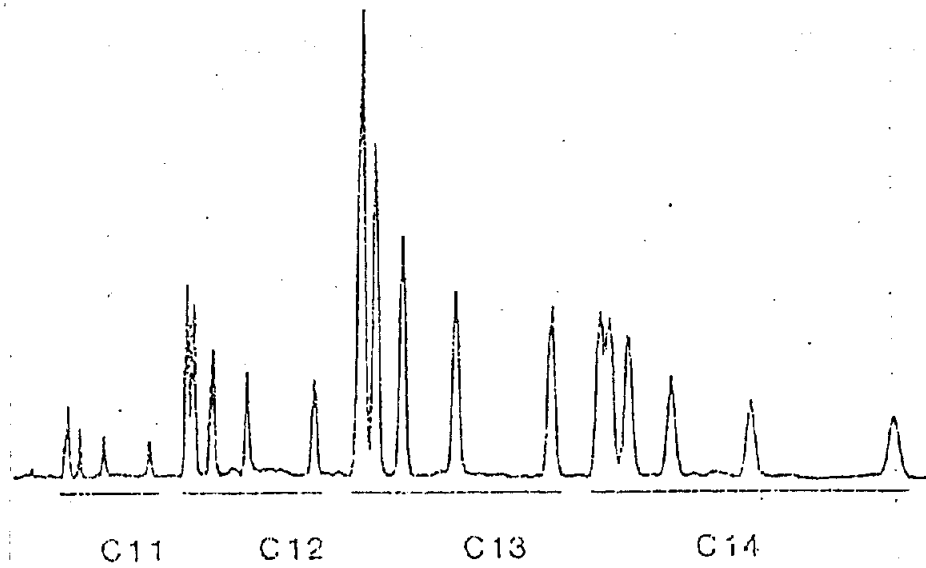
รูปที่ 15 โครมาโตแกรม (GC) ของ desulfonated Marlon A



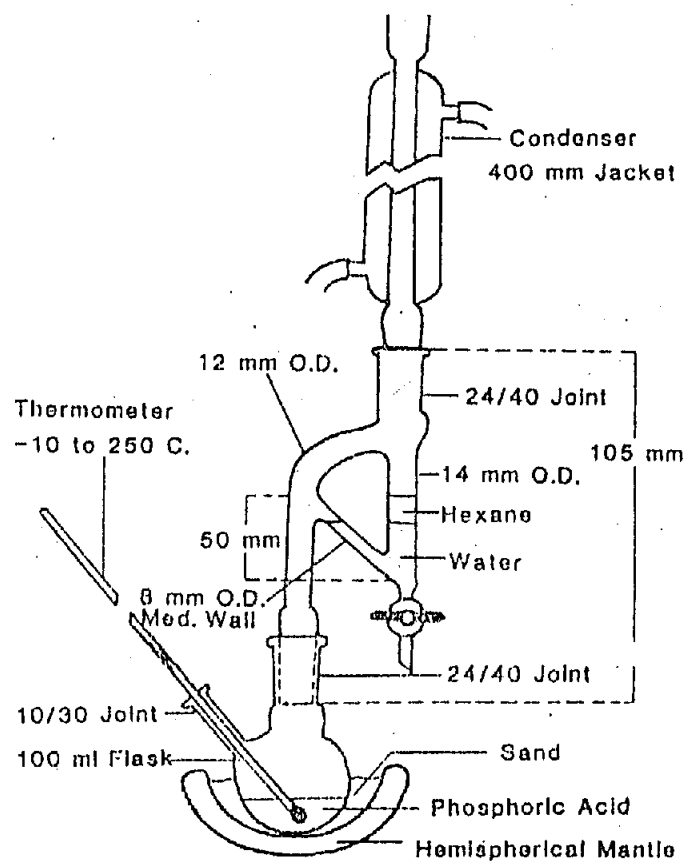
รูปที่ 16 โครมาโตแกรม (GC) ของ LAB (จากบริษัท ไดอ้อน ประเทศไทย)



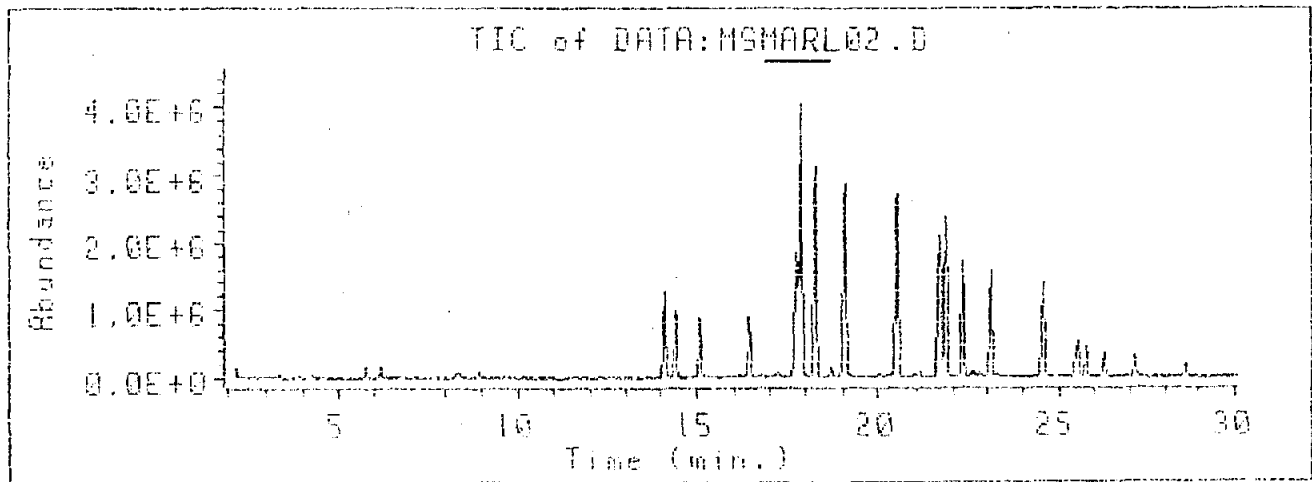
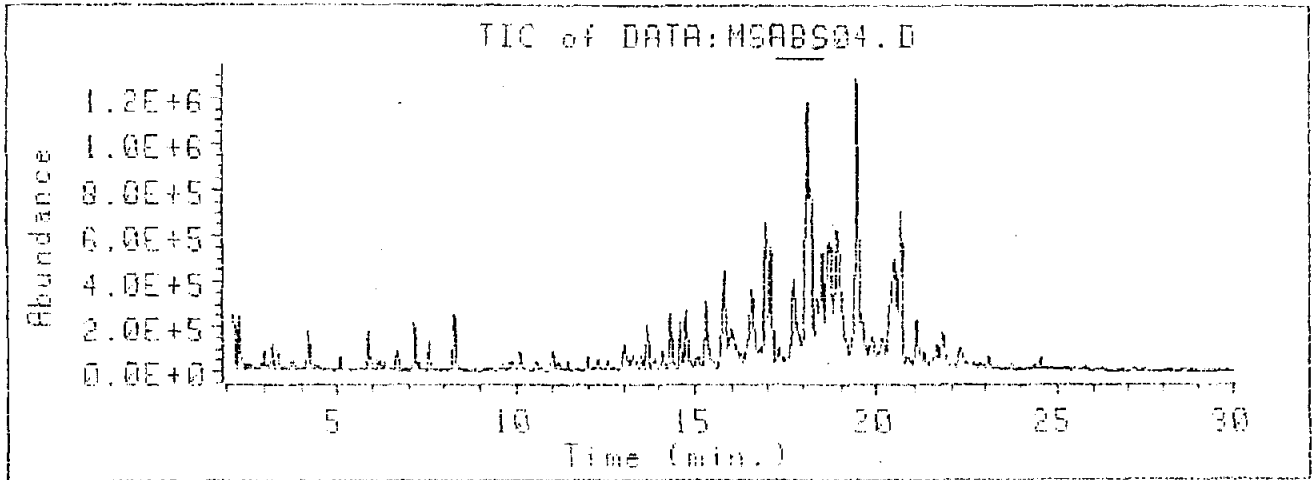
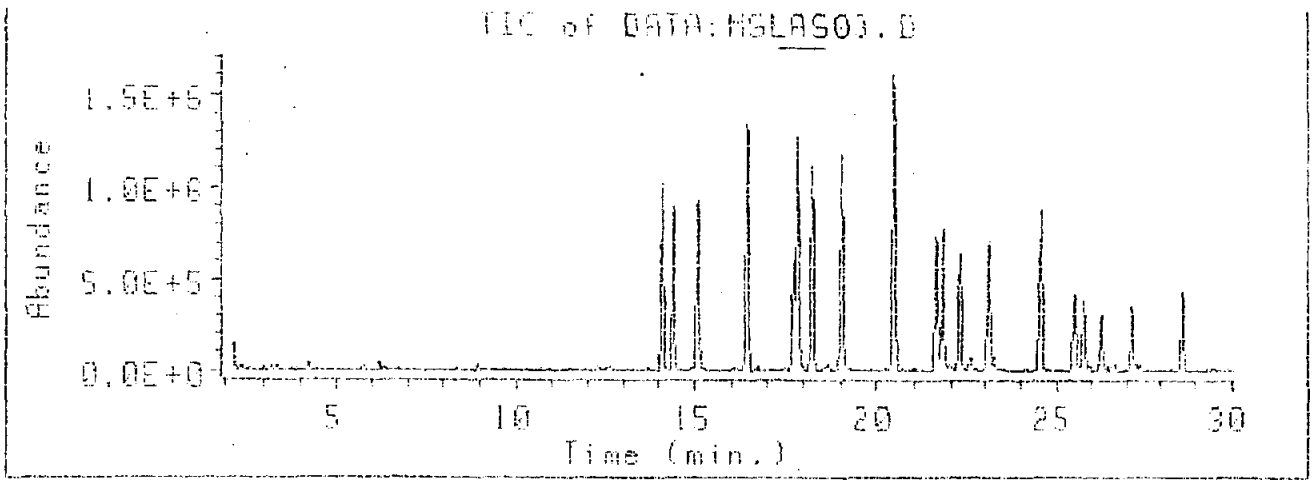
รูปที่ 17 โครมาโตแกรม (GC) ของ desulfonated ABS



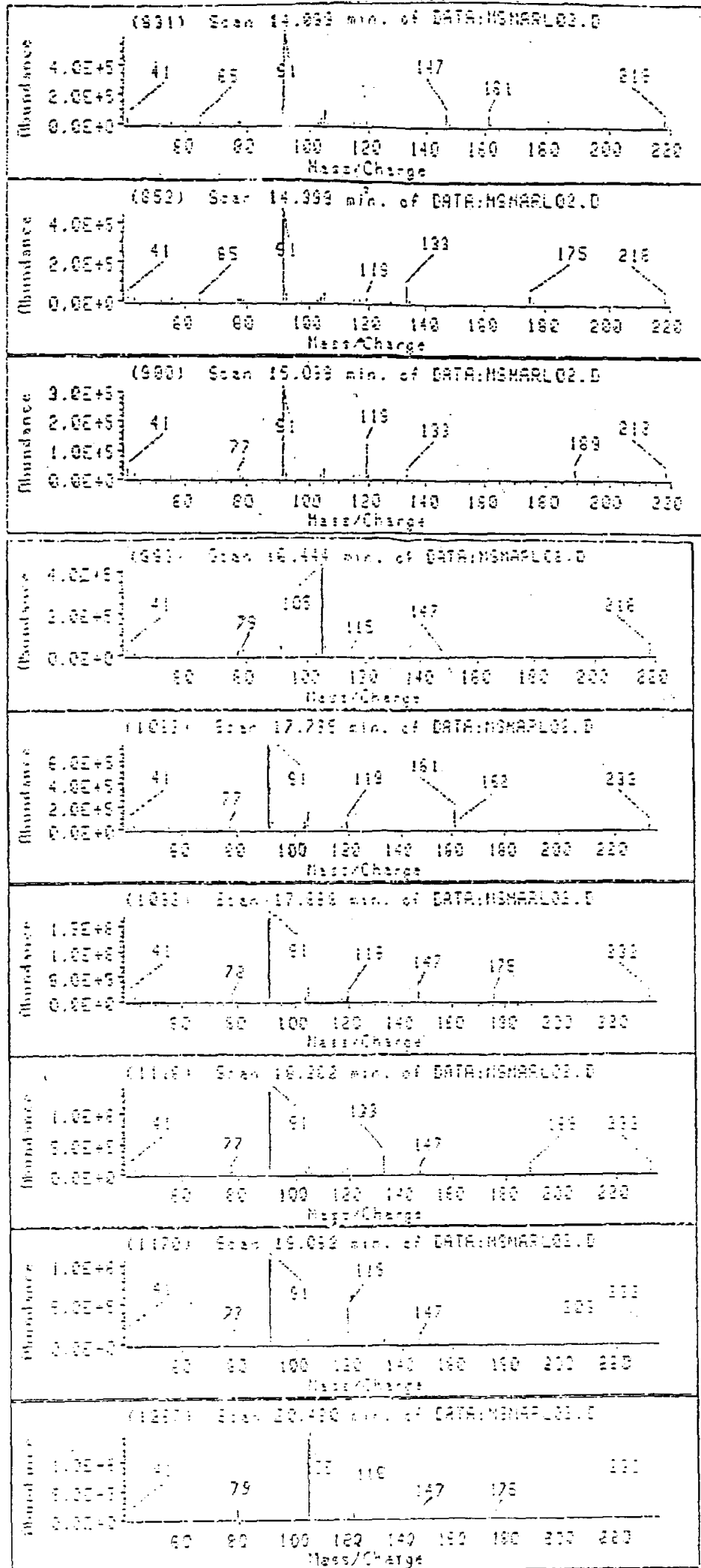
รูปที่ 18 โครมาโตแกรม (GC) ของ desulfonated LAS จากเอกสารอ้างอิง 16 (บน)
และเอกสารอ้างอิง 11 (ล่าง)



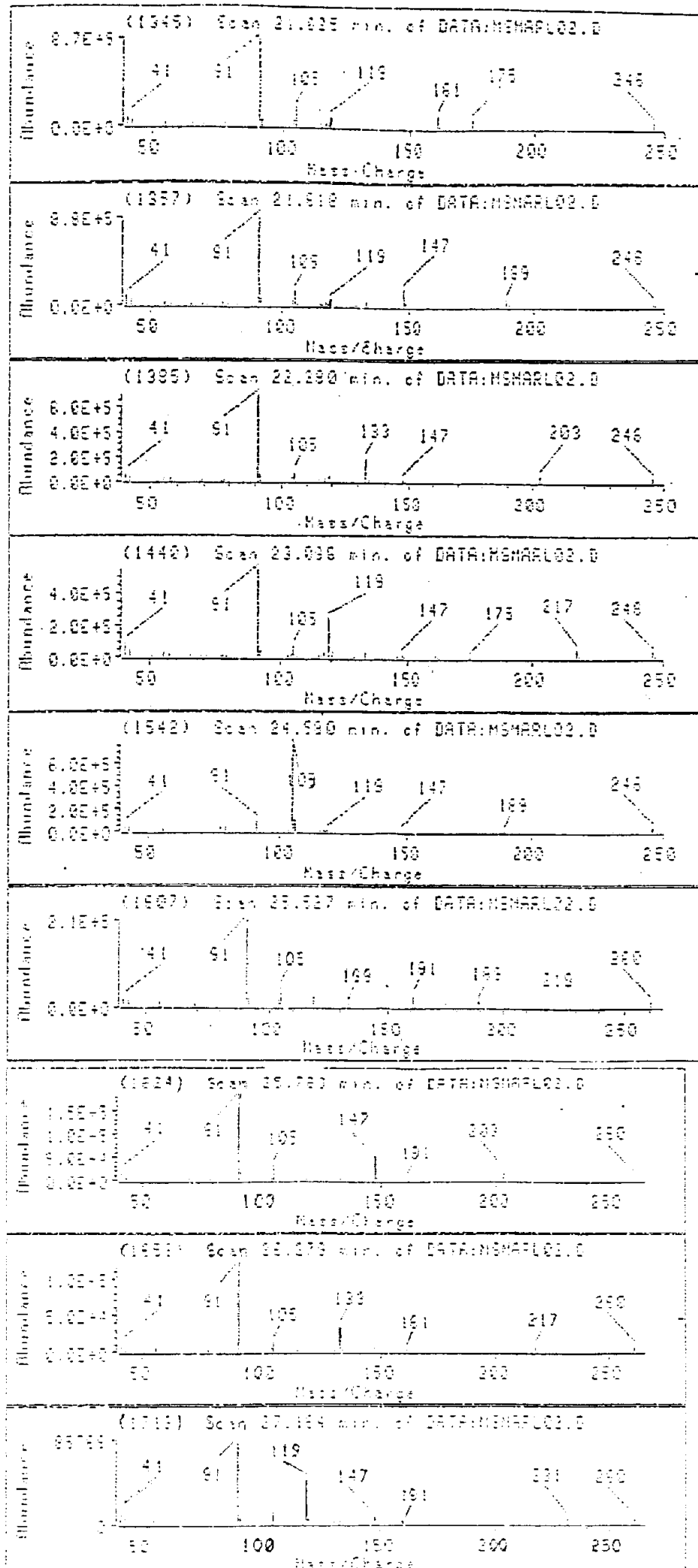
รูปที่ 19 desulfonation apparatus



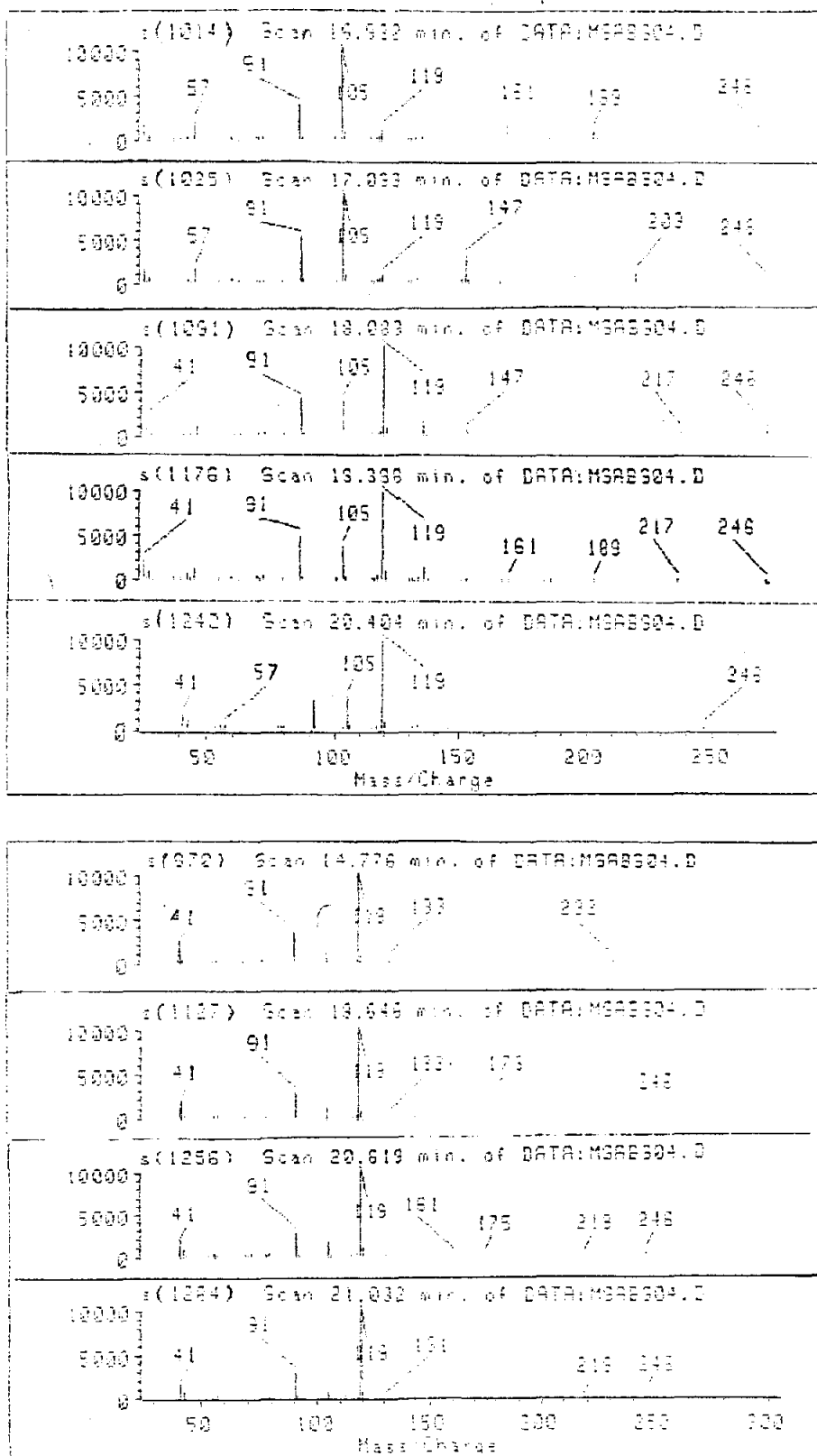
รูปที่ 20 โครมาโตแกรม (GC-MS) ของ desulfonated LAS ABS และ Marlon A



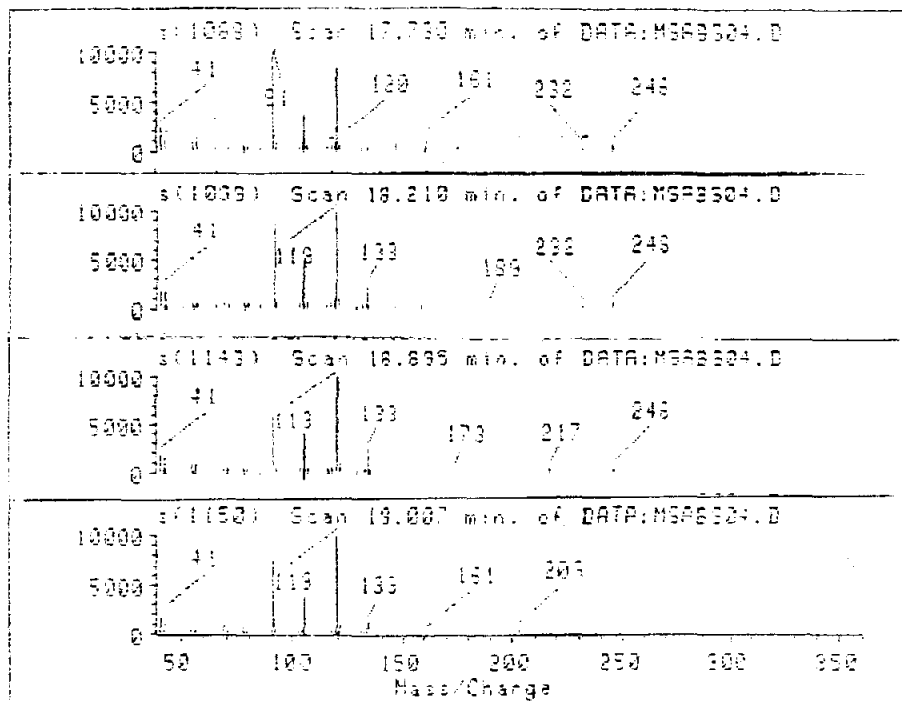
รูปที่ 21 แมสสเปกตรัมของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน Marlon A



รูปที่ 22 แมสสเปกตรัมของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน Marlon A (ต่อ)



รูปที่ 23 แมสสเปกตรัมของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน ABS

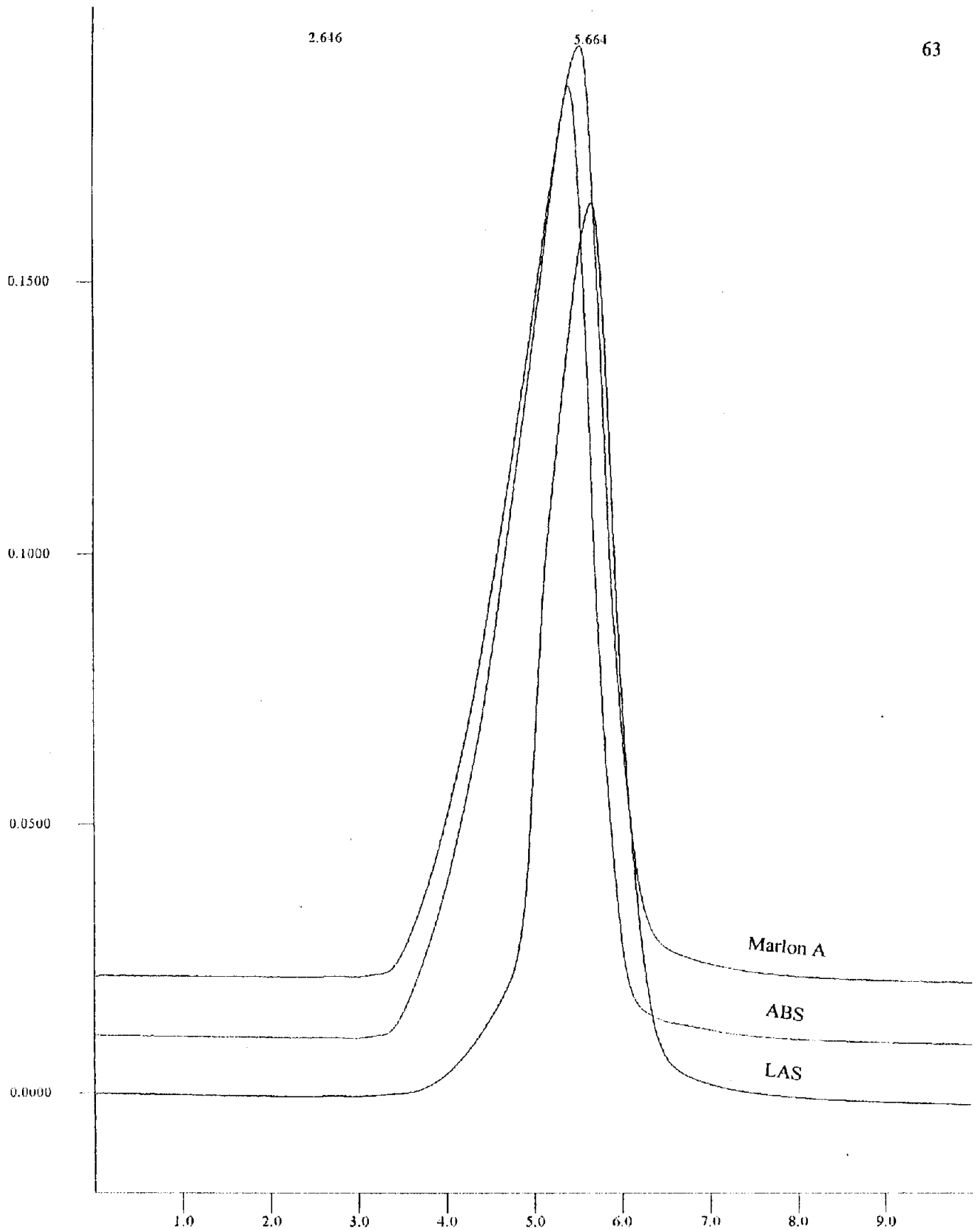


รูปที่ 24 แมสสเปกตรัมของสารลดแรงดึงผิวมาตรฐาน ABS (ต่อ)

2.616

5.664

63



Filename: C:\STAR\MODULE04\STAR101.RUN Channel: 14 = 254 nm

Filename: C:\STAR\MODULE04\STAR102.RUN Channel: 14 = 254 nm

Filename: C:\STAR\MODULE04\STAR103.RUN Channel: 14 = 254 nm

รูปที่ 25 โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวมาตรฐาน LAS, ABS & Marlon A

โดยวิธี Multicomponent analysis

File: j:\star\module04\wcx020.run
 Name: LAS400+ABS100

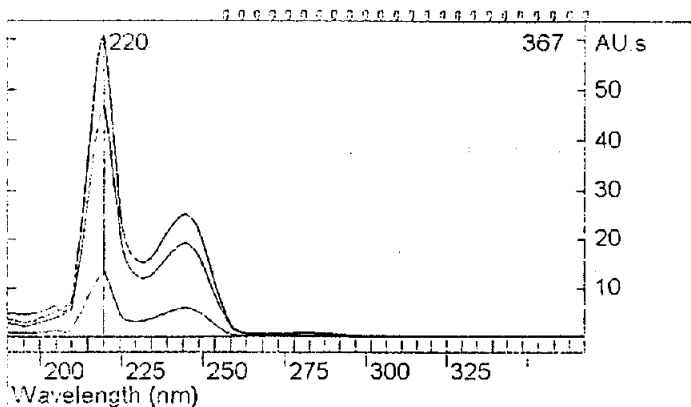
Rpt Date: 30-MAY-97 2:04 PM

Instrument: Varian Star #1
 Method: WCX.MTH
 Operator: Yuphan
 Run Date: 30-MAY-97 12:45 PM

Scan Rate 10.851 Hz Bunch: 16 Data Rate: 0.678 Hz

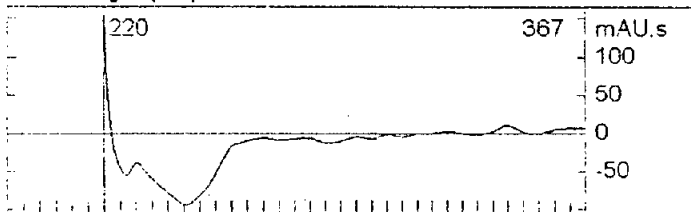
MCA Report - External Standard Analysis

Baseline: 2.015 min (average of 5) to 7.987 min (average of 5)
 Integration: 2.015 to 7.967 min, Flow Rate: 0.500 ml/min (Pump Log)
 Library: j:\star\module04\labslas34.lbr



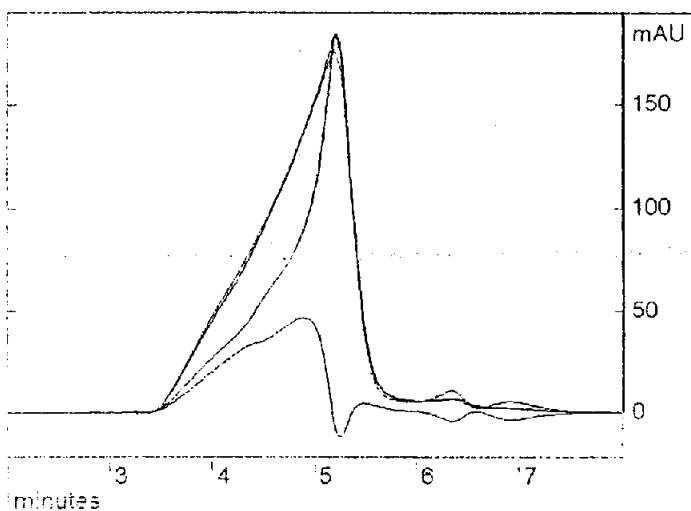
Spectrum Analysis over 220-367 nm
 excluding 259-367

| Lib Index | Name | Amount |
|-----------|------|--------|
| #1 | LAS | 418 ug |
| #2 | ABS | 102 ug |



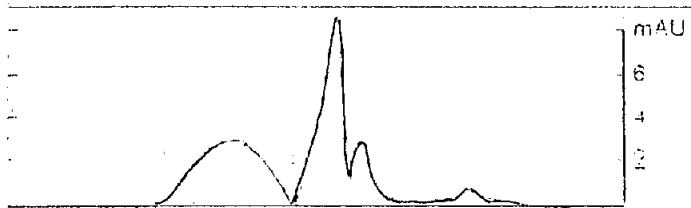
Similarity: 0.999998 Bad Match
 Dissimilarity: 0.002951 DR = 16.017

Search window: 2.015 to 7.987 min
 Spectra in library: 2
 Spectra in search window: 2
 Components allowed: 6



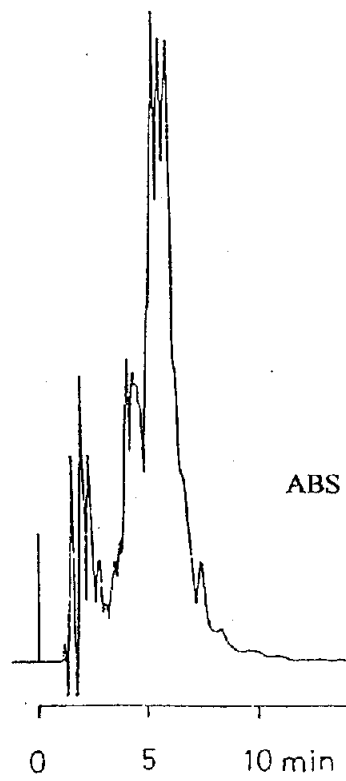
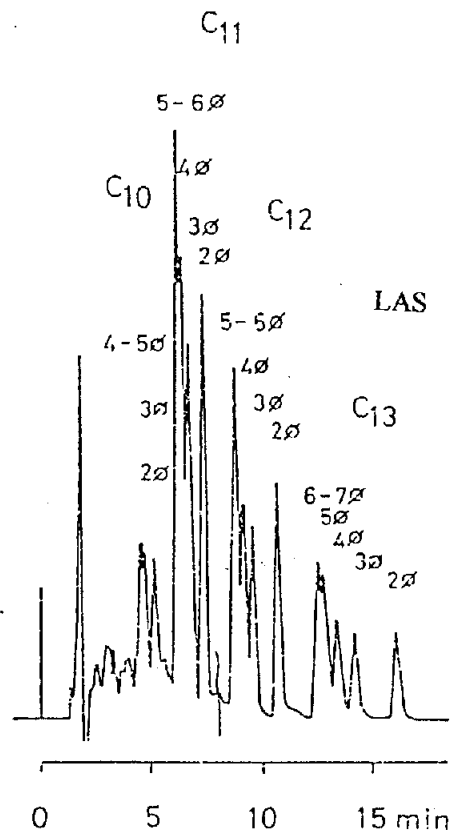
Plot Analysis at 254 nm

| Lib Index | tR (min) | Height mAU | Width (sec) |
|-----------|----------|------------|-------------|
| #2 | 4.885 | 46.77 | 61.9 |
| #1 | 5.218 | 184.20 | 29.9 |

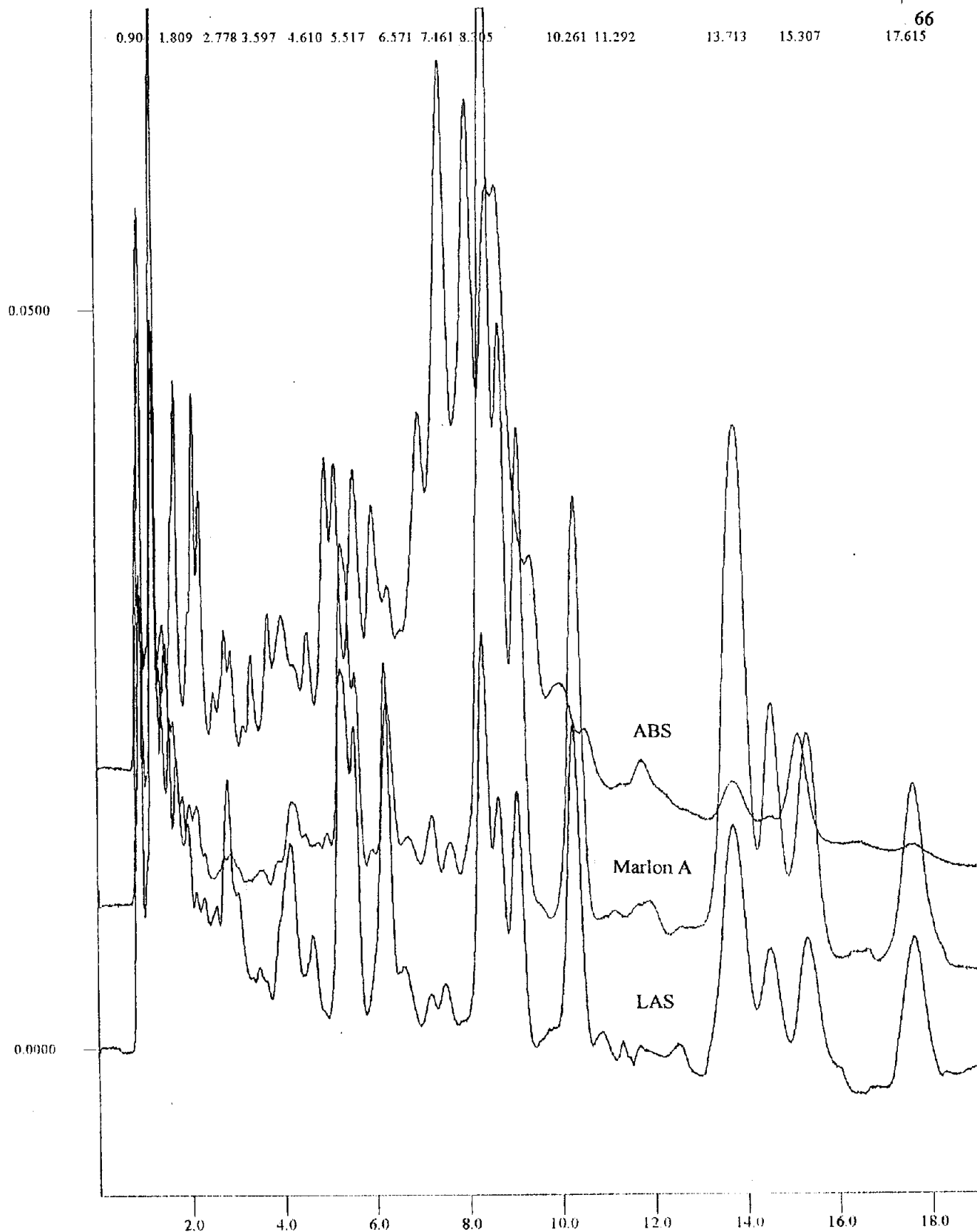


Error Analysis over 220 - 367 nm
 The maximum error 9 mAU at 5.200 minutes EXCEEDS the noise threshold 0.2 mAU, based on a S/N ratio of 10.
 The ratio of maximum to expected error is 55.640

รูปที่ 26 ตัวอย่างข้อมูล ของ Multicomponent analysis ของ unknown sample



รูปที่ 27 โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารสกัดแรงดึงผิวมาตรฐาน LAS & ABS จาก
เอกสารอ้างอิง

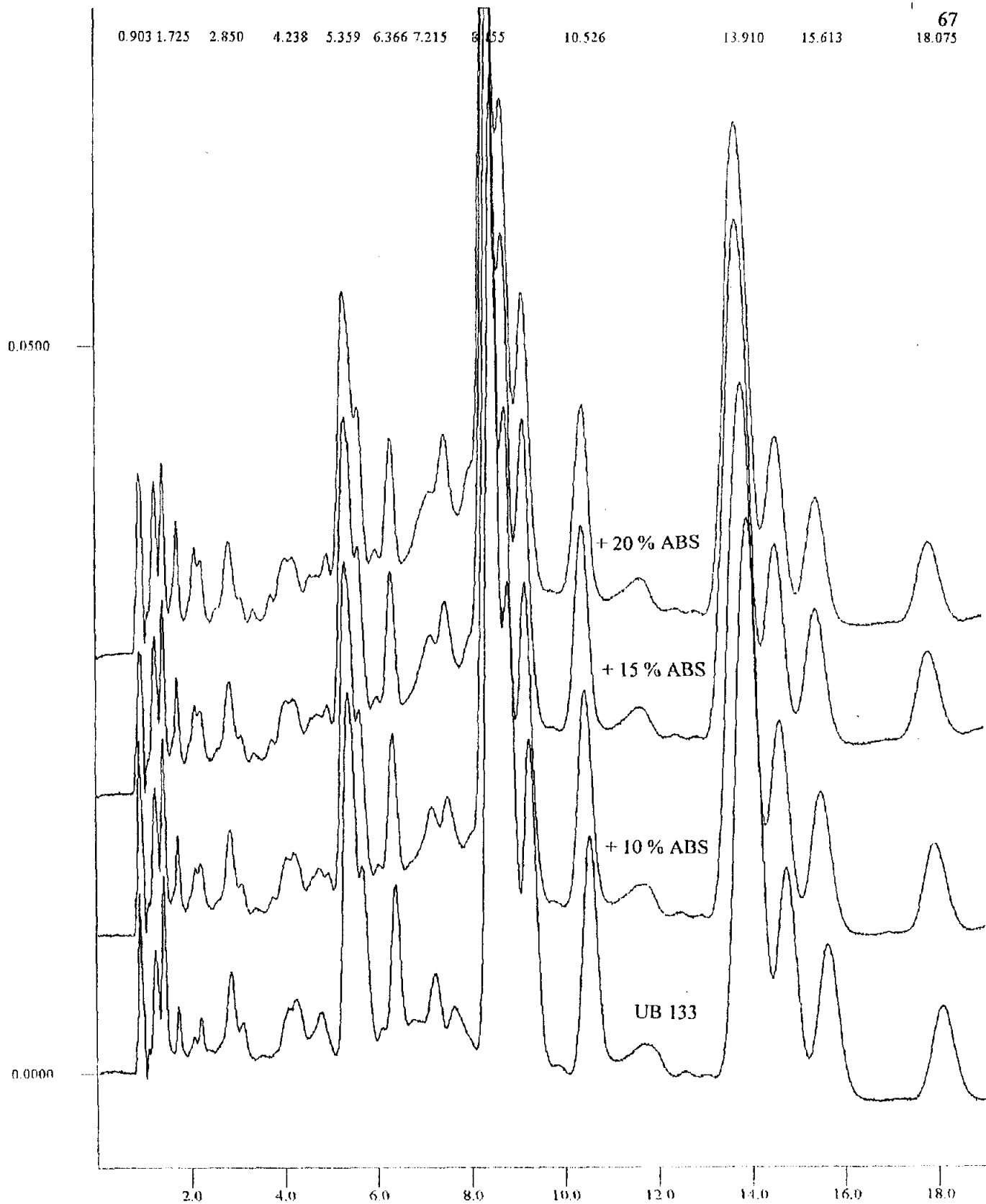


Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR139.RUN Channel: 8 = 224 nm

Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR135.RUN Channel: 8 = 224 nm

Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR134.RUN Channel: 8 = 224 nm

รูปที่ 28 โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารทดสอบเชิงปริมาณมาตรฐาน LAS, ABS & Marlon A



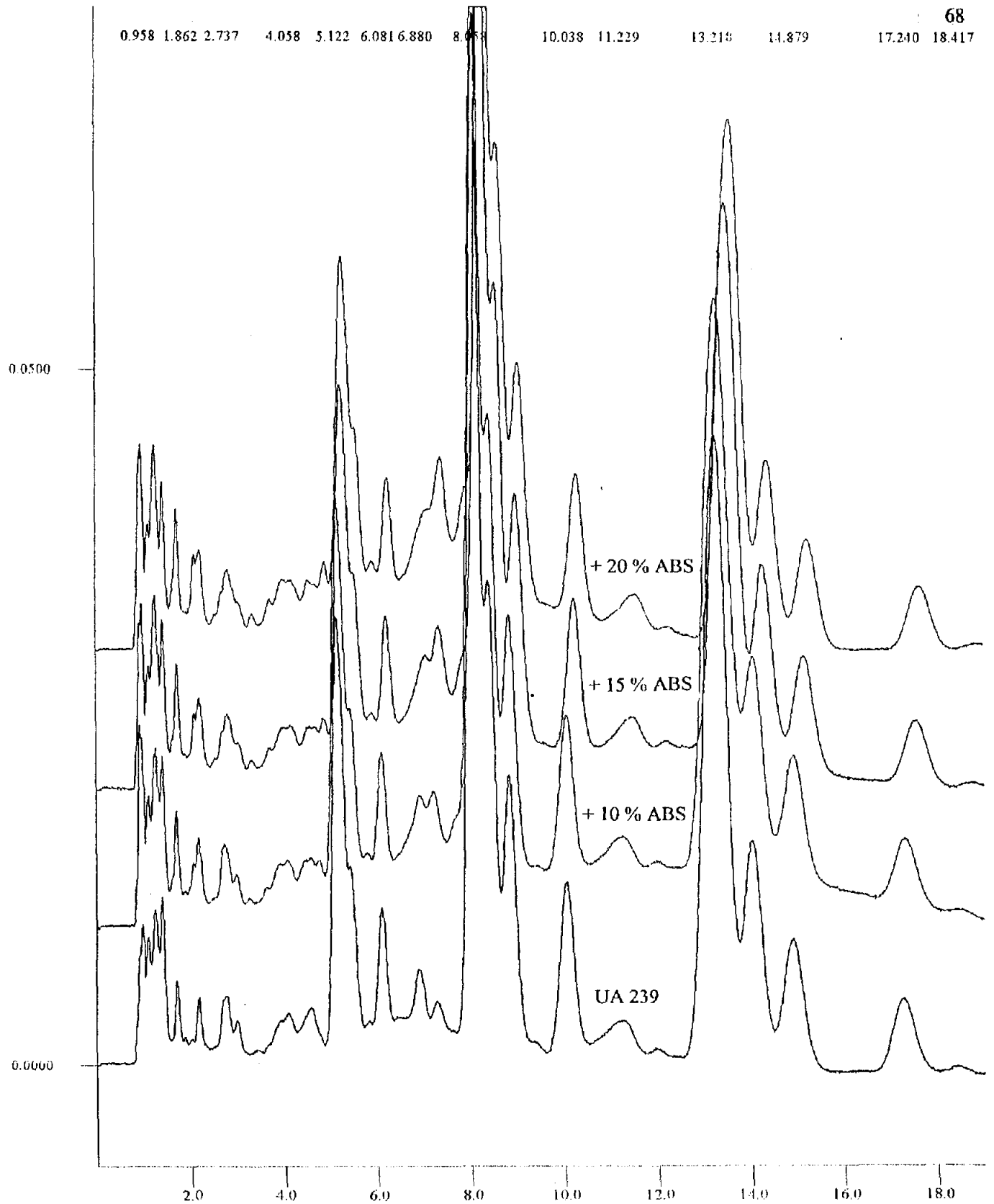
Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR072.RUN Channel: 8 = 224 nm

Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR071.RUN Channel: 8 = 224 nm

Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR069.RUN Channel: 8 = 224 nm

Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR070.RUN Channel: 8 = 224 nm

รูปที่ 29 โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก UB 133 และผสมกับ ABS



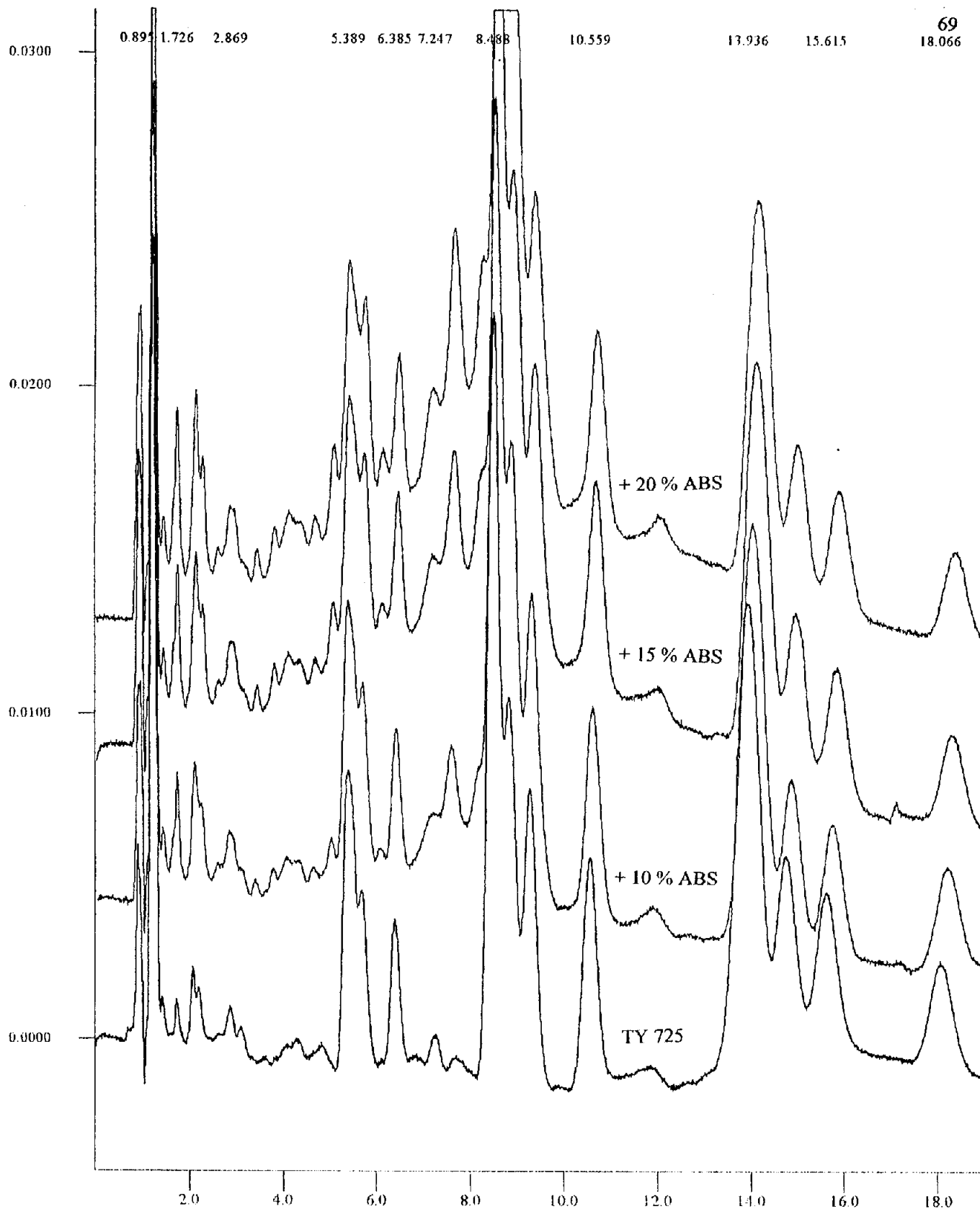
Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR074.RUN Channel: 8 = 224 nm

Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR075.RUN Channel: 8 = 224 nm

Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR076.RUN Channel: 8 = 224 nm

Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR077.RUN Channel: 8 = 224 nm

รูปที่ 30 โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก UA 239 และผสมกับ ABS



Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR086.RUN Channel: 8 = 224 nm

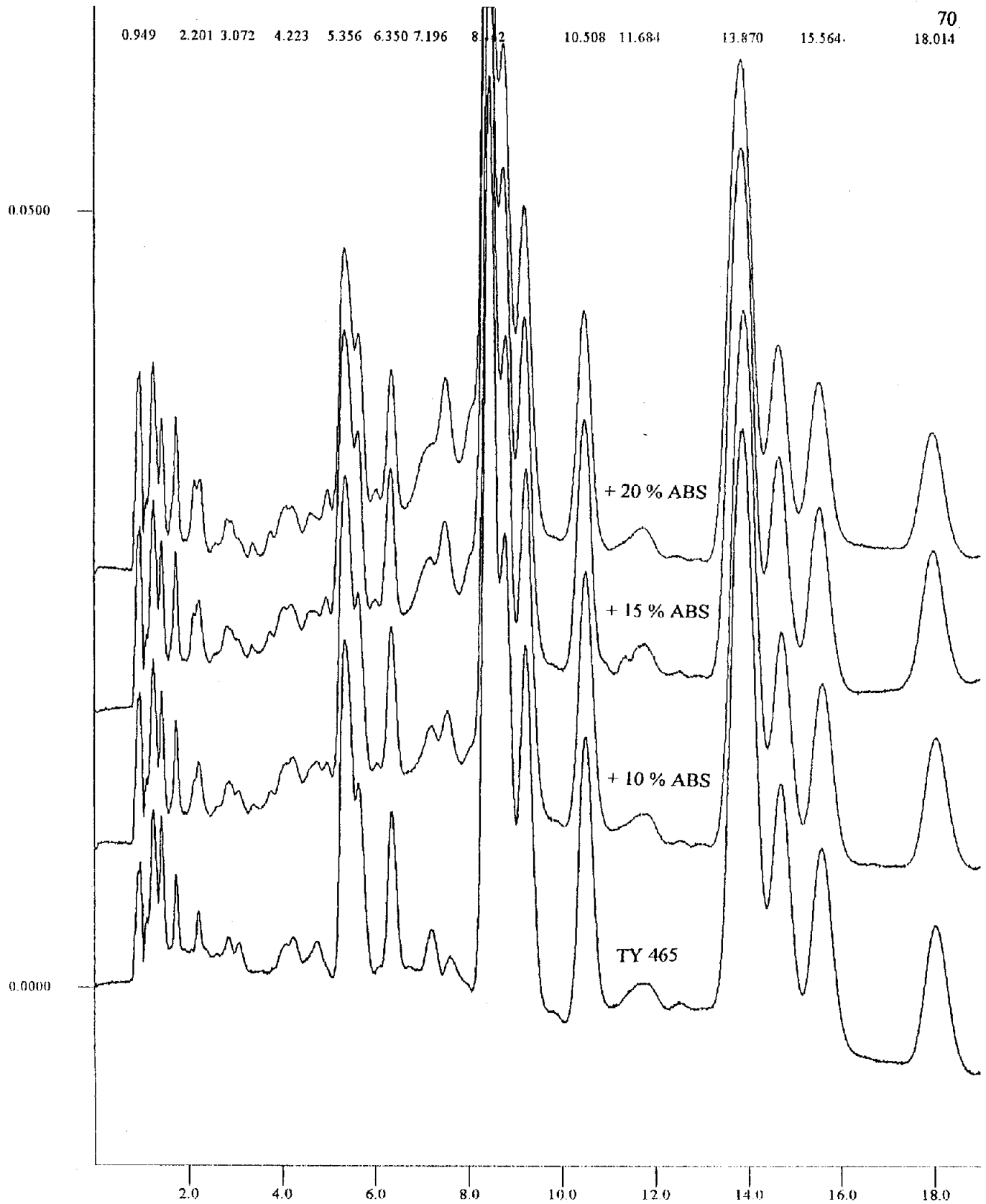
Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR079.RUN Channel: 8 = 224 nm

Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR080.RUN Channel: 8 = 224 nm

Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR081.RUN Channel: 8 = 224 nm

รูปที่ 31 โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก TY 725

และผสมกับ ABS



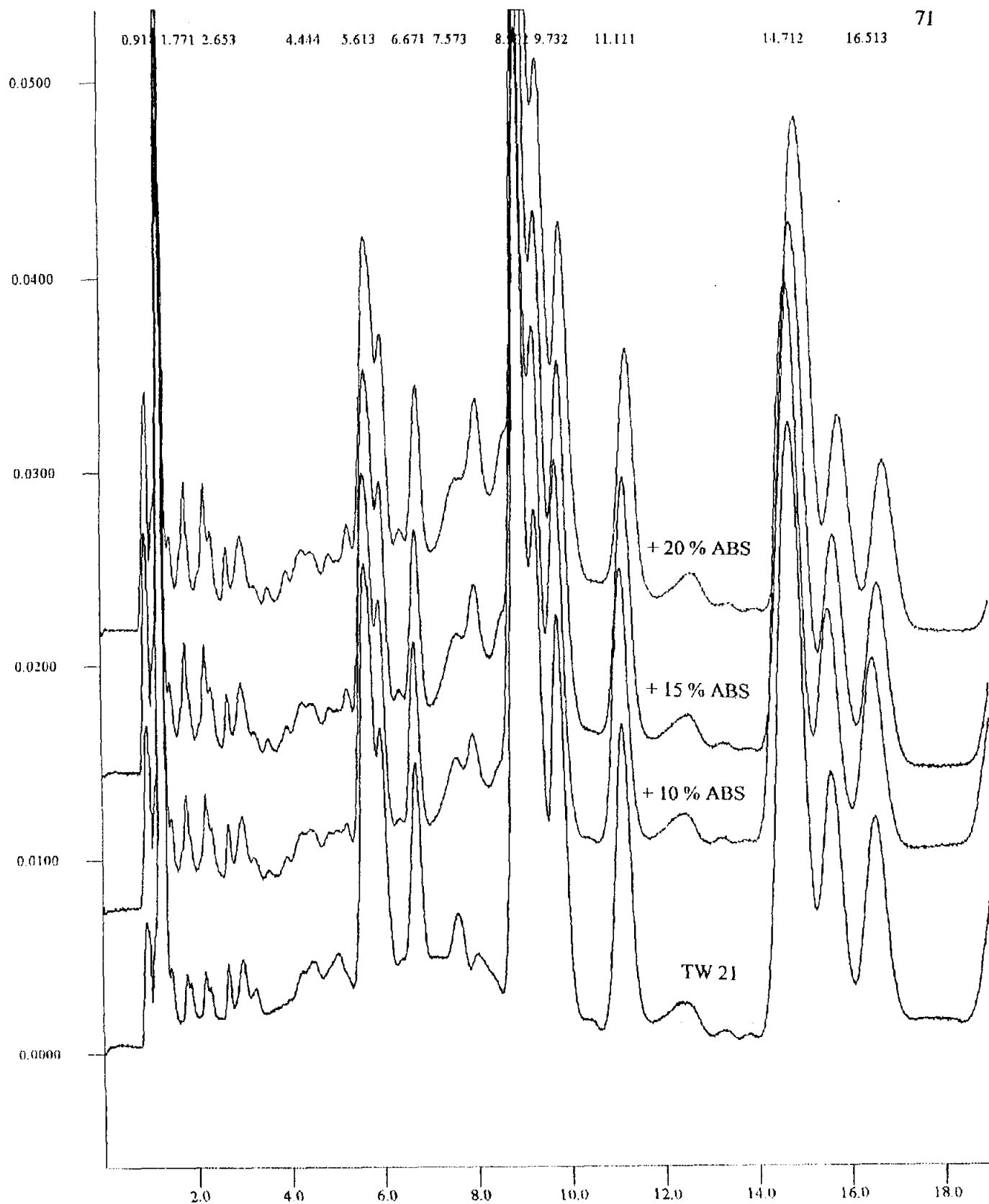
Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR082.RUN Channel: 8 = 224 nm

Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR083.RUN Channel: 8 = 224 nm

Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR084.RUN Channel: 8 = 224 nm

Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR085.RUN Channel: 8 = 224 nm

รูปที่ 32 โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก TY 465 และผสมกับ ABS



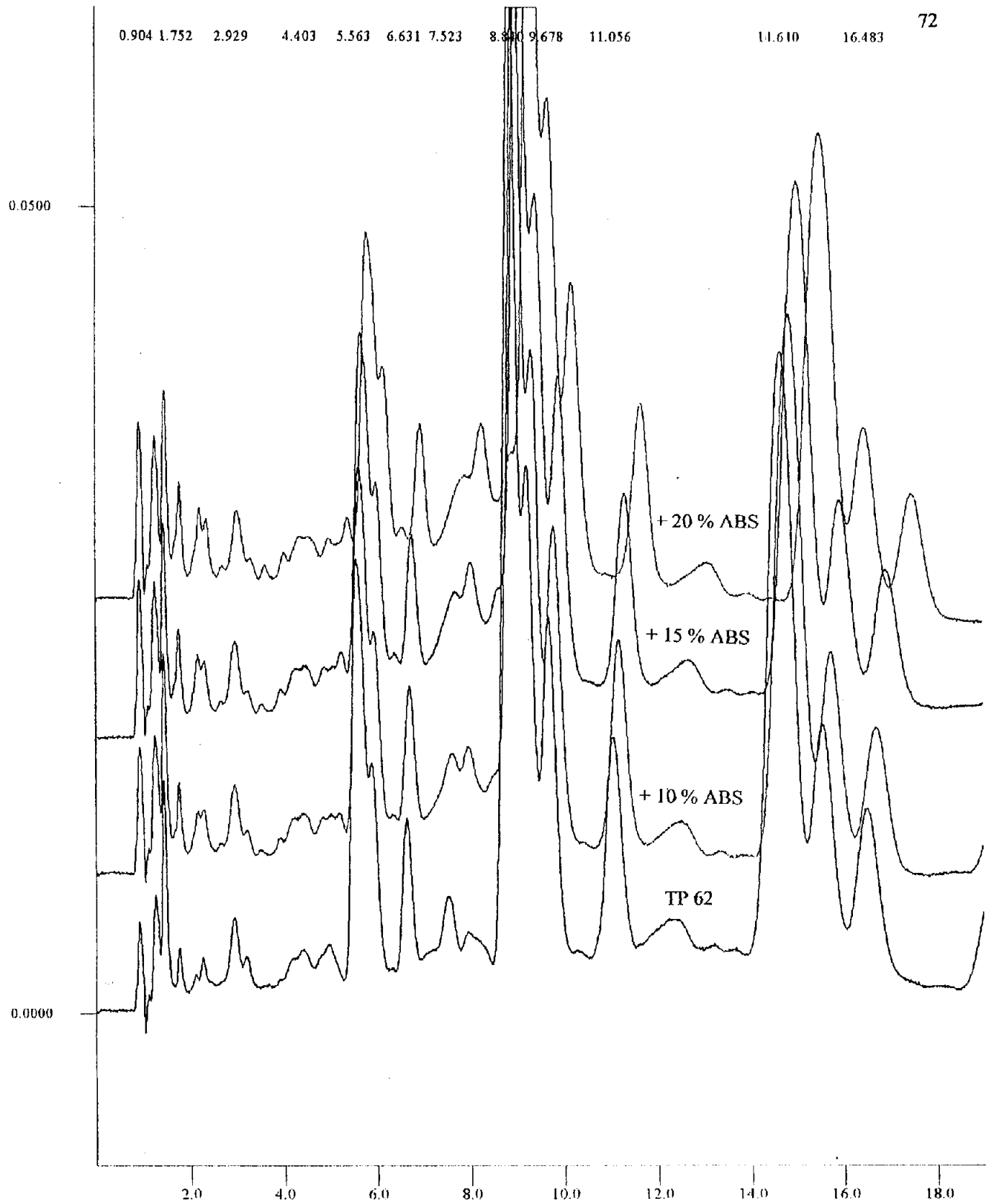
Filename: C:\STAR\MODULE04\LICHR087.RUN Channel: 8 = 224 nm

Filename: C:\STAR\MODULE04\LICHR088.RUN Channel: 8 = 224 nm

Filename: C:\STAR\MODULE04\LICHR092.RUN Channel: 8 = 224 nm

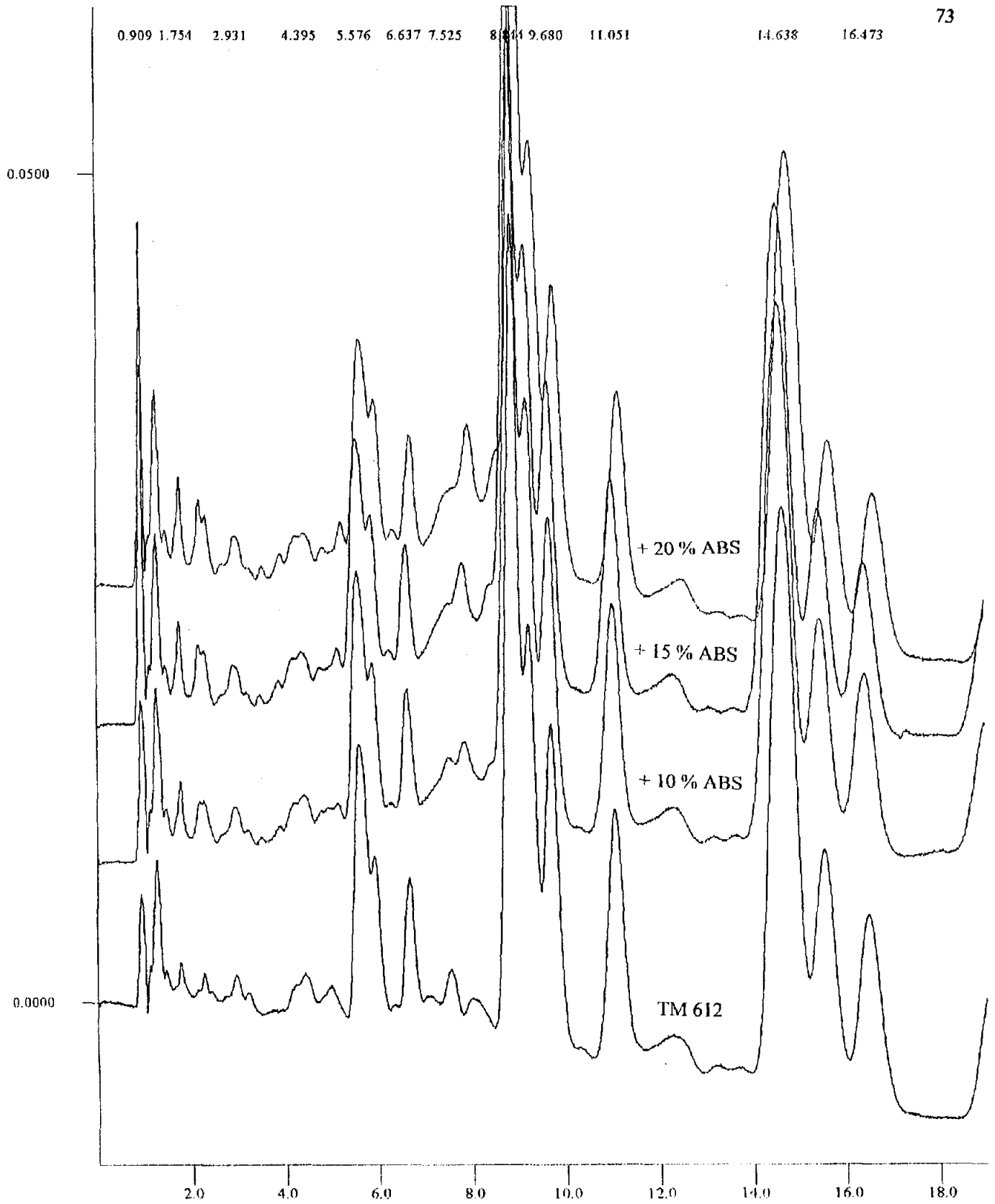
Filename: C:\STAR\MODULE04\LICHR093.RUN Channel: 8 = 224 nm

รูปที่ 33 โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก TW 21 และผสมกับ ABS



Filename: C:\STAR\MODULE04\LICHR099.RUN Channel: 8 = 224 nm
Filename: C:\STAR\MODULE04\LICHR100.RUN Channel: 8 = 224 nm
Filename: C:\STAR\MODULE04\LICHR101.RUN Channel: 8 = 224 nm
Filename: C:\STAR\MODULE04\LICHR102.RUN Channel: 8 = 224 nm

รูปที่ 34 โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก TP 62 และผสมกับ ABS



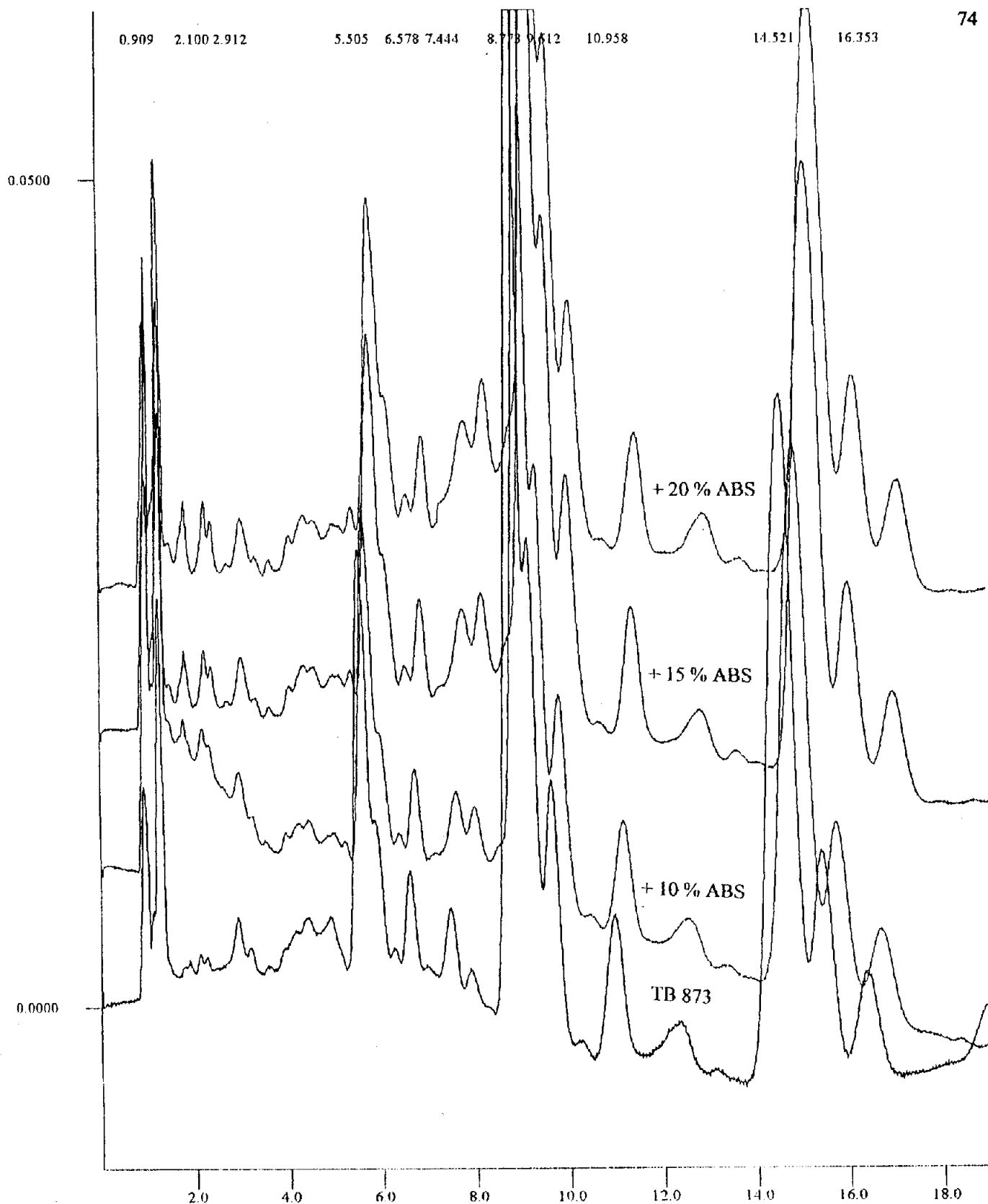
Filename: C:\STAR\MODULE04\LICHR103.RUN Channel: 8 = 224 nm

Filename: C:\STAR\MODULE04\LICHR104.RUN Channel: 8 = 224 nm

Filename: C:\STAR\MODULE04\LICHR105.RUN Channel: 8 = 224 nm

Filename: C:\STAR\MODULE04\LICHR106.RUN Channel: 8 = 224 nm

รูปที่ 35 โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก TM 612 และผสมกับ ABS



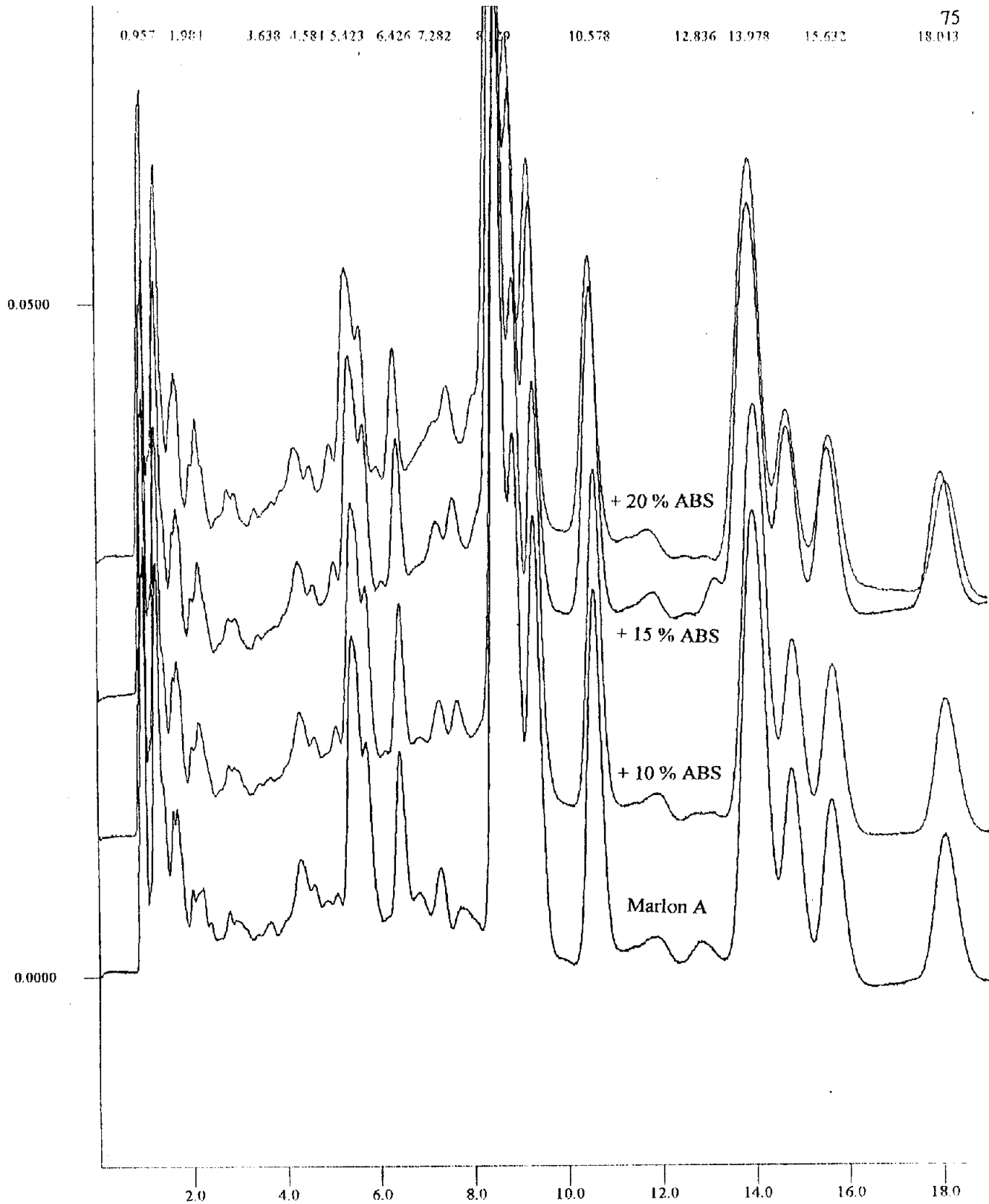
Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR112.RUN Channel: 8 = 224 nm

Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR113.RUN Channel: 8 = 224 nm

Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR114.RUN Channel: 8 = 224 nm

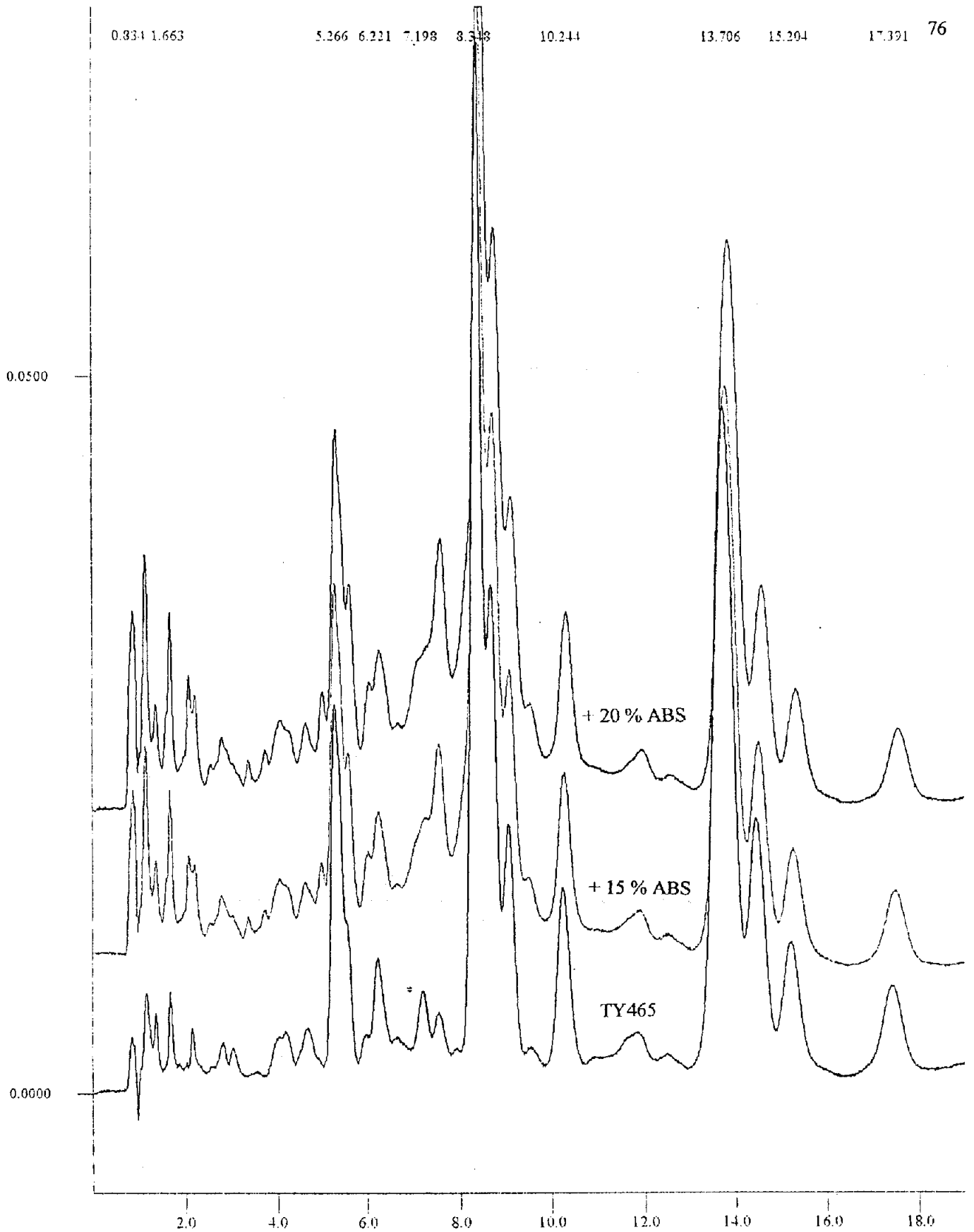
Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR115.RUN Channel: 8 = 224 nm

รูปที่ 36 โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวในตัวอย่างผงซักฟอก TB 873
และผสมกับ ABS



Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR063.RUN Channel: 8 = 224 nm
Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR064.RUN Channel: 8 = 224 nm
Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR065.RUN Channel: 8 = 224 nm
Filename: CASTAR\MODULE04\LICHR073.RUN Channel: 8 = 224 nm

รูปที่ 37 โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารสกัดแรงดึงผิวใน Marlon A และผสมกับ ABS



Filename: C:\STAR\MODULE04\LICHR209.RUN Channel: 8 = 224 nm

Filename: C:\STAR\MODULE04\LICHR210.RUN Channel: 8 = 224 nm

Filename: C:\STAR\MODULE04\LICHR211.RUN Channel: 8 = 224 nm

รูปที่ 38 โครมาโตแกรม (HPLC) ของสารลดแรงตึงผิวใน TY 465 และผสมกับ ABS

(ครั้งที่ 2)