

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การตรวจวัดหาปริมาณกรดไกลโคสิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง  
ด้วยเทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี



T107710



นางสาวสุนิสา

หอมสวัสดิ์

นางสาวสุภาพร

บันจันตา

รฟ.  
ค 818ก  
2548

เลขหมู่.....  
เลขทะเบียน..... 107710  
วัน,เดือน,ปี... 10 พ.ค. 2553

b. 12211060  
i.....

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต  
ภาควิชาเคมี สาขาเคมีอุตสาหกรรม – เครื่องมือวิเคราะห์  
คณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
ปีการศึกษา 2548

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**Determination of glycolic acid in cosmetic products  
by Ion-Chromatography**




**A Special Project Submitted in Partial Fulfillment of the Requirement for  
the Degree of Bachelor of Science  
Department of Chemistry  
Faculty of Science  
King Mongkut's Institute of technology Ladkrabang  
Academic Year 2005**

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**โครงการพิเศษ**      การตรวจวัดหาปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง  
 ด้วยเทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี  
**นักศึกษา**              สุนิสา หอมสวัสดิ์  
                               สุภาพร ปิ่นจันทา  
**ภาควิชา**                เคมี คณะวิทยาศาสตร์  
**สาขาวิชา**              เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์  
**ปีการศึกษา**            2548  
**อาจารย์ที่ปรึกษา**      ผศ.คณิตา ตั้งคนานูรักษ์

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
 อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

	คณะกรรมการตรวจสอบ	ลายมือชื่อ
ประธานกรรมการ	ผศ.คณิตา ตั้งคนานูรักษ์	.....
กรรมการ	อ.สุจินต์                    ดันดีพิสิริกุล	.....
กรรมการ	ดร.วิบูลย์                    ประดิษฐ์เวียงคำ	.....

  
 (.....)  
 (ผศ.ดร.ประยงค์ ดวงดี)  
 หัวหน้าภาควิชาเคมี

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์  
 สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การตรวจวัดหาปริมาณกรดไกลโคสิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง  
ด้วยเทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี



T107710



นางสาวสุนิสา

หอมสวัสดิ์

นางสาวสุภาพร

บันจันตา

รฟ.  
ค 818ก  
2548

เลขหมู่.....  
เลขทะเบียน..... 107710  
วัน,เดือน,ปี... 10 พ.ค. 2553

b. 12211060  
i.....

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต  
ภาควิชาเคมี สาขาเคมีอุตสาหกรรม – เครื่องมือวิเคราะห์  
คณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
ปีการศึกษา 2548

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**Determination of glycolic acid in cosmetic products  
by Ion-Chromatography**




**A Special Project Submitted in Partial Fulfillment of the Requirement for  
the Degree of Bachelor of Science  
Department of Chemistry  
Faculty of Science  
King Mongkut's Institute of technology Ladkrabang  
Academic Year 2005**

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**โครงการพิเศษ**      การตรวจวัดหาปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง  
 ด้วยเทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี  
**นักศึกษา**              สุนิสา หอมสวัสดิ์  
                               สุภาพร ปิ่นจันทา  
**ภาควิชา**                เคมี คณะวิทยาศาสตร์  
**สาขาวิชา**            เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์  
**ปีการศึกษา**           2548  
**อาจารย์ที่ปรึกษา**    ผศ.คณิตา ตั้งคนานูรักษ์

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
 อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

	คณะกรรมการตรวจสอบ	ลายมือชื่อ
ประธานกรรมการ	ผศ.คณิตา ตั้งคนานูรักษ์	.....
กรรมการ	อ.สุจินต์                    ดันดีพิสิริกุล	.....
กรรมการ	ดร.วิบูลย์                    ประดิษฐ์เวียงคำ	.....

  
 (.....)  
 (ผศ.ดร.ประยงค์ ดวงดี)  
 หัวหน้าภาควิชาเคมี

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์  
 สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

<b>โครงการพิเศษ</b>	การตรวจวัดหาปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางด้วยเทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี
<b>นักศึกษา</b>	สุนิสา หอมสวัสดิ์ สุภาพร บันจันตา
<b>ภาควิชา</b>	เคมี คณะวิทยาศาสตร์
<b>สาขาวิชา</b>	เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์
<b>ปีการศึกษา</b>	2548
<b>อาจารย์ที่ปรึกษา</b>	ผศ.คณิตา ตั้งคณานุรักษ์

### บทคัดย่อ

ผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางที่ทำให้หน้าขาวส่วนใหญ่ที่มีขายตามท้องตลาดจะมีส่วนผสมของกรดไกลโคลิก เพื่อกำจัดเซลล์ผิวที่ตายแล้วให้หลุดออกไป แล้วผลัดเซลล์ผิวใหม่ขึ้นมา แต่กรดไกลโคลิกนั้นมีทั้งข้อดีและข้อเสีย เพราะกรดไกลโคลิกมีความไวต่อรังสีอัลตราไวโอเล็ต

ดังนั้นโครงการวิจัยนี้มีความมุ่งหมายที่จะตรวจวัดปริมาณกรดไกลโคลิกที่มีอยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางด้วยเทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี เนื่องจากคณะผู้วิจัยเห็นว่าเทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี เป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพในการตรวจวิเคราะห์ปริมาณไอออนและเป็นวิธีที่สะดวก รวดเร็ว ไม่ต้องมีการเตรียมตัวอย่างที่ยุ่งยาก

โดยในการศึกษาครั้งนี้ คณะผู้วิจัยต้องศึกษาความไวของการตรวจวัด การเตรียมกราฟมาตรฐาน การตอบสนองเป็นเส้นตรง ทำการตรวจวัดผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางยี่ห้อ Covermark Vichy , Smooth E , Olay , Maple , Dr.Japan , Nuejina และ ประเมิณผล

จากการศึกษาครั้งนี้พบว่าวิธีไอออนโครมาโทกราฟีง่าย (ไม่ต้องมีการเตรียมที่ยุ่งยาก) และมีความไวต่อการตรวจวัด ซึ่งค่าการตอบสนองเป็นเส้นตรง (Linearity) ของกราฟมาตรฐานกรดไกลโคลิกเป็นเส้นตรง ในช่วงความเข้มข้น 10 – 40 ppm โดยมีความสัมพันธ์ของความสัมพันธ์เท่ากับ 0.990 สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์ตัวอย่างเครื่องสำอาง พบว่าผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง Covermark , Vichy , Smooth E , Olay , Maple , Dr.Japan , Nuejina และ Pond มีความเข้มข้นเท่ากับ 8.7762 , 11.8736 , 11.5036 , 11.2730 , 6.1679 , 8.5109 , 5.950 และ 12.877 ppm ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

<b>Special Project Title</b>	Determination of glycolic acid in cosmetic products by Ion-Chromatography
<b>Name</b>	Miss. Sunisa Homsawat Miss. Supaporn PUNCHUNTA
<b>Department</b>	Chemistry
<b>Program</b>	Industrial Chemistry – Analytical Instrument
<b>Academic Year</b>	2005
<b>Special Project Advisor</b>	Asst.prof. kanita TANGKANANURUK

### ABSTRACT

Glycolic acid was a chemical substances that are present in whitening cosmetic products for stimulation renewal of skin cells and the colors of skin becomes lighter . However glycolic acid has disadvantage too because it was sensitive for ultraviolet- ray .

Therefore , this project was aimed to study the determination of glycolic acid in whitening cosmetics by using ion – chromatography technique (IC) . The IC system consisting of a IC anion column ( Metrosep A supp 5-150) , with 732 IC Detector and mobile phase consisting of 1.0 mM NaHCO<sub>3</sub> / 3.2 mM Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> buffer .

The calibration curve of glycolic acid was prepared and resulted linearity range about 10 - 40 ppm and regression coefficient (R<sup>2</sup>) of 0.990 . The eight commercial cosmetic samples were determined . The results of glycolic acid (GA) concentration were 8.7762 ppm GA of Covermark , 11.8736 ppm GA of Vichy , 11.5036 ppm GA of Smooth E , 11.2730 ppm GA of Olay , 6.1679 ppm GA of Meple , 8.5109 ppm GA of Dr.Japan , 5.950 ppm GA of Nuejina and 12.8770 ppm GA of Pond , respectively.

From this study , it was found that the method is rapid , simple (no special sample pretreatment) and gave a good accuracy , precision , linearity and low limit of detection

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## กิตติกรรมประกาศ

การจัดทำโครงการพิเศษนี้ สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี เนื่องจากการได้รับการดูแล , เอาใจใส่ , ช่วยเหลือ , แนะนำ , การอำนวยความสะดวก และสิ่งที่เป็นประโยชน์ของคณาจารย์และผู้ที่เกี่ยวข้อง แก่ผู้จัดทำ ตลอดจนการตรวจทาน และแก้ไขโครงการพิเศษฉบับนี้

ขอขอบพระคุณ ผศ.คณิตา ตั้งคณานุรักษ์ เป็นอย่างสูงที่ให้คำปรึกษา ช่วยแก้ไขปัญหา คอยเอาใจใส่ดูแล ให้ความช่วยเหลือในการทำโครงการพิเศษนี้มาตลอด

ขอขอบพระคุณ ดร.วิบูลย์ ประดิษฐ์เวียงคำ และ อ.สุจินต์ ต้นดีพิสิฐกุล อาจารย์ คณะกรรมการตรวจสอบโครงการพิเศษที่ให้ความกรุณาแก้ไขโครงการพิเศษให้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น และเจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมีทุกท่านที่คอยช่วยเหลือให้การทำโครงการพิเศษนี้ดำเนินไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณ ผศ.กรองแก้ว ทิพย์ศักดิ์ และ คุณปราณี บุญวิรัตน์ ที่ช่วยดูแลเรื่องการใช้เครื่องไอออนโครมาโทกราฟี ให้การทำงานสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา ที่ให้คำปรึกษาที่ดี และให้กำลังใจตลอดมา ขอบคุณเพื่อนๆ ทุกคนที่คอยช่วยเหลือตลอดการทำโครงการพิเศษนี้

นอกจากนี้บุคคลที่มีส่วนช่วยที่ได้กล่าวไว้ ณ ที่นี้ขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูง

นางสาวสุนิสา หอมสวัสดิ์

นางสาวสุภาพร ปันจันตา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูป	ช
<b>บทที่ 1</b>	<b>บทนำ</b>
	1.1 ความเป็นมาของโครงการพิเศษ 1
	1.2 วัตถุประสงค์ 2
	1.3 ขอบเขตของงานวิจัย 2
	1.4 ขั้นตอนการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน 3
	1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ 4
<b>บทที่ 2</b>	<b>ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง</b>
	2.1 glycolic acid 5
	2.2 โครงสร้างของสาร AHA 5
	2.3 ผลของกรดไกลโกลิกต่อผิวหนัง 6
	2.4 การเลือกใช้กรดไกลโกลิก 7
	2.5 ปริมาณที่ใช้ในเครื่องสำอาง 8
	2.6 การออกฤทธิ์สาร AHA 8
	2.7 ข้อควรระวังเมื่อใช้กรดไกลโกลิก 8
	2.8 การควบคุมการใช้สาร AHA 9
	2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง 9
<b>บทที่ 3</b>	<b>วิธีดำเนินการวิจัย</b>
	3.1 เครื่องมือ 11
	3.2 สารเคมี 11
	3.3 วิธีการเตรียมสารละลาย 12
	3.4 วิธีการดำเนินการทดลอง 14
	3.5 การประเมินผลการวิเคราะห์ค่าต่างๆ 15

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญญ(ต่อ)

	หน้า
<b>บทที่ 4</b>	
<b>ผลการทดลองและการอภิปราย</b>	
4.1 การตรวจสอบความเหมาะสมของวิธีวิเคราะห์	16
4.2 การวิเคราะห์หาปริมาณกรดไกลโคลิกที่อยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง	21
<b>บทที่ 5</b>	
<b>สรุปและข้อเสนอแนะ</b>	23
<b>บรรณานุกรม</b>	25
<b>ภาคผนวก</b>	
ภาคผนวก ก. แสดงผลการวิเคราะห์	26
ภาคผนวก ข. แสดงผลการทดลอง	29
ภาคผนวก ค. เครื่องไฮออนโครมาโทกราฟี	41
ภาคผนวก ง. แสดงวิธีคำนวณ	63



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 แสดงสาร AHA ชนิดต่างๆ จากผลไม้ต่างๆ	5
ตารางที่ 4.1 แสดงผลค่าเฉลี่ยเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) ของการทำ Repeatability และ Reproducibility	17
ตารางที่ 4.2 แสดงความเข้มข้นของกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง ที่ทำการ spiked sample ชนิดต่างๆแล้ว	19
ตารางที่ 4.3 แสดงผลการศึกษาความแม่นยำ(accuracy) ของวิธีวิเคราะห์	20
ตารางที่ 4.4 แสดงความเข้มข้นของกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางชนิดต่างๆ	22
ตารางที่ 4.5 ปริมาณกรดไกลโคลิกที่อยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางซึ่งจะได้ความเข้มข้นที่แท้จริง	22



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 4.1 แสดงผลการศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรง (Linearity) ของกราฟมาตรฐานกรดไกลโคลิก	16
รูปที่ 4.2 แสดงผลการศึกษาการหาความแม่นยำปริมาณกรดไกลโคลิก ที่อยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางโดยเทียบกับกราฟมาตรฐานกรดไกลโคลิก	18
รูปที่ 4.3 แสดงผลการศึกษาการหาปริมาณกรดไกลโคลิกที่อยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางโดยเทียบกับกราฟมาตรฐานกรดไกลโคลิก	21
รูปที่ ค.1 แผนภาพแสดงองค์ประกอบของเครื่องไอออนโครมาโทกราฟี	41
รูปที่ ค.2 แสดง pneumatic amplifier pump	42
รูปที่ ค.3 แสดง syring type pump	43
รูปที่ ค.4 แสดง reciprocating pump	43
รูปที่ ค.5 แสดง external loop valve	44
รูปที่ ค.6 แสดง internal loop valve	45

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาของโครงการพิเศษ

ในโลกมนุษย์ปัจจุบันได้มีการเปลี่ยนแปลงไปมาก ซึ่งก่อให้เกิดปัญหามลพิษที่ส่งผลกระทบต่อสภาพแวดล้อมทำให้แสงแดดส่องมายังโลกมากขึ้น โดยมีชั้นโอโซนเป็นตัวคอยกรองรังสีอัลตราไวโอเล็ต (UV) ที่ส่องมายังโลกให้มีปริมาณรังสีอัลตราไวโอเล็ตน้อยลง แต่ในขณะนี้ปริมาณโอโซนมีจำนวนน้อยลงเนื่องจากการตัดต้นไม้ทำลายป่าเยอะ จึงทำให้อรังสีที่ส่องมายังโลกมีความรุนแรงมากขึ้น โดยเฉพาะทางทวีปเอเชียที่มีภูมิประเทศตั้งอยู่ในเขตร้อน ทำให้คนที่อยู่ในทวีปเอเชียเป็นโรคมะเร็งผิวหนังมากกว่าคนที่อาศัยอยู่ในทวีปยุโรป เพราะฤทธิ์แสงแดดที่มีรังสีอัลตราไวโอเล็ตจะทำลายเนื้อเยื่อที่บอบบางของผิวหนัง สร้างรอยเหี่ยวย่นและตกร่องก่อนวัยอันควร ซึ่งเป็นผลจากการสังเคราะห์เสียหายของผิวหนังอย่างค่อยเป็นค่อยไป

รังสีอัลตราไวโอเล็ต (UV) จากแสงแดดแบ่งได้เป็น 2 ชนิดคือ UVA และ UVB ซึ่งรังสี UVB มีความรุนแรงมากกว่ารังสี UVA ซึ่งรังสีอัลตราไวโอเล็ตนี้เป็นตัวการสำคัญที่ก่อให้เกิดโรคมะเร็งผิวหนังและรอยเหี่ยวย่น เวลามนุษย์ถูกแสงแดดนานๆ รังสีอัลตราไวโอเล็ตจะทำลายเส้นใยคอลลาเจนและอีลาสตินทำให้ผิวหนังเสียความยืดหยุ่น

กรดผลไม้หรือสารAHA ซึ่งย่อมาจาก Alpha Hydroxy Acid เป็นกรดที่ได้มาจากผลไม้หลายชนิดมีฤทธิ์ทำให้ผิวหนังชั้นนอกลอกออกเล็กน้อย กรดเหล่านี้ส่วนใหญ่ได้มาจากผลไม้ จึงเรียกง่าย ๆ ว่ากรดผลไม้หรือ Fruit acid

นอกจากนี้ก็ยังพบว่าสาร AHA ในขิง ขมิ้น นม น้ำมะเขือเทศ และไวน์ และยังสามารถผลิตสาร AHA ในห้องปฏิบัติการได้อีกด้วย

กรดผลไม้ที่รู้จักกันดีคือกรดไกลคอลิก (Glycolic acid) ซึ่งเตรียมได้จากน้ำขมิ้น และองุ่นดิบ กรดผลไม้ลอกฤทธิ์โดยการซึมผ่านผิวหนังชั้นที่เคลือบผิวและทำให้เซลล์ผิวหนังชั้นนี้หลุดออกจากกัน ทำให้ผิวสดใสและผิวหนังด้านล่างจะงอกขึ้นมาใหม่ บางครั้งเมื่อทากรดผลไม้อาจเกิดอาการแสบคันหรือเกิดรอยแดงซึ่งจะหายไปภายใน 20 นาที การเลือกซื้อเครื่องสำอางประเภทสาร AHA และสาร BAH ผู้ใช้ต้องทราบถึงค่าความเป็นกรดเป็นด่าง (pH) ของผลิตภัณฑ์นั้น เครื่องสำอางสาร AHA ส่วนใหญ่มีความเข้มข้นของกรดสาร AHA ตั้งแต่ร้อยละ 1-15 ความเข้มข้นของสาร AHA ที่ต่ำที่สุดที่ทำให้ผิวลอกได้คือร้อยละ 4 ถ้าความเข้มข้นสูงถึงร้อยละ 8-15 ผิวจะลอกมากและทำให้ผิวระคายเคืองได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปัจจุบันในประเทศไทยมีการใช้เครื่องสำอางผสมสาร AHA อย่างแพร่หลายโดยเฉพาะการผสมกรดไกลโคลิกเข้าไป ซึ่งการผสมกรดไกลโคลิกนั้นมีทั้งข้อดีและข้อเสีย เพราะกรดไกลโคลิกมีความไวต่อรังสีอัลตราไวโอเล็ต ถ้าใช้เครื่องสำอางที่มีส่วนผสมของกรดไกลโคลิกปริมาณเกินที่มาตรฐานกำหนดไว้อาจจะก่อให้เกิดผลเสีย ซึ่งองค์การอาหารและยาได้กำหนดปริมาณกรดไกลโคลิกอยู่ที่ไม่เกิน 3-10 %

ดังนั้นคณะผู้วิจัย จึงเห็นความสำคัญในการเก็บตัวอย่างเครื่องสำอางที่ขายในท้องตลาด โดยเฉพาะสินค้าที่ไม่ค่อยน่าเชื่อถือผลิตโดยผู้ผลิตที่ไม่ได้รับการประกันคุณภาพสินค้ามาวิเคราะห์หาปริมาณกรดไกลโคลิกด้วยเทคนิค Ion chromatography (IC) ซึ่งในงานวิจัยจะทำให้ทราบว่าทำให้ทราบว่าผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางที่ขายตามท้องตลาดอยู่ในมาตรฐานที่องค์การอาหารและยากำหนดไว้หรือไม่ เพื่อความปลอดภัยของผู้บริโภค

## 1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อหาปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางที่มีขายตามท้องตลาดว่ามีปริมาณเกินเกณฑ์มาตรฐานที่กำหนดหรือไม่
2. เพื่อศึกษาประสิทธิภาพในการตรวจวัดปริมาณของกรดไกลโคลิกในเครื่องสำอาง ด้วยเทคนิควิธี IC

## 1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. ตรวจวัดปริมาณกรดไกลโคลิกในสารละลายมาตรฐานไกลโคลิกด้วยเทคนิค IC เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมของเครื่อง IC กราฟมาตรฐาน (Calibration curve) และสมการเส้นตรง (linearity)
2. ตรวจวัดหาปริมาณกรดไกลโคลิกในสารละลายตัวอย่างกรดไกลโคลิกที่สกัดได้ ด้วยเทคนิค IC

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 1.4 ขั้นตอนการทำวิจัยและดำเนินงาน

ตารางแสดงขั้นตอนการวิจัยและช่วงเวลา

งานที่ทำ	พ.ค. 2548	มิ.ย. 2548	ก.ค. 2548	ส.ค. 2548	ก.ย. 2548	ต.ค. 2548	พ.ย. 2548	ธ.ค. 2548	ม.ค. 2549	ก.พ. 2549	มี.ค. 2549
การเก็บรวบรวม ข้อมูล		←————→									
การส่งข้อสาร						←————→					
การเตรียมกราฟ มาตรฐานด้วย เทคนิค IC ของ สารละลาย มาตรฐานกรด ไกลโคลิก								←————→			
การเก็บตัวอย่าง เครื่องสำอาง									←————→		
การตรวจวัดหา ปริมาณกรดไกล โคลิกใน ตัวอย่าง ผลิตภัณฑ์ เครื่องสำอาง									←————→		
การประเมินผล การวิเคราะห์										←————→	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถตรวจวิเคราะห์ปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางว่ามีปริมาณอยู่ในเกณฑ์ที่กำหนดไม่เป็นอันตรายต่อผู้บริโภคบริโภค
2. เพื่อเป็นข้อมูลสำหรับผู้บริโภคในการตัดสินใจเลือกใช้ผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางที่มีกรดไกลโคลิกเป็นองค์ประกอบได้อย่างถูกต้อง
3. สามารถเป็นแนวทางในการศึกษาการวิเคราะห์หาปริมาณสารอื่นๆ ที่ผสมอยู่ในเครื่องสำอาง เพื่อตรวจดูว่ามีปริมาณสารต่างๆ มีปริมาณเกินกว่าที่องค์การอาหารและยาคำหนดไว้หรือไม่



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 2

### ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1 Glycolic Acid

Glycolic Acid (2-Hydroxyethanoic acid) มีสูตรคือ  $\text{HOCH}_2\text{COOH}$  นั้นเป็นสารในตระกูลสาร AHA ซึ่งเป็น สารที่สกัดจากอ้อย กรดไกลโคลิกซึ่งถือว่าเป็นชนิดที่มีโมเลกุลเล็กที่สุดในตระกูลสาร AHA แต่มีประสิทธิภาพในการซึมผ่านผิวและออกฤทธิ์ได้ดีเยี่ยม สาร AHA เป็นตัวย่อของ Alpha Hydroxy Acids ซึ่งเป็นกลุ่มของสารประกอบประเภทกรดอินทรีย์ ที่สกัดได้จากธรรมชาติ จริง ๆ แล้วมันก็คือ กรดผลไม้ (Fruit acid) ที่ทำให้มีรสเปรี้ยวจากผลไม้ตนเอง ในสมัยก่อนหรือแม้แต่ปัจจุบัน ได้มีการนำเอาผลไม้บางชนิดมาพอกหน้า เช่น แตงกวา , มะขาม , แครอท , แอปเปิ้ล ฯลฯ แล้วจะทำให้ผิวนี้นูนขึ้น ดูสดใสขึ้น นอกจากนี้ยังมีสารในตระกูล AHA อีกมากมาย อาทิเช่นสารสกัดจากนมเปรี้ยวหรือมะเขือเทศ (Lactic Acid) ที่ช่วยให้ผิวนุ่มนวลและเรียบเนียนขึ้น สารสกัดจากมะนาว (Citric Acid) มีคุณสมบัติในการต่อต้านอนุมูลอิสระและทำให้เซลล์ผิว แข็งแรง

#### 2.2 โครงสร้างของสาร AHA

AHA ที่ได้จากพืชต่างชนิดกัน จะมีคุณสมบัติต่างกัน อันเนื่องมาจากโครงสร้างของ AHA ที่แตกต่างกัน จำนวนคาร์บอนอะตอมที่แตกต่างกัน

ตารางที่ 2.1 แสดงสาร AHA ชนิดต่างๆ จากผลไม้ต่างๆ

AHA	ชื่อทางเคมี	C อะตอม	แหล่งที่พบ
Glycolic acid	2-Hydroxyethanoic acid	2	อ้อย
Lactic acid	2-Hydroxypropionic acid	3	โยเกิร์ต, มะเขือเทศ
Malic acid	2-Hydroxybutanedioic acid	4	แอปเปิ้ล
Tartaric acid	2,3-Dihydroxybutanedioic acid	4	มะขาม, องุ่น, ไวน์
Citric acid	2-Hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid	5	ส้ม, มะนาว, สับปะรด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สาร AHA ที่มีขนาดโมเลกุลเล็ก คือมีคาร์บอนอะตอมน้อย จะสามารถซึมผ่านผิวได้ดี ดังนั้นกรดไกลโคลิก จึงสามารถออกฤทธิ์ได้ดีกว่าสาร AHA จากผลไม้ชนิดอื่น จึงสังเกตได้ว่ากรดไกลโคลิก ถูกใช้ในเครื่องสำอางหลายชนิด

โดยทั่วไปแล้วจะใช้ผสมในเครื่องสำอางในความเข้มข้น 8-15% ซึ่งเป็นความเข้มข้นในการใช้บำรุงผิวทำให้ดูสดใส แต่ยังมีการใช้ ในขนาดสูงความเข้มข้นประมาณ 30-70% ในการใช้รักษาโรคผิวหนังบางชนิด ภายใต้การดูแลจากผู้เชี่ยวชาญ หรือแพทย์อย่างใกล้ชิด เนื่องจากจะเกิดอาการข้างเคียงที่รุนแรงได้

## 2.3 ผลของกรดไกลโคลิกต่อผิวหนัง

1. กรดไกลโคลิกจะทำให้เซลล์ผิวหนังกำพำาขึ้นบนที่เป็นเซลล์ที่ตายแล้วซึ่งก็คือ ซีโรส มีการหลุดลอกออกได้ง่ายขึ้น ซึ่งโดยปกติการหลุดลอกของผิวหนัง จะมีการพอกพูนหนาขึ้น และลอกออกยากขึ้นตามอายุ และทำให้ผิวดูหยาบกร้าน ดังนั้นผลของกรดไกลโคลิก ต่อผิวหนังชั้นบนนี้ จะทำให้ผิวหนังส่วนนี้หลุดลอกง่ายขึ้น ทำให้ดูมีผิวเปล่งปลั่งสดใสมากขึ้น
2. กรดไกลโคลิกจะช่วยกระตุ้นการสร้างผิวหนังจาก Basal cells ซึ่งเป็นเซลล์ใต้ผิวหนัง ให้มีการเร่งการสร้างผิวใหม่ทดแทนผิวเก่าที่หลุดลอกออก แล้วมีการสร้างผิวใหม่และผิวมีสุขภาพดีขึ้น
3. กรดไกลโคลิกจะกระตุ้นเซลล์หนังแท้ ให้มีการสร้าง คอลลาเจนไฟเบอร์ (Collagen fibers) , อีลาสติกไฟเบอร์ (Elastic fibers) , Mucopolysaccharide ซึ่งเป็นองค์ประกอบของหนังแท้ โดยปกติเมื่ออายุมากขึ้น ชั้นผิวหนังจะบางลง และทำให้ผิวมีการยุบตัว หย่อนยาน มีริ้วรอยย่น ดังนั้นเมื่อใช้กรดไกลโคลิก ก็จะช่วยให้มีการสร้างผิวให้หนาขึ้น ลดรอยย่นและริ้วรอยต่างๆ ได้
4. กรดไกลโคลิกที่ใช้ในความเข้มข้นสูง จะทำให้ชั้นหนังกำพำาแยกตัวออกจากหนังแท้ ซึ่งนำไปใช้รักษาโรคผิวหนังบางชนิด เช่น กระจกเนื้อ , หูด เป็นต้น
5. กรดไกลโคลิกเชื่อว่าสามารถทำให้ยาอื่น ออกฤทธิ์ต่อผิวหนังได้ดีขึ้นโดยทำให้ยาสามารถดูดซึมเข้าผิวหนังได้ดีขึ้น เราจึงพบกรดไกลโคลิกผสมอยู่ในผลิตภัณฑ์รักษา ผิว , กระจก , ฝ้า , รอยต่างดดำ , แผลเป็น ฯลฯ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.3.1 อาการข้างเคียงของกรดไกลโคลิก

1. กรดไกลโคลิกอาจจะทำให้เกิดอาการระคายเคืองได้ จะรู้สึกคันยับๆ ซึ่งใช้ต่อไปเรื่อยๆ อาการนี้อาจหายได้ แต่ถ้าใช้กรดไกลโคลิก ในความเข้มข้นสูง อาจทำให้เกิดอาการแสบผิวได้ โดยขึ้นกับความเข้มข้นที่ใช้ ระยะเวลา และสภาพผิวของแต่ละบุคคลด้วย
2. อาการผิวลอก เกิดจากผิวนั้นกำพริ้วแยกตัวออกจากหนังแท้ ดังที่กล่าวไว้ว่ากรดไกลโคลิก ในความเข้มข้นสูง จะทำให้มีการแยกตัวของหนังกำพริ้ว กับหนังแท้ ซึ่งทำให้มีอาการแดงและแสบผิว ขึ้นกับระยะเวลาที่สัมผัสกับผิว และสภาพความไวของผิวด้วย
3. กรดไกลโคลิกในความเข้มข้นสูงอาจทำให้เกิดรอยต่างดำได้

### 2.4 การเลือกใช้กรดไกลโคลิก

ควรเริ่มใช้กรดไกลโคลิกในขนาดต่ำก่อน เช่นประมาณ 4-5 % สำหรับผู้ที่ผิวบอบบาง หรือแพ้ง่าย สำหรับผู้ที่มีผิวมัน หรือหยากกร้าน สามารถเริ่มใช้ได้ที่ความเข้มข้น 10-15 % แล้วค่อย ๆ เพิ่มขึ้น โดยถ้าเป็นผิวมันควรเลือกกรดไกลโคลิกในรูปแบบที่เป็นเจล หรือเป็นสารละลาย (Solution) ในขณะที่ผู้ที่มีผิวแห้ง ควรเลือกใช้ในรูปแบบที่เป็น ครีม หรือโลชั่น จะเห็นได้ว่าในปัจจุบันมีการใช้กรดไกลโคลิก อย่างกว้างขวางในผลิตภัณฑ์ชนิดต่าง ๆ โดยมีสรรพคุณสามารถป้องกันริ้วรอย , รอยเหี่ยวย่น , ทำให้หน้าใส ฯลฯ

เนื่องมาจากการที่กรดไกลโคลิกเป็นสารที่มาจากธรรมชาติ ทำให้รู้สึกว่าเป็นสารที่ปลอดภัย ไม่มีการสะสม และไม่อันตรายต่ออวัยวะอื่นๆ แต่ถึงกระนั้นกรดไกลโคลิกก็ไม่ได้เป็นสารมหัศจรรย์ ที่จะทำให้ทุกสิ่งทุกอย่างดีไปหมด เนื่องจากกรดไกลโคลิกยังมีอาการข้างเคียง ถ้าใช้ในความเข้มข้นสูง และผู้ที่มีผิวที่แพ้ง่าย โดยกรดไกลโคลิกเป็นเพียงตัวช่วยเสริมให้ยาตัวอื่นทำงานได้ดีขึ้น และทำให้ผลิตภัณฑ์ดูดีขึ้นด้วย ส่วนใหญ่แล้วเครื่องสำอางมักจะใช้กรดไกลโคลิกในขนาดความเข้มข้นต่ำ ประมาณ 2-15% เพราะใช้ได้อย่างปลอดภัย และไม่ระคายเคืองผิว แต่ก็เป็นไปได้เหมือนกันที่บางคนเมื่อใช้แล้วอาจจะไม่เห็นผลของกรดไกลโคลิกเลยก็ได้ ความเป็นกรดของผลิตภัณฑ์ที่เหมาะสม คือ pH 3.0 - 5.5 หากผลิตภัณฑ์มีความเป็นกรดมาก (ตัวเลขของ pHจะน้อย) จะมีประสิทธิภาพดี แต่ขณะเดียวกันโอกาสที่จะระคายเคืองต่อผิวก็ย่อมมีมากขึ้นด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.5 ปริมาณที่ใช้ในเครื่องสำอาง

ปริมาณของกรดไกลโคลิกที่ใช้ในเครื่องสำอางโดยทั่ว ๆ ไป ปริมาณที่ผู้เชี่ยวชาญด้านผิวหนัง แนะนำให้ใช้ในเครื่องสำอาง คือไม่เกิน 15 % (%w/w) ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับผิวบริเวณที่ใช้และผลที่ต้องการ ตัวอย่าง เช่น หากเป็นครีมที่ใช้กับผิวหนัง ไม่ควรใช้เกิน 10 %w/w หากเป็นครีมที่ใช้กับผิวกายยกเว้น ผิวหน้าไม่ควรใช้เกิน 15%w/w

## 2.6 การออกฤทธิ์สาร AHA

คนที่อายุมากขึ้น ชั้นตอนในการลอกผิวหนังจะช้าลง การใช้กรดไกลโคลิกช่วยละลายเนื้อเยื่อเกี่ยวพันซึ่งยึดติดอยู่ระหว่างเซลล์ที่ตายแล้วกับผิวหนังในชั้น stratum corneum ทำให้ชั้นบนสุดของผิวหนัง ซึ่งเป็นเซลล์ที่ตายแล้วลอกออกอย่างรวดเร็วและสม่ำเสมอทำให้รูขุมขนไม่อุดตันช่วยในการขับน้ำคั่งหลังของต่อมเหงื่อ เซลล์ใหม่ที่ขึ้นทดแทนเซลล์เก่าทำให้ผิวดูอ่อนเยาว์

นอกจากนี้ทำให้ผิวหนังขึ้นช่วยป้องกันและปกป้องผิวจากมลภาวะแวดล้อม และยังกระตุ้นการสร้างคอลลาเจนอีกด้วย การเร่งหลุดออกของเซลล์ทำให้ลดริ้วรอยเล็ก ๆ และรอยย่นหลังจากการใช้หลาย ๆ ครั้ง จากการศึกษาของการผลิตภัณฑ์สาร AHA ประจำวันคือ ริ้วรอยเล็ก ๆ ลดลง ผิวเรียบมากขึ้น ผิวหนังสุขภาพดีและสะท้อนแสงอย่างสม่ำเสมอทำให้ผิวดูอ่อนกว่าวัย สาร AHA ให้ผลคล้าย เรติน-เอ อันเป็นสารที่นิยมใช้ในการรักษาผิว และบำรุงผิวในทศวรรษที่ 80 (1980) แต่มีผลข้างเคียงเป็นอันตรายต่อผิวอย่างมาก เนื่องจากเรติน-เอ ทำให้ผิวหนังส่วนบนบางลง ริ้วรอยบนใบหน้าดูจางลง ผิวหลุดลอก หากใช้ไปนาน ๆ ผิวหน้าจะไวต่อแสงแดด และรู้สึกระคายเคืองมากเมื่อเทียบกับ AHA

ไกลโคลิก ซึ่งเป็นสารเด่นของสาร AHA มีขนาดโมเลกุลเล็ก เมื่อผสมในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางจึงออกฤทธิ์ได้ผลดีที่สุดเพราะว่าสามารถซึมเข้าผิวหนังได้โดยง่ายเป็นที่น่าสังเกตว่ากรดไกลโคลิก ได้ผลดีกับผิวหนังที่แห้งมาก นอกจากนี้กรดไกลโคลิก ยังทำหน้าที่สารฟอกจางสีผิวที่มีประสิทธิภาพดีกว่าไฮโดรควิโนน

## 2.7 ข้อควรระวังเมื่อใช้กรดไกลโคลิก

1. หลีกเลี่ยงอย่าให้ผลิตภัณฑ์กรดไกลโคลิกเข้าตาหรือสัมผัสเนื้อเยื่ออ่อน
2. อย่าใช้กับผิวหนังที่เพิ่มโกนใหม่ ๆ หรือผิวเกรียมแดด
3. อย่าใช้กับผิวที่ปรากฏการระคายเคือง หรือมีแผลเปิด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำหรับผู้ที่ผิวไว้มากทางที่ดีที่สุดควรทดสอบก่อน โดยทาผลิตภัณฑ์กรดไกลโคลิกเล็กน้อยลงบนท้องแขน และปิดผ้าพันแผล หากใช้แล้วเกิดอาการระคายเคือง แสบผิวไม่ควรใช้ ระหว่างที่ใช้ผลิตภัณฑ์นี้ควรหลีกเลี่ยงและปกป้องผิวจากแสงแดดโดยใช้ผลิตภัณฑ์ป้องกันแสงแดดที่มีค่า เอส พี เอฟ (SPF) 15 หรือมากกว่า รวมทั้งหลีกเลี่ยงการใช้ผลิตภัณฑ์นี้ในเด็กและเด็กทารกด้วย

## 2.8 การควบคุมการใช้สาร AHA

สำนักงานคณะกรรมการอาหารและยา ประเทศสหรัฐอเมริกา (USFDA) โดยดอกเตอร์จอห์น ไบเลย์ ผู้อำนวยการสำนักงานเครื่องสำอางและสีได้ตรวจสอบผลิตภัณฑ์สาร AHA มาประมาณ 2 ปีที่แล้ว และเริ่มศึกษาเพื่อดูว่าสาร AHA ออกฤทธิ์เป็นเครื่องสำอางหรือเข้าข่ายยา โดยเฉพาะอย่างยิ่งผลิตภัณฑ์ที่มีความเข้มข้นสูง สำหรับสาร AHA ทำให้ผิวระคายเคือง แต่ยังไม่รุนแรงพอที่จะพิจารณาดำเนินการ ในการพิจารณาควบคุมการใช้สาร AHA ยังขาดข้อมูลทางวิทยาศาสตร์ด้านประสิทธิภาพ ระยะยาวการแพ้ การไวของผิวหนัง และการดูดซึมเข้าสู่ผิวทั้งระยะสั้น/ระยะยาว โดยเฉพาะอย่างยิ่งผลระยะยาว ขณะเดียวกันผู้ผลิตพยายามรักษาให้สูตรตำรับมีสาร AHA ความเข้มข้นต่ำ (ร้อยละ 3-5) เพื่อรักษาประโยชน์ของตลาดเป็นสำคัญ สำหรับประเทศไทยยังไม่มี การพิจารณาเพื่อควบคุมการใช้สาร AHA เช่นกัน

## 2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

**2.9.1 Santo Scalia , Rossella Callegari , Silvia Villani (1998)** การวิเคราะห์หาปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางโดยวิธี reversed phase high performance liquid chromatography ใช้ ion – pairing หลังจากการละลายด้วย tetrahydrofuran / water (90 / 10) สารตัวอย่างนั้นจะทำให้บริสุทธิ์นำไปสกัดด้วยวิธี solid – phase ใช้ silica – based strong anion – exchange cartridges และการวิเคราะห์โดยตรงบน ultrasphere OSD column ด้วยเครื่องตรวจวัด UV 210 nm และ methanol / phosphate buffer (2 / 98) และมี tetrabutylammonium iodide ความแม่นยำของวิธีดีกว่า relative standard deviation 5.4% ขั้นตอนการทดลองจะรวดเร็ว , ชัดเจนเหมาะแก่การใช้ในการวิเคราะห์เครื่องสำอาง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**2.9.2 Miaw -Ling Chang and Chur-Min Chang (2003)** เทคนิค HPLC นั้นเป็นวิธีการวิเคราะห์และกำหนดปริมาณของการใช้ สาร whitening ซึ่งสารนี้จะมีคุณสมบัติในการจับตัวกับน้ำได้ในที่นี้จะกล่าวถึงสารอยู่ 4 ตัวคือ glycolic acid (GA) , ascorbic acid (AA) , arbutin (ART) และ Mg ascorbyl phosphate (MAP) ในการเตรียมสารจะใช้สารในปริมาณเท่า ๆ กันและทำการทดลองโดยใช้ C18 Column คือจะเป็นแบบ reverse phase และใช้ ion pair agent เป็นเฟสเคลื่อนที่

ตัวที่ต้องการวิเคราะห์นั้นจะนำมาตรวจวัดการดูดกลืนแสง UV ที่ความยาวคลื่น 220 นาโนเมตรและ 240 นาโนเมตรโดยจะสัมพันธ์กับ calibration curve ในลักษณะเส้นตรงโดย glycolic acid จะอยู่ที่ 8.0 – 36 mg/ml , ascorbic acid และ arbutin จะอยู่ที่ 10.0 – 300 mg/ml , Mg ascorbyl phosphate จะอยู่ที่ 5.6 – 451 mg/ml

ค่า correlation coefficient of linear regression analysis จะอยู่ที่ 0.9974 – 0.9997 .

% recovery ของสารที่ต้องการวิเคราะห์ทั้ง 4 ตัว จะมีค่าอยู่ระหว่าง 94.8 – 100.1 เราจะพบว่าสาร ascorbic acid นั้นจะไม่เสถียรในสารละลายแต่มันจะเสถียรในระหว่างที่ทำการวิเคราะห์โดยวิธี HPLC ตัวที่ต้องการวิเคราะห์ทุกตัวนั้นจะละลายในน้ำกลั่นและจะต้องใส่ก๊าซออกซิเจนออก

จากนั้นเก็บไว้ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส จากผลการทดลองนี้แสดงให้เห็นว่าวิธีทดสอบนี้มีความรวดเร็ว , ง่าย และมีความเฉพาะเจาะจงต่อการวิเคราะห์ซึ่งเหมาะสมสำหรับทำการวิเคราะห์ที่เป็นประจำวันของเครื่องสำอาง ต่าง ๆ ที่พบเห็นในท้องตลาด

**2.9.3 Elizangela Abreu Dutra , Gustavo Amadeu Micke (2005)** ในงานวิจัยนี้จะเป็นวิธีง่ายและมีความน่าเชื่อถือ คือจะเป็นการวิเคราะห์หา  $\alpha$  - hydroxy acids อาทิเช่น กรดทาร์ทาริก , กรดไกลโคลิก และกรดแลคติกที่ผสมอยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง ซึ่งได้มีการพัฒนาโดยใช้ capillary electrophoresis พร้อมกับ indirect UV Detection ทำการตรวจวัดที่ความยาวคลื่น 254 นาโนเมตร สารละลายบัฟเฟอร์ที่ใช้ประกอบด้วย potassium phthalate ( ที่มีค่า pH เท่ากับ 4.1 ) 10 มิลลิโมลต่อลิตร และ acetyltrimethyl ammoniumbromide 0.5 มิลลิโมลต่อลิตร เป็นตัว electroosmotic flow โดยใช้เวลาประมาณ 3 นาทีซึ่งจะทำให้ baseline ของสารที่ต้องการวิเคราะห์นั้นมีค่าที่ต่ำและยอมรับได้ จากนั้นก็ทำการตรวจสอบค่าของพารามิเตอร์ต่าง ๆ ประกอบไปด้วย ค่า linearity ซึ่งถือว่าอยู่ในระดับที่ดี ค่า correlation coefficient of linear regression analysis จะมีค่า 0.9999 % recovery ของกรดทาร์ทาริก , กรดไกลโคลิก และ กรดแลคติกในสารตัวอย่างจะมีค่า 99.12 , 99.41 และ 99.43 % ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 3

### วิธีการดำเนินการวิจัย

#### 3.1 เครื่องมือ

1. เครื่องไอออนโครมาโทกราฟี (Ion Chromatography , IC) ยี่ห้อ Metrohm รุ่น Metrosep A supp 5-150 บริษัท Metrohm พร้อม IC anion column
2. เครื่องชั่งน้ำหนักละเอียด 4 ตำแหน่ง รุ่น TC-254 บริษัท Denver Instrument Company
3. เครื่องอุลตราโซนิก (Ultrasonic bath) บริษัท Fisher Scientific Worldwide
4. เครื่องกรองสุญญากาศแบบลดความดัน บริษัท Vacoubrand
5. Syring cartridge พร้อมกระดาศกรองที่มีขนาดรู 0.45 ไมโครเมตร บริษัท Natinal Solentific Company
6. เครื่องปั่นกวน พร้อมแท่งแม่เหล็กปั่นกวน
7. อุปกรณ์เครื่องแก้ว

#### 3.2 สารเคมี

1. กรดไกลโคลิก ( $C_2H_4O_3$ ) เกรดวิเคราะห์ บริษัท Fisher Scientific
2. สารละลายโซเดียม คาร์บอเนต เข้มข้น 3.2 มิลลิโมลาร์ ( $Na_2CO_3$ ) เกรดวิเคราะห์ บริษัท LAB - SCAN
3. สารละลายโซเดียม ไฮโดรเจนคาร์บอเนตเข้มข้น 1.0 มิลลิโมลาร์ ( $NaHCO_3$ ) เกรดวิเคราะห์ บริษัท Carlo Erba Reagenti
4. อะซีโตน ( $C_3H_6O$ ) เกรดวิเคราะห์ บริษัท Fisher Chemicals
5. กรดซัลฟิวริกเข้มข้น (Concentrated Sulfuric acid) 4.42 มิลลิโมลาร์ เกรดวิเคราะห์ บริษัท Fisher Chemicals
6. น้ำกลั่นบริสุทธิ์สูง (Ultrapure water)
7. ตัวอย่างเครื่องสำอางทั่วไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3 วิธีการเตรียมสารละลาย

#### 3.3.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐานกรดไกลโคลิกเข้มข้น 100 ppm

ชั่งสารมาตรฐานกรดไกลโคลิก 0.010 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำกลั่นบริสุทธิ์สูง แล้วถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นบริสุทธิ์สูง จนถึงขีดบอกริมาตรแล้วเขย่าให้เข้ากัน

#### 3.3.2 การเตรียมสารละลายเฟสเคลื่อนที่สำหรับอะ

1. สารละลายตัวอย่างต้องผ่านการกรองโดยใช้แผ่นกรองเมมเบรน ขนาดรูพรุน 0.45 ไมโครเมตร เพื่อป้องกันการอุดตันภายในคอลัมน์ ทำให้ความดันภายในคอลัมน์อาจเกินขีดความสามารถที่คอลัมน์ทนได้
2. การเตรียมสารละลายเฟสเคลื่อนที่ (Mobile Phase Eluent) สำหรับการวิเคราะห์แอนไอออน
  - 2.1 เตรียมสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) กับโซเดียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต ( $\text{NaHCO}_3$ ) ที่มีความเข้มข้น 3.2 และ 1.0 มิลลิโมลาร์ (mM) โดยชั่งโซเดียมคาร์บอเนตและโซเดียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต 0.6783 กรัม และ 0.1680 กรัม ตามลำดับ ละลายด้วยน้ำบริสุทธิ์สูง ประมาณ 80-100 มิลลิลิตร
  - 2.2 เติมน้ำกลั่นจำนวน 100 มิลลิลิตร เพื่อป้องกันการเติบโตของแบคทีเรีย
  - 2.3 ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นบริสุทธิ์สูงจนได้ 2 ลิตร ในขวดวัดปริมาตร ผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน
  - 2.4 นำสารละลายที่ได้ไปใส่ถังที่อาจมีอยู่ในสารละลายโดยแช่ในเครื่องอุลตราโซนิก นาน 30 นาที
  - 2.5 นำมาผ่านการกรองโดยใช้กระดาษกรองที่มีขนาดรูพรุน 0.45 ไมโครเมตร ด้วยเครื่องกรองสุญญากาศแบบลดความดัน
  - 2.6 นำมาแช่ในเครื่องอุลตราโซนิกนาน 5 นาที อีกครั้งเพื่อไล่ก๊าซออกไป
  - 2.7 นำไปใส่บนถาดกรองในชุดเครื่องไอออนโครมาโทกราฟี ทำการไล่ฟองอากาศออกจากภายในเส้นท่อทุกครั้งที่ทำกรเปลี่ยนสารละลายเฟสเคลื่อนที่
  - 2.8 อายุการใช้งานของเฟสเคลื่อนที่ 2-4 สัปดาห์ หรือจนเกิดการเคลื่อนของเวลาในการแยก ( $t_R$ ) สารมาตรฐาน (R) เปลี่ยนเกิน 5% โดยปกติเครื่อง IC ควรมีการนำไฟฟ้าไม่เกิน 17 ไมโครซีเมนต์ต่อเซนติเมตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3.3 เตรียมสารละลายกรดซัลฟิวริก 80 มิลลิโมลาร์สำหรับระบบบัพเพรสเซอร์ของเครื่อง IC

ปีเปตกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 4.42 มิลลิลิตร ลงในน้ำกลั่นบริสุทธิ์สูง ปริมาตร 1 ลิตร ในขวดวัดปริมาตร ผสมสารให้เป็นเนื้อเดียวกัน บรรจุลงในขวดเพื่อใช้ในลดค่าการนำไฟฟ้าของเฟสเคลื่อนที่ให้มีค่าการนำไฟฟ้าต่ำสุดเพื่อลดค่าสัญญาณรบกวนที่มีผลต่อค่าสัญญาณของไอออนที่ทำการวิเคราะห์ ใช้เฉพาะการวิเคราะห์แอนไอออน

### 3.3.4 การเตรียมสารละลายตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง

ซึ่งผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางน้ำหนักที่แน่นอนมาจำนวน 0.010 กรัม ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตรละลายด้วยน้ำกลั่นบริสุทธิ์สูง แล้วปรับปริมาตรให้ครบ 100 มิลลิลิตร จะมีความเข้มข้นของกรดไกลโคลิก 100 ppm จากนั้นใส่ แท่งแม่เหล็กลงไปในปิกเกอร์นำไปวางบนเครื่องปั่นกวนจนละลายเป็นเนื้อเดียวกัน นำสารละลายที่ได้ไปกรองด้วยกระดาษกรอง จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปปั่นกวนอีกครั้ง นำสารละลายที่ได้ใส่ในกรวยแยกเพื่อแยกชั้นสารละลายที่ต้องการวิเคราะห์ออกจากสารที่เจือปน เมื่อได้สารละลายที่ต้องการ นำเข้าเครื่องอุลตราโซนิกเพื่อทำการไล่อากาศเป็นเวลา 10 นาที

### 3.3.5 การเตรียมสารละลายตัวอย่างความเข้มข้น 5 ppm

ปีเปตสารละลายตัวอย่างจากข้อ 3.3.4 มา 1.25 มิลลิลิตรใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นบริสุทธิ์สูงจนถึงขีดบอกปริมาตร จากนั้นกรองด้วย Syringe cartridge พร้อมกระดาษกรองที่มีขนาดรู 0.45 ไมโครเมตร นำสารละลายตัวอย่างที่ได้เข้าเครื่องอุลตราโซนิก เพื่อทำการไล่อากาศเป็นเวลา 30 นาที

### 3.3.6 การเตรียมสารละลายตัวอย่างเพื่อทำการ Spiked sample

ปีเปตสารละลายตัวอย่างจากข้อ 3.3.5 มา 5 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 10 มิลลิลิตร สารละลายแต่ละชนิดจะเติมสารละลายมาตรฐานกรดไกลโคลิกไม่เท่ากันโดยนำสารละลายตัวอย่าง Covermark , Vichy , Smooth E , Olay , Maple , Dr. Japan , Nuejina และ Pond เติมสารละลายมาตรฐานกรดไกลโคลิกความเข้มข้น 100 ppm ลงไป 1.758 , 2.632 , 2.294 , 2.244 , 1.228 , 1.708 , 1.197 และ 2.5683 ตามลำดับ แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นบริสุทธิ์สูงจนถึงขีดบอกปริมาตรของขวดวัดปริมาตร 10 มิลลิลิตร นำสารละลายตัวอย่างที่ได้เข้าเครื่อง Ultrasonic bath เพื่อทำการไล่อากาศเป็นเวลา 30 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.4 วิธีการดำเนินการทดลอง

#### 3.4.1 การเตรียมกราฟมาตรฐานด้วยเทคนิค IC

1. เตรียมสารละลายมาตรฐานกรดไกลโคลิกเข้มข้น 10 , 15 , 20 , 25 , 30 , 35 และ 40 ppm โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานกรดไกลโคลิกในข้อ 3.3.1 จำนวน 2.5 , 3.75 , 5 , 6.25 , 7.5 , 8.75 และ 10 มิลลิลิตร ในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร จะได้สารละลายมาตรฐานกรดไกลโคลิก ที่มีความเข้มข้น 10 , 15 , 20 , 25 , 30 , 35 และ 40 ppm ตามลำดับ แล้วปรับปริมาตรเป็น 25 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่นบริสุทธิ์สูง ตั้งสถานะของเครื่อง IC ก่อนฉีดสารละลายมาตรฐานกรดไกลโคลิกดังนี้

Carrier material : quaternary ammonium groups

Column dimension : 4.00 x 150 mm

Column body PEER

Standard flow : 0.7 mL/min

Particle size : 5  $\mu$ m

pH range : 3-12

2. ฉีดสารละลายมาตรฐานกรดไกลโคลิกในข้อ 1 เข้าสู่ระบบ IC ที่ได้เลือกใช้สถานะที่เหมาะสม
3. สร้างกราฟมาตรฐานระหว่างพื้นที่ใต้พีคกับความเข้มข้นของกรดไกลโคลิก

#### 3.4.2 การตรวจวัดหาปริมาณไกลโคลิกในตัวอย่างผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง

ทำการเตรียมสารละลายตัวอย่างจากผลิตภัณฑ์ทาหน้ายี่ห้อ Covermark , Vichy , Smooth E , Olay , Maple , Dr.Japan , Nuejina และ Pond ตามวิธีในหัวข้อ 3.3.4 – 3.3.5 โดยแต่ละตัวอย่างทำซ้ำ 3 ครั้ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.5 การประเมินผลการวิเคราะห์ค่าต่างๆ

#### 3.5.1 การศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรง (Linearity)

เตรียมสารละลายมาตรฐานกรดไกลโคลิกที่เตรียมไว้ในข้อ 3.4.1 ฉีดเข้าเครื่อง IC ฉีดซ้ำ 3 ครั้ง โดยเรียงลำดับความเข้มข้นต่ำไปสูง แล้วสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ใต้พีคและความเข้มข้น คำนวณหาค่าเฉลี่ย (Mean) ของพื้นที่ใต้พีคของสารมาตรฐานกรดไกลโคลิกที่ได้จากการวิเคราะห์ แล้ว คำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์ของความสัมพันธ์ Regression Coefficient ( $R^2$ ) ของกราฟมาตรฐานกรด ไกลโคลิก

#### 3.5.2 การศึกษาความเที่ยง (Precision) ของวิธีวิเคราะห์

นำข้อมูลจากการศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรง (Linearity) ของสารละลายมาตรฐาน กรดไกลโคลิกที่ระดับความเข้มข้น 10, 15, 20, 25, 30, 35 และ 40 ppm ที่ทำการฉีดซ้ำความ เข้มข้นละ 3 ซ้ำ คำนวณหาค่าเฉลี่ย (Mean) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) ของสารละลาย มาตรฐานกรดไกลโคลิก แล้วนำมาหาค่าร้อยละของการเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพันธ์ (%RSD) ของแต่ละความเข้มข้น

#### 3.5.3 การศึกษาความแม่นยำ (Accuracy) ของวิธีวิเคราะห์

ศึกษาโดยใช้สารละลายตัวอย่างที่เตรียมได้จากข้อ 3.3.4 – 3.3.6 มาฉีดซ้ำ ตัวอย่างละ 3 ซ้ำ คำนวณหาค่าร้อยละของการได้คืนกลับ (%Recovery) ของสารละลายตัวอย่าง เปรียบเทียบการยอมรับ ของค่า %Recovery อยู่ในช่วง 90-110 %

#### 3.5.4 การวิเคราะห์หาปริมาณกรดไกลโคลิกในตัวอย่างผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางที่ขายตามท้องตลาด

ศึกษาโดยทำการฉีดสารละลายตัวอย่างเครื่องสำอาง ที่เตรียมได้จากข้อ 3.3.5 ฉีดซ้ำความ เข้มข้นละ 3 ครั้งโดยใช้สภาวะที่เหมาะสมที่สุด และคำนวณหาค่าความเข้มข้นของกรดไกลโคลิกใน ผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางทั้ง 8 ชนิด จะทำให้สามารถหาความเข้มข้นของกรดไกลโคลิกที่อยู่ใน ผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางแต่ละชนิดได้ โดยใช้สมการ  $y = 1.0236x - 4.0428$  แล้วนำค่าที่คำนวณ ได้มาคำนวณหาค่าความเข้มข้นที่แท้จริงของความเข้มข้นของสารมาตรฐานกรดไกลโคลิก โดยใช้ สมการ  $C_1V_1 = C_2V_2$  จะได้ความเข้มข้นของกรดไกลโคลิก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

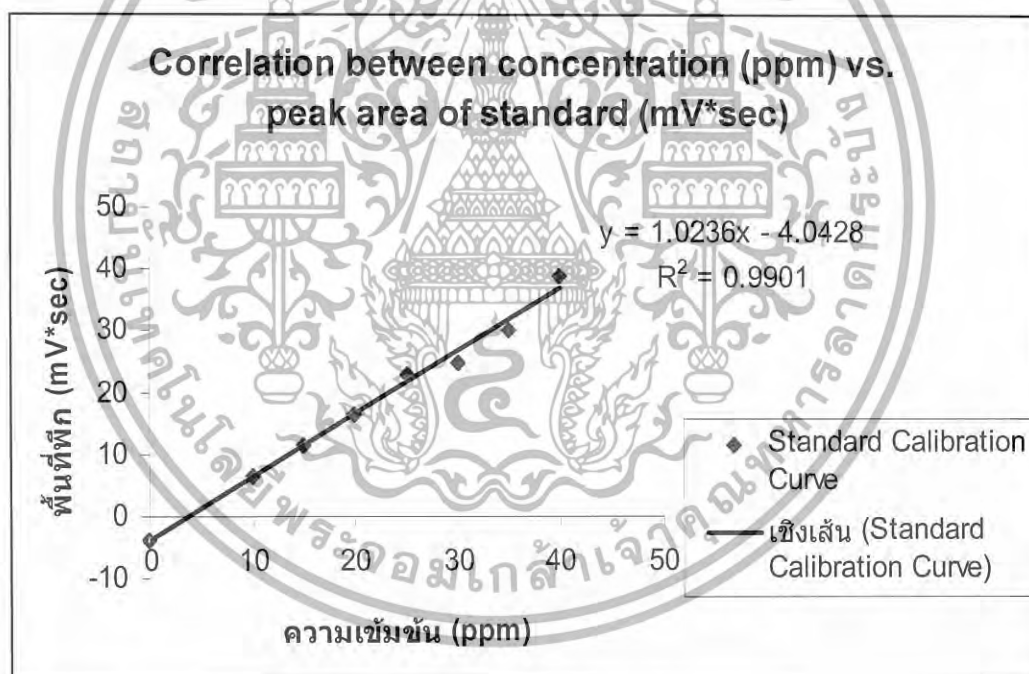
## บทที่ 4

### ผลการทดลองและการอภิปรายผล

#### 4.1 การตรวจสอบความเหมาะสมของวิธีวิเคราะห์ (Method Validation)

##### 4.1.1 ศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรง (Linearity) และการสร้างกราฟมาตรฐานของสารละลายกรดไกลโคลิก (Calibration Curve Method)

ศึกษาโดยใช้สารละลายมาตรฐานที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ ที่เตรียมได้จากข้อ 3.4.1 จืดซ้ำความเข้มข้นละ 3 ซ้ำ โดยใช้สภาวะที่เหมาะสมที่สุดคือ สารละลายเฟสเคลื่อนที่  $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{NaHCO}_3$  เท่ากับ 3.2/1.0 มิลลิโมลาร์ (mM) ทำการสร้างกราฟมาตรฐานกรดไกลโคลิกโดยพลอตระหว่างพื้นที่ใต้พีคกับค่าความเข้มข้นของสารมาตรฐานกรดไกลโคลิก และคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์ของความสัมพันธ์ (Regression Coefficient :  $R^2$ ) ดังแสดงในรูปที่ 4.2 (ตารางที่ ก.1)



รูปที่ 4.1 แสดงผลการศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรง (Linearity) ของกราฟมาตรฐานกรดไกลโคลิก และแสดงผลการศึกษาการสร้างกราฟมาตรฐานของสารละลายกรดไกลโคลิก (Calibration Curve Method)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

จากผลการศึกษา ดังแสดงในรูปที่ 4.1 โดยจะแสดงถึงความสามารถของระบบที่ให้ผลการทดลอง เป็นสัดส่วนกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกรดไกลโคลิก ซึ่งพบว่าความเข้มข้นของ สารละลายมาตรฐานกรดไกลโคลิกเป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 10 – 40 ppm โดยมีค่าสัมประสิทธิ์ ของความสัมพันธ์เท่ากับ 0.9901 ซึ่งโดยทั่วไปยอมรับค่าสัมประสิทธิ์ของความสัมพันธ์ที่ 0.999 ถึง 0.990

### 4.1.2 ความเที่ยง (Precision) ของวิธีวิเคราะห์

ศึกษาโดยใช้ข้อมูลจากการศึกษาการตอบสนองเป็นเส้นตรง (Linearity) ของสารละลาย มาตรฐานกรดไกลโคลิกที่ระดับความเข้มข้น 10 , 15 , 20 , 25 , 30 , 35 และ 40 ppm เตรียมได้จาก ข้อ 3.4.1 ที่ทำการฉีดซ้ำ 3 ซ้ำ ภายในวันเดียวกันและต่างวันเวลากันแล้วนำมาหาค่าร้อยละของการ เบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD)

**ตารางที่ 4.1** แสดงผลค่าเฉลี่ยเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) ของการทำ Repeatability และ Reproducibility

ความเข้มข้นของสารละลาย มาตรฐานกรดไกลโคลิก (ppm)	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD)	
	Repeatability	Reproducibility
10	± 3.494	± 1.660
15	± 1.451	± 4.811
20	± 0.491	± 0.542
25	± 0.606	± 1.625
30	± 1.364	± 1.410
35	± 1.111	± 0.711
40	± 1.109	± 1.449

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเป็นอื่นใด ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

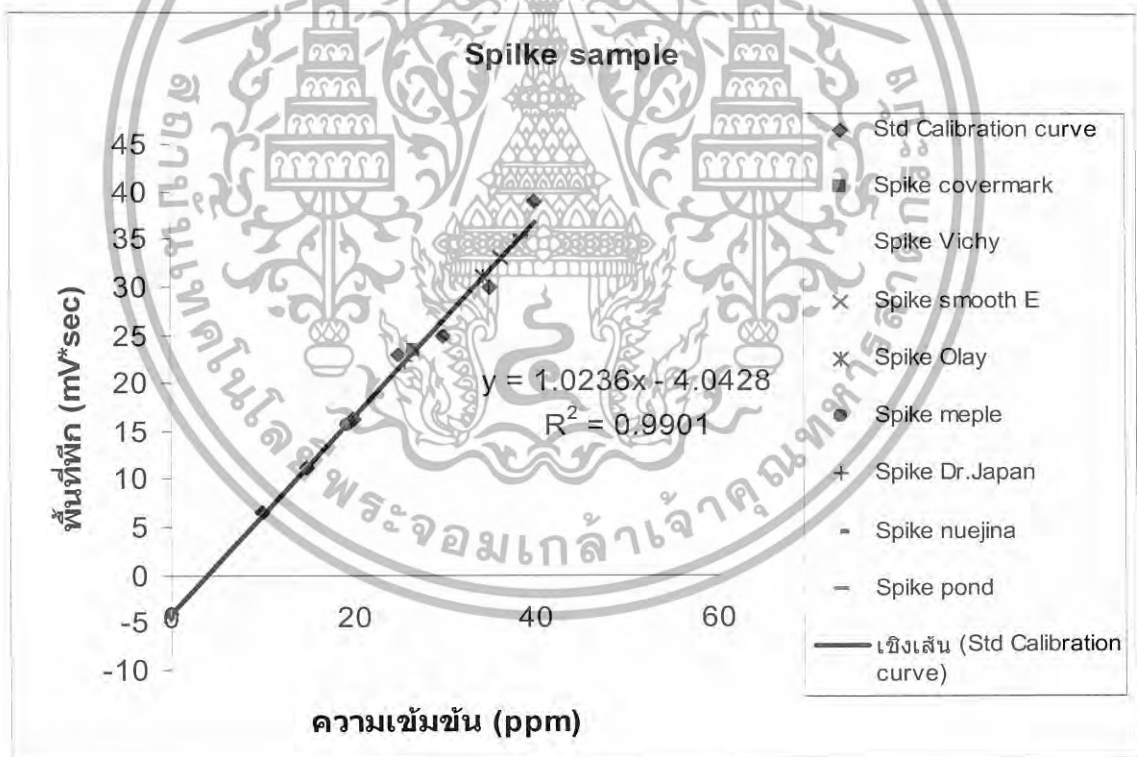
107710

จากตารางที่ 4.1 แสดงผลค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) ของการทำ Repeatability และ Reproducibility ของสารละลายมาตรฐานกรดไกลโคลิกโดยความเข้มข้นที่ 10 , 15 , 20 , 25 , 30 , 35 และ 40 ppm ค่า Repeatability เท่ากับ  $\pm 3.494$  ,  $\pm 1.451$  ,  $\pm 0.491$  ,  $\pm 0.606$  ,  $\pm 1.364$  ,  $\pm 1.111$  และ  $\pm 1.109$  ppm ตามลำดับ ซึ่งมีค่า Reproducibility เท่ากับ  $\pm 1.660$  ,  $\pm 4.811$  ,  $\pm 0.542$  ,  $\pm 1.625$  ,  $\pm 1.410$  ,  $\pm 0.711$  และ  $\pm 1.449$  ppm ตามลำดับ

ดูตารางผลการคำนวณได้จาก (ตารางที่ ก.5 – ก.6)

#### 4.1.3 ศึกษาความแม่นยำ (Accuracy) ของวิธีวิเคราะห์

ศึกษาโดยใช้สารละลายตัวอย่างที่เตรียมได้จากข้อ 3.3.6 วัดค่าความเข้มข้นละ 3 ซ้ำ โดยใช้สภาวะที่เหมาะสมที่สุด และคำนวณหาค่าร้อยละของการกลับคืน (% Recovery) ของสารละลายตัวอย่างดังแสดงในรูปที่ 4.2 (ตารางที่ ก.2)



รูปที่ 4.2 แสดงผลการศึกษาการหาความแม่นยำปริมาณกรดไกลโคลิกที่อยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง โดยเทียบกับกราฟมาตรฐานกรดไกลโคลิก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากผลการศึกษาความแม่นยำ (accuracy) แสดงดังรูปที่ 4.2 จะทำให้สามารถหาความเข้มข้นของกรดไกลโคลิกที่ทำการ spiked sample ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางแต่ละชนิดได้ โดยใช้สมการ  $y = 1.0236x - 4.0428$  แล้วนำค่าที่คำนวณได้มาคำนวณหาความเข้มข้นที่แท้จริงของความเข้มข้นของ spike sample โดยใช้สมการ  $C_1V_1 = C_2V_2$  จะได้ความเข้มข้นของกรดไกลโคลิกดังตารางที่ 4.2

**ตารางที่ 4.2** แสดงความเข้มข้นของกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางที่ทำการ spiked sample ชนิดต่างๆ

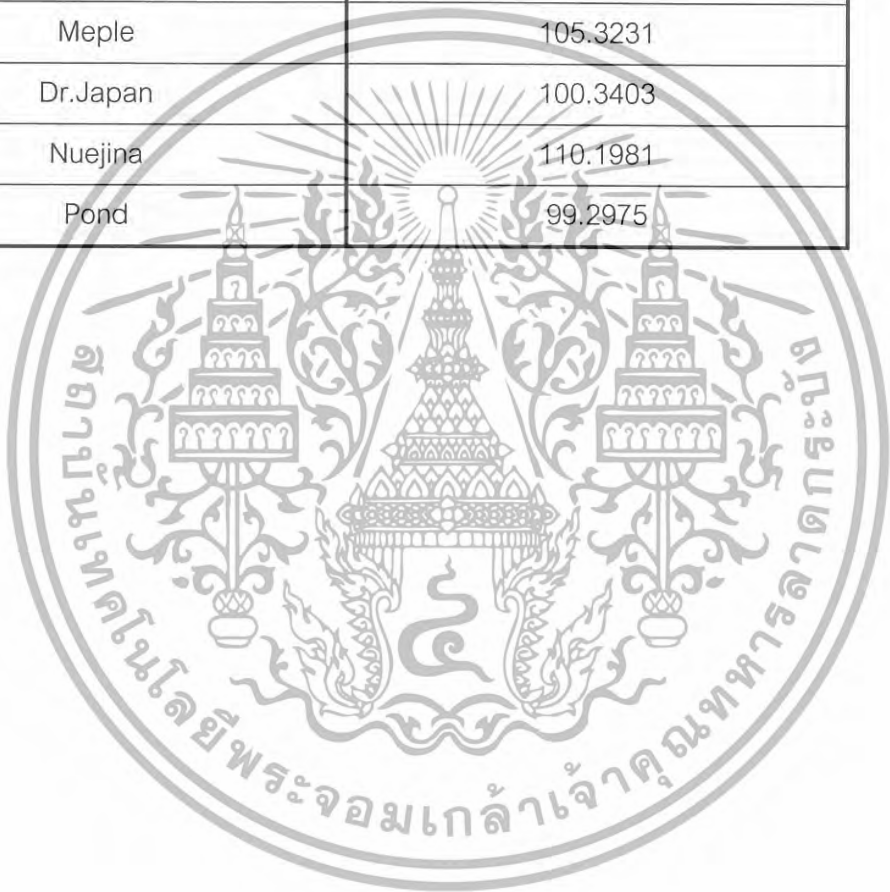
สารละลายตัวอย่าง	ความเข้มข้นที่คำนวณได้จากกราฟ (ppm)
Covermark	26.6798
Vichy	37.2373
Smooth E	36.2245
Olay	34.3162
Meple	19.1606
Dr.Japan	25.7712
Nuejina	19.0661
Pond	38.4520

ผลการศึกษาความแม่นยำ (accuracy) ของวิธีวิเคราะห์ ซึ่งแสดงถึงความใกล้เคียงของเคียงค่าที่วัดได้กับค่าจริงของสารที่ต้องการวัดในสารละลายตัวอย่างภายใต้วิธีการทดสอบเดียวกันโดยรายงานในรูปค่าร้อยละของการได้คืนกลับ (%recovery) ของสารละลายตัวอย่างแต่ละชนิดในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง ผลที่คำนวณจะแสดงดังในตารางที่ 4.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**ตารางที่ 4.3** แสดงผลกาศึกษาความแม่นยำ (accuracy) ของวิธีวิเคราะห์

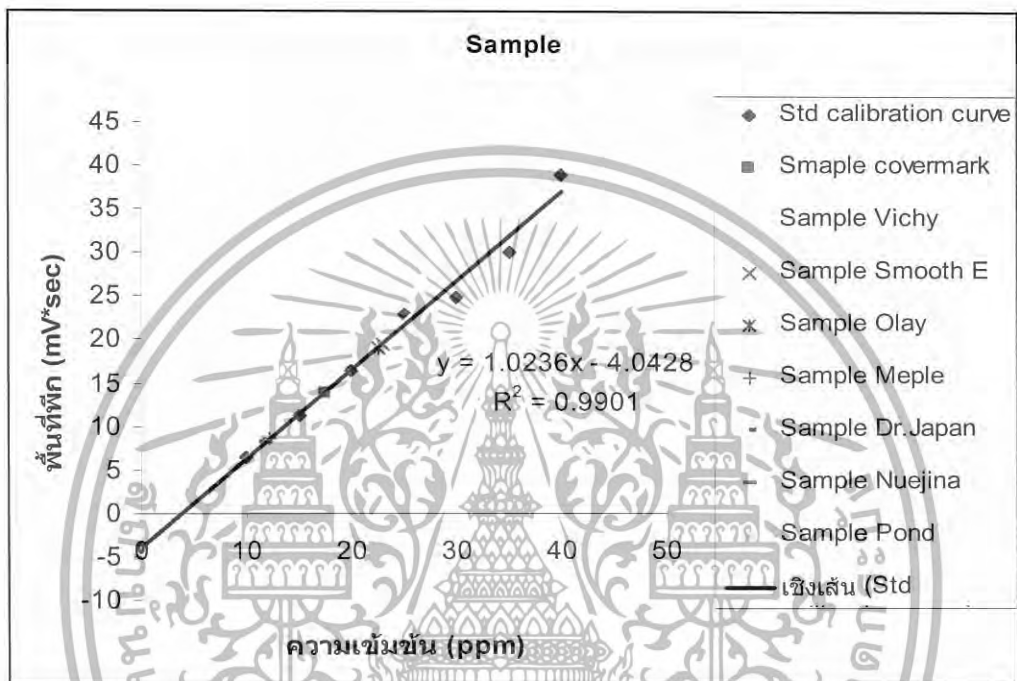
สารละลายตัวอย่าง	%Recovery
Covermark	101.9996
Vichy	106.8062
Smooth E	107.4480
Olay	102.1989
Meple	105.3231
Dr.Japan	100.3403
Nuejina	110.1981
Pond	99.2975



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 4.2 การวิเคราะห์หาปริมาณกรดไกลโคลิกที่อยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง

ทำการฉีดสารละลายตัวอย่างเครื่องสำอาง ที่เตรียมได้จากข้อ 3.3.5 ฉีดซ้ำความเข้มข้นละ 3 ครั้ง โดยใช้สภาวะที่เหมาะสมที่สุด และคำนวณหาค่าความเข้มข้นของกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางทั้ง 8 ชนิด ดังแสดงรูปที่ 4.3 (ตารางที่ ก.3)



รูปที่ 4.3 แสดงผลการศึกษาค้นหาปริมาณกรดไกลโคลิกที่อยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางโดยเทียบกับกราฟมาตรฐานกรดไกลโคลิก

จากผลการศึกษา แสดงดังรูปที่ 4.3 จะทำให้สามารถหาความเข้มข้นของกรดไกลโคลิกที่อยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางแต่ละชนิดได้ โดยใช้สมการ  $y = 1.0236x - 4.0428$  แล้วนำค่าที่คำนวณได้มาคำนวณหาค่าความเข้มข้นที่แท้จริงของความเข้มข้นของสารมาตรฐานกรดไกลโคลิก โดยใช้สมการ  $C_1V_1 = C_2V_2$  จะได้ความเข้มข้นของกรดไกลโคลิกดังตารางที่ 4.4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**ตารางที่ 4.4** แสดงความเข้มข้นของกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางชนิดต่างๆ

สารละลายตัวอย่าง	ความเข้มข้นที่คำนวณได้จากกราฟ (ppm)
Covermark	17.5525
Vichy	23.7473
Smooth E	23.0073
Olay	22.5469
Meple	12.3359
Dr.Japan	17.1419
Nuejina	11.9016
Pond	25.7552

**ตารางที่ 4.5** ปริมาณกรดไกลโคลิกที่อยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางซึ่งจะได้ความเข้มข้นที่แท้จริง

สารละลายตัวอย่าง	ความเข้มข้นสารละลายตัวอย่างที่แท้จริง (ppm)	ความเข้มข้นสารละลายตัวอย่างคิดเป็น(%w/w)
Covermark	8.7762	0.7020
Vichy	11.8736	0.9498
Smooth E	11.5036	0.9209
Olay	11.2730	0.9018
Meple	6.1679	0.4934
Dr.Japan	8.5109	0.6808
Nuejina	5.9500	0.4760
Pond	12.8770	1.0301

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 5

### สรุปและข้อเสนอแนะ

จากการศึกษาการตรวจวัดหาปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง โดยใช้เทคนิคไอออนโครมาโทกราฟีมีจุดประสงค์เพื่อหาปริมาณกรดไกลโคลิกในเครื่องสำอางว่ามีปริมาณที่กำหนดอยู่ในเกณฑ์มาตรฐานหรือไม่ พร้อมทั้งศึกษาหาประสิทธิภาพในการตรวจวัดปริมาณของกรดไกลโคลิกในเครื่องสำอางด้วยเทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี ว่าเป็นวิธีวิเคราะห์ที่มีความแม่นยำ ที่ให้ผลการวิเคราะห์เป็นที่น่าเชื่อถือและยอมรับได้ โดยใช้ตัวอย่างผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางที่ขายตามท้องตลาดสามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

จากการศึกษาพบว่าสภาวะที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง คือความแรงของสารละลายเคลื่อนที่ (eluent strength)  $\text{Na}_2\text{CO}_3 / \text{NaHCO}_3$  เท่ากับ 3.2/1.0 มิลลิโมลาร์ (mM) และอัตราการไหลของสารละลายเคลื่อนที่ (flow rate) เท่ากับ 0.7 มิลลิลิตรต่อนาที

สำหรับการศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรง (Linearity) โดยจะรายงานเป็นค่าสัมประสิทธิ์ของความสัมพันธ์ของกราฟมาตรฐานกรดไกลโคลิก ซึ่งมีค่าเท่ากับ 0.9901 และศึกษาถึงการวิเคราะห์ปริมาณกรดไกลโคลิกที่อยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง ซึ่งจะได้ความเข้มข้นที่แท้จริงของ Covermark , Vichy , Smooth E , Olay , Meple , Dr.Japan , Nuejina , Pond เป็น 8.7762 , 11.8736 , 11.5036 , 11.2730 , 6.1679 , 8.5109 , 5.950 และ 12.877 ppm ตามลำดับ ซึ่งมาตรฐานได้กำหนดให้มีกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางได้ถึง 10 (%w/w)

จากสรุปผลการทดลองจะพบว่าวิธีไอออนโครมาโทกราฟีที่ได้จากการปรับสภาวะให้เหมาะสม เป็นวิธีที่สามารถนำไปตรวจวัดหาปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางที่มีขายตามท้องตลาดที่มีความถูกต้องและแม่นยำได้อย่างมีประสิทธิภาพโดยให้ผลที่น่าเชื่อถือได้

#### ข้อเสนอแนะในการนำผลการวิจัยไปใช้

การวิจัยครั้งนี้มีข้อจำกัดเรื่องการวิเคราะห์หาปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางให้ครบทุกชนิดพร้อมกัน จะใช้เวลาในการวิเคราะห์น้อยที่สุด ซึ่งสภาวะที่เหมาะสม ซึ่งจะศึกษาสภาวะที่เหมาะสมเพื่อการวิเคราะห์หาปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง โดยใช้เทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี ซึ่งเป็นวิธีวิเคราะห์ที่สามารถนำไปใช้วิเคราะห์ผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางได้หลากหลายว่าเหมาะสมต่อการอุปโภคหรือไม่ อยู่ในเกณฑ์มาตรฐานที่องค์การอาหารและยากำหนดไว้หรือไม่ จะได้เป็นข้อมูลในการตัดสินใจในการเลือกซื้อผลิตภัณฑ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ปัญหาที่เกิดขึ้นได้

1. เครื่อง Ion Chromatography (IC) ใช้ IC anion column ยี่ห้อ Metrohm รุ่น Metrosep A supp 5-150 เกิดมีค่า conductivity สูง จนผลแสดงเป็นสีแดง ต้องทำการดูว่ามีฟองอากาศอยู่ในเครื่องหรือไม่ ถ้ามีให้ทำการดูดฟองอากาศออก
2. เครื่อง Ion Chromatography ใช้ IC anion column ยี่ห้อ Metrohm รุ่น Metrosep A supp 5-150 ต้องใช้น้ำกลั่นที่มีความบริสุทธิ์สูง (Ultrapure water) เท่านั้น ห้ามใช้น้ำกลั่นธรรมดา
3. เครื่อง Ion Chromatography ใช้ IC anion column ยี่ห้อ Metrohm รุ่น Metrosep A supp 5-150 ห้ามให้ pressure เกิน 9.4 MPa



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บรรณานุกรม

กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์, **ผิวสวยด้วย AHA**, ค้นเมื่อ 9 ตุลาคม 2548, จาก

[http://webdb.dmsc.moph.go.th/cosmetic/content1.asp?info\\_id=12](http://webdb.dmsc.moph.go.th/cosmetic/content1.asp?info_id=12)

กรองแก้ว ทิพย์ศักดิ์ และ ปราณี บุญวัฒน์, (ม.ป.ป). **การใช้เครื่องมือไอออนโครมาโทกราฟี (Ion Chromatography)**, เอกสารประกอบการสอน ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง, หน้า 1-12

**ครีมหน้าขาว (Skin Lightening cream)**, ค้นเมื่อ 11 ตุลาคม 2548, จาก

<http://www.thaibeautysurgery.com/articles/april2002.html>

นิพนธ์ ตั้งคณานุกรักษ์, (ม.ป.ป.). **เทคนิคการแยกสารโดยเทคนิคโครมาโทกราฟี**, ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

พพบพระ สุพันธ์ุณี, **การปรับสภาพผิวหน้าให้สดใสด้วย AHA**, ค้นเมื่อ 9 ตุลาคม 2548, จาก

<http://www.thaicosderm.org/public-info/AHA.html>

แมน อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม, (2539). **หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ**

(Principles and Techniques of Instrumental Analysis), กรุงเทพฯ, ชวนพิมพ์, 886 หน้า

เยาวเรศ นาคแจ้ง, **ครีมหน้าขาว**, ค้นเมื่อ 9 ตุลาคม 2548, จาก

[http://www.elib-online.com/doctor545/demmato\\_whitening001.html](http://www.elib-online.com/doctor545/demmato_whitening001.html)

อรุณี คงศักดิ์ไพศาล, (ม.ป.ป). **ปฏิบัติการประยุกต์ใช้เครื่องมือเคมีวิเคราะห์**, ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

Donald E. Linder., "The separation and determination of glycolic and malic acids by

ion-exchange chromatography" **Analytica Chimica Acta.**, Vol.75, 1975, 355-365

Miaw-Ling Chang<sup>a</sup> and Chur-Min Chang<sup>b,\*</sup>. "Simultaneous HPLC determination of

hydrophilic whitening agents in cosmetic products" **Journal of Pharmaceutical and**

**Biomedical Anlysis.**, Vol.33, 2003, 617-626

Santo Scalia\*, Rossella Callegari and Silvia Villani. "Determination of glycolic acid in

cosmetic products by solid-phase extraction and reversed-phase ion-pair

high-performance liquid chromatography" **Journal of chromatography A.**, Vol.795,

1998, 219-225

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ก

### แสดงผลการวิเคราะห์

**ตารางที่ ก.1** แสดงผลการคำนวณค่าเฉลี่ยของพื้นที่ใต้พีคของสารละลายมาตรฐานกรดไกลโคลิก

ความเข้มข้น (ppm)	พื้นที่ใต้พีค (mV*sec)			ค่าเฉลี่ย (ppm)
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	
10	6.320	6.424	6.755	6.499
15	11.361	11.39	11.093	11.281
20	17.082	16.915	17.002	16.999
25	22.856	22.917	23.122	22.965
30	24.907	24.258	24.734	24.633
35	29.569	29.969	30.229	29.922
40	38.538	38.967	39.403	38.969

**ตารางที่ ก.2** แสดงผลการคำนวณค่าเฉลี่ยของพื้นที่ใต้พีคของสารละลายตัวอย่างที่ทำการ Spiked sample ลงไป

ความเข้มข้น (ppm)	พื้นที่ใต้พีค (mV*sec)			ค่าเฉลี่ย (ppm)
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	
Covermark	23.22	23.48	23.10	23.266
Vichy	33.14	34.85	34.2	34.073
Smooth E	33.21	32.89	33.01	33.036
Olay	31.11	31.01	31.13	31.083
Meple	15.98	15.46	15.27	15.570
Dr.Japan	22.33	22.67	22.01	22.336
Nuejina	15.24	15.77	15.41	15.473
Pond	35.21	35.66	35.08	35.316

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**ตารางที่ ก.3** แสดงผลการคำนวณค่าเฉลี่ยของพื้นที่ใต้พีคของสารละลายตัวอย่าง

ความเข้มข้น (ppm)	พื้นที่ใต้พีค (mV*sec)			ค่าเฉลี่ย (ppm)
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	
Covermark	13.979	13.980	13.813	13.924
Vichy	20.228	20.313	20.284	20.265
Smooth E	19.500	19.575	19.212	19.507
Olay	18.851	19.076	19.182	19.036
Meple	8.640	8.698	8.415	8.584
Dr.Japan	13.646	13.595	13.270	13.503
Nuejina	8.183	8.125	8.111	8.139
Pond	22.224	22.371	22.366	22.320

**ตารางที่ ก.4** แสดงผลการคำนวณ %Recovery

สารละลาย ตัวอย่าง	ความเข้มข้น สารละลาย spike sample (ppm)	ความเข้มข้น สารละลาย ตัวอย่าง (ppm)	ความเข้มข้น สารละลาย มาตรฐาน (ppm)	%Recovery
Covermark	26.6798	8.7762	17.5525	101.9996
Vichy	37.2373	11.8736	23.7473	106.8062
Smooth E	36.2245	11.5036	23.0073	107.4480
Olay	34.3162	11.2730	22.5469	102.1989
Meple	19.1606	6.1679	12.3359	105.3231
Dr.Japan	25.7712	8.5109	17.1419	100.3403
Nuejina	19.0661	5.9500	11.9016	110.1981
Pond	38.4520	12.8770	25.7552	99.2975

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**ตารางที่ ก.5** แสดงการคำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (%RSD) ของการทำ Repeatability

ความเข้มข้น (ppm)	พื้นที่ใต้พีค (mV*sec)			ค่าเฉลี่ย (ppm)	SD	%RSD
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3			
10	6.32	6.424	6.755	6.499667	0.227157	3.494903
15	11.361	11.39	11.093	11.28133	0.163745	1.451466
20	17.082	16.915	17.002	16.99967	0.083524	0.49133
25	22.856	22.917	23.122	22.965	0.139345	0.606771
30	24.907	24.258	24.734	24.633	0.336082	1.364356
35	29.569	29.969	30.229	29.92233	0.332466	1.111095
40	38.538	38.967	39.403	38.96933	0.432505	1.109859

**ตารางที่ ก.6** แสดงการคำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (%RSD) ของการทำ Reproducibility

ความเข้มข้น (ppm)	พื้นที่ใต้พีค (mV*sec)			ค่าเฉลี่ย (ppm)	SD	%RSD
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3			
10	7.258	7.386	7.145	7.263	0.120578	1.660165
15	10.321	10.987	10.003	10.437	0.502151	4.811262
20	17.222	17.395	17.246	17.28767	0.093725	0.542148
25	23.876	23.674	23.135	23.56167	0.383059	1.625773
30	22.396	22.632	22.008	22.34533	0.31507	1.410005
35	29.111	29.103	29.467	29.227	0.207885	0.711276
40	37.987	37.034	37.065	37.362	0.541488	1.449301

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ข

### แสดงผลการทดลอง

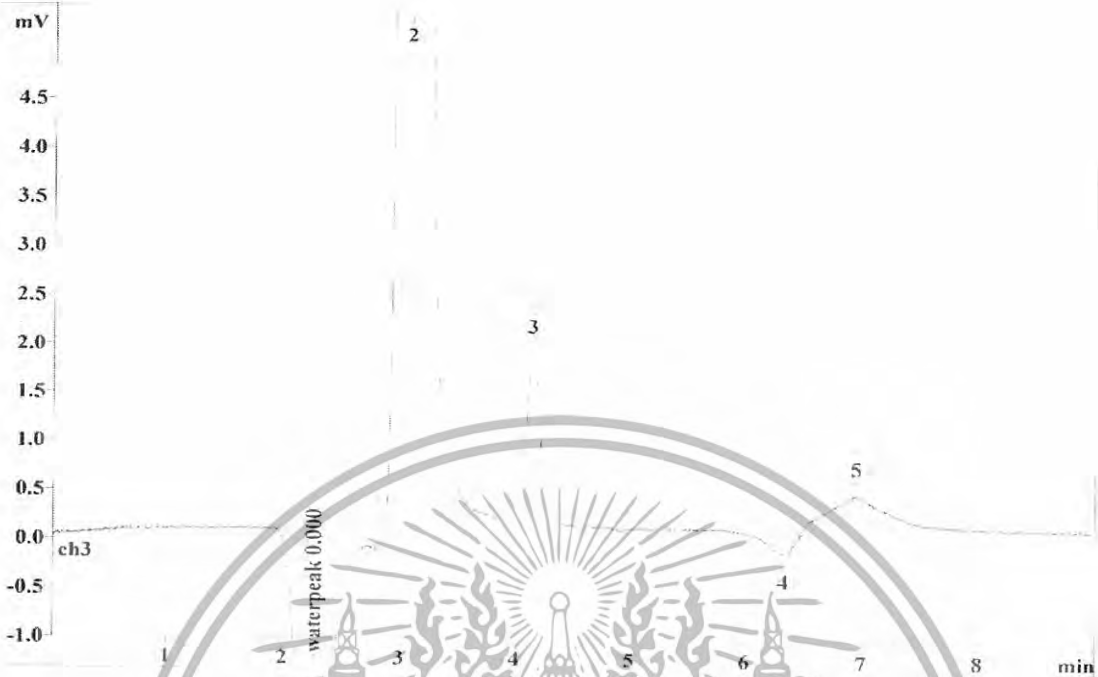


รูปที่ ข.1 แสดงกราฟโครมาโทแกรมการศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน ที่ระดับความเข้มข้น 10 ppm



รูปที่ ข.2 แสดงกราฟโครมาโทแกรมการศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน ที่ระดับความเข้มข้น 15 ppm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

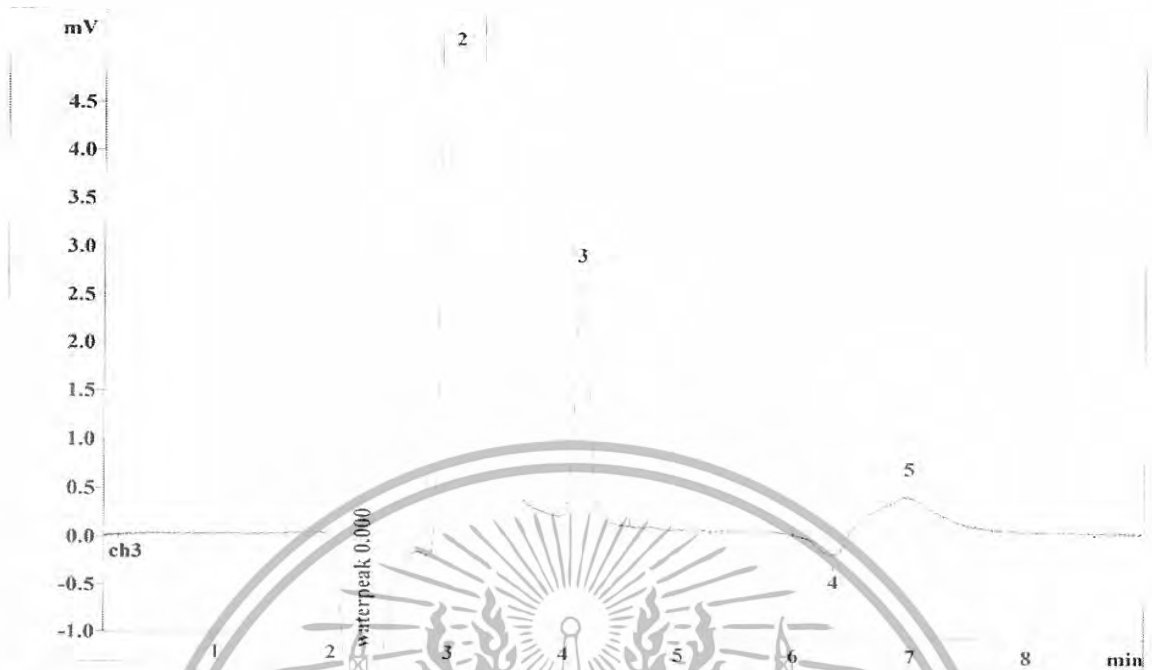


**รูปที่ ข.3** แสดงกราฟโครมาโทแกรมการศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานที่ระดับความเข้มข้น 20 ppm



**รูปที่ ข.4** แสดงกราฟโครมาโทแกรมการศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานที่ระดับความเข้มข้น 25 ppm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

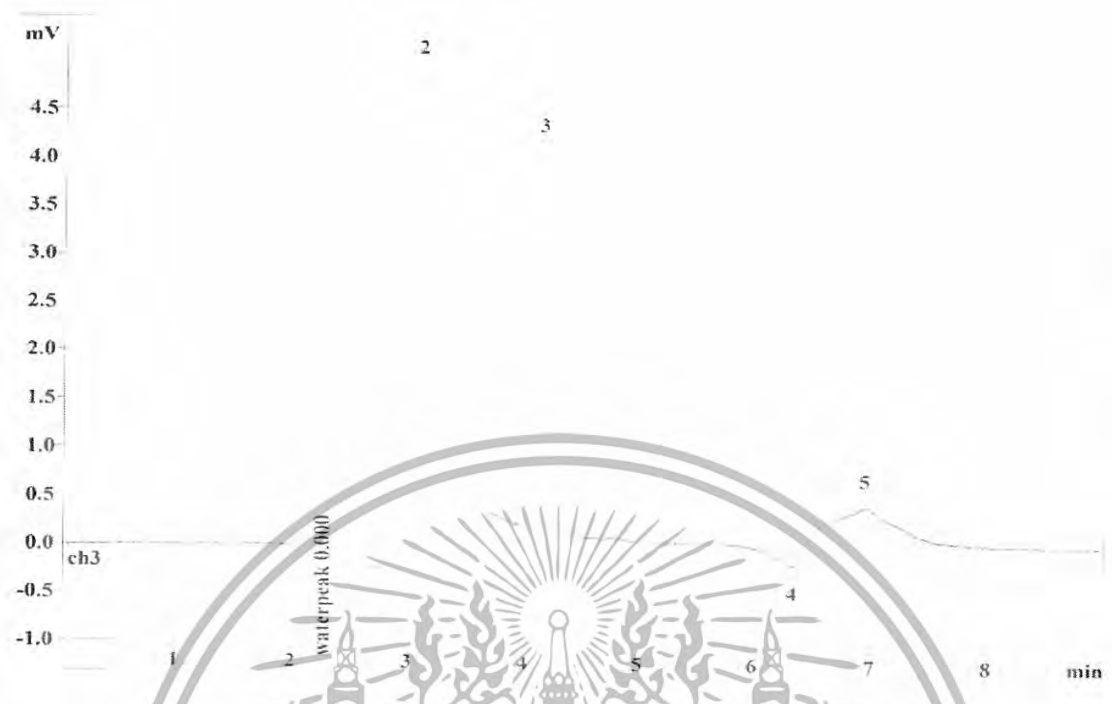


**รูปที่ ข.5** แสดงกราฟโครมาโทแกรมการศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน ที่ระดับความเข้มข้น 30 ppm



**รูปที่ ข.6** แสดงกราฟโครมาโทแกรมการศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน ที่ระดับความเข้มข้น 35 ppm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

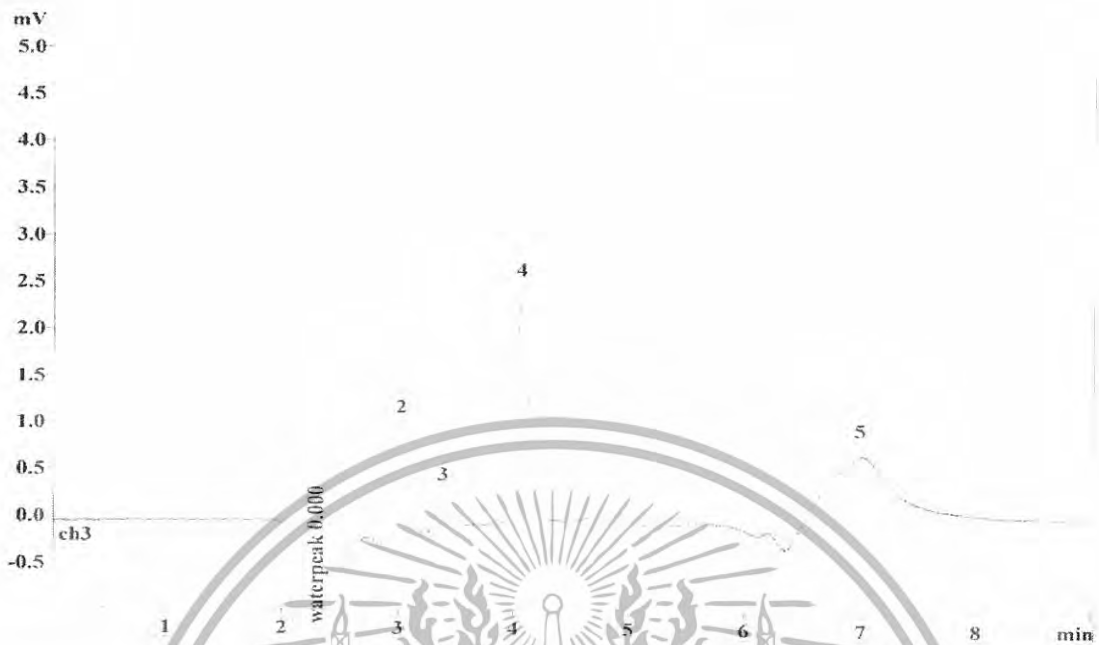


**รูปที่ ข.7** แสดงกราฟโครมาโทแกรมการศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานที่ระดับความเข้มข้น 40 ppm



**รูปที่ ข.8** แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้จากสารตัวอย่าง Covermark

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

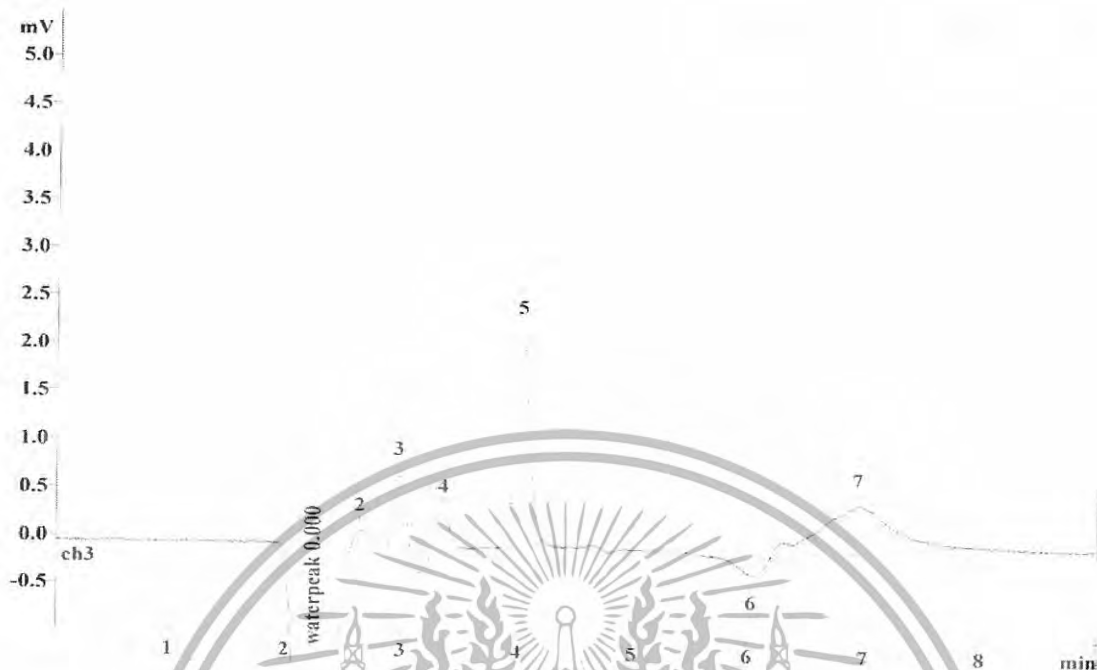


รูปที่ ข.9 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้จากสารตัวอย่าง Vichy

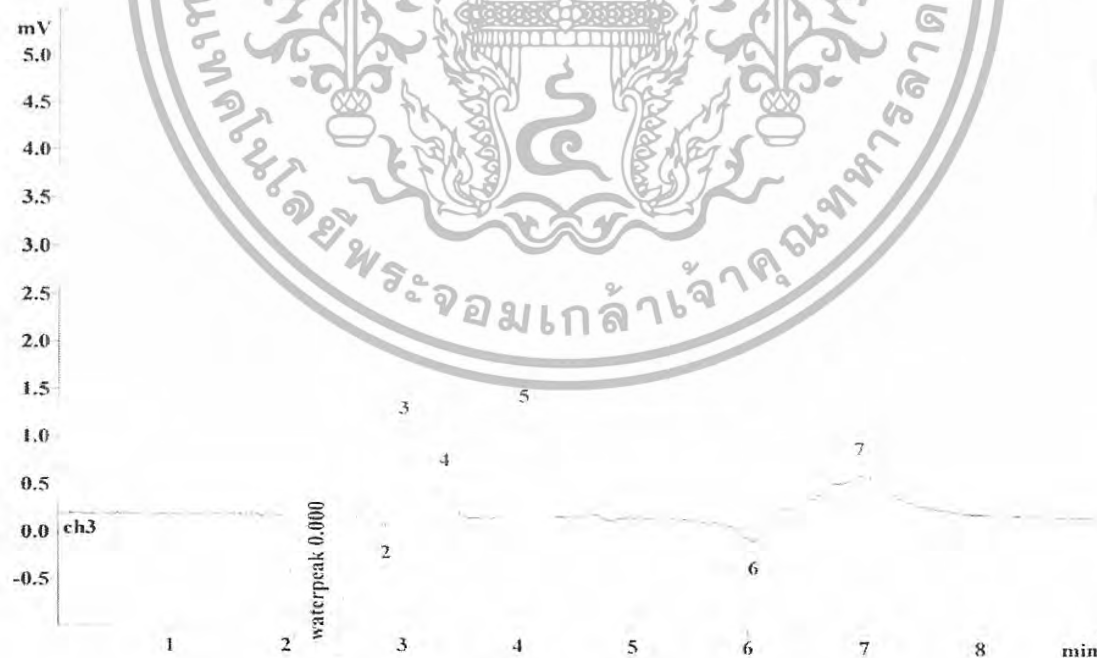


รูปที่ ข. 10 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้จากสารตัวอย่าง Smooth E

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

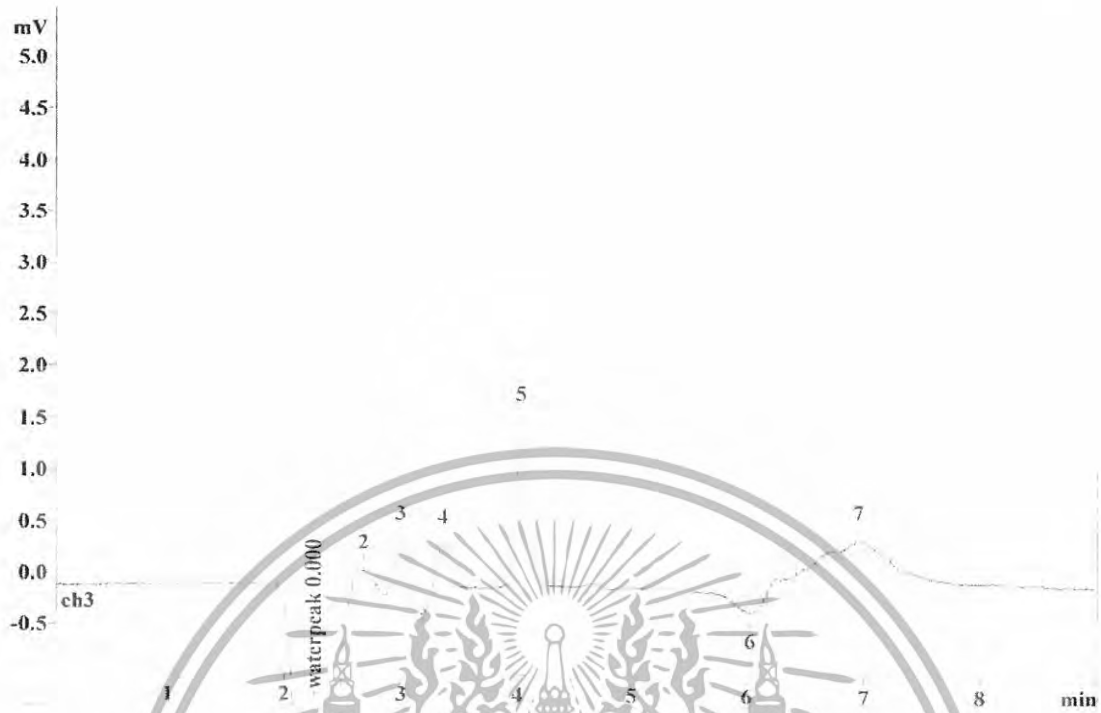


รูปที่ ข. 11 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้จากสารตัวอย่าง Clay

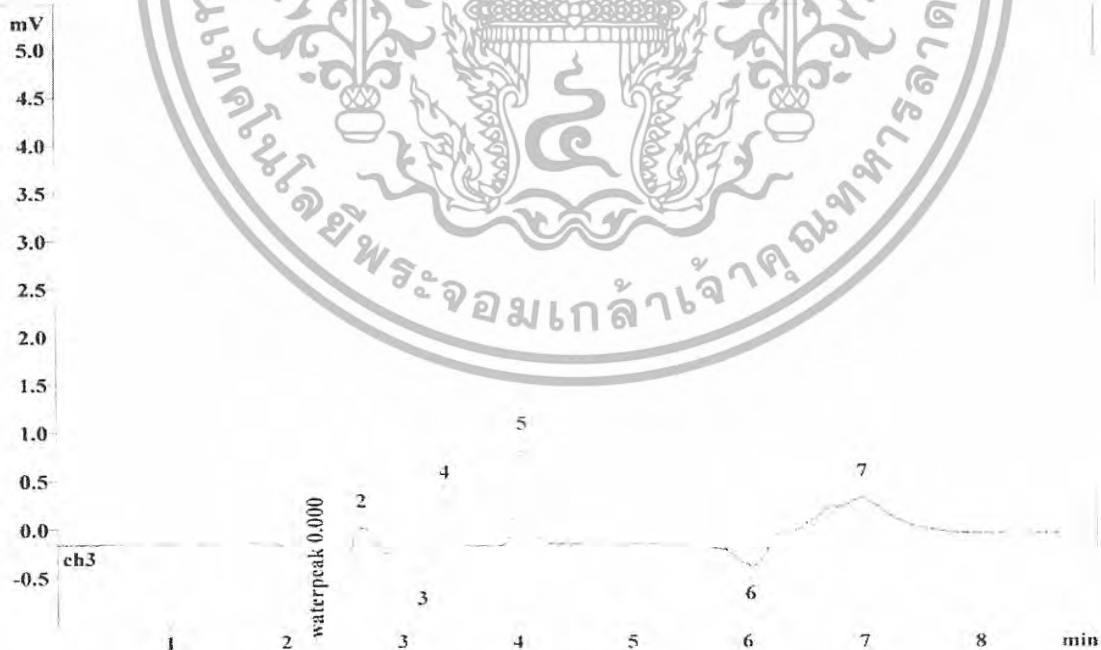


รูปที่ ข.12 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้จากสารตัวอย่าง Maple

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

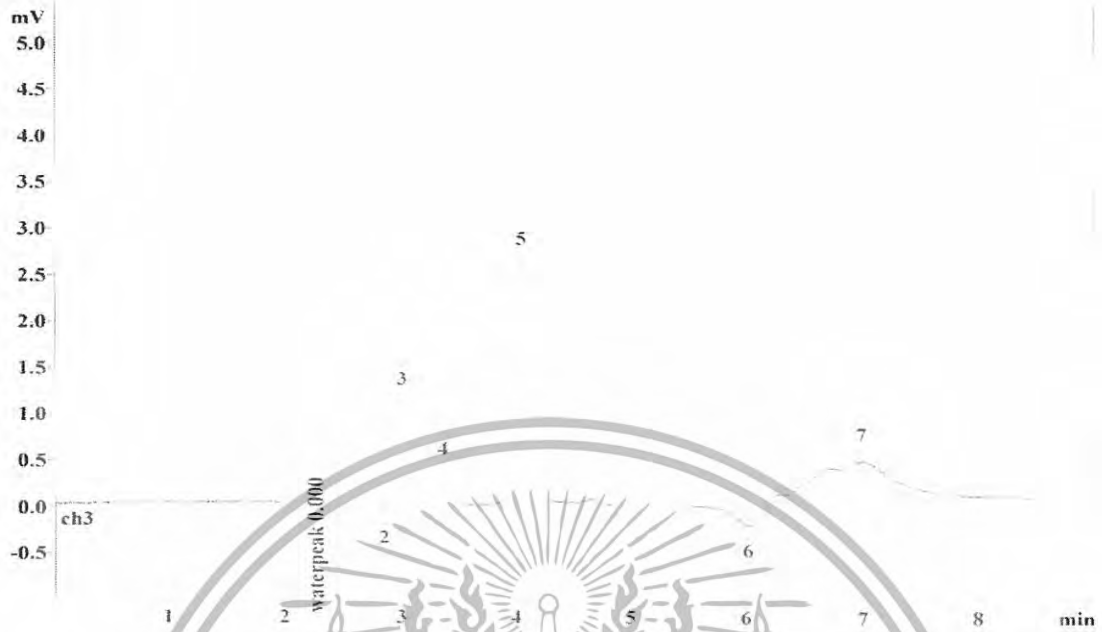


รูปที่ ข.13 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้จากสารตัวอย่าง Dr.Japan

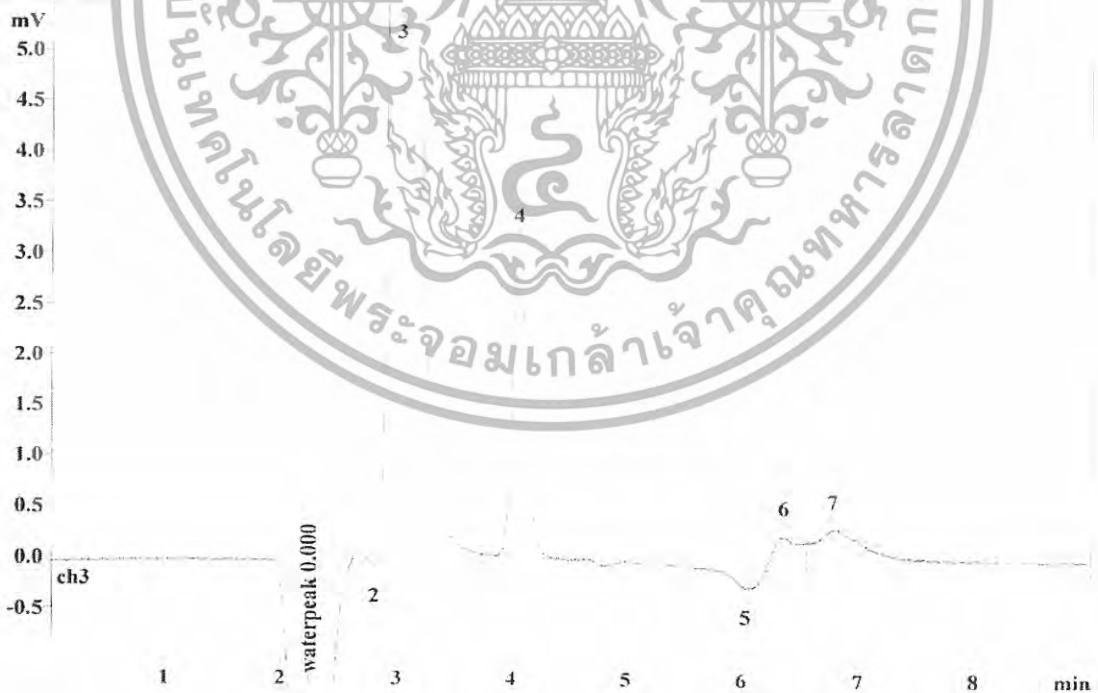


รูปที่ ข.14 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้จากสารตัวอย่าง Nuejina

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

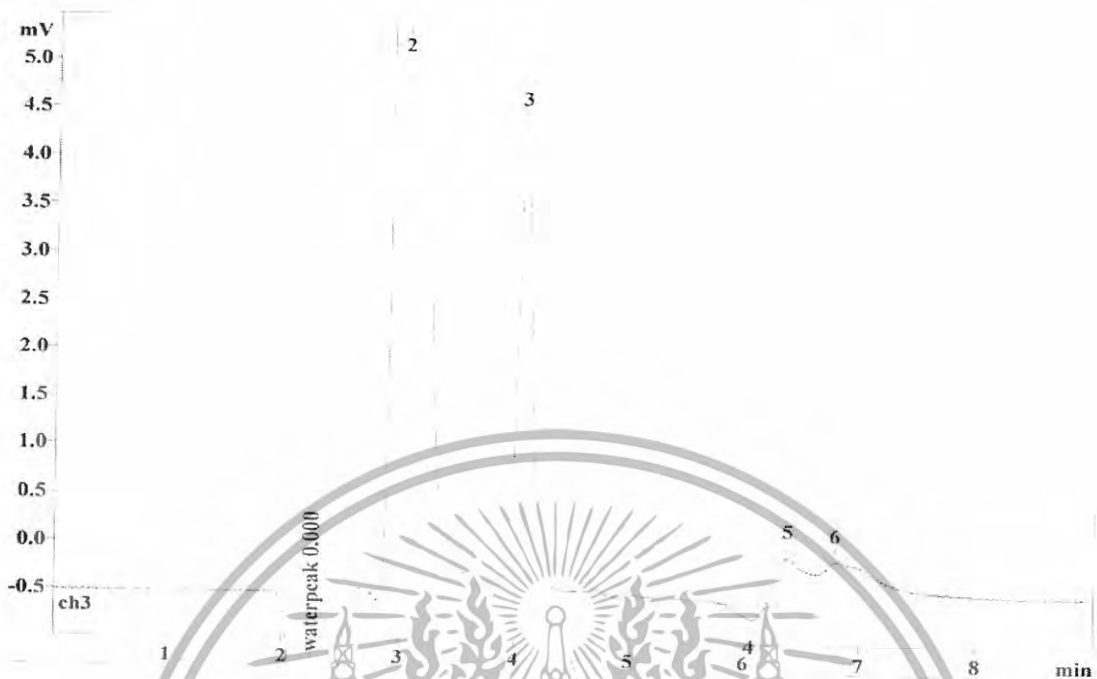


รูปที่ ข.15 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้จากสารตัวอย่าง Pond



รูปที่ ข.16 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้การทำ Spiked Covermark

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

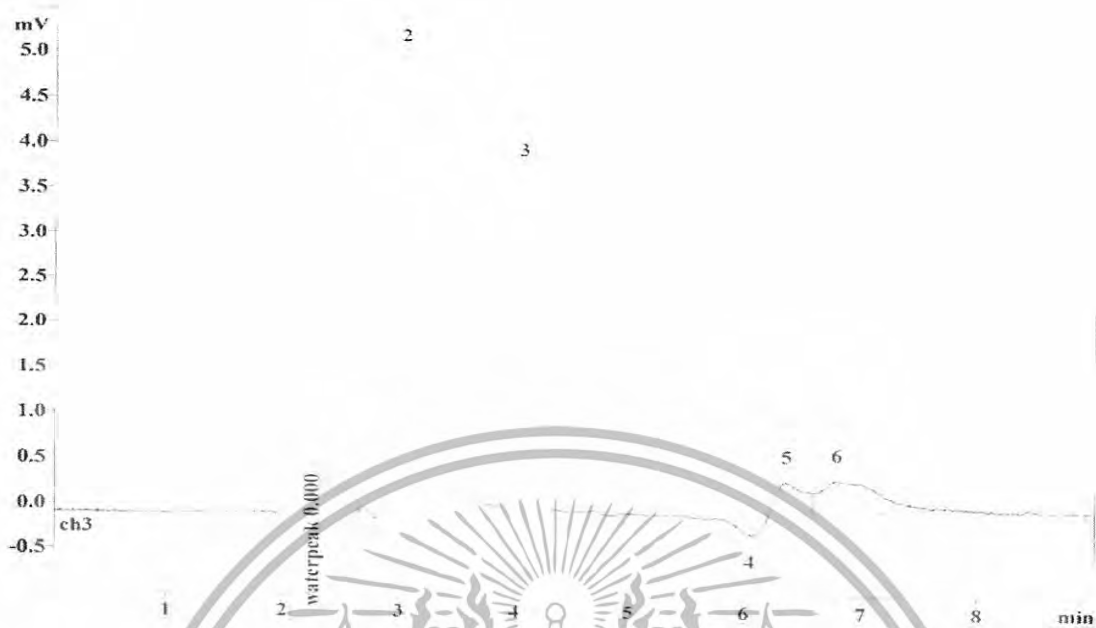


รูปที่ ข.17 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้การทำ Spiked Vichy



รูปที่ ข.18 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้การทำ Spiked Smooth E

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

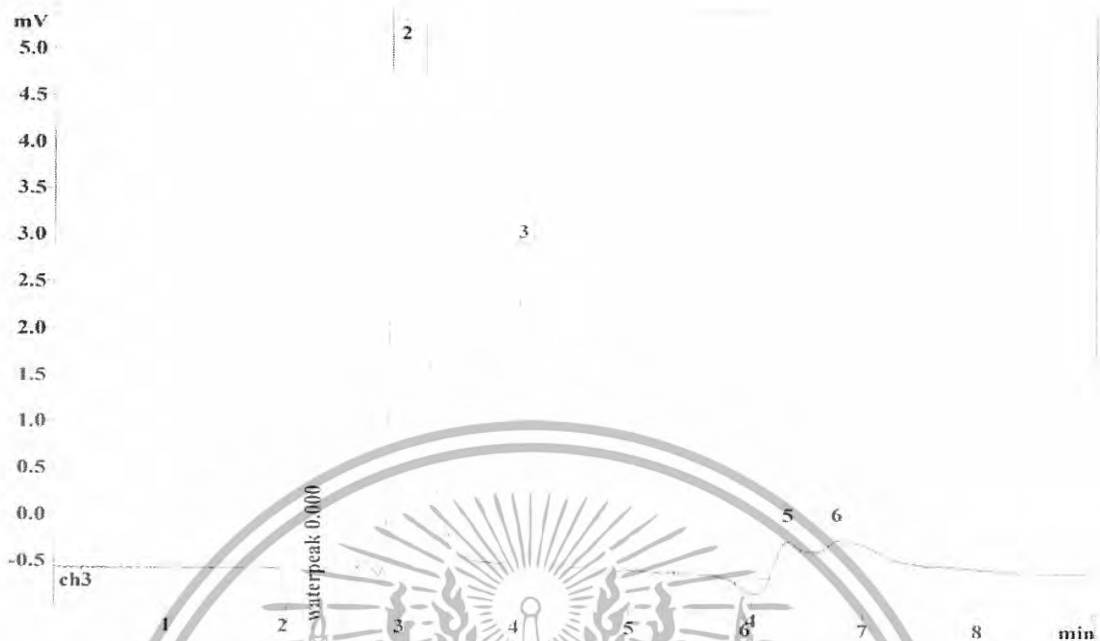


รูปที่ ข.19 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้การทำ Spiked Olay



รูปที่ ข.20 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้การทำ Spiked Maple

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

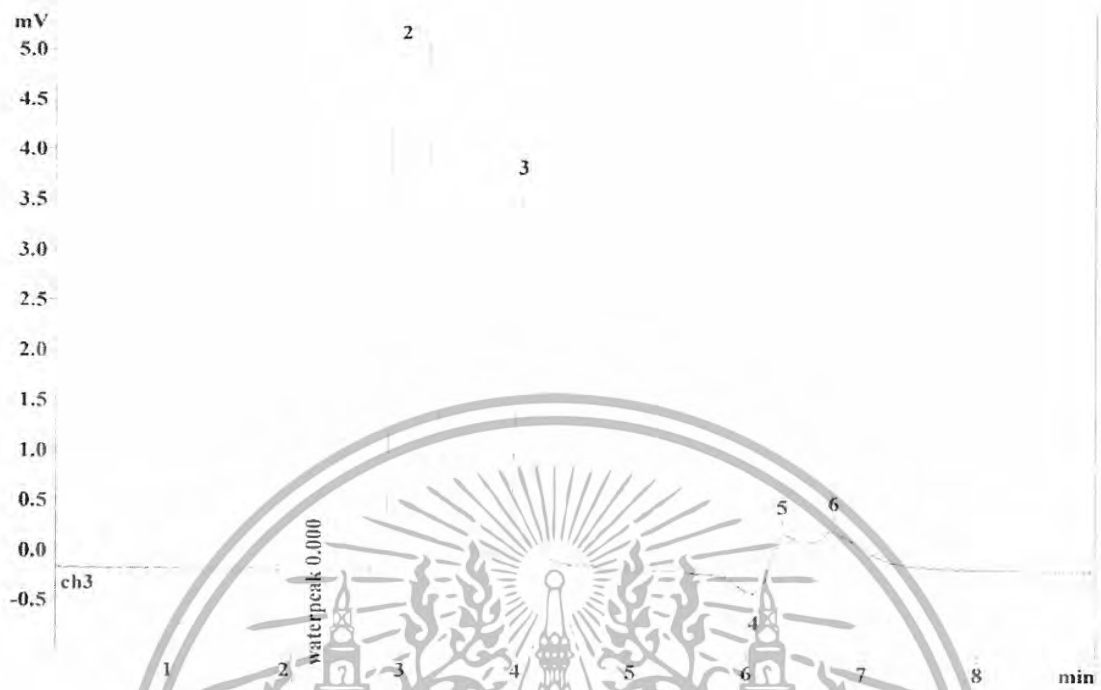


รูปที่ ข.21 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้รับการทำ Spiked Dr.Japan



รูปที่ ข.22 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้รับการทำ Spiked Nuejina

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ข.23 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้การทำ Spiked Pond

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ค

### เทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี (Ion-Exchange Chromatography)

ไอออนโครมาโทกราฟี คือ วิธีการวิเคราะห์แขนงหนึ่งของลิกวิดโครมาโทกราฟีแบบคอลัมน์ที่สามารถใช้วิเคราะห์ไอออนระหว่างไอออนของสารอนินทรีย์และสารอินทรีย์ที่สามารถประจุได้ โดยอาศัยหลักการการแลกเปลี่ยนไอออนระหว่างไอออนของสารตัวอย่างกับไอออนที่ปลายของตัวแลกเปลี่ยนไอออนซึ่งทำหน้าที่เป็นเฟสที่อยู่กับที่ (stationary phase) บรรจุอยู่ในคอลัมน์

สมการการแลกเปลี่ยนแคตไอออนและแอนไอออนของ cation exchanger และ anion exchanger เป็นดังนี้



เมื่อ  $\text{H}^+$  เป็น counter ion และ  $\text{A}^+$  แทน sample cation

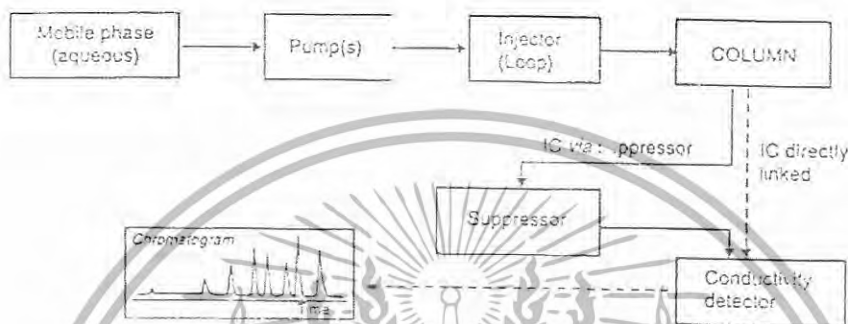


เมื่อ  $\text{Cl}^-$  เป็น counter ion และ  $\text{A}^-$  แทน sample anion

ภายหลังจากการเกิดสมดุลการแลกเปลี่ยนไอออน แคตไอออน ( $\text{A}^+$ ) และแอนไอออน ( $\text{A}^-$ ) จะถูกชะออกจากคอลัมน์ด้วยสารละลายกรดหรือเบสเฟอริเป็นตัวชะ (eluent) หรือเฟสเคลื่อนที่ต่อไป และถ้าสารตัวอย่างมีองค์ประกอบหลายชนิดปะปนกัน ไอออนเหล่านี้สามารถแยกออกจากกันได้โดยอาศัยหลักการที่ว่า ไอออนแต่ละชนิดมีแอฟฟินิตี (affinities) กับเฟสที่อยู่กับที่ต่างกัน หรือมีค่าคงที่สมดุลของสัมประสิทธิ์การกระจายแตกต่างกัน และถูกชะออกจากคอลัมน์ตามลำดับ ดังนั้นไอออนที่มีขนาดเล็กจะถูกชะออกก่อนไอออนที่มีขนาดใหญ่ และไอออนที่มีความหนาแน่นประจุน้อยกว่า (monovalent ions) จะถูกชะออกก่อนไอออนที่มีความหนาแน่นประจุมากกว่า (di and trivalent ions)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การตรวจวัดปริมาณไอออนที่แยกออกจากคอลัมน์ด้วยเทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี นิยมใช้การวัดค่าการนำไฟฟ้า (conductivity detection) ถ้าใช้เฟสเคลื่อนที่เป็นสารละลายกรดหรือบัฟเฟอร์ จำเป็นต้องมีอุปกรณ์ที่ช่วยลดค่าการนำไฟฟ้าของเฟสเคลื่อนที่ก่อนเข้าสู่ตัวตรวจวัด ซึ่งเรียกว่า Ion Suppressor แทรกอยู่ระหว่างคอลัมน์กับตัวตรวจวัด ดังแสดงในรูป



รูปที่ ค.1 แผนภาพแสดงองค์ประกอบของเครื่องไอออนโครมาโทกราฟี

### ส่วนประกอบของเครื่องไอออนโครมาโทกราฟี

1. ภาชนะใส่เฟสที่เคลื่อนที่ (solvent reservoir) ในเทคนิคไอออนโครมาโทกราฟีนั้น เฟสเคลื่อนที่ เป็นของผสมระหว่างตัวทำละลายกับสารละลาย หรือเป็นสารละลายบัฟเฟอร์ หรือ ของผสมระหว่างตัวทำละลายอินทรีย์ต่างๆ ขึ้นอยู่กับว่าจะใช้ตัววัดสัญญาณเป็นชนิดใด

โดยทั่วไปภาชนะใส่เฟสเคลื่อนที่จะทำด้วยแก้ว มีขนาดบรรจุ 1-2 ลิตร จะมีท่อเล็กๆ ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1/8 นิ้ว ที่ต่อจากภาชนะใส่เฟสเคลื่อนที่เพื่อพาของเหลวเข้าสู่ตัวบีม ของเหลวที่เป็นเฟสเคลื่อนที่

ก่อนที่จะเข้าตัวบีมจะต้องกรองให้ปราศจากผง และอนุภาคแขวนลอยต่างๆ ออกเสียก่อน เพราะอนุภาคแขวนลอยต่างๆ จะทำให้เกิดการแทรกสอดการทำงานของตัวบีม และอาจทำลายลิ้นปิด - เปิด ของตัวบีมได้ และอีกประการหนึ่งที่สำคัญคือ ฟองอากาศหรืออากาศที่ละลายอยู่ในเฟสเคลื่อนที่ โดยเฉพาะก๊าซออกซิเจนหรือไนโตรเจน ถ้าไม่กำจัดทิ้งทำให้เกิดฟองก๊าซในคอลัมน์หรืออาจรบกวนการตรวจวัดหรือไปทำให้การทำงานของบีมเสียหาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ดังนั้นจึงต้องกำจัดแก๊สที่ละลายอยู่ในเฟสเคลื่อนที่ก่อนด้วยระบบทำละลายแก๊ส (degassing system) การทำละลายแก๊สอาจทำได้โดยการเก็บเฟสเคลื่อนที่ไว้ภายใต้สุญญากาศ หรือโดยการให้ความร้อนและคนเฟสเคลื่อนที่ด้วยระบบอัลตราโซนิก สำหรับน้ำกลั่นที่ใช้ต้องเป็นน้ำกลั่นที่มีความบริสุทธิ์สูง เนื่องจากในน้ำมีไอออนอยู่ถ้าใช้น้ำไม่บริสุทธิ์ก็จะมีผลต่อการตรวจวัด

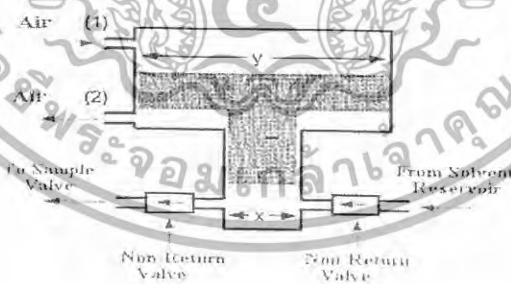
ถ้าวิเคราะห์ใช้ตัวทำละลายเพียงชนิดเดียวเครื่องมือก็จะมีขดใส่ตัวทำละลายเพียงขดเดียวแต่ถ้าต้องใช้ตัวทำละลายผสมในการอีลูทต้องมีเครื่องมือสองขด ต่อเชื่อมกันเพื่อทำให้ตัวทำละลายสามารถผสมกันและเปลี่ยนโพลาริตีได้อย่างต่อเนื่อง (gradient elution) การอีลูทที่ใช้ตัวทำละลายเพียงตัวเดียว (isocratic elution) จะใช้เวลาในการแยกนาน แต่ถ้าเปลี่ยนตัวอีลูทโดยทำให้ตัวทำละลายผสมกันและเปลี่ยน โพลาริตีได้อย่างต่อเนื่อง (gradient elution) พบว่าการแยกจะใช้เวลาน้อยลง การเพิ่มโพลาริตีของตัวทำละลายขึ้นเรื่อยๆ ในช่วงเวลาหนึ่ง

ต่อจากนั้นก็ควบคุมให้คงที่ในช่วงเวลาหนึ่ง แล้วก็เพิ่มขึ้นอีก จากนั้นก็ควบคุมให้คงที่อีกเป็นเช่นนี้ตลอดการทดลอง

2. เครื่องปั๊ม (Pump) ทำหน้าที่ปั๊มเฟสเคลื่อนที่ที่เข้าสู่คอลัมน์ด้วยความดันที่เหมาะสม ประมาณ 4000 ถึง 6000 psi ซึ่งทำให้อัตราการไหลของตัวทำละลายมีค่าเท่ากับ 3 ลบ.ซม./นาที อัตราการไหลควรควบคุมให้คงที่ เบี่ยงเบนได้ไม่เกิน 2% เนื่องจากการไหลมีผลโดยตรงต่อเวลาที่ใช้ในการแยก ระบบปั๊มที่ใช้ในเครื่องไอออนโครมาโทกราฟี มีด้วยกัน 2 ระบบ คือ

2.1) ปั๊มชนิดความดันคงที่ (constant pressure pumps) ได้แก่ pneumatic amplifier

pump



รูปที่ ค.2 แสดง pneumatic amplifier pump

หลักการทำงานของ pneumatic amplifier pump ให้ความดันอากาศประมาณ 10 บาร์ กับลูกสูบแก๊ส (gas piston) ที่มีพื้นที่ผิวมาก ลูกสูบแก๊สจะต่ออยู่กับลูกสูบไฮดรอลิก (hydraulic piston) ที่มีผิวน้อยกว่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

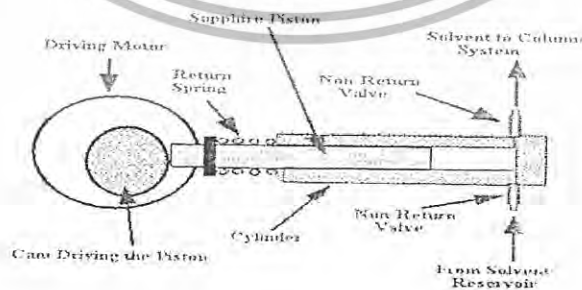
ดังนั้นความดันที่ดันของเหลว = (ความดันของแก๊ส) (พื้นที่ผิวลูกสูบแก๊ส / พื้นที่ผิวลูกสูบไฮโดรลิก) ถ้าความดันเข้าเท่ากับ 10 บาร์ และอัตราส่วนของพื้นที่ผิวเป็น 50:1 จะทำให้ความดันตรงลูกสูบไฮโดรลิกมีค่าเท่ากับ 500 บาร์ จะเห็นว่าความดันแก๊ส 10 บาร์ จะทำให้ความดันของเฟสที่เคลื่อนที่เท่ากับ 500 บาร์ เมื่อเกิดจังหวะดันเข้าของลูกสูบเกิดขึ้น (drive stroke) จะทำลิ้น (valve) ด้านทางออกของปั๊มเปิดออกและเฟสเคลื่อนที่จะถูกดันเข้าสู่คอลัมน์ และลิ้นด้านทางเข้าของปั๊มจะถูกปิดจากทางด้านที่ติดอยู่กับภาชนะใส่เฟสที่เคลื่อนที่ จากนั้นจะเกิดจังหวะดันออกของลูกสูบลิ้นด้านทางออกของปั๊มจะปิดและลิ้นด้านทางเข้าของปั๊มจะเปิดออก และเฟสเคลื่อนที่จะเข้าสู่ตัวปั๊ม ระบบปั๊มทั้งหมดจะถูกควบคุมด้วยลิ้นเปิดปิดที่ต่ออยู่ระหว่างตัวควบคุม (regulator) กับตัวปั๊ม

pneumatic amplifier pump มีราคาถูก เมื่อเสียบหรือชำรุดแล้วยากต่อการซ่อม ขณะปั๊มทำงานจะมีเสียงรบกวน เนื่องจากว่าปั๊มชนิดนี้มีอัตราการไหลของเฟสเคลื่อนที่ไม่คงที่จึงไม่ค่อยถูกนำมาใช้มากนัก

2.2) ปั๊มชนิดอัตราการไหลคงที่ (constant flow pumps) มีด้วยกัน 2 ชนิด คือ syring type pump และ reciprocating pump



รูปที่ ค.3 แสดง syring type pump



รูปที่ ค.4 แสดง reciprocating pump

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

syring type pump ประกอบด้วย chamber ขนาดความจุ 200-500 ลบ.ซม. ที่มีมอเตอร์อยู่ จะค่อยๆ ดันลูกสูบด้วยอัตราเร็วคงที่ การไหลจะไม่มีพัลส์ และความเร็วที่ให้กับมอเตอร์สามารถเปลี่ยนแปลงได้ สำหรับความจุเฟสที่เคลื่อนที่เข้าสู่คอลัมน์จะขึ้นอยู่กับขนาดของแชมเบอร์

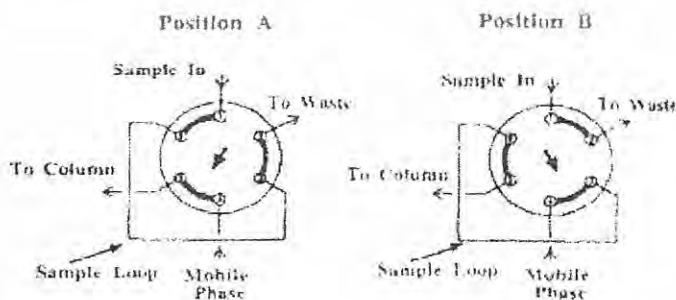
reciprocating pump ปัมชนิดนี้ลูกสูบจะถูกดันเข้า และดันออกจากแชมเบอร์ด้วยเกียร์ เมื่อ ดันลูกสูบเข้าด้านตรงทางด้านขวาเข้าของเฟสที่เคลื่อนที่จะปิดและด้านตรงทางด้านทางออกจะเปิด ทำให้ เฟสที่เคลื่อนที่ ถูกปัมเข้าสู่คอลัมน์ในทางกลับกัน เมื่อดันลูกสูบออกทางด้านทางออกจะปิดและเฟส ที่เคลื่อนที่จะเข้าสู่ปัม ปัมชนิดนี้ต่างจาก syring type pump ตรงที่ว่าความจุของตัวทำละลายจะไม่ จำกัด และปริมาตรภายในของแชมเบอร์ที่มีขนาดน้อยมากๆ ประมาณ 10-100  $\mu\text{l}$ . อัตราการไหลจะ เปลี่ยนแปลงได้ขึ้นอยู่กับ การเปลี่ยนแปลงความยาวของคานที่ดันลูกสูบหรืออัตราเร็วมอเตอร์

3. ส่วนที่ฉีดสาร (sample injection system) เป็นส่วนที่ใช้ในการการฉีดสารตัวอย่างเข้าสู่ คอลัมน์ในการทำไอออนโครมาโทกราฟี การฉีดสารต้องมีปริมาณน้อยและต้องระมัดระวังไม่ให้เกิด ฟองอากาศในขณะที่ฉีดสารเพื่อให้เกิดประสิทธิภาพการแยกเกิดขึ้นสมบูรณ์ วิธีการฉีดสารที่นิยมใน เทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี คือ การฉีดสารเข้าสู่คอลัมน์ชนิดผ่านลูพวาล์ว (loop valve) ซึ่งมีอยู่ 2 แบบ คือ

### 3.1) ลูพการฉีดสารตัวอย่างชนิดมีลูพวาล์วอยู่ภายนอก (external loop valve)

ลูพวาล์วชนิดนี้จะมีวาล์วอยู่ 6 แห่ง ประกอบด้วยลูพที่รับสารตัวอย่างและสำหรับให้สารตัวอย่างออก 2 แห่ง ที่สามารถจำกัดปริมาตรได้ ส่วนวาล์วอีก 4 แห่ง จะใช้สำหรับการนำเฟสเคลื่อนที่และสาร ตัวอย่างเข้าสู่คอลัมน์และออกจากคอลัมน์

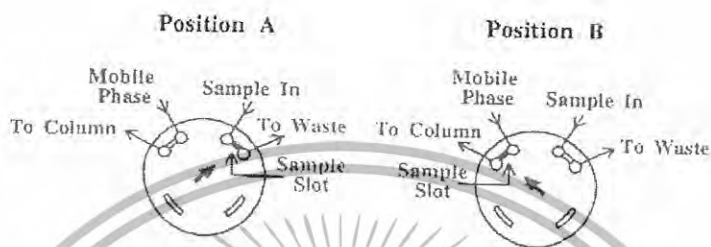
เมื่อเริ่มแรกจะบรรจุสารตัวอย่างโดยการฉีดเข้าไปตรงบริเวณลูพวาล์วที่รับตัวอย่างก่อนการ ฉีดสารตัวอย่างจะต้องผ่านเฟสที่เคลื่อนที่ที่เข้าไปคอลัมน์ เพื่อให้ระบบอิ่มตัวเสียก่อน ตอนนี้จะ เรียกว่าการไหลดตัวอย่าง จากนั้นก็ปรับวาล์วโดยการหมุนไปอยู่ในตำแหน่ง inject จะทำให้เฟสที่ เคลื่อนที่พาสารตัวอย่างเข้าสู่คอลัมน์ ปริมาตรที่ใช้กับ external loop valve ประมาณ 10  $\mu\text{l}$ .



รูปที่ ค.5 แสดง external loop valve

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2) ลูบของการฉีดสารตัวอย่างชนิดมีลูบวาล์วอยู่ภายใน (internal loop valve) ในกรณีที่ฉีดสารตัวอย่างน้อยกว่า 10  $\mu\text{l}$ . จะใช้ลูบวาล์วชนิดที่มีวาล์ว 4 แห่ง เมื่อไหลตสารตัวอย่างแล้วก็หมุนจากตำแหน่งไหลตไปยังตำแหน่ง inject ด้วยมุม 270 องศา จะทำให้สารตัวอย่างถูกปั๊มเข้าสู่คอลัมน์ดังแสดงการทำงานดังรูป



รูปที่ ค.6 แสดง internal loop valve

คอลัมน์ (column) ทำหน้าที่ในการแยกสารที่จะทำการวิเคราะห์ คอลัมน์ส่วนใหญ่ที่ใช้ในเครื่องไอออนโครมาโทกราฟีจะทำมาจาก PEEK หรือ สแตนเลส มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 3-5 cm. คอลัมน์สามารถจะบรรจุด้วยอนุภาคที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 หรือ 5  $\mu\text{m}$ . สารที่บรรจุอยู่ในคอลัมน์หรือสารที่ทำหน้าที่เป็นเฟสอยู่กับที่นิยมใช้ในไอออนโครมาโทกราฟี คือ เรซินที่สามารถแลกเปลี่ยนไอออนได้ (ion exchanger resins)

ion exchanger resins คือ สารโพลีเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากการทำโพลีเมอร์ไรซ์สารอินทรีย์ต่อไปนี้

- Styrene + divinylbenzene
- Polymethacrylate
- Methacrylic acid + divinylbenzene
- Acrylic acid + divinylbenzene

การโพลีเมอร์ไรซ์สามารถทำให้โมเลกุลของสารอินทรีย์เชื่อมโยง (cross-linking) ได้หลายแบบทำให้ได้สารเรซินที่มีคุณสมบัติ ๆ ต่างกัน เรซินที่นิยมใช้กัน คือเรซินที่ได้จากการเตรียมโพลีเมอร์ไรซ์สารสไตรีนกับไดไวนิลเบนซีน

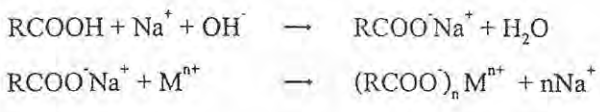
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เรซินที่เตรียมได้จะแสดงคุณสมบัติอย่างไรขึ้นอยู่กับหมู่ธาตุ (function group) ที่นำเข้าไป ในอะโรมาติกนิวเคลียส ดังนั้นเรซินที่ใช้ในการทำไอออนโครมาโทกราฟีสามารถแบ่งตามคุณสมบัติของหมู่ธาตุที่ใส่เข้าไปได้ 2 ชนิด คือ

1. ชนิดแลกเปลี่ยนแคทไอออน (cation exchangers) เรซินนี้จะมีหมู่ธาตุที่เป็นกรดอยู่ในอะโรมาติกนิวเคลียส เตรียมได้โดยนำกรดซัลฟิวริกทำปฏิกิริยากับโพลีเมอร์ของสไตรีนกับไดไวนิลเบนซีน หมู่  $-SO_3H$  จะเข้าไปในโพลีเมอร์ ทำให้ได้เรซินที่สามารถแลกเปลี่ยนแคทไอออนได้ เรซินที่เตรียมได้ชนิดนี้มีคุณสมบัติที่สามารถแลกเปลี่ยนไอออน  $H^+$  กับแคทไอออนอื่นๆ ได้ดี จัดเป็นแคทไอออนที่แรง (strong cation exchangers) ยังมีแคทไอออนเอ็กซ์เชนจ์เรซินชนิดอื่นๆ อีกมาก ซึ่งเป็นเรซินที่แตกต่างกันที่หมู่ฟังก์ชันัลที่มีฤทธิ์เป็นกรดเตรียมได้โดยทำปฏิกิริยาเคมีแทนที่ระหว่างหมู่ฟังก์ชันัลกับโพลีเมอร์ เช่นกัน หมู่ของกรดที่ใช้เป็นหมู่ฟังก์ชันัล ได้แก่

Carboxylic acid	- COOH
Phosphonic acid	- $PO_3H^-, PO_3H_2$
Phosphinic acid	- $HPO_2H^-, HPO_2H_2$
Phenolic	- OH
Arsonic acid	- $AsO_3H^-, AsO_3H_2$
Selenonic acid	- $SeO_3H$

แคทไอออนเอ็กซ์เชนจ์ที่ได้จากหมู่ของกรดเหล่านี้จะมีความแรงน้อยกว่า  $-SO_3H$  จึงจัดเป็นแคทไอออนเอ็กซ์เชนจ์ที่อ่อน (weak cation exchangers) ความแรงของหมู่กรดแต่ละชนิดแตกต่างกันขึ้นอยู่กับค่าคงที่ของการแตกตัวของกรดนั้นๆ และ pH ของสารละลาย ถ้าสารละลายมี pH ต่ำ การแตกตัวของ  $H^+$  จะเกิดได้น้อย ความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคทไอออนมีน้อย ถ้าสารละลายมี pH สูงๆ หรือเป็นเบสจะทำให้กรด แตกตัวได้ดี และได้เรซินที่อยู่ในรูปของเกลือโซเดียม สามารถนำไปใช้แลกเปลี่ยนกับแคทไอออนอื่นๆ ได้ดี



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้





จะเห็นได้ว่า ลักษณะของเรซินที่นำมาใช้ในการแลกเปลี่ยนไอออนมีได้ 2 รูป คือ รูปของ OH<sup>-</sup> (hydroxide form) และอยู่ในรูป Cl<sup>-</sup> (chloride form) ในทางการค้าสามารถซื้อหาเรซินทั้งชนิดแก่และชนิดปานกลางในรูปต่างๆ มาใช้งานได้โดยตรง

สำหรับแอนไอออนเรซินชนิดอ่อนที่เตรียมได้ในปฏิกิริยาที่ 4 ในทางการค้าจะอยู่ในรูปของเบสอิสระ (RCH<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>) เมื่อต้องการนำมาใช้งานต้องมาทำปฏิกิริยากับกรดเกลือก่อนเพื่อทำให้อยู่ในรูปของคลอไรด์



จากนั้นจึงนำไปแลกเปลี่ยนกับไอออนอื่นๆ



เมื่อต้องการทำให้เรซินที่กล่าวมาข้างต้นเป็นการแบ่งตามความประพฤติของเรซินที่เกิดธรรมชาติของหมู่ฟังก์ชันชนิด เรซินที่แบ่งไว้เป็นพวกเดียวกันตามหมู่ฟังก์ชันนั้นๆ ก็ยังมีความประพฤติแตกต่างกันออกไปได้อีก สิ่งที่มีผลทำให้เรซินมีความประพฤติต่างๆ กัน ได้แก่

- ขนาดของเรซิน (size of particles) มีผลต่ออัตราเร็วในการแลกเปลี่ยนไอออนและการซึมผ่านของสารละลายออกจากคอลัมน์
- Degree of cross-linking จะมีผลต่อทำให้เรซินมีความแข็ง มีการพองตัว และมีขนาดรูที่ต่างๆ กัน
- Strength of functional group มีผลต่อค่าสัมประสิทธิ์ของการกระจายของไอออนระหว่างเรซินกับสารละลาย
- Number of functional group มีผลทำให้เรซินมีขนาดความจุต่างๆ กัน

#### 4. ส่วนควบคุมอุณหภูมิ (temperature control) สำคัญมากสำหรับการวัดความ

ถูกต้องของข้อมูลการคงไว้ (retention data) ส่วนควบคุมอุณหภูมิอาจใช้เป็นถังน้ำหุ้มคอลัมน์ไว้ (water jacketed) เพื่อทำให้อุณหภูมิกคงที่ แต่ถ้าต้องการให้รีเทนชันไทม์ของตัวอย่างสั้นขึ้น อาจเพิ่มอุณหภูมิให้แก่คอลัมน์ได้เช่นเดียวกับก๊าซโครมาโทกราฟีโดยใช้เตา (oven) ที่ควบคุมอุณหภูมิเป็นการเพิ่มอัตราการแยกโดยเฉพาะเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพของคอลัมน์

5. ส่วนปรับค่าการนำไฟฟ้า (suppressor) มีหน้าที่ทำลายไอออนของตัวอีลูทโดยเปลี่ยนตัวอีลูทให้อยู่ในรูปที่มีค่าการนำไฟฟ้าต่ำ และในขณะเดียวกันยังสามารถเปลี่ยนไอออนของสารตัวอย่างให้เป็นไอออนที่มีค่าการนำไฟฟ้าสูง คือ H<sup>+</sup> หรือ OH<sup>-</sup> ซึ่งทำให้ conductivity detector มีความไวสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6. ดีเทคเตอร์ (detector) หลังจากที่เราสารตัวอย่างที่ถูกอีลิวต์ออกจากคอลัมน์จะประกอบด้วย ไอออนต่างๆ และไอออนแต่ละตัวที่อยู่ในสารตัวอย่างจะมีความสามารถในการนำไฟฟ้าได้แตกต่างกัน ดังนั้นวิธีการตรวจวัดค่าการนำไฟฟ้า (conductivity detector) จึงเป็นวิธีที่นิยมมากที่สุด ดีเทคเตอร์ที่ใช้ในไอออนโครมาโทกราฟีชนิดอื่นๆ เช่นการวัดค่าดูดกลืนแสง , วิธีการทางรังสี , วิธีโพเทนเชียลโอเมตรี หรือวิธีโพลารोगราฟี

### การประยุกต์ใช้เทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี

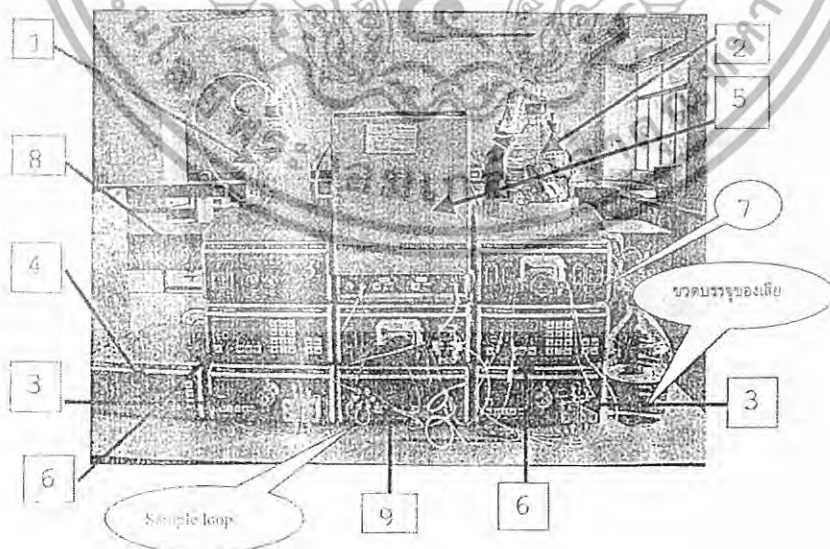
1. การทำคุณภาพวิเคราะห์ (Qualitative analysis) การวิเคราะห์สามารถทำได้โดยเปรียบเทียบค่ารีเทนชันไทม์หรือรีเทนชันโวลูมของสารตัวอย่างกับสารมาตรฐานที่ทราบค่ารีเทนชันไทม์ แล้วการเปรียบเทียบสามารถทำได้เมื่อสภาวะการทดลองเหมือนกันทุกประการ
2. การทำปริมาณวิเคราะห์ (Quantitative analysis) การวิเคราะห์สามารถทำได้โดยสร้างกราฟมาตรฐาน (calibration curve) โดยการนำสารมาตรฐานที่ทราบปริมาณที่แน่นอนหลายๆ ขนาดความเข้มข้นมาทำการวิเคราะห์ เมื่อได้โครมาโทแกรม จากนั้นวัดพื้นที่พีคแล้วนำไปสร้างกราฟมาตรฐานโดยทำการพล็อตระหว่างพื้นที่พีคเทียบกับปริมาณความเข้มข้น เมื่อทำการวิเคราะห์สารตัวอย่าง ก็จะได้โครมาโทแกรมของสารตัวอย่างและวัดพื้นที่ได้พีคได้ แล้วก็สามารถนำไปพล็อตลงบนกราฟมาตรฐานและอ่านค่าความเข้มข้นของสารตัวอย่างจากกราฟมาตรฐานได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## การใช้เครื่องไอออนโครมาโทกราฟี

### 1. ส่วนประกอบของเครื่องไอออนโครมาโทกราฟี

1. ขวดพร้อมสารละลายวัฏภาคเคลื่อนที่สำหรับแคทไอออน (Eluent or Mobile phase for Cation)
2. ขวดพร้อมสารละลายวัฏภาคเคลื่อนที่สำหรับแอนไอออน (Eluent or Mobile phase for Anion)
3. ปั๊มสำหรับสารละลายวัฏภาคเคลื่อนที่ (709 IC pump) สำหรับแยกแคทไอออน ให้ใช้อัตราการไหล 1.00 มิลลิลิตรต่อนาที และสำหรับแยกแอนไอออนให้ใช้อัตราการไหล 0.70 มิลลิลิตรต่อนาที
4. หน่วยติดต่อประมวลผลทุกหน่วยย่อย (762 IC Interface)
5. ตู้ภายในบรรจุคอลัมน์สำหรับแยกแคทไอออน (METROSEP C2\_150 ขนาด 4.0 x 250 มิลลิเมตร) และคอลัมน์สำหรับแยกแอนไอออน (METROSEP ASUPP5\_150 ขนาด 4.0 x 250 มิลลิเมตร)
6. เครื่องตรวจวัดสัญญาณการนำไฟฟ้า สำหรับการแยกแคทไอออน และแอนไอออน (Conductivity detector, 732 IC Detector)
7. หน่วยซัพเพรสเซอร์ (758 IC Suppressor)
8. เครื่องตรวจวัดสัญญาณ (791 VA Detector)
9. หน่วยสำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิคไดอะไลซิส (812 Valve unit)



รูปที่ ค.1 แสดงส่วนประกอบของเครื่องไอออนโครมาโทกราฟี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2. ขั้นตอนการวิเคราะห์และประมวลผลด้วยโปรแกรมควบคุม IC Net 2.3

### วิธีเปิดเครื่อง

1. เปิด switch power ด้านปลั๊กไฟทุกตัว ตรวจสอบว่ามีการต่ออุปกรณ์ มีการละลายสำหรับชะเตรียมไว้เรียบร้อยแล้ว
2. กด ON ที่หน่วย Interface (762 IC Interface)
3. กดปุ่ม EXT ของ 709 IC pump ทั้ง 2 ตัว
4. สับตัวล๊อคของด้าม Suppressor IC 753 ขึ้นด้วย
5. เปิดคอมพิวเตอร์ตามปกติ และขอรหัสผ่านเจ้าหน้าที่ผู้รับผิดชอบเพื่อเข้าโปรแกรม IC Net 2.3

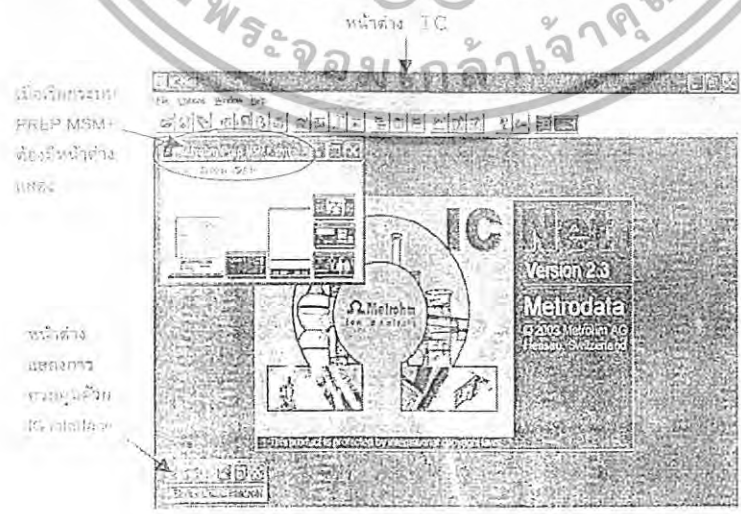
### วิธีการเดินเครื่อง (Run) เพื่อดูเส้นกราฟของสารละลายวิทยาภาคเคลื่อนที่ (Run Base Line) เทคนิคที่ควรทราบ

การสั่งการและควบคุม กรณีที่ต่อการควบคุมระหว่างอุปกรณ์ต่างๆ ผ่านหน่วย 762 IC Interface กับเครื่องคอมพิวเตอร์ จะต้องแน่ใจว่าได้ กดปุ่ม EXT ของหน่วย 709 IC pump ให้งานแล้ว จึงจะสามารถกดคำสั่งต่างๆ ต่อไปนี้ได้ และกรณีที่มีหลายๆหน้าต่างเปิดอยู่ จะเรียกคำสั่งใดขึ้นจะแสดงสีน้ำเงินเข้ม หน้าต่างที่ไม่พร้อมรับคำสั่ง เมนูบาร์จะเป็นสีน้ำเงินจาง

### สำหรับแอนไอออน

#### กดคำสั่งที่เมนูบาร์ ของหน้าต่าง IC Net ดังนี้

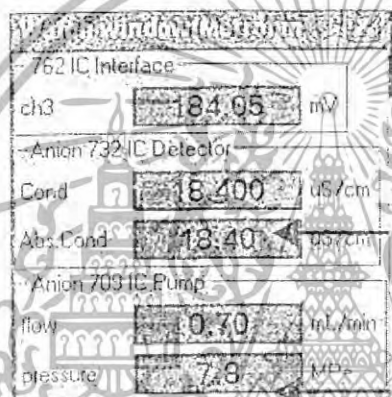
- File/open/System/Metrohm/Prep MSM+ ( จะมีหน้าจอส่วนประกอบของเครื่องมือ ดังรูปที่ ค.1 )
- Control/Connect to workplace



รูปที่ ค.2 แสดงหน้าจอคอมพิวเตอร์ เมื่อเรียกระบบ Prep MSM+ .smt

เอกสารนี้เป็นเอกสารสงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อนำไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาตเป็นการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- Control/Start determination (จะมีหน้าต่าง Watch window ขึ้นทุกครั้ง ดังรูปที่ ค.3) และมีหน้าต่างแสดงโครมาโทแกรมเมื่อเวลาผ่านไปหลังทำการกด Start determination โปรแกรม ทำการสั่งให้ซีฟเพรสเซอร์ทำงานทุก 20 นาที คือ การแปลงสัญญาณการนำไฟฟ้าของสารละลายที่ผ่านไปถึงเครื่องตรวจวัดสัญญาณ เมื่อคอลัมน์อยู่ในสภาพสมดุล เส้นโครมาโทแกรมจะเรียบโดยดูสัญญาณที่แกน Y (ค่ากระแส mV อยู่ระหว่าง -1 ถึง 1 mV) และแกน X (เวลาที่ผ่านไป ช่วง 10 นาที) และมีการลดลงของเส้นพีกหัวกลับทุก 20 นาที เนื่องมาจากการสั่งให้ ซีฟเพรสเซอร์ การใช้งานต้องทำให้คอลัมน์อยู่ในสภาพสมดุลกับสารละลายวัฏภาคเคลื่อนที่ก่อนเสมอ ทำการเดินเครื่อง (Run) อย่างน้อย 30 นาที



ค่าการนำไฟฟ้าของสารละลายวัฏภาคเคลื่อนที่สูงมาก อาจเกิดจากการเตรียมที่ไม่ถูกต้อง หรือหมดอายุการใช้งาน  
ความดันภายใน

รูปที่ ค.3 แสดงหน้าต่าง watch window ของระบบที่เรียก

- เมื่อคอลัมน์สมดุล ทำการกด Control/stop determination เพื่อหยุดการเดินเครื่อง และเข้าสู่ system และ method ที่ต้องการวิเคราะห์

### สำหรับแคทไอออน

#### กดคำสั่งที่เมนูบาร์ ของหน้าต่าง IC Net ดังนี้

- File/open/System/Metrohm/Normal Cation Training/
- การใช้งานต้องทำให้คอลัมน์อยู่ในสภาพสมดุลกับสารละลายวัฏภาคเคลื่อนที่ก่อนเสมอ คล้ายกับแอนไอออน แต่ไม่มีการซีฟเพรส เนื่องจากสารละลายวัฏภาคเคลื่อนที่ไม่มีสัญญาณรบกวน การวิเคราะห์แคทไอออนทำการเดินเครื่องอย่างน้อย 40 นาที ไม่ต้องเปลี่ยนโปรแกรมคำสั่งของระบบเหมือนแอนไอออน แต่ต้องเรียก method ที่ต้องใช้งานมา ตามคำสั่งต่อไปนี้  
File/Open/Method/Metrohm/C2\_150 Training/

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3. วิธีหาความเข้มข้นของสารตัวอย่าง

ตรวจสอบว่าเปิดระบบและ method ที่ใช้อยู่ตรงกับที่ต้องการหรือไม่ ถ้ายังไม่ใช่ระบบที่ต้องการ ให้กดคำสั่งดังนี้

- 3.1 File/Open/System/Metrohm/Normal Cation Training/ และ File/Open/Method/Metrohm/C2\_150 Training/ สำหรับเปิดระบบและ method ของแคทไอออน
- 3.2 File/Open/System/Metrohm/Normal anion with suppressor+ และ File/Open/Method/Metrohm/ASUPP5\_150 nitrate สำหรับเปิดระบบและ method สำหรับแอนไอออน
- 3.3 Control/Connect to workplace
- 3.4 Control/Start determination หน้าต่าง Edit sample description จะปรากฏดังรูปที่ 5 ให้ใส่ข้อมูลที่เกี่ยวข้องไป กรณีที่เริ่มทำให้ทำการขีดสารละลายมาตรฐาน ที่ความเข้มข้นต่างๆ หลายๆ ระดับ (อย่างน้อย 5 จุด) ใส่ หมายเลข 1, 2, 3 ... ตามลำดับความเข้มข้นจากน้อยไปมากของสารละลายมาตรฐาน และใส่ calibration level เป็น 0 สำหรับสารตัวอย่าง ( ดังตัวอย่างรูปที่ ค.4) เมื่อใส่เสร็จแล้วกด OK เครื่องมือจะรับคำสั่ง และทำการซีฟเฟอร์ลเซอร์ก่อน 1 ครั้ง และทำการปรับให้ค่าสัญญาณลัมพันซ์เป็นศูนย์ หรือเรียกว่า Offset หรือ Auto Zero รอจนหน้าจอ watch window แสดงค่า conductivity (cond) เป็น 0.000 mV
- 3.5 ระหว่างรอให้ค่า conductivity (cond) เป็น 0.000 mV ล้างฟลอปเซลล์ที่เป็นส่วนดูดสารเข้าสู่ Sample loop ด้วยน้ำความบริสุทธิ์สูง จุ่มปลายท่อฟลอปเซลล์ลงในสารละลายที่ต้องการวิเคราะห์ ให้ใช้เข็มฉีดยาฉีดฟลอปเซลล์ดูดสารละลายที่ต้องการวิเคราะห์เข้าไปล้างภายในเส้นท่อ และ ดูดสารละลายนั้นทิ้งลงภาชนะบรรจุของเสีย 2-3 ครั้ง หรืออย่างน้อย 0.5 มิลลิลิตร ต้องไม่ให้มีฟองอากาศ หลงเหลือในเส้นท่อ จึงกดคำสั่ง FILL ที่ตู้บรรจุคอลัมน์ หมายเลข 5 ในรูปที่ ค.1
- 3.6 เมื่อค่า conductivity (cond) เป็น 0.000 mV ให้ดูดสารละลายด้วยเข็มฟลอปเซลล์ซ้ำอีกครั้ง และกดคำสั่ง INJECT ที่ตู้บรรจุคอลัมน์หมายเลข 5 ในรูปที่ ค. 1
- 3.7 กรณีที่มีแท่งกราฟมาตรฐานเดิมอยู่การใส่ข้อมูลในหน้าต่าง Edit sample description ที่ Level ซ้ำของเดิม ค่าที่เดินเครื่องใหม่จะไปทับข้อมูลเดิมที่มีอยู่ ถ้ากด Save
- 3.8 สามารถดูกราฟมาตรฐานและค่า Correlation coefficient , R ได้ โดยใช้คำสั่งที่หน้าต่าง IC Net ดังนี้ Method/calibration/component/ จะมีหน้าต่างแสดงดังรูปที่ ค. 5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 3.9 แต่ถ้ายังไม่มีกราฟมาตรฐานอยู่ ต้องทำการ สร้างกราฟก่อนโดยการใส่ข้อมูลลงในหน้าต่าง ดังรูปที่ ค. 6 เช่นจำนวน Level และ ความเข้มข้นของสารมาตรฐานแต่ละตัวในตัวเลขความเข้มข้น โดยใช้คำสั่งที่หน้าต่าง IC Net ดังนี้ Method/calibration/component/
- 3.10 ใส่ข้อมูลว่าสารใดออกมา ณ เวลาใด (ใส่ค่า R<sub>t</sub>) โดยใส่ข้อมูลลงในหน้าต่างดังรูปที่ ค.7 โดยใช้คำสั่ง Method/calibration/Identification/ เมื่อใส่แล้วทำการ Save Method ด้วย
- 3.11 เมื่อเดินเครื่องเรียบร้อยแล้ว โครมาโทแกรมจะปรากฏและแสดงค่าผลการวิเคราะห์ ดังรูปที่ ค.8 ถ้าต้องการฉีดตัวอย่างให้ซ้ำเช่นเดิมตามข้อ 3.4-3.6
- 3.12 ระหว่างแต่ละตัวอย่าง ควรเดินเครื่อง และฉีดน้ำที่ความบริสุทธิ์สูงล้างสารที่อาจตกค้างในคอลัมน์ เพื่อให้แน่ใจว่าไม่มีไอออนค้างอยู่ภายในคอลัมน์ ก่อนทำการวิเคราะห์ ตัวอย่างครั้งต่อไป

level ของสารตัวอย่าง

Edit sample description: Metrohm			
Ident	Baseline	Calibration level	0
Info 1:	2373147		
Info 2:	?????		
Volume:	100 µl	Dilution:	1
		Vial number:	1
Amount:	1	Internal standard amount:	100
Date/Time when sample was collected (if different from injection time):			
0	0	0	9
			OK
			Cancel

**รูปที่ ค.4** แสดงหน้าต่างสำหรับรายละเอียดของสารที่ฉีดแต่ละครั้ง

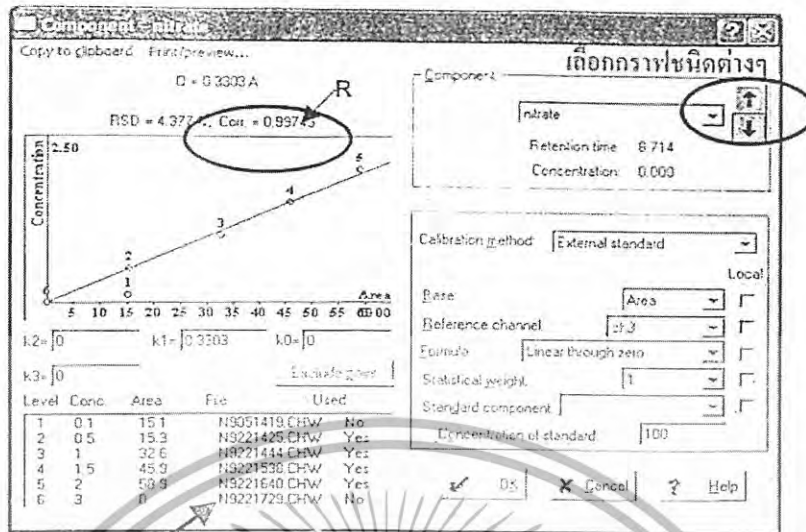
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4. การสร้าง Method และ Calibration curve

- 4.1 เปิด System และ Method ที่เป็นต้นแบบ (Template) เช่นการวิเคราะห์แอนไอออน ใช้คำสั่งเปิด File/Open/System/Metrohm/Normal anion with suppressor+ และ File/Open/Method/Metrohm/ASUPP5\_150 nitrate สำหรับเปิดระบบและ method สำหรับแอนไอออน และ File/Open/System/Metrohm/Normal Cation Training/ และ File/Open/Method/Metrohm/C2\_150 Training/ สำหรับเปิดระบบและ method ของ แคทไอออน
- 4.2 สร้าง method ใหม่สำหรับสารที่เราต้องการวิเคราะห์ โดยใช้คำสั่ง File/Save as/Method/XXX โดยที่ XXX.mtw คือชื่อ method ใหม่ที่เราต้องการสร้าง ห้ามใช้ชื่อซ้ำเดิม ณ เวลานั้น Method จะมีชื่อกำหนดต่างๆ เหมือน Method ที่เป็นต้นแบบทุกประการ ต่อไปจึงเป็นการแก้ไขให้มีชื่อกำหนดตามที่เราต้องการวิเคราะห์
- 4.3 กำหนดชนิดและค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานในช่วงที่ทำการวิเคราะห์ โดยเปิดหน้าต่างดังรูปที่ ค.6 และแก้ไขข้อมูลให้ถูกต้อง ข้อควรระวัง ต้องตรวจสอบข้อมูลใหม่ให้ถูกต้องทั้งค่าความเข้มข้น และ level ที่ได้
- 4.4 ทำการบันทึกข้อมูลใหม่ให้เป็นปัจจุบัน และตรวจสอบว่า ณ เวลานั้นเปิด Method XXX.mtw ที่สร้างใหม่แล้ว โดยการคลิกเมาส์ด้านขวา และกดคำสั่ง set up ดูชื่อ Method ที่ link ว่า เป็น XXX.mtw หรือไม่ ถ้าไม่ใช่ให้กด Choose เพื่อเรียก Method ที่สร้างใหม่ และกด Choose และทำตามข้อที่หัวข้อ 3.4
- 4.5 ทำการฉีดสารมาตรฐานทุก level โดยเรียงลำดับจากความเข้มข้นน้อยไปมาก และทำการ Save Method ด้วย
- 4.6 ดูค่า R หรือ Correlation coefficient มีค่าเข้าใกล้ 1.00 หรือไม่ (ค่าที่ยอมรับได้ = 0.999xx)
- 4.7 ถ้าข้อมูลของ level ใดทำหน้าที่ให้เส้นกราฟไม่เป็นเส้นตรง ให้กดที่ level นั้น และกด Exclude point ที่หน้าต่างรูปที่ ค.5 จากรูปแสดงว่า level 1 และ level 6 ไม่นำมาใช้ในการสร้างกราฟมาตรฐาน พิจารณาว่าค่า R ว่าเพิ่มเป็นค่าที่ยอมรับได้หรือไม่ถ้าค่า R ยอมรับได้ให้ กด Save Method และ (Run) ตัวอย่างต่อไปได้

**ข้อควรระวัง** level ที่นำมาสร้างกราฟต้องมีไม่น้อยกว่า 5 จุด ครอบคลุมความเข้มข้นของสารตัวอย่าง และเป็นช่วงเส้นตรง (Linear Range)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



โทรมาโทแกรมสารละลายมาตรฐาน level 6 ที่ไม่นำมาใช้ในการทำกราฟมาตรฐาน

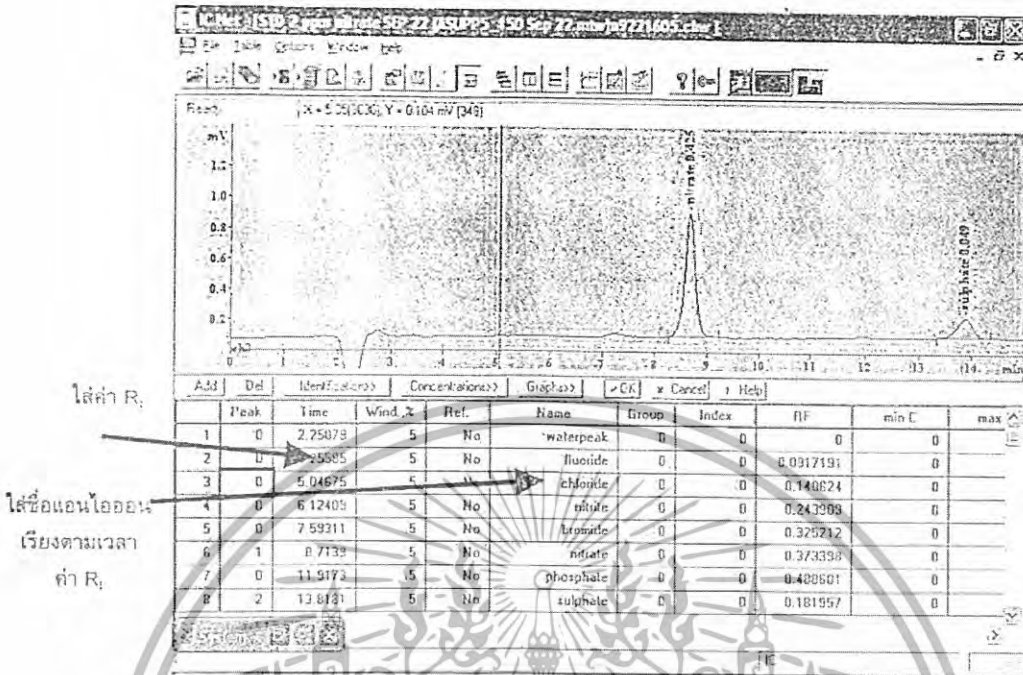
รูปที่ ค.5 แสดงหน้าต่างแสดงรายละเอียดของกราฟมาตรฐาน

	Name	This run	Level 1	Level 2	Level 3
1	lithium	0	0.5	1	
2	sodium	0	10	20	
3	ammonium	0	0	0	
4	potassium	0	0.5	1	
5	sulfium	0	0.5	1	
6	magnesium	0	0.5	1	

สำหรับเพิ่มข้อมูลสารละลายมาตรฐานอีกครั้งละ 1 Level

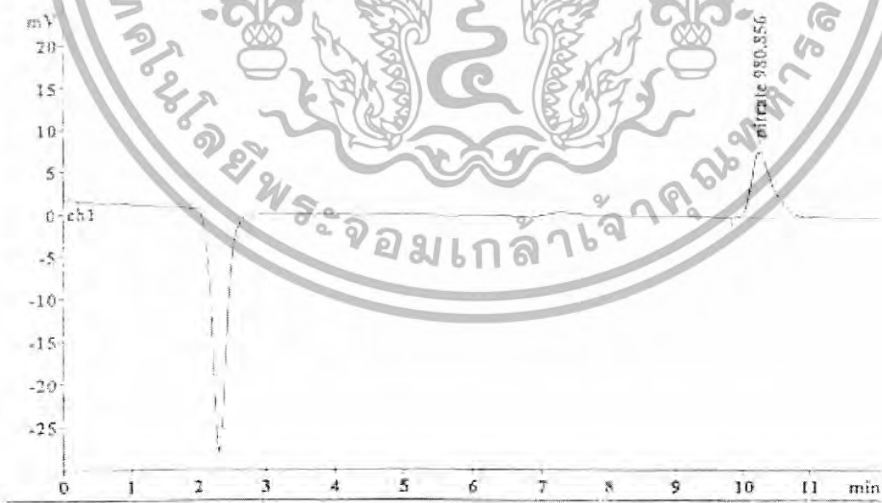
รูปที่ ค.6 แสดงหน้าต่างสำหรับใส่ข้อมูลเกี่ยวกับสารละลายมาตรฐานแคโทไดออน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ใส่ค่า R<sub>i</sub>  
ใส่ชื่อแอนไอออน  
เรียงตามเวลา  
ค่า R<sub>i</sub>

รูปที่ ค.7 แสดงหน้าต่างสำหรับดูข้อมูลเกี่ยวกับสารมาตรฐานแอนไอออน



รูปที่ ค.8 แสดงโครมาโทแกรมของตัวอย่างไนเตรตไอออน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 5. วิธีการปิดเครื่อง

1. ไปที่หน้าต่างของระบบวิเคราะห์ของไอออนที่ต้องการปิด และกดคำสั่ง Control/Stop determination (ถ้ามีหน้าจอที่ไม่เกี่ยวข้อง เช่น Chromatogram ให้ปิดให้หมด กรณีที่มีการเปลี่ยนแปลง ถ้าต้องการ save ให้กด save ด้วย) เมื่อเสร็จให้ทำขั้นต่อไป
2. กด Control/Shut down Hardware
3. Control/Disconnect to workplace
4. System/Close
5. สับตัวล๊อคของด้าน Suppressor IC 753 ลงด้วย
6. ดูหน้าจอไม่มีไอคอนตรงเมนูบาร์ ของหน้าต่าง IC Net ถ้ามีให้ไปดับเบิลคลิกที่ไอคอนดังกล่าว และทำซ้ำ 4 ครั้ง
7. ปิดคอมพิวเตอร์ตามปกติ
8. ปิดสวิตซ์ไฟทั้งหมด

### ข้อสังเกต

1. ต้องมีสารละลายหยดออกมาของการเดินเครื่องจากปลายเส้นท่อลงในขวดบรรจุของเสียเสมอ เมื่อเริ่มทำการเดินเครื่อง
2. โครมาโทแกรมของการเดินเครื่อง PREP MSM+ ที่ปรากฏจะมีการ suppress ทุก 20 นาที กรณีที่ไม่ได้ใช้งานเครื่องมานาน ควรเดินเครื่อง PREP MSM+ อย่างน้อย 1 ชั่วโมง หรือดูเส้นโครมาโทแกรมเรียบ
3. การวิเคราะห์ทั้งแคทและแอนไอออน สามารถทำได้พร้อมกัน เนื่องจากมีหน่วยย่อยที่แยกกัน แต่ประมวลผลด้วยโปรแกรม IC Net 2.3 เหมือนกัน
4. เลือก Method ดับเบิลคลิกที่รูปคีย์บอร์ด หรือ File/Open/Method แล้วเลือก Method ที่เคยเซฟไว้
5. ถ้าต้องการปรับ Scale ให้คลิกขวาที่โครมาโทแกรม แล้วเลือก appearance และกำหนด Scale แกน X หรือ แกน Y ตามต้องการ
6. ถ้าต้องการดู Retention time ให้ใช้คำสั่ง Method/Calibration/Component
7. ถ้าต้องการเปลี่ยนข้อมูล เช่น ชื่อตัวอย่าง หรือเวลาในการเดินเครื่องสารอยู่สามารถเปลี่ยนได้ ให้ใช้คำสั่ง Method/Passport แล้วจึงแก้ไขข้อมูล
8. ถ้าต้องการแก้ Retention time เมื่อค่า  $R_f$  เปลี่ยนไป เช่นเมื่อเปลี่ยนสารละลายวิทยภาคเคลื่อนที่ใหม่ ให้ใช้คำสั่ง Method/Calibration/Component/ กดเลือกพิกที่ที่ต้องการ (จะมีสีแดงขึ้น) จากนั้นกดคำสั่ง/Identification/Update

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

9. ถ้าต้องการดูข้อมูลเก่าของกราฟมาตรฐานเดิม ให้ใช้คำสั่ง Method/Calibration/Graph/ กด ลูกศรขึ้นลงเลือกกราฟที่ต้องการดูข้อมูล แต่ถ้าเดินเครื่องสารถลายมาตรฐานเสร็จแล้ว และ กด Save method ข้อมูลที่เดินเครื่องใหม่จะไปลงทับข้อมูลเดิม

## 6. ความหมายของโปรแกรม คำสั่งใน IC Net 2.3 ที่เกี่ยวข้องกับ ระบบ (System)

หมายถึง โปรแกรมซอฟต์แวร์ของการจัดกลุ่มหน่วยย่อยที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์ จะมีชื่อ สกูลที่ลงท้ายด้วย \*.smt เช่น ในการหาแอนไอออน ต้องใช้หน่วยย่อย คือ

762 IC Interface  
709 IC pump  
732 IC Detector  
753 IC Suppressor ฯลฯ

ในโปรแกรม IC Net 2.3 ได้จัดระบบสำหรับการทำงานสำหรับการวิเคราะห์ของนักศึกษาไว้ แล้ว กรณีที่ต้องการดัดแปลงให้เหมาะสมกับสารตัวอย่างของตัวเอง ต้องศึกษาโปรแกรมเพิ่มเติมก่อน

ระบบ PREP MSM+.smt สำหรับการเตรียมคอลัมน์แอนไอออน ให้ระบบโดยรวมของการ วิเคราะห์ในสถานะสมดุลก่อน

ระบบ Normal anion with suppressor+.smt สำหรับการวิเคราะห์แอนไอออน

ระบบ Normal Cation Training.smt สำหรับการวิเคราะห์แคตไอออน

### Method

หมายถึง โปรแกรมซอฟต์แวร์ของการจัดวิธีการวิเคราะห์ ควบคุมการทำงานของหน่วยต่างๆ ณ ช่วงเวลาต่างๆ ผ่านเครื่องคอมพิวเตอร์ รวมทั้งการประมวลผล จะมีชื่อสกูลที่ลงท้ายด้วย \*.mtw เมื่อ ทำการหาปริมาณสารตัวอย่างเมื่อเทียบกับสารมาตรฐานแล้ว โดยมีการอ่านค่าสัญญาณโครมาโทแกรม อินทิเกรตพีคที่เกิดขึ้นในช่วงเวลาที่กำหนดให้เป็นเอกลักษณ์ของสารนั้นๆ เช่น ณ เวลา 5.64 นาที ภายหลังการฉีดสารเข้าสู่คอลัมน์ สัญญาณที่ตรวจวัดได้จะเป็นพีคของไอออน A เสมอ เมื่อทำด้วย สภาวะเงื่อนไขเช่นเดิมจะสามารถใช้ Method นี้ในการหาไอออน A ได้ทั้งแบบ คุณภาพวิเคราะห์ เช่น ดูว่ามีไอออน A ในสารละลายหรือไม่ ถ้ามีเมื่อทำการฉีดสารตัวอย่าง จะมีพีคปรากฏ ณ เวลา 5.64 นาที เสมอ และสามารถหาไอออน A แบบปริมาณวิเคราะห์ได้ โดยการฉีดสารมาตรฐานของไอออน A ที่ความเข้มข้นต่างๆ อย่างน้อย 5 จุด และสั่งทำกราฟมาตรฐาน หาความสัมพันธ์เชิงเส้นในรูปสมการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อฉีดสารตัวอย่างอ่านค่าพีคที่ได้ นำมาคำนวณโดยใช้สมการ หาปริมาณแอนไอออน A ในสารละลายตัวอย่างได้ เช่น ตัวอย่างโครมาโทแกรมของไนเตรต ในการวิเคราะห์ผู้วิเคราะห์ต้องทำกราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์แต่ละครั้งเอง สามารถดูตัวอย่างได้จากแฟ้ม เช่น

ASUPP5\_150 nitrate.mtw สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณแอนไอออน

C2\_150 Training.mtw สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณแคทไอออน

## 7. ปัญหาและเทคนิคการแก้ไข

1. กรณีค่า conductivity มากเกิน (เป็นสีแดง) ให้ตรวจสอบว่า Suppressor ทำงานหรือไม่ โดยดับเบิ้ลคลิกที่ ion suppressor ตรวจสอบโปรแกรมการสั่งงาน suppressor ว่าปกติหรือไม่ และกด Pump ON หนึ่งครั้ง ให้ suppressor ทำงาน ค่า conductivity ควรลดลงเป็นปกติ
2. กรณีมีพีคต่างๆ มากมาย ซึ่งเป็นสารปนเปื้อนในสารละลายที่ฉีด และไม่ใช่สารที่ต้องการวิเคราะห์ให้ไปตรวจสอบคำสั่งการประมวลผล โดยกด Method/Integration/ ตรวจสอบเงื่อนไขในการอินทิเกรตให้เหมาะสม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ง.  
แสดงวิธีการคำนวณ

ง.1 วิธีการคำนวณหาค่าเฉลี่ย ( $\bar{X}$ )

$$\bar{X} = \frac{\sum Xi}{n}$$

ง.2 วิธีการคำนวณหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard Deviation, SD)

$$SD = \frac{\sum (Xi - \bar{X})^2}{n}$$

ง.3 วิธีการคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์ของความสัมพันธ์ (Regression Coefficient,  $r^2$ ) ของกราฟมาตรฐาน

$$R^2 = \frac{N\sum xy - (\sum x)(\sum y)}{(N\sum x^2 - \sum x^2)(N\sum y^2 - \sum y^2)}$$

ง.4 วิธีการคำนวณหาค่าร้อยละของการได้กลับคืน (% recovery)

$$\% \text{recovery} = \frac{\text{ความเข้มข้นของ spike sample} - \text{ความเข้มข้นของ sample}}{\text{ความเข้มข้นของ Standard}} \times 100$$

ง.5 วิธีการคำนวณหาปริมาณความเข้มข้นของกรด โกล โคลิก ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางตัวอย่าง

$$C_1 = \frac{C_2 \times V_2}{V_1}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

<b>โครงการพิเศษ</b>	การตรวจวัดหาปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางด้วยเทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี
<b>นักศึกษา</b>	สุนิสา หอมสวัสดิ์ สุภาพร บันจันตา
<b>ภาควิชา</b>	เคมี คณะวิทยาศาสตร์
<b>สาขาวิชา</b>	เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์
<b>ปีการศึกษา</b>	2548
<b>อาจารย์ที่ปรึกษา</b>	ผศ.คณิตา ตั้งคณานุรักษ์

### บทคัดย่อ

ผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางที่ทำให้หน้าขาวส่วนใหญ่ที่มีขายตามท้องตลาดจะมีส่วนผสมของกรดไกลโคลิก เพื่อกำจัดเซลล์ผิวที่ตายแล้วให้หลุดออกไป แล้วผลัดเซลล์ผิวใหม่ขึ้นมา แต่กรดไกลโคลิกนั้นมีทั้งข้อดีและข้อเสีย เพราะกรดไกลโคลิกมีความไวต่อรังสีอัลตราไวโอเล็ต

ดังนั้นโครงการวิจัยนี้มีความมุ่งหมายที่จะตรวจวัดปริมาณกรดไกลโคลิกที่มีอยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางด้วยเทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี เนื่องจากคณะผู้วิจัยเห็นว่าเทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี เป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพในการตรวจวิเคราะห์ปริมาณไอออนและเป็นวิธีที่สะดวก รวดเร็ว ไม่ต้องมีการเตรียมตัวอย่างที่ยุ่งยาก

โดยในการศึกษาครั้งนี้ คณะผู้วิจัยต้องศึกษาความไวของการตรวจวัด การเตรียมกราฟมาตรฐาน การตอบสนองเป็นเส้นตรง ทำการตรวจวัดผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางยี่ห้อ Covermark Vichy , Smooth E , Olay , Maple , Dr.Japan , Nuejina และ ประเมิณผล

จากการศึกษาครั้งนี้พบว่าวิธีไอออนโครมาโทกราฟีง่าย (ไม่ต้องมีการเตรียมที่ยุ่งยาก) และมีความไวต่อการตรวจวัด ซึ่งค่าการตอบสนองเป็นเส้นตรง (Linearity) ของกราฟมาตรฐานกรดไกลโคลิกเป็นเส้นตรง ในช่วงความเข้มข้น 10 – 40 ppm โดยมีความสัมพันธ์ของความสัมพันธ์เท่ากับ 0.990 สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์ตัวอย่างเครื่องสำอาง พบว่าผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง Covermark , Vichy , Smooth E , Olay , Maple , Dr.Japan , Nuejina และ Pond มีความเข้มข้นเท่ากับ 8.7762 , 11.8736 , 11.5036 , 11.2730 , 6.1679 , 8.5109 , 5.950 และ 12.877 ppm ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

<b>Special Project Title</b>	Determination of glycolic acid in cosmetic products by Ion-Chromatography
<b>Name</b>	Miss. Sunisa Homsawat Miss. Supaporn PUNCHUNTA
<b>Department</b>	Chemistry
<b>Program</b>	Industrial Chemistry – Analytical Instrument
<b>Academic Year</b>	2005
<b>Special Project Advisor</b>	Asst.prof. kanita TANGKANANURUK

### ABSTRACT

Glycolic acid was a chemical substances that are present in whitening cosmetic products for stimulation renewal of skin cells and the colors of skin becomes lighter . However glycolic acid has disadvantage too because it was sensitive for ultraviolet- ray .

Therefore , this project was aimed to study the determination of glycolic acid in whitening cosmetics by using ion – chromatography technique (IC) . The IC system consisting of a IC anion column ( Metrosep A supp 5-150) , with 732 IC Detector and mobile phase consisting of 1.0 mM NaHCO<sub>3</sub> / 3.2 mM Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> buffer .

The calibration curve of glycolic acid was prepared and resulted linearity range about 10 - 40 ppm and regression coefficient (R<sup>2</sup>) of 0.990 . The eight commercial cosmetic samples were determined . The results of glycolic acid (GA) concentration were 8.7762 ppm GA of Covermark , 11.8736 ppm GA of Vichy , 11.5036 ppm GA of Smooth E , 11.2730 ppm GA of Olay , 6.1679 ppm GA of Meple , 8.5109 ppm GA of Dr.Japan , 5.950 ppm GA of Nuejina and 12.8770 ppm GA of Pond , respectively.

From this study , it was found that the method is rapid , simple (no special sample pretreatment) and gave a good accuracy , precision , linearity and low limit of detection

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## กิตติกรรมประกาศ

การจัดทำโครงการพิเศษนี้ สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี เนื่องจากการได้รับการดูแล , เอาใจใส่ , ช่วยเหลือ , แนะนำ , การอำนวยความสะดวก และสิ่งที่เป็นประโยชน์ของคณาจารย์และผู้ที่เกี่ยวข้อง แก่ผู้จัดทำ ตลอดจนการตรวจทาน และแก้ไขโครงการพิเศษฉบับนี้

ขอขอบพระคุณ ผศ.คณิตา ตั้งคณานุรักษ์ เป็นอย่างสูงที่ให้คำปรึกษา ช่วยแก้ไขปัญหา คอยเอาใจใส่ดูแล ให้ความช่วยเหลือในการทำโครงการพิเศษนี้มาตลอด

ขอขอบพระคุณ ดร.วิบูลย์ ประดิษฐ์เวียงคำ และ อ.สุจินต์ ต้นดีพิสิฐกุล อาจารย์ คณะกรรมการตรวจสอบโครงการพิเศษที่ให้ความกรุณาแก้ไขโครงการพิเศษให้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น และเจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมีทุกท่านที่คอยช่วยเหลือให้การทำโครงการพิเศษนี้ดำเนินไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณ ผศ.กรองแก้ว ทิพย์ศักดิ์ และ คุณปราณี บุญวัฒน์ ที่ช่วยดูแลเรื่องการใช้เครื่องไฮออนโครมาโทกราฟี ให้การทำงานสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา ที่ให้คำปรึกษาที่ดี และให้กำลังใจตลอดมา ขอบคุณเพื่อนๆ ทุกคนที่คอยช่วยเหลือตลอดการทำโครงการพิเศษนี้

นอกจากนี้บุคคลที่มีส่วนช่วยที่ได้กล่าวไว้ ณ ที่นี้ขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูง

นางสาวสุนิสา หอมสวัสดิ์

นางสาวสุภาพร ปันจันตา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูป	ช
<b>บทที่ 1</b>	<b>บทนำ</b>
	1.1 ความเป็นมาของโครงการพิเศษ 1
	1.2 วัตถุประสงค์ 2
	1.3 ขอบเขตของงานวิจัย 2
	1.4 ขั้นตอนการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน 3
	1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ 4
<b>บทที่ 2</b>	<b>ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง</b>
	2.1 glycolic acid 5
	2.2 โครงสร้างของสาร AHA 5
	2.3 ผลของกรดไกลโกลิกต่อผิวหนัง 6
	2.4 การเลือกใช้กรดไกลโกลิก 7
	2.5 ปริมาณที่ใช้ในเครื่องสำอาง 8
	2.6 การออกฤทธิ์สาร AHA 8
	2.7 ข้อควรระวังเมื่อใช้กรดไกลโกลิก 8
	2.8 การควบคุมการใช้สาร AHA 9
	2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง 9
<b>บทที่ 3</b>	<b>วิธีดำเนินการวิจัย</b>
	3.1 เครื่องมือ 11
	3.2 สารเคมี 11
	3.3 วิธีการเตรียมสารละลาย 12
	3.4 วิธีการดำเนินการทดลอง 14
	3.5 การประเมินผลการวิเคราะห์ค่าต่างๆ 15

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญญ(ต่อ)

	หน้า
<b>บทที่ 4</b>	
<b>ผลการทดลองและการอภิปราย</b>	
4.1 การตรวจสอบความเหมาะสมของวิธีวิเคราะห์	16
4.2 การวิเคราะห์หาปริมาณกรดไกลโคลิกที่อยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง	21
<b>บทที่ 5</b>	
<b>สรุปและข้อเสนอแนะ</b>	23
<b>บรรณานุกรม</b>	25
<b>ภาคผนวก</b>	
ภาคผนวก ก. แสดงผลการวิเคราะห์	26
ภาคผนวก ข. แสดงผลการทดลอง	29
ภาคผนวก ค. เครื่องไฮออนโครมาโทกราฟี	41
ภาคผนวก ง. แสดงวิธีคำนวณ	63



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 แสดงสาร AHA ชนิดต่างๆ จากผลไม้ต่างๆ	5
ตารางที่ 4.1 แสดงผลค่าเฉลี่ยเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) ของการทำ Repeatability และ Reproducibility	17
ตารางที่ 4.2 แสดงความเข้มข้นของกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง ที่ทำการ spiked sample ชนิดต่างๆแล้ว	19
ตารางที่ 4.3 แสดงผลการศึกษาความแม่นยำ(accuracy) ของวิธีวิเคราะห์	20
ตารางที่ 4.4 แสดงความเข้มข้นของกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางชนิดต่างๆ	22
ตารางที่ 4.5 ปริมาณกรดไกลโคลิกที่อยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางซึ่งจะได้ความเข้มข้นที่แท้จริง	22



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 4.1 แสดงผลการศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรง (Linearity) ของกราฟมาตรฐานกรดไกลโคลิก	16
รูปที่ 4.2 แสดงผลการศึกษาการหาความแม่นยำปริมาณกรดไกลโคลิก ที่อยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางโดยเทียบกับกราฟมาตรฐานกรดไกลโคลิก	18
รูปที่ 4.3 แสดงผลการศึกษาการหาปริมาณกรดไกลโคลิกที่อยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางโดยเทียบกับกราฟมาตรฐานกรดไกลโคลิก	21
รูปที่ ค.1 แผนภาพแสดงองค์ประกอบของเครื่องไอออนโครมาโทกราฟี	41
รูปที่ ค.2 แสดง pneumatic amplifier pump	42
รูปที่ ค.3 แสดง syring type pump	43
รูปที่ ค.4 แสดง reciprocating pump	43
รูปที่ ค.5 แสดง external loop valve	44
รูปที่ ค.6 แสดง internal loop valve	45

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาของโครงการพิเศษ

ในโลกมนุษย์ปัจจุบันได้มีการเปลี่ยนแปลงไปมาก ซึ่งก่อให้เกิดปัญหามลพิษที่ส่งผลกระทบต่อสภาพแวดล้อมทำให้แสงแดดส่องมายังโลกมากขึ้น โดยมีชั้นโอโซนเป็นตัวคอยกรองรังสีอัลตราไวโอเล็ต (UV) ที่ส่องมายังโลกให้มีปริมาณรังสีอัลตราไวโอเล็ตน้อยลง แต่ในขณะนี้ปริมาณโอโซนมีจำนวนน้อยลงเนื่องจากการตัดต้นไม้ทำลายป่าเยอะ จึงทำให้อัตราที่ส่องมายังโลกมีความรุนแรงมากขึ้น โดยเฉพาะทางทวีปเอเชียที่มีภูมิประเทศตั้งอยู่ในเขตร้อน ทำให้คนที่อยู่ในทวีปเอเชียเป็นโรคมะเร็งผิวหนังมากกว่าคนที่อาศัยอยู่ในทวีปยุโรป เพราะฤทธิ์แสงแดดที่มีรังสีอัลตราไวโอเล็ตจะทำลายเนื้อเยื่อที่บอบบางของผิวหนัง สร้างรอยเหี่ยวย่นและตกร่องก่อนวัยอันควร ซึ่งเป็นผลจากการสังเคราะห์เสียหายของผิวหนังอย่างค่อยเป็นค่อยไป

รังสีอัลตราไวโอเล็ต (UV) จากแสงแดดแบ่งได้เป็น 2 ชนิดคือ UVA และ UVB ซึ่งรังสี UVB มีความรุนแรงมากกว่ารังสี UVA ซึ่งรังสีอัลตราไวโอเล็ตนี้เป็นตัวการสำคัญที่ก่อให้เกิดโรคมะเร็งผิวหนังและรอยเหี่ยวย่น เวลามนุษย์ถูกแสงแดดนานๆ รังสีอัลตราไวโอเล็ตจะทำลายเส้นใยคอลลาเจนและอีลาสตินทำให้ผิวหนังเสียความยืดหยุ่น

กรดผลไม้หรือสารAHA ซึ่งย่อมาจาก Alpha Hydroxy Acid เป็นกรดที่ได้มาจากผลไม้หลายชนิดมีฤทธิ์ทำให้ผิวหนังชั้นนอกลอกออกเล็กน้อย กรดเหล่านี้ส่วนใหญ่ได้มาจากผลไม้ จึงเรียกง่าย ๆ ว่ากรดผลไม้หรือ Fruit acid

นอกจากนี้ก็ยังพบว่าสาร AHA ในขิง อ้อย นม น้ำมะเขือเทศ และไวน์ และยังสามารถผลิตสาร AHA ในห้องปฏิบัติการได้อีกด้วย

กรดผลไม้ที่รู้จักกันดีคือกรดไกลคอลิก (Glycolic acid) ซึ่งเตรียมได้จากน้ำอ้อย และองุ่นดิบ กรดผลไม้ลอกฤทธิ์โดยการซึมผ่านผิวหนังชั้นที่เคลือบผิวและทำให้เซลล์ผิวหนังชั้นนี้หลุดออกจากกัน ทำให้ผิวสดใสและผิวหนังด้านล่างจะงอกขึ้นมาใหม่ บางครั้งเมื่อทากรดผลไม้อาจเกิดอาการแสบคันหรือเกิดรอยแดงซึ่งจะหายไปภายใน 20 นาที การเลือกซื้อเครื่องสำอางประเภทสาร AHA และสาร BAH ผู้ใช้ต้องทราบถึงค่าความเป็นกรดเป็นด่าง (pH) ของผลิตภัณฑ์นั้น เครื่องสำอางสาร AHA ส่วนใหญ่มีความเข้มข้นของกรดสาร AHA ตั้งแต่ร้อยละ 1-15 ความเข้มข้นของสาร AHA ที่ต่ำที่สุดที่ทำให้ผิวลอกได้คือร้อยละ 4 ถ้าความเข้มข้นสูงถึงร้อยละ 8-15 ผิวจะลอกมากและทำให้ผิวระคายเคืองได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปัจจุบันในประเทศไทยมีการใช้เครื่องสำอางผสมสาร AHA อย่างแพร่หลายโดยเฉพาะการผสมกรดไกลโคลิกเข้าไป ซึ่งการผสมกรดไกลโคลิกนั้นมีทั้งข้อดีและข้อเสีย เพราะกรดไกลโคลิกมีความไวต่อรังสีอัลตราไวโอเล็ต ถ้าใช้เครื่องสำอางที่มีส่วนผสมของกรดไกลโคลิกปริมาณเกินที่มาตรฐานกำหนดไว้อาจจะก่อให้เกิดผลเสีย ซึ่งองค์การอาหารและยาได้กำหนดปริมาณกรดไกลโคลิกอยู่ที่ไม่เกิน 3-10 %

ดังนั้นคณะผู้วิจัย จึงเห็นความสำคัญในการเก็บตัวอย่างเครื่องสำอางที่ขายในท้องตลาด โดยเฉพาะสินค้าที่ไม่ค่อยน่าเชื่อถือผลิตโดยผู้ผลิตที่ไม่ได้รับการประกันคุณภาพสินค้ามาวิเคราะห์หาปริมาณกรดไกลโคลิกด้วยเทคนิค Ion chromatography (IC) ซึ่งในงานวิจัยจะทำให้ทราบว่าทำให้ทราบว่าผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางที่ขายตามท้องตลาดอยู่ในมาตรฐานที่องค์การอาหารและยากำหนดไว้หรือไม่ เพื่อความปลอดภัยของผู้บริโภค

## 1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อหาปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางที่มีขายตามท้องตลาดว่ามีปริมาณเกินเกณฑ์มาตรฐานที่กำหนดหรือไม่
2. เพื่อศึกษาประสิทธิภาพในการตรวจวัดปริมาณของกรดไกลโคลิกในเครื่องสำอาง ด้วยเทคนิควิธี IC

## 1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. ตรวจวัดปริมาณกรดไกลโคลิกในสารละลายมาตรฐานไกลโคลิกด้วยเทคนิค IC เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมของเครื่อง IC กราฟมาตรฐาน (Calibration curve) และสมการเส้นตรง (linearity)
2. ตรวจวัดหาปริมาณกรดไกลโคลิกในสารละลายตัวอย่างกรดไกลโคลิกที่สกัดได้ ด้วยเทคนิค IC

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 1.4 ขั้นตอนการทำวิจัยและดำเนินงาน

ตารางแสดงขั้นตอนการวิจัยและช่วงเวลา

งานที่ทำ	พ.ค. 2548	มิ.ย. 2548	ก.ค. 2548	ส.ค. 2548	ก.ย. 2548	ต.ค. 2548	พ.ย. 2548	ธ.ค. 2548	ม.ค. 2549	ก.พ. 2549	มี.ค. 2549
การเก็บรวบรวม ข้อมูล		←————→									
การส่งข้อสาร						←————→					
การเตรียมกราฟ มาตรฐานด้วย เทคนิค IC ของ สารละลาย มาตรฐานกรด ไกลโคลิก								←————→			
การเก็บตัวอย่าง เครื่องสำอาง									←————→		
การตรวจวัดหา ปริมาณกรดไกล โคลิกใน ตัวอย่าง ผลิตภัณฑ์ เครื่องสำอาง									←————→		
การประเมินผล การวิเคราะห์										←————→	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถตรวจวิเคราะห์ปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางว่ามีปริมาณอยู่ในเกณฑ์ที่กำหนดไม่เป็นอันตรายต่อผู้บริโภคบริโภค
2. เพื่อเป็นข้อมูลสำหรับผู้บริโภคในการตัดสินใจเลือกใช้ผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางที่มีกรดไกลโคลิกเป็นองค์ประกอบได้อย่างถูกต้อง
3. สามารถเป็นแนวทางในการศึกษาการวิเคราะห์หาปริมาณสารอื่นๆ ที่ผสมอยู่ในเครื่องสำอาง เพื่อตรวจดูว่ามีปริมาณสารต่างๆ มีปริมาณเกินกว่าที่องค์การอาหารและยาคำหนดไว้หรือไม่



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของอิเล็กโทรไลต์ช่วย และสารละลายเคลื่อนที่ที่ใช้ในเทคนิคทางไซคลิกโวลเทมเมทรี เพื่อใช้ในการตรวจวัดยาปฏิชีวนะคีตาซาไมซิน (Kitasamycin)

3. ศึกษาการนำขั้วไฟฟ้าฟิล์มบางเพชรเจือโบรอนเพื่อใช้ในการตรวจวัดยาปฏิชีวนะคีตาซาไมซิน (Kitasamycin) โดยใช้เทคนิคทางแอมเพอโรเมทรีในระบบฉีดไหลต่อเนื่อง

#### 1.4 คำจำกัดความ

ยาปฏิชีวนะคีตาซาไมซิน (Kitasamycin) เป็นยาปฏิชีวนะในกลุ่ม macrolide ใช้สำหรับสัตว์ปีกและสุกร

#### 1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถนำขั้วไฟฟ้าชนิดฟิล์มบางเพชรเจือโบรอนมาประยุกต์ใช้ในงานวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าได้
2. สามารถวิเคราะห์หาปริมาณของยาปฏิชีวนะคีตาซาไมซิน โดยใช้เซลล์เคมีไฟฟ้าที่ใช้วัสดุภายในประเทศ ราคาถูก ใช้งานง่าย สะดวก และใช้ระยะเวลาในการวิเคราะห์สั้น
3. เพื่อเป็นข้อมูลอ้างอิงของการนำขั้วไฟฟ้าฟิล์มบางเพชรเจือโบรอน และเซลล์เคมีไฟฟ้ามาประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ยาในกลุ่มต่าง ๆ ต่อไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 2

### ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1 Glycolic Acid

Glycolic Acid (2-Hydroxyethanoic acid) มีสูตรคือ  $\text{HOCH}_2\text{COOH}$  นั้นเป็นสารในตระกูลสาร AHA ซึ่งเป็น สารที่สกัดจากอ้อย กรดไกลโคลิกซึ่งถือว่าเป็นชนิดที่มีโมเลกุลเล็กที่สุดในตระกูลสาร AHA แต่มีประสิทธิภาพในการซึมผ่านผิวและออกฤทธิ์ได้ดีเยี่ยม สาร AHA เป็นตัวย่อของ Alpha Hydroxy Acids ซึ่งเป็นกลุ่มของสารประกอบประเภทกรดอินทรีย์ ที่สกัดได้จากธรรมชาติ จริง ๆ แล้วมันก็คือ กรดผลไม้ (Fruit acid) ที่ทำให้มีรสเปรี้ยวจากผลไม้ตนเอง ในสมัยก่อนหรือแม้แต่ปัจจุบัน ได้มีการนำเอาผลไม้บางชนิดมาพอกหน้า เช่น แตงกวา , มะขาม , แครอท , แอปเปิ้ล ฯลฯ แล้วจะทำให้ผิวนี้นูนขึ้น ดูสดใสขึ้น นอกจากนี้ยังมีสารในตระกูล AHA อีกมากมาย อาทิเช่นสารสกัดจากนมเปรี้ยวหรือมะเขือเทศ (Lactic Acid) ที่ช่วยให้ผิวนุ่มนวลและเรียบเนียนขึ้น สารสกัดจากมะนาว (Citric Acid) มีคุณสมบัติในการต่อต้านอนุมูลอิสระและทำให้เซลล์ผิว แข็งแรง

#### 2.2 โครงสร้างของสาร AHA

AHA ที่ได้จากพืชต่างชนิดกัน จะมีคุณสมบัติต่างกัน อันเนื่องมาจากโครงสร้างของ AHA ที่แตกต่างกัน จำนวนคาร์บอนอะตอมที่แตกต่างกัน

ตารางที่ 2.1 แสดงสาร AHA ชนิดต่างๆ จากผลไม้ต่างๆ

AHA	ชื่อทางเคมี	C อะตอม	แหล่งที่พบ
Glycolic acid	2-Hydroxyethanoic acid	2	อ้อย
Lactic acid	2-Hydroxypropionic acid	3	โยเกิร์ต, มะเขือเทศ
Malic acid	2-Hydroxybutanedioic acid	4	แอปเปิ้ล
Tartaric acid	2,3-Dihydroxybutanedioic acid	4	มะขาม, องุ่น, ไวน์
Citric acid	2-Hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid	5	ส้ม, มะนาว, สับปะรด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สาร AHA ที่มีขนาดโมเลกุลเล็ก คือมีคาร์บอนอะตอมน้อย จะสามารถซึมผ่านผิวได้ดี ดังนั้นกรดไกลโคลิก จึงสามารถออกฤทธิ์ได้ดีกว่าสาร AHA จากผลไม้ชนิดอื่น จึงสังเกตได้ว่ากรดไกลโคลิก ถูกใช้ในเครื่องสำอางหลายชนิด

โดยทั่วไปแล้วจะใช้ผสมในเครื่องสำอางในความเข้มข้น 8-15% ซึ่งเป็นความเข้มข้นในการใช้บำรุงผิวทำให้ดูสดใส แต่ยังมีการใช้ ในขนาดสูงความเข้มข้นประมาณ 30-70% ในการใช้รักษาโรคผิวหนังบางชนิด ภายใต้การดูแลจากผู้เชี่ยวชาญ หรือแพทย์อย่างใกล้ชิด เนื่องจากจะเกิดอาการข้างเคียงที่รุนแรงได้

## 2.3 ผลของกรดไกลโคลิกต่อผิวหนัง

1. กรดไกลโคลิกจะทำให้เซลล์ผิวหนังกำพร้าชั้นบนที่เป็นเซลล์ที่ตายแล้วซึ่งก็คือ ซีโรส มีการหลุดลอกออกได้ง่ายขึ้น ซึ่งโดยปกติการหลุดลอกของผิวหนัง จะมีการพอกพูนหนาขึ้น และลอกออกยากขึ้นตามอายุ และทำให้ผิวดูหยาบกร้าน ดังนั้นผลของกรดไกลโคลิก ต่อผิวหนังชั้นบนนี้ จะทำให้ผิวหนังส่วนนี้หลุดลอกง่ายขึ้น ทำให้ดูมีผิวเปล่งปลั่งสดใสมากขึ้น
2. กรดไกลโคลิกจะช่วยกระตุ้นการสร้างผิวหนังจาก Basal cells ซึ่งเป็นเซลล์ใต้ผิวหนัง ให้มีการเร่งการสร้างผิวใหม่ทดแทนผิวเก่าที่หลุดลอกออก แล้วมีการสร้างผิวใหม่และผิวมีสุขภาพดีขึ้น
3. กรดไกลโคลิกจะกระตุ้นเซลล์หนังแท้ ให้มีการสร้าง คอลลาเจนไฟเบอร์ (Collagen fibers) , อีลาสติกไฟเบอร์ (Elastic fibers) , Mucopolysaccharide ซึ่งเป็นองค์ประกอบของหนังแท้ โดยปกติเมื่ออายุมากขึ้น ชั้นผิวหนังจะบางลง และทำให้ผิวมีการยุบตัว หย่อนยาน มีริ้วรอยย่น ดังนั้นเมื่อใช้กรดไกลโคลิก ก็จะช่วยให้มีการสร้างผิวให้หนาขึ้น ลดรอยย่นและริ้วรอยต่างๆ ได้
4. กรดไกลโคลิกที่ใช้ในความเข้มข้นสูง จะทำให้ชั้นหนังกำพร้าแยกตัวออกจากหนังแท้ ซึ่งนำไปใช้รักษาโรคผิวหนังบางชนิด เช่น กระจกเนื้อ , หูด เป็นต้น
5. กรดไกลโคลิกเชื่อว่าสามารถทำให้ยาอื่น ออกฤทธิ์ต่อผิวหนังได้ดีขึ้นโดยทำให้ยาสามารถดูดซึมเข้าผิวหนังได้ดีขึ้น เราจึงพบกรดไกลโคลิกผสมอยู่ในผลิตภัณฑ์รักษา ผิว , กระจก , ฝ้า , รอยต่างด้า , แผลเป็น ฯลฯ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.3.1 อาการข้างเคียงของกรดไกลโคลิก

1. กรดไกลโคลิกอาจจะทำให้เกิดอาการระคายเคืองได้ จะรู้สึกคันยับๆ ซึ่งใช้ต่อไปเรื่อยๆ อาการนี้อาจหายได้ แต่ถ้าใช้กรดไกลโคลิก ในความเข้มข้นสูง อาจทำให้เกิดอาการแสบผิวได้ โดยขึ้นกับความเข้มข้นที่ใช้ ระยะเวลา และสภาพผิวของแต่ละบุคคลด้วย
2. อาการผิวลอก เกิดจากผิวหนังกำพร้าแยกตัวออกจากหนังแท้ ดังที่กล่าวไว้ว่ากรดไกลโคลิก ในความเข้มข้นสูง จะทำให้มีการแยกตัวของหนังกำพร้า กับหนังแท้ ซึ่งทำให้มีอาการแดงและแสบผิว ขึ้นกับระยะเวลาที่สัมผัสกับผิว และสภาพความไวของผิวด้วย
3. กรดไกลโคลิกในความเข้มข้นสูงอาจทำให้เกิดรอยต่างดำได้

### 2.4 การเลือกใช้กรดไกลโคลิก

ควรเริ่มใช้กรดไกลโคลิกในขนาดต่ำก่อน เช่นประมาณ 4-5 % สำหรับผู้ที่ผิวบอบบาง หรือแพ้ง่าย สำหรับผู้ที่มีผิวมัน หรือหยากกร้าน สามารถเริ่มใช้ได้ที่ความเข้มข้น 10-15 % แล้วค่อย ๆ เพิ่มขึ้น โดยถ้าเป็นผิวมันควรเลือกกรดไกลโคลิกในรูปแบบที่เป็นเจล หรือเป็นสารละลาย (Solution) ในขณะที่ผู้ที่มีผิวแห้ง ควรเลือกใช้ในรูปแบบที่เป็น ครีม หรือโลชั่น จะเห็นได้ว่าในปัจจุบันมีการใช้กรดไกลโคลิก อย่างกว้างขวางในผลิตภัณฑ์ชนิดต่าง ๆ โดยมีสรรพคุณสามารถป้องกันริ้วรอย, รอยเหี่ยวย่น , ทำให้หน้าใส ฯลฯ

เนื่องมาจากการที่กรดไกลโคลิกเป็นสารที่มาจากธรรมชาติ ทำให้รู้สึกว่าเป็นสารที่ปลอดภัย ไม่มีการสะสม และไม่อันตรายต่ออวัยวะอื่นๆ แต่ถึงกระนั้นกรดไกลโคลิกก็ไม่ได้เป็นสารมหัศจรรย์ ที่จะทำให้ทุกสิ่งทุกอย่างดีไปหมด เนื่องจากกรดไกลโคลิกยังมีอาการข้างเคียง ถ้าใช้ในความเข้มข้นสูง และผู้ที่มีผิวที่แพ้ง่าย โดยกรดไกลโคลิกเป็นเพียงตัวช่วยเสริมให้ยาตัวอื่นทำงานได้ดีขึ้น และทำให้ผลิตภัณฑ์ดูดีขึ้นด้วย ส่วนใหญ่แล้วเครื่องสำอางมักจะใช้กรดไกลโคลิกในขนาดความเข้มข้นต่ำ ประมาณ 2-15% เพราะใช้ได้อย่างปลอดภัย และไม่ระคายเคืองผิว แต่ก็เป็นไปได้เหมือนกันที่บางคนเมื่อใช้แล้วอาจจะไม่เห็นผลของกรดไกลโคลิกเลยก็ได้ ความเป็นกรดของผลิตภัณฑ์ที่เหมาะสม คือ pH 3.0 - 5.5 หากผลิตภัณฑ์มีความเป็นกรดมาก (ตัวเลขของ pHจะน้อย) จะมีประสิทธิภาพดี แต่ขณะเดียวกันโอกาสที่จะระคายเคืองต่อผิวก็ย่อมมีมากขึ้นด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.5 ปริมาณที่ใช้ในเครื่องสำอาง

ปริมาณของกรดไกลโคลิกที่ใช้ในเครื่องสำอางโดยทั่ว ๆ ไป ปริมาณที่ผู้เชี่ยวชาญด้านผิวหนัง แนะนำให้ใช้ในเครื่องสำอาง คือไม่เกิน 15 % (%w/w) ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับผิวบริเวณที่ใช้และผลที่ต้องการ ตัวอย่าง เช่น หากเป็นครีมที่ใช้กับผิวหนัง ไม่ควรใช้เกิน 10 %w/w หากเป็นครีมที่ใช้กับผิวกายยกเว้น ผิวหน้าไม่ควรใช้เกิน 15%w/w

## 2.6 การออกฤทธิ์สาร AHA

คนที่มียูมากรมากขึ้น ขั้นตอนในการลอกผิวหนังจะช้าลง การใช้กรดไกลโคลิกช่วยละลายเนื้อเยื่อเกี่ยวพันซึ่งยึดติดอยู่ระหว่างเซลล์ที่ตายแล้วกับผิวหนังในชั้น stratum corneum ทำให้ชั้นบนสุดของผิวหนัง ซึ่งเป็นเซลล์ที่ตายแล้วลอกออกอย่างรวดเร็วและสม่ำเสมอทำให้รูขุมขนไม่อุดตันช่วยในการขับน้ำคั่งหลังของต่อมเหงื่อ เซลล์ใหม่ที่ขึ้นทดแทนเซลล์เก่าทำให้ผิวดูอ่อนเยาว์

นอกจากนี้ทำให้ผิวหนังขึ้นช่วยป้องกันและปกป้องผิวจากมลภาวะแวดล้อม และยังกระตุ้นการสร้างคอลลาเจนอีกด้วย การเร่งหลุดออกของเซลล์ทำให้ลดริ้วรอยเล็ก ๆ และรอยย่นหลังจากการใช้หลาย ๆ ครั้ง จากการศึกษาของการผลิตภัณฑ์สาร AHA ประจำวันคือ ริ้วรอยเล็ก ๆ ลดลง ผิวเรียบมากขึ้น ผิวหนังสุขภาพดีและสะท้อนแสงอย่างสม่ำเสมอทำให้ผิวดูอ่อนกว่าวัย สาร AHA ให้ผลคล้าย เรติน-เอ อันเป็นสารที่นิยมใช้ในการรักษาผิว และบำรุงผิวในทศวรรษที่ 80 (1980) แต่มีผลข้างเคียงเป็นอันตรายต่อผิวอย่างมาก เนื่องจากเรติน-เอ ทำให้ผิวหนังส่วนบนบางลง ริ้วรอยบนใบหน้าดูจางลง ผิวหลุดลอก หากใช้ไปนาน ๆ ผิวหน้าจะไวต่อแสงแดด และรู้สึกระคายเคืองมากเมื่อเทียบกับ AHA

ไกลโคลิก ซึ่งเป็นสารเด่นของสาร AHA มีขนาดโมเลกุลเล็ก เมื่อผสมในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางจึงออกฤทธิ์ได้ผลดีที่สุดเพราะว่าสามารถซึมเข้าผิวหนังได้โดยง่ายเป็นที่น่าสังเกตว่ากรดไกลโคลิก ได้ผลดีกับผิวหนังที่แห้งมาก นอกจากนี้กรดไกลโคลิก ยังทำหน้าที่สารฟอกจางสีผิวที่มีประสิทธิภาพดีกว่าไฮโดรควิโนน

## 2.7 ข้อควรระวังเมื่อใช้กรดไกลโคลิก

1. หลีกเลี่ยงอย่าให้ผลิตภัณฑ์กรดไกลโคลิกเข้าตาหรือสัมผัสเนื้อเยื่ออ่อน
2. อย่าใช้กับผิวหนังที่เพิ่มโกนใหม่ ๆ หรือผิวเกรียมแดด
3. อย่าใช้กับผิวที่ปรากฏการระคายเคือง หรือมีแผลเปิด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำหรับผู้ที่ผิวไว้มากทางที่ดีที่สุดควรทดสอบก่อน โดยทาผลิตภัณฑ์กรดไกลโคลิกเล็กน้อยลงบนท้องแขน และปิดผ้าพันแผล หากใช้แล้วเกิดอาการระคายเคือง แสบผิวไม่ควรใช้ ระหว่างที่ใช้ผลิตภัณฑ์นี้ควรหลีกเลี่ยงและปกป้องผิวจากแสงแดดโดยใช้ผลิตภัณฑ์ป้องกันแสงแดดที่มีค่า เอส พี เอฟ (SPF) 15 หรือมากกว่า รวมทั้งหลีกเลี่ยงการใช้ผลิตภัณฑ์นี้ในเด็กและเด็กทารกด้วย

## 2.8 การควบคุมการใช้สาร AHA

สำนักงานคณะกรรมการอาหารและยา ประเทศสหรัฐอเมริกา (USFDA) โดยดอกเตอร์จอห์น ไบเลย์ ผู้อำนวยการสำนักงานเครื่องสำอางและสีได้ตรวจสอบผลิตภัณฑ์สาร AHA มาประมาณ 2 ปีที่แล้ว และเริ่มศึกษาเพื่อดูว่าสาร AHA ออกฤทธิ์เป็นเครื่องสำอางหรือเข้าข่ายยา โดยเฉพาะอย่างยิ่งผลิตภัณฑ์ที่มีความเข้มข้นสูง สำหรับสาร AHA ทำให้ผิวระคายเคือง แต่ยังไม่รุนแรงพอที่จะพิจารณาดำเนินการ ในการพิจารณาควบคุมการใช้สาร AHA ยังขาดข้อมูลทางวิทยาศาสตร์ด้านประสิทธิภาพ ระยะยาวการแพ้ การไวของผิวหนัง และการดูดซึมเข้าสู่ผิวทั้งระยะสั้น/ระยะยาว โดยเฉพาะอย่างยิ่งผลระยะยาว ขณะเดียวกันผู้ผลิตพยายามรักษาให้สูตรตำรับมีสาร AHA ความเข้มข้นต่ำ (ร้อยละ 3-5) เพื่อรักษาประโยชน์ของตลาดเป็นสำคัญ สำหรับประเทศไทยยังไม่มี การพิจารณาเพื่อควบคุมการใช้สาร AHA เช่นกัน

## 2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

**2.9.1 Santo Scalia , Rossella Callegari , Silvia Villani (1998)** การวิเคราะห์หาปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางโดยวิธี reversed phase high performance liquid chromatography ใช้ ion – pairing หลังจากการละลายด้วย tetrahydrofuran / water (90 / 10) สารตัวอย่างนั้นจะทำให้บริสุทธิ์นำไปสกัดด้วยวิธี solid – phase ใช้ silica – based strong anion – exchange cartridges และการวิเคราะห์โดยตรงบน ultrasphere OSD column ด้วยเครื่องตรวจวัด UV 210 nm และ methanol / phosphate buffer (2 / 98) และมี tetrabutylammonium iodide ความแม่นยำของวิธีดีกว่า relative standard deviation 5.4% ขั้นตอนการทดลองจะรวดเร็ว , ชัดเจนเหมาะแก่การใช้ในการวิเคราะห์เครื่องสำอาง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**2.9.2 Miaw -Ling Chang and Chur-Min Chang (2003)** เทคนิค HPLC นั้นเป็นวิธีการวิเคราะห์และกำหนดปริมาณของการใช้ สาร whitening ซึ่งสารนี้จะมีคุณสมบัติในการจับตัวกับน้ำได้ในที่นี้จะกล่าวถึงสารอยู่ 4 ตัวคือ glycolic acid (GA) , ascorbic acid (AA) , arbutin (ART) และ Mg ascorbyl phosphate (MAP) ในการเตรียมสารจะใช้สารในปริมาณเท่า ๆ กันและทำการทดลองโดยใช้ C18 Column คือจะเป็นแบบ reverse phase และใช้ ion pair agent เป็นเฟสเคลื่อนที่

ตัวที่ต้องการวิเคราะห์นั้นจะนำมาตรวจวัดการดูดกลืนแสง UV ที่ความยาวคลื่น 220 นาโนเมตรและ 240 นาโนเมตรโดยจะสัมพันธ์กับ calibration curve ในลักษณะเส้นตรงโดย glycolic acid จะอยู่ที่ 8.0 – 36 mg/ml , ascorbic acid และ arbutin จะอยู่ที่ 10.0 – 300 mg/ml , Mg ascorbyl phosphate จะอยู่ที่ 5.6 – 451 mg/ml

ค่า correlation coefficient of linear regression analysis จะอยู่ที่ 0.9974 – 0.9997 .

% recovery ของสารที่ต้องการวิเคราะห์ทั้ง 4 ตัว จะมีค่าอยู่ระหว่าง 94.8 – 100.1 เราจะพบว่าสาร ascorbic acid นั้นจะไม่เสถียรในสารละลายแต่มันจะเสถียรในระหว่างที่ทำการวิเคราะห์โดยวิธี HPLC ตัวที่ต้องการวิเคราะห์ทุกตัวนั้นจะละลายในน้ำกลั่นและจะต้องใส่ก๊าซออกซิเจนออก

จากนั้นเก็บไว้ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส จากผลการทดลองนี้แสดงให้เห็นว่าวิธีทดสอบนี้มีความรวดเร็ว , ง่าย และมีความเฉพาะเจาะจงต่อการวิเคราะห์ซึ่งเหมาะสมสำหรับทำการวิเคราะห์ที่เป็นประจำวันของเครื่องสำอาง ต่าง ๆ ที่พบเห็นในท้องตลาด

**2.9.3 Elizangela Abreu Dutra , Gustavo Amadeu Micke (2005)** ในงานวิจัยนี้จะเป็นวิธีง่ายและมีความน่าเชื่อถือ คือจะเป็นการวิเคราะห์หา  $\alpha$  - hydroxy acids อาทิเช่น กรดทาร์ทาริก , กรดไกลโคลิก และกรดแลคติกที่ผสมอยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง ซึ่งได้มีการพัฒนาโดยใช้ capillary electrophoresis พร้อมกับ indirect UV Detection ทำการตรวจวัดที่ความยาวคลื่น 254 นาโนเมตร สารละลายบัฟเฟอร์ที่ใช้ประกอบด้วย potassium phthalate ( ที่มีค่า pH เท่ากับ 4.1 ) 10 มิลลิโมลต่อลิตร และ acetyltrimethyl ammoniumbromide 0.5 มิลลิโมลต่อลิตร เป็นตัว electroosmotic flow โดยใช้เวลาประมาณ 3 นาทีซึ่งจะทำให้ baseline ของสารที่ต้องการวิเคราะห์นั้นมีค่าที่ต่ำและยอมรับได้ จากนั้นก็ทำการตรวจสอบค่าของพารามิเตอร์ต่าง ๆ ประกอบไปด้วย ค่า linearity ซึ่งถือว่าอยู่ในระดับที่ดี ค่า correlation coefficient of linear regression analysis จะมีค่า 0.9999 % recovery ของกรดทาร์ทาริก , กรดไกลโคลิก และ กรดแลคติกในสารตัวอย่างจะมีค่า 99.12 , 99.41 และ 99.43 % ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

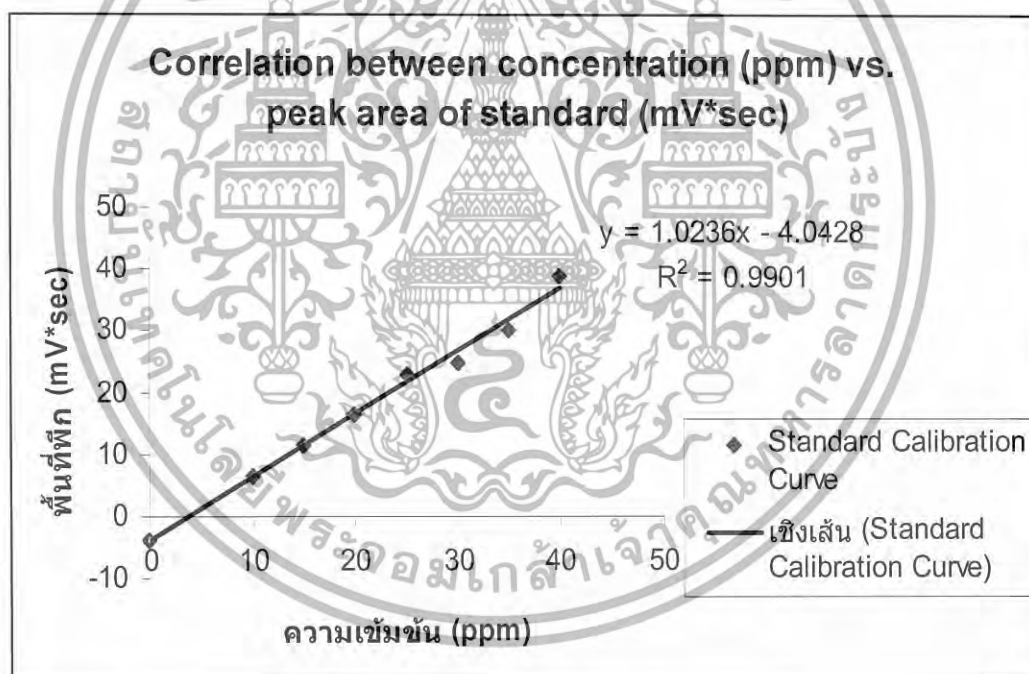
## บทที่ 4

### ผลการทดลองและการอภิปรายผล

#### 4.1 การตรวจสอบความเหมาะสมของวิธีวิเคราะห์ (Method Validation)

##### 4.1.1 ศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรง (Linearity) และการสร้างกราฟมาตรฐานของสารละลายกรดไกลโคลิก (Calibration Curve Method)

ศึกษาโดยใช้สารละลายมาตรฐานที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ ที่เตรียมได้จากข้อ 3.4.1 จืดซ้ำความเข้มข้นละ 3 ซ้ำ โดยใช้สภาวะที่เหมาะสมที่สุดคือ สารละลายเฟสเคลื่อนที่  $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{NaHCO}_3$  เท่ากับ 3.2/1.0 มิลลิโมลาร์ (mM) ทำการสร้างกราฟมาตรฐานกรดไกลโคลิกโดยพลอตระหว่างพื้นที่ใต้พีคกับค่าความเข้มข้นของสารมาตรฐานกรดไกลโคลิก และคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์ของความสัมพันธ์ (Regression Coefficient :  $R^2$ ) ดังแสดงในรูปที่ 4.2 (ตารางที่ ก.1)



รูปที่ 4.1 แสดงผลการศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรง (Linearity) ของกราฟมาตรฐานกรดไกลโคลิก และแสดงผลการศึกษาการสร้างกราฟมาตรฐานของสารละลายกรดไกลโคลิก (Calibration Curve Method)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

จากผลการศึกษา ดังแสดงในรูปที่ 4.1 โดยจะแสดงถึงความสามารถของระบบที่ให้ผลการทดลอง เป็นสัดส่วนกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกรดไกลโคลิก ซึ่งพบว่าความเข้มข้นของ สารละลายมาตรฐานกรดไกลโคลิกเป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 10 – 40 ppm โดยมีค่าสัมประสิทธิ์ ของความสัมพันธ์เท่ากับ 0.9901 ซึ่งโดยทั่วไปยอมรับค่าสัมประสิทธิ์ของความสัมพันธ์ที่ 0.999 ถึง 0.990

### 4.1.2 ความเที่ยง (Precision) ของวิธีวิเคราะห์

ศึกษาโดยใช้ข้อมูลจากการศึกษาการตอบสนองเป็นเส้นตรง (Linearity) ของสารละลาย มาตรฐานกรดไกลโคลิกที่ระดับความเข้มข้น 10 , 15 , 20 , 25 , 30 , 35 และ 40 ppm เตรียมได้จาก ข้อ 3.4.1 ที่ทำการฉีดซ้ำ 3 ซ้ำ ภายในวันเดียวกันและต่างวันเวลากันแล้วนำมาหาค่าร้อยละของการ เบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD)

**ตารางที่ 4.1** แสดงผลค่าเฉลี่ยเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) ของการทำ Repeatability และ Reproducibility

ความเข้มข้นของสารละลาย มาตรฐานกรดไกลโคลิก (ppm)	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD)	
	Repeatability	Reproducibility
10	± 3.494	± 1.660
15	± 1.451	± 4.811
20	± 0.491	± 0.542
25	± 0.606	± 1.625
30	± 1.364	± 1.410
35	± 1.111	± 0.711
40	± 1.109	± 1.449

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเป็นอื่นใด ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

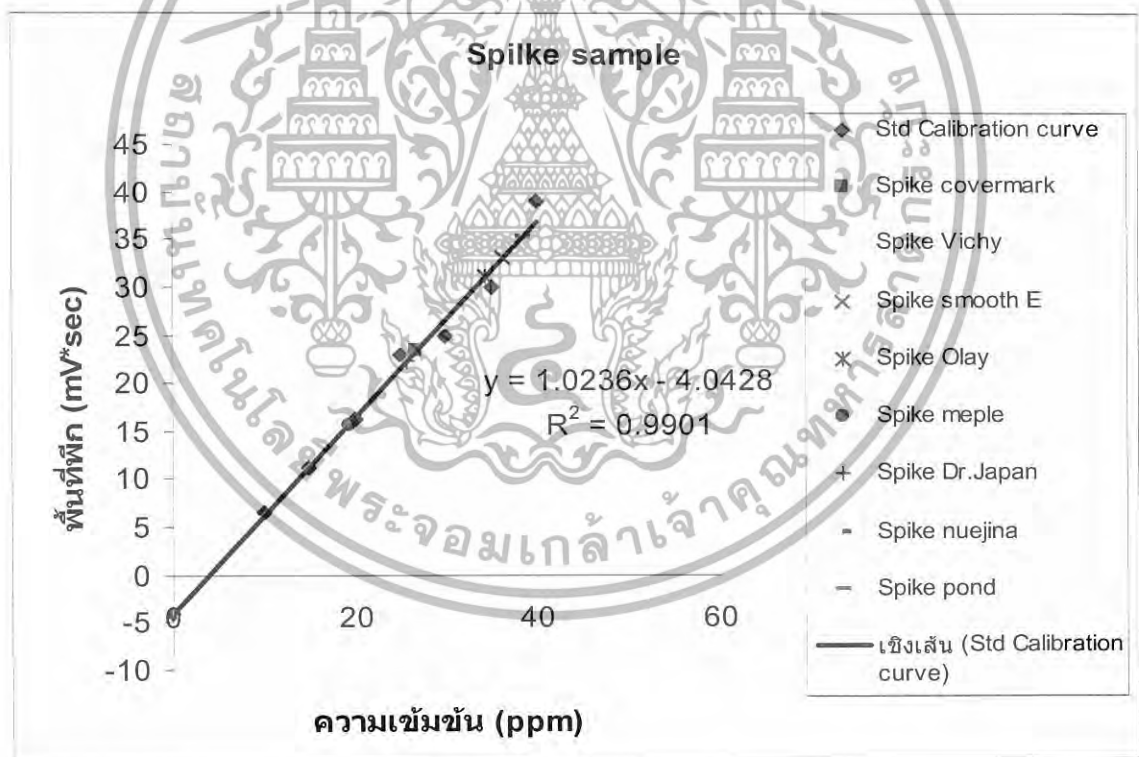
107710

จากตารางที่ 4.1 แสดงผลค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) ของการทำ Repeatability และ Reproducibility ของสารละลายมาตรฐานกรดไกลโคลิกโดยความเข้มข้นที่ 10 , 15 , 20 , 25 , 30 , 35 และ 40 ppm ค่า Repeatability เท่ากับ  $\pm 3.494$  ,  $\pm 1.451$  ,  $\pm 0.491$  ,  $\pm 0.606$  ,  $\pm 1.364$  ,  $\pm 1.111$  และ  $\pm 1.109$  ppm ตามลำดับ ซึ่งมีค่า Reproducibility เท่ากับ  $\pm 1.660$  ,  $\pm 4.811$  ,  $\pm 0.542$  ,  $\pm 1.625$  ,  $\pm 1.410$  ,  $\pm 0.711$  และ  $\pm 1.449$  ppm ตามลำดับ

ดูตารางผลการคำนวณได้จาก (ตารางที่ ก.5 – ก.6)

#### 4.1.3 ศึกษาความแม่นยำ (Accuracy) ของวิธีวิเคราะห์

ศึกษาโดยใช้สารละลายตัวอย่างที่เตรียมได้จากข้อ 3.3.6 วัดค่าความเข้มข้นละ 3 ซ้ำ โดยใช้สภาวะที่เหมาะสมที่สุด และคำนวณหาค่าร้อยละของการกลับคืน (% Recovery) ของสารละลายตัวอย่างดังแสดงในรูปที่ 4.2 (ตารางที่ ก.2)



รูปที่ 4.2 แสดงผลการศึกษาการหาความแม่นยำปริมาณกรดไกลโคลิกที่อยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง โดยเทียบกับกราฟมาตรฐานกรดไกลโคลิก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากผลการศึกษาความแม่นยำ (accuracy) แสดงดังรูปที่ 4.2 จะทำให้สามารถหาความเข้มข้นของกรดไกลโคลิกที่ทำการ spiked sample ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางแต่ละชนิดได้ โดยใช้สมการ  $y = 1.0236x - 4.0428$  แล้วนำค่าที่คำนวณได้มาคำนวณหาความเข้มข้นที่แท้จริงของความเข้มข้นของ spike sample โดยใช้สมการ  $C_1V_1 = C_2V_2$  จะได้ความเข้มข้นของกรดไกลโคลิกดังตารางที่ 4.2

**ตารางที่ 4.2** แสดงความเข้มข้นของกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางที่ทำการ spiked sample ชนิดต่างๆ

สารละลายตัวอย่าง	ความเข้มข้นที่คำนวณได้จากกราฟ (ppm)
Covermark	26.6798
Vichy	37.2373
Smooth E	36.2245
Olay	34.3162
Meple	19.1606
Dr.Japan	25.7712
Nuejina	19.0661
Pond	38.4520

ผลการศึกษาความแม่นยำ (accuracy) ของวิธีวิเคราะห์ ซึ่งแสดงถึงความใกล้เคียงของเคียงค่าที่วัดได้กับค่าจริงของสารที่ต้องการวัดในสารละลายตัวอย่างภายใต้วิธีการทดสอบเดียวกันโดยรายงานในรูปค่าร้อยละของการได้คืนกลับ (%recovery) ของสารละลายตัวอย่างแต่ละชนิดในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง ผลที่คำนวณจะแสดงดังในตารางที่ 4.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**ตารางที่ 4.3** แสดงผลกาศึกษาความแม่นยำ (accuracy) ของวิธีวิเคราะห์

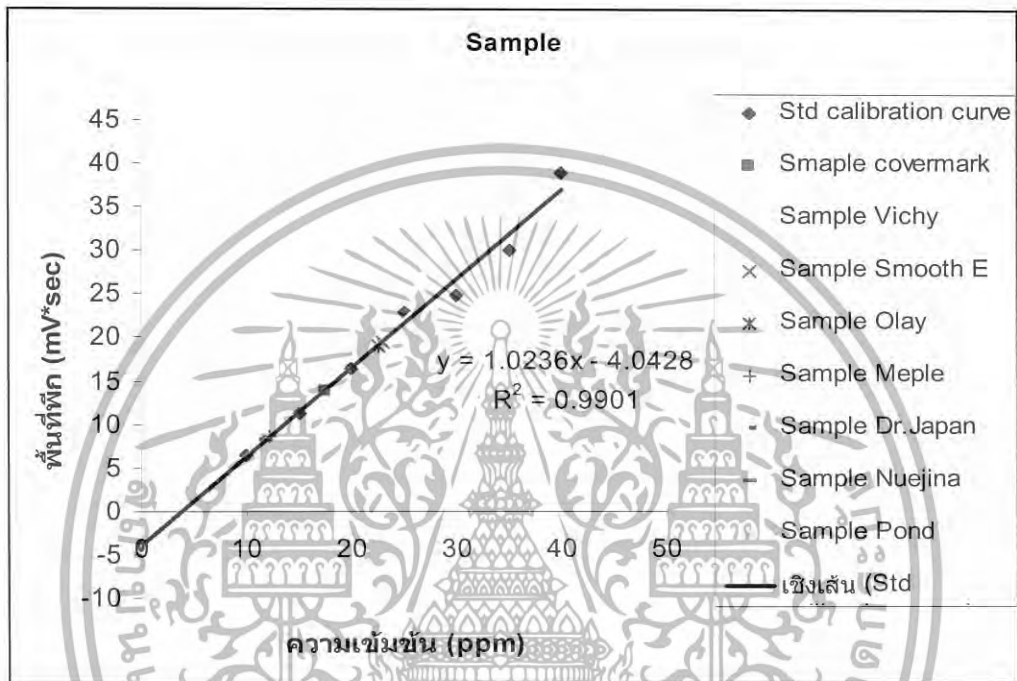
สารละลายตัวอย่าง	%Recovery
Covermark	101.9996
Vichy	106.8062
Smooth E	107.4480
Olay	102.1989
Meple	105.3231
Dr.Japan	100.3403
Nuejina	110.1981
Pond	99.2975



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 4.2 การวิเคราะห์หาปริมาณกรดไกลโคลิกที่อยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง

ทำการฉีดสารละลายตัวอย่างเครื่องสำอาง ที่เตรียมได้จากข้อ 3.3.5 ฉีดซ้ำความเข้มข้นละ 3 ครั้ง โดยใช้สภาวะที่เหมาะสมที่สุด และคำนวณหาค่าความเข้มข้นของกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางทั้ง 8 ชนิด ดังแสดงรูปที่ 4.3 (ตารางที่ ก.3)



รูปที่ 4.3 แสดงผลการศึกษากวหาปริมาณกรดไกลโคลิกที่อยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางโดยเทียบกับกราฟมาตรฐานกรดไกลโคลิก

จากผลการศึกษา แสดงดังรูปที่ 4.3 จะทำให้สามารถหาความเข้มข้นของกรดไกลโคลิกที่อยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางแต่ละชนิดได้ โดยใช้สมการ  $y = 1.0236x - 4.0428$  แล้วนำค่าที่คำนวณได้มาคำนวณหาค่าความเข้มข้นที่แท้จริงของความเข้มข้นของสารมาตรฐานกรดไกลโคลิก โดยใช้สมการ  $C_1V_1 = C_2V_2$  จะได้ความเข้มข้นของกรดไกลโคลิกดังตารางที่ 4.4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**ตารางที่ 4.4** แสดงความเข้มข้นของกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางชนิดต่างๆ

สารละลายตัวอย่าง	ความเข้มข้นที่คำนวณได้จากกราฟ (ppm)
Covermark	17.5525
Vichy	23.7473
Smooth E	23.0073
Olay	22.5469
Meple	12.3359
Dr.Japan	17.1419
Nuejina	11.9016
Pond	25.7552

**ตารางที่ 4.5** ปริมาณกรดไกลโคลิกที่อยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางซึ่งจะได้ความเข้มข้นที่แท้จริง

สารละลายตัวอย่าง	ความเข้มข้นสารละลายตัวอย่างที่แท้จริง (ppm)	ความเข้มข้นสารละลายตัวอย่างคิดเป็น(%w/w)
Covermark	8.7762	0.7020
Vichy	11.8736	0.9498
Smooth E	11.5036	0.9209
Olay	11.2730	0.9018
Meple	6.1679	0.4934
Dr.Japan	8.5109	0.6808
Nuejina	5.9500	0.4760
Pond	12.8770	1.0301

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 5

### สรุปและข้อเสนอแนะ

จากการศึกษาการตรวจวัดหาปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง โดยใช้เทคนิคไอออนโครมาโทกราฟีมีจุดประสงค์เพื่อหาปริมาณกรดไกลโคลิกในเครื่องสำอางว่ามีปริมาณที่กำหนดอยู่ในเกณฑ์มาตรฐานหรือไม่ พร้อมทั้งศึกษาหาประสิทธิภาพในการตรวจวัดปริมาณของกรดไกลโคลิกในเครื่องสำอางด้วยเทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี ว่าเป็นวิธีวิเคราะห์ที่มีความแม่นยำ ที่ให้ผลการวิเคราะห์เป็นที่น่าเชื่อถือและยอมรับได้ โดยใช้ตัวอย่างผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางที่ขายตามท้องตลาดสามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

จากการศึกษาพบว่าสภาวะที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง คือความแรงของสารละลายเคลื่อนที่ (eluent strength)  $\text{Na}_2\text{CO}_3 / \text{NaHCO}_3$  เท่ากับ 3.2/1.0 มิลลิโมลาร์ (mM) และอัตราการไหลของสารละลายเคลื่อนที่ (flow rate) เท่ากับ 0.7 มิลลิลิตรต่อนาที

สำหรับการศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรง (Linearity) โดยจะรายงานเป็นค่าสัมประสิทธิ์ของความสัมพันธ์ของกราฟมาตรฐานกรดไกลโคลิก ซึ่งมีค่าเท่ากับ 0.9901 และศึกษาถึงการวิเคราะห์ปริมาณกรดไกลโคลิกที่อยู่ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง ซึ่งจะได้ความเข้มข้นที่แท้จริงของ Covermark , Vichy , Smooth E , Olay , Meple , Dr.Japan , Nuejina , Pond เป็น 8.7762 , 11.8736 , 11.5036 , 11.2730 , 6.1679 , 8.5109 , 5.950 และ 12.877 ppm ตามลำดับ ซึ่งมาตรฐานได้กำหนดให้มีกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางได้ถึง 10 (%w/w)

จากสรุปผลการทดลองจะพบว่าวิธีไอออนโครมาโทกราฟีที่ได้จากการปรับสภาวะให้เหมาะสม เป็นวิธีที่สามารถนำไปตรวจวัดหาปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางที่มีขายตามท้องตลาดที่มีความถูกต้องและแม่นยำได้อย่างมีประสิทธิภาพโดยให้ผลที่น่าเชื่อถือได้

#### ข้อเสนอแนะในการนำผลการวิจัยไปใช้

การวิจัยครั้งนี้มีข้อจำกัดเรื่องการวิเคราะห์หาปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางให้ครบทุกชนิดพร้อมกัน จะใช้เวลาในการวิเคราะห์น้อยที่สุด ซึ่งสภาวะที่เหมาะสม ซึ่งจะศึกษาสภาวะที่เหมาะสมเพื่อการวิเคราะห์หาปริมาณกรดไกลโคลิกในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง โดยใช้เทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี ซึ่งเป็นวิธีวิเคราะห์ที่สามารถนำไปใช้วิเคราะห์ผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางได้หลากหลายว่าเหมาะสมต่อการอุปโภคหรือไม่ อยู่ในเกณฑ์มาตรฐานที่องค์การอาหารและยากำหนดไว้หรือไม่ จะได้เป็นข้อมูลในการตัดสินใจในการเลือกซื้อผลิตภัณฑ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ปัญหาที่เกิดขึ้นได้

1. เครื่อง Ion Chromatography (IC) ใช้ IC anion column ยี่ห้อ Metrohm รุ่น Metrosep A supp 5-150 เกิดมีค่า conductivity สูง จนผลแสดงเป็นสีแดง ต้องทำการดูว่ามีฟองอากาศอยู่ในเครื่องหรือไม่ ถ้ามีให้ทำการดูดฟองอากาศออก
2. เครื่อง Ion Chromatography ใช้ IC anion column ยี่ห้อ Metrohm รุ่น Metrosep A supp 5-150 ต้องใช้น้ำกลั่นที่มีความบริสุทธิ์สูง (Ultrapure water) เท่านั้น ห้ามใช้น้ำกลั่นธรรมดา
3. เครื่อง Ion Chromatography ใช้ IC anion column ยี่ห้อ Metrohm รุ่น Metrosep A supp 5-150 ห้ามให้ pressure เกิน 9.4 MPa



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บรรณานุกรม

กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์, **ผิวสวยด้วย AHA**, ค้นเมื่อ 9 ตุลาคม 2548, จาก

[http://webdb.dmsc.moph.go.th/cosmetic/content1.asp?info\\_id=12](http://webdb.dmsc.moph.go.th/cosmetic/content1.asp?info_id=12)

กรองแก้ว ทิพย์ศักดิ์ และ ปราณี บุญวัฒน์, (ม.ป.ป). **การใช้เครื่องมือไอออนโครมาโทกราฟี (Ion Chromatography)**, เอกสารประกอบการสอน ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง, หน้า 1-12

**ครีมหน้าขาว (Skin Lightening cream)**, ค้นเมื่อ 11 ตุลาคม 2548, จาก

<http://www.thaibeautysurgery.com/articles/april2002.html>

นิพนธ์ ตั้งคณานุกรักษ์, (ม.ป.ป.). **เทคนิคการแยกสารโดยเทคนิคโครมาโทกราฟี**, ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

พพบพระ สุพันธ์ุณี, **การปรับสภาพผิวหน้าให้สดใสด้วย AHA**, ค้นเมื่อ 9 ตุลาคม 2548, จาก

<http://www.thaicosderm.org/public-info/AHA.html>

แมน อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม, (2539). **หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ**

(Principles and Techniques of Instrumental Analysis), กรุงเทพฯ, ชวนพิมพ์, 886 หน้า

เยาวเรศ นาคแจ้ง, **ครีมหน้าขาว**, ค้นเมื่อ 9 ตุลาคม 2548, จาก

[http://www.elib-online.com/doctor545/demmato\\_whitening001.html](http://www.elib-online.com/doctor545/demmato_whitening001.html)

อรุณี คงศักดิ์ไพศาล, (ม.ป.ป). **ปฏิบัติการประยุกต์ใช้เครื่องมือเคมีวิเคราะห์**, ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

Donald E. Linder., "The separation and determination of glycolic and malic acids by

ion-exchange chromatography" **Analytica Chimica Acta.**, Vol.75, 1975, 355-365

Miaw-Ling Chang<sup>a</sup> and Chur-Min Chang<sup>b,\*</sup>. "Simultaneous HPLC determination of

hydrophilic whitening agents in cosmetic products" **Journal of Pharmaceutical and**

**Biomedical Anlysis.**, Vol.33, 2003, 617-626

Santo Scalia\*, Rossella Callegari and Silvia Villani. "Determination of glycolic acid in

cosmetic products by solid-phase extraction and reversed-phase ion-pair

high-performance liquid chromatography" **Journal of chromatography A.**, Vol.795,

1998, 219-225

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ก

### แสดงผลการวิเคราะห์

**ตารางที่ ก.1** แสดงผลการคำนวณค่าเฉลี่ยของพื้นที่ใต้พีคของสารละลายมาตรฐานกรดไกลโคลิก

ความเข้มข้น (ppm)	พื้นที่ใต้พีค (mV*sec)			ค่าเฉลี่ย (ppm)
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	
10	6.320	6.424	6.755	6.499
15	11.361	11.39	11.093	11.281
20	17.082	16.915	17.002	16.999
25	22.856	22.917	23.122	22.965
30	24.907	24.258	24.734	24.633
35	29.569	29.969	30.229	29.922
40	38.538	38.967	39.403	38.969

**ตารางที่ ก.2** แสดงผลการคำนวณค่าเฉลี่ยของพื้นที่ใต้พีคของสารละลายตัวอย่างที่ทำการ Spiked sample ลงไป

ความเข้มข้น (ppm)	พื้นที่ใต้พีค (mV*sec)			ค่าเฉลี่ย (ppm)
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	
Covermark	23.22	23.48	23.10	23.266
Vichy	33.14	34.85	34.2	34.073
Smooth E	33.21	32.89	33.01	33.036
Olay	31.11	31.01	31.13	31.083
Meple	15.98	15.46	15.27	15.570
Dr.Japan	22.33	22.67	22.01	22.336
Nuejina	15.24	15.77	15.41	15.473
Pond	35.21	35.66	35.08	35.316

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**ตารางที่ ก.3** แสดงผลการคำนวณค่าเฉลี่ยของพื้นที่ใต้พีคของสารละลายตัวอย่าง

ความเข้มข้น (ppm)	พื้นที่ใต้พีค (mV*sec)			ค่าเฉลี่ย (ppm)
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	
Covermark	13.979	13.980	13.813	13.924
Vichy	20.228	20.313	20.284	20.265
Smooth E	19.500	19.575	19.212	19.507
Olay	18.851	19.076	19.182	19.036
Meple	8.640	8.698	8.415	8.584
Dr.Japan	13.646	13.595	13.270	13.503
Nuejina	8.183	8.125	8.111	8.139
Pond	22.224	22.371	22.366	22.320

**ตารางที่ ก.4** แสดงผลการคำนวณ %Recovery

สารละลาย ตัวอย่าง	ความเข้มข้น สารละลาย spike sample (ppm)	ความเข้มข้น สารละลาย ตัวอย่าง (ppm)	ความเข้มข้น สารละลาย มาตรฐาน (ppm)	%Recovery
Covermark	26.6798	8.7762	17.5525	101.9996
Vichy	37.2373	11.8736	23.7473	106.8062
Smooth E	36.2245	11.5036	23.0073	107.4480
Olay	34.3162	11.2730	22.5469	102.1989
Meple	19.1606	6.1679	12.3359	105.3231
Dr.Japan	25.7712	8.5109	17.1419	100.3403
Nuejina	19.0661	5.9500	11.9016	110.1981
Pond	38.4520	12.8770	25.7552	99.2975

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**ตารางที่ ก.5** แสดงการคำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (%RSD) ของการทำ Repeatability

ความเข้มข้น (ppm)	พื้นที่ใต้พีค (mV*sec)			ค่าเฉลี่ย (ppm)	SD	%RSD
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3			
10	6.32	6.424	6.755	6.499667	0.227157	3.494903
15	11.361	11.39	11.093	11.28133	0.163745	1.451466
20	17.082	16.915	17.002	16.99967	0.083524	0.49133
25	22.856	22.917	23.122	22.965	0.139345	0.606771
30	24.907	24.258	24.734	24.633	0.336082	1.364356
35	29.569	29.969	30.229	29.92233	0.332466	1.111095
40	38.538	38.967	39.403	38.96933	0.432505	1.109859

**ตารางที่ ก.6** แสดงการคำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (%RSD) ของการทำ Reproducibility

ความเข้มข้น (ppm)	พื้นที่ใต้พีค (mV*sec)			ค่าเฉลี่ย (ppm)	SD	%RSD
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3			
10	7.258	7.386	7.145	7.263	0.120578	1.660165
15	10.321	10.987	10.003	10.437	0.502151	4.811262
20	17.222	17.395	17.246	17.28767	0.093725	0.542148
25	23.876	23.674	23.135	23.56167	0.383059	1.625773
30	22.396	22.632	22.008	22.34533	0.31507	1.410005
35	29.111	29.103	29.467	29.227	0.207885	0.711276
40	37.987	37.034	37.065	37.362	0.541488	1.449301

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ข

### แสดงผลการทดลอง

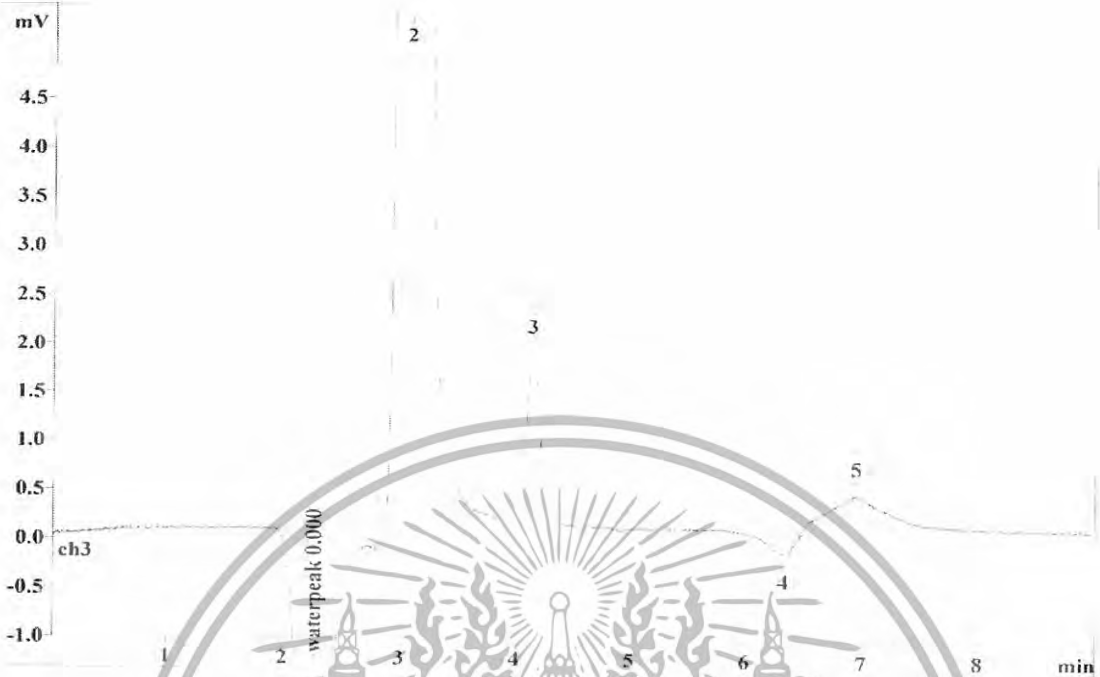


รูปที่ ข.1 แสดงกราฟโครมาโทแกรมการศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานที่ระดับความเข้มข้น 10 ppm



รูปที่ ข.2 แสดงกราฟโครมาโทแกรมการศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานที่ระดับความเข้มข้น 15 ppm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

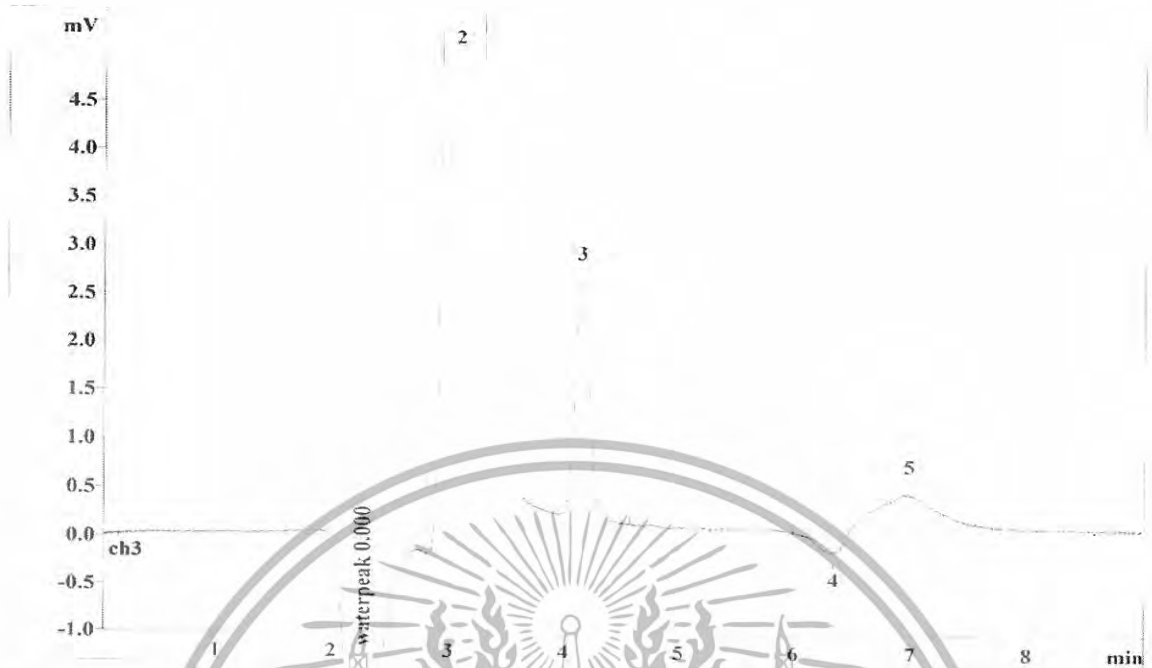


**รูปที่ ข.3** แสดงกราฟโครมาโทแกรมการศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน ที่ระดับความเข้มข้น 20 ppm



**รูปที่ ข.4** แสดงกราฟโครมาโทแกรมการศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน ที่ระดับความเข้มข้น 25 ppm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

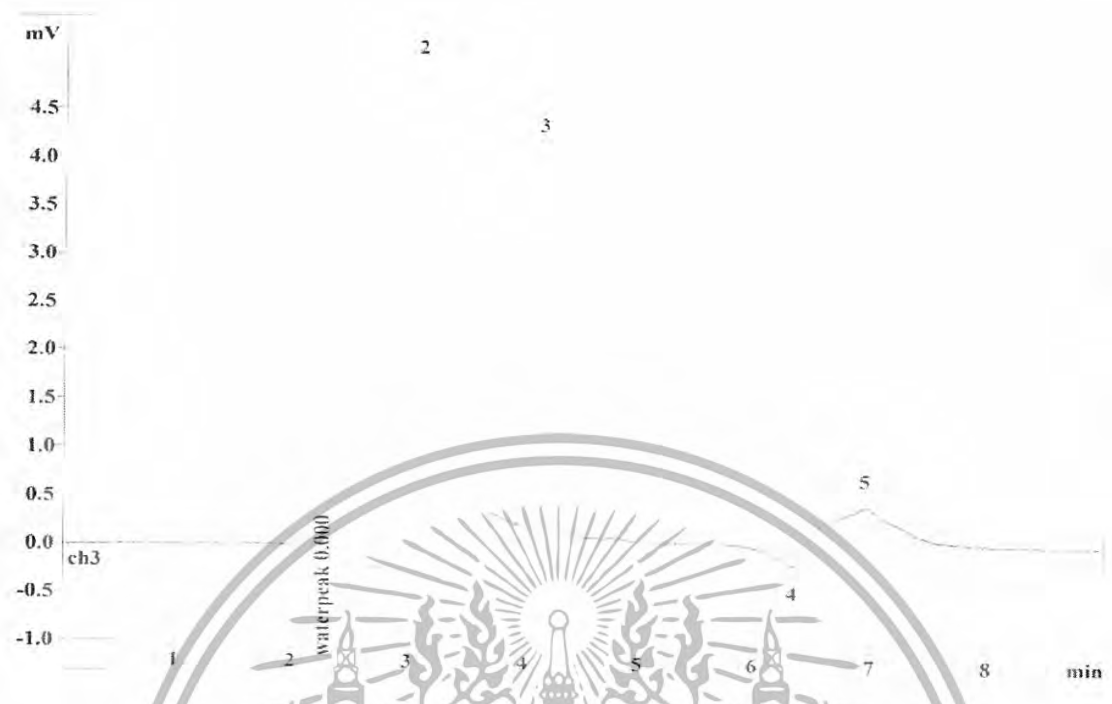


**รูปที่ ข.5** แสดงกราฟโครมาโทแกรมการศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน ที่ระดับความเข้มข้น 30 ppm



**รูปที่ ข.6** แสดงกราฟโครมาโทแกรมการศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน ที่ระดับความเข้มข้น 35 ppm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

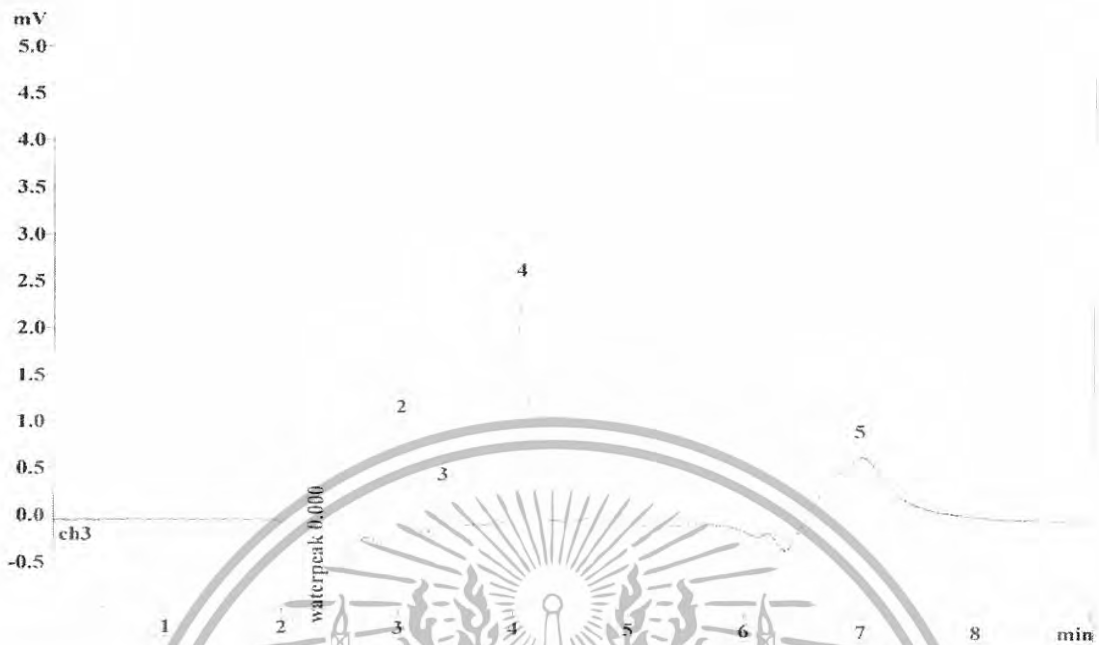


**รูปที่ ข.7** แสดงกราฟโครมาโทแกรมการศึกษาการตอบสนองของความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานที่ระดับความเข้มข้น 40 ppm



**รูปที่ ข.8** แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้จากสารตัวอย่าง Covermark

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

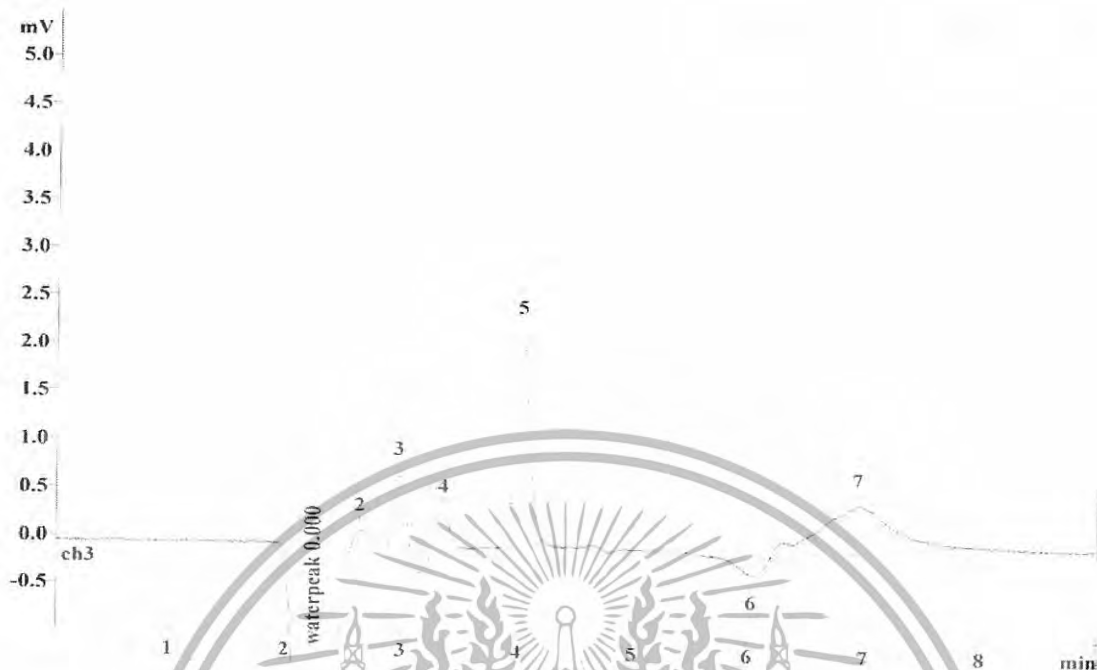


รูปที่ ข.9 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้จากสารตัวอย่าง Vichy



รูปที่ ข. 10 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้จากสารตัวอย่าง Smooth E

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

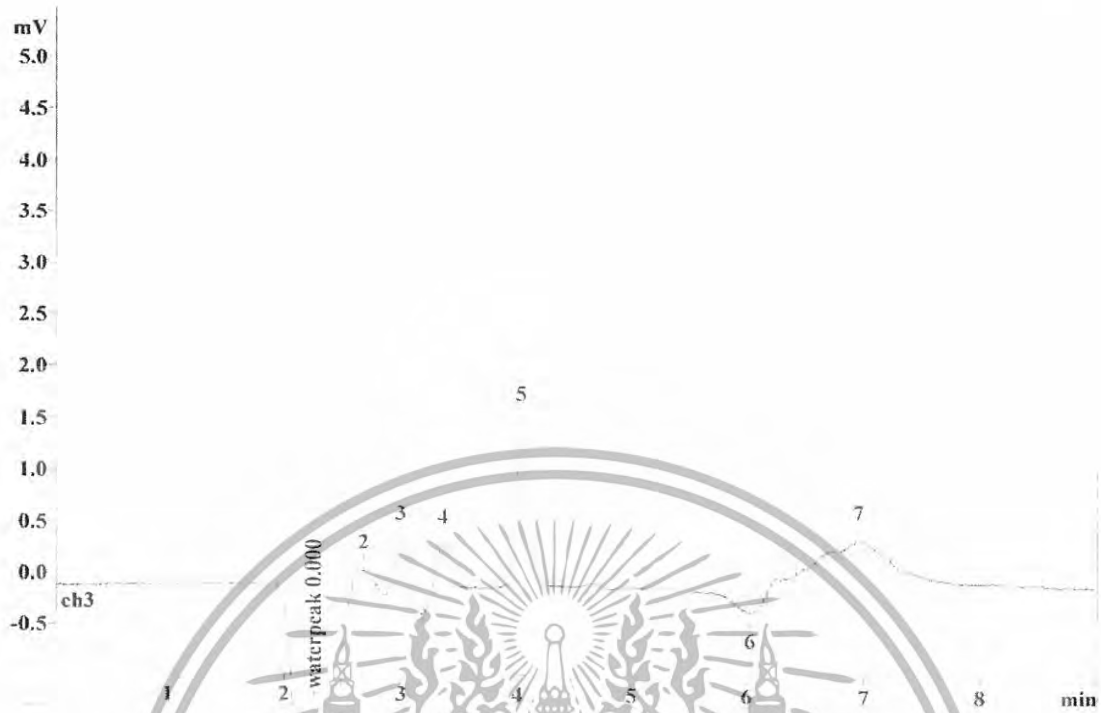


รูปที่ ข. 11 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้จากสารตัวอย่าง Clay



รูปที่ ข.12 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้จากสารตัวอย่าง Maple

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

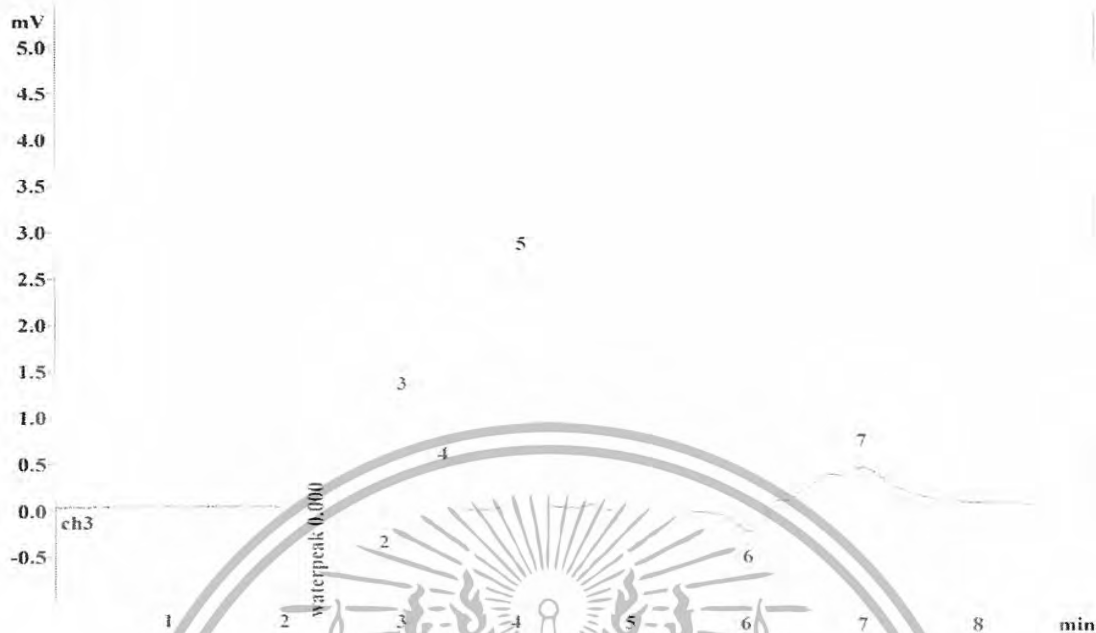


**รูปที่ ข.13** แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้จากสารตัวอย่าง Dr.Japan



**รูปที่ ข.14** แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้จากสารตัวอย่าง Nuejina

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

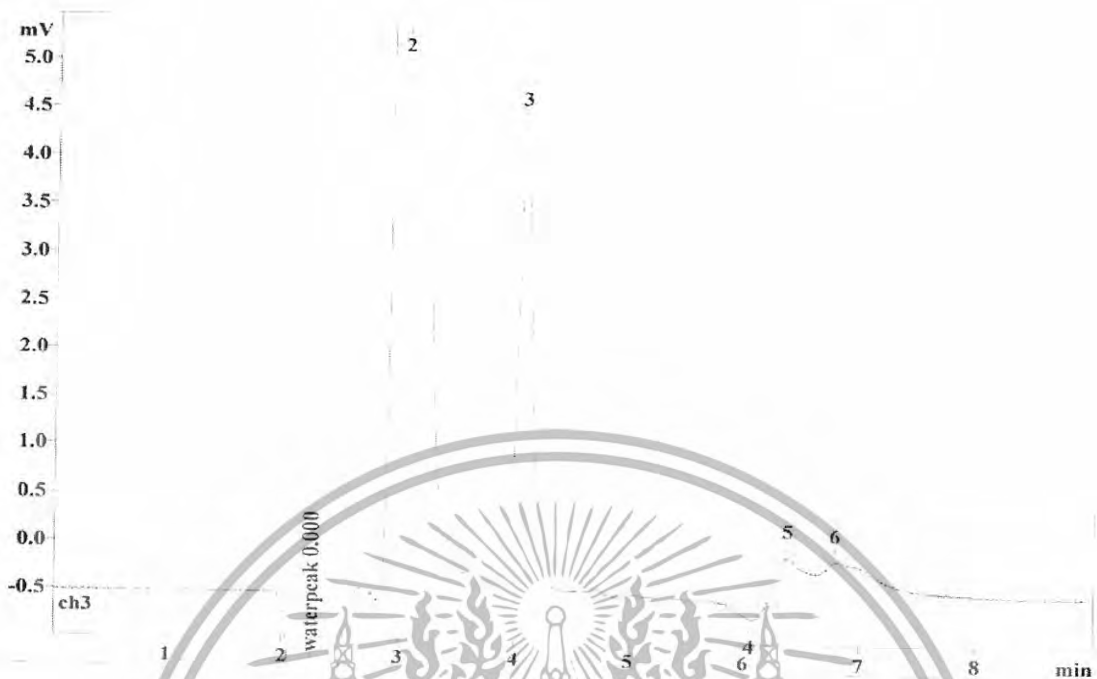


รูปที่ ข.15 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้จากสารตัวอย่าง Pond



รูปที่ ข.16 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้การทำ Spiked Covermark

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

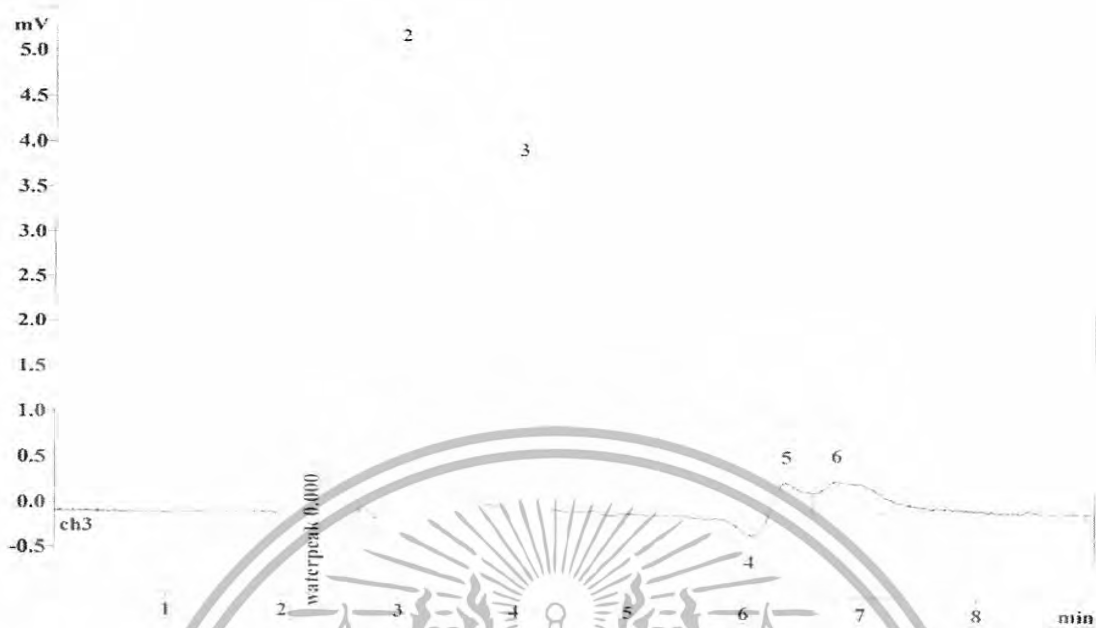


รูปที่ ข.17 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้การทำ Spiked Vichy



รูปที่ ข.18 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้การทำ Spiked Smooth E

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

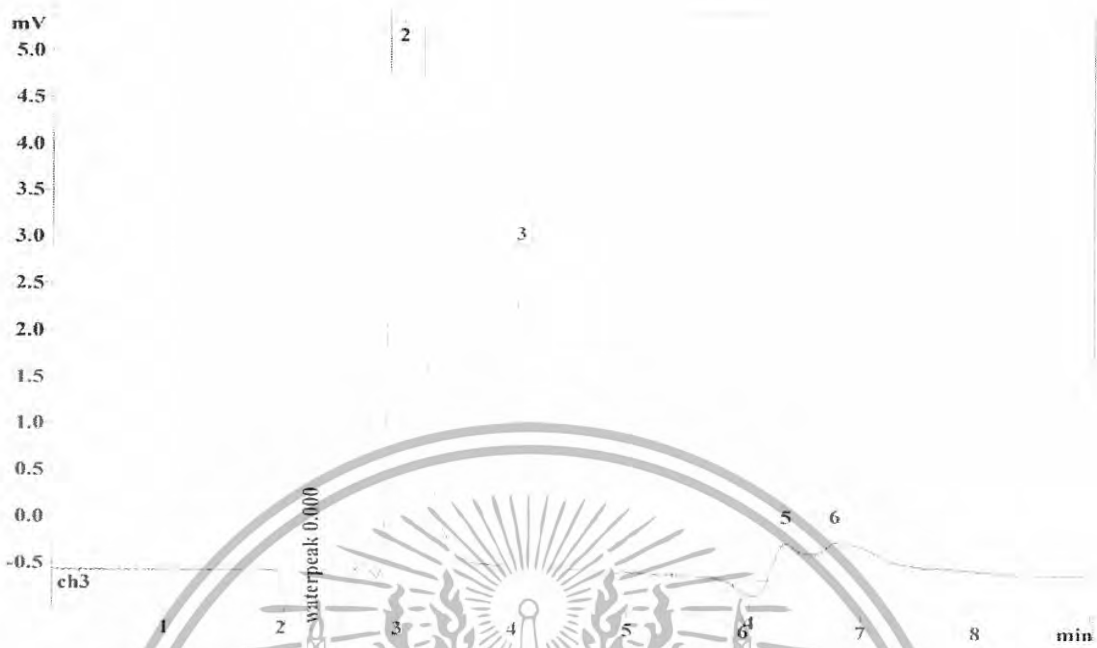


รูปที่ ข.19 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้การทำ Spiked Olay



รูปที่ ข.20 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้การทำ Spiked Maple

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

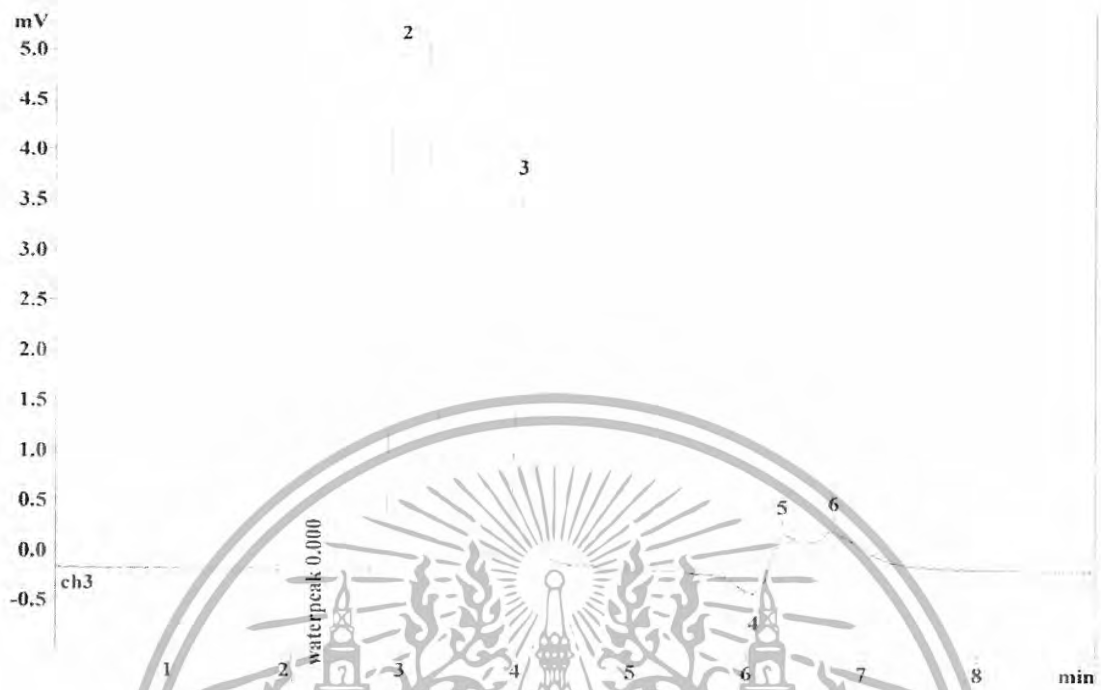


รูปที่ ข.21 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้รับการทำ Spiked Dr.Japan



รูปที่ ข.22 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้รับการทำ Spiked Nuejina

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ข.23 แสดงกราฟโครมาโทแกรมของกราฟมาตรฐานที่ได้การทำ Spiked Pond

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ค

### เทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี (Ion-Exchange Chromatography)

ไอออนโครมาโทกราฟี คือ วิธีการวิเคราะห์แขนงหนึ่งของลิควิดโครมาโทกราฟีแบบคอลัมน์ที่สามารถใช้วิเคราะห์ไอออนระหว่างไอออนของสารอนินทรีย์และสารอินทรีย์ที่สามารถประจุได้ โดยอาศัยหลักการการแลกเปลี่ยนไอออนระหว่างไอออนของสารตัวอย่างกับไอออนที่ปลายของตัวแลกเปลี่ยนไอออนซึ่งทำหน้าที่เป็นเฟสที่อยู่กับที่ (stationary phase) บรรจุอยู่ในคอลัมน์

สมการการแลกเปลี่ยนแคตไอออนและแอนไอออนของ cation exchanger และ anion exchanger เป็นดังนี้



เมื่อ  $\text{H}^+$  เป็น counter ion และ  $\text{A}^+$  แทน sample cation

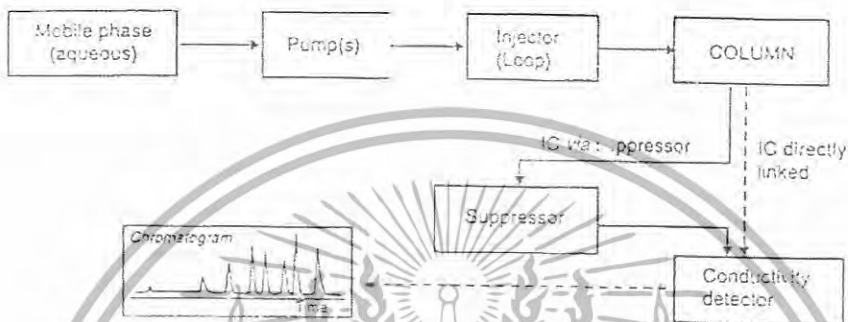


เมื่อ  $\text{Cl}^-$  เป็น counter ion และ  $\text{A}^-$  แทน sample anion

ภายหลังจากการเกิดสมดุลการแลกเปลี่ยนไอออน แคตไอออน ( $\text{A}^+$ ) และแอนไอออน ( $\text{A}^-$ ) จะถูกชะออกจากคอลัมน์ด้วยสารละลายกรดหรือเบสฟลูอิดเป็นตัวชะ (eluent) หรือเฟสเคลื่อนที่ต่อไป และถ้าสารตัวอย่างมีองค์ประกอบหลายชนิดปะปนกัน ไอออนเหล่านี้สามารถแยกออกจากกันได้โดยอาศัยหลักการที่ว่า ไอออนแต่ละชนิดมีแอฟฟินิตี (affinities) กับเฟสที่อยู่กับที่ต่างกัน หรือมีค่าคงที่สมดุลของสัมประสิทธิ์การกระจายแตกต่างกัน และถูกชะออกจากคอลัมน์ตามลำดับ ดังนั้นไอออนที่มีขนาดเล็กจะถูกชะออกก่อนไอออนที่มีขนาดใหญ่ และไอออนที่มีความหนาแน่นประจุน้อยกว่า (monovalent ions) จะถูกชะออกก่อนไอออนที่มีความหนาแน่นประจุมากกว่า (di and trivalent ions)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การตรวจวัดปริมาณไอออนที่แยกออกจากคอลัมน์ด้วยเทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี นิยมใช้การวัดค่าการนำไฟฟ้า (conductivity detection) ถ้าใช้เฟสเคลื่อนที่เป็นสารละลายกรดหรือบัฟเฟอร์ จำเป็นต้องมีอุปกรณ์ที่ช่วยลดค่าการนำไฟฟ้าของเฟสเคลื่อนที่ก่อนเข้าสู่ตัวตรวจวัด ซึ่งเรียกว่า Ion Suppressor แทรกอยู่ระหว่างคอลัมน์กับตัวตรวจวัด ดังแสดงในรูป



รูปที่ ค.1 แผนภาพแสดงองค์ประกอบของเครื่องไอออนโครมาโทกราฟี

**ส่วนประกอบของเครื่องไอออนโครมาโทกราฟี**

1. ภาชนะใส่เฟสที่เคลื่อนที่ (solvent reservoir) ในเทคนิคไอออนโครมาโทกราฟีนั้นเฟสเคลื่อนที่ เป็นของผสมระหว่างตัวทำละลายกับสารละลาย หรือเป็นสารละลายบัฟเฟอร์ หรือ ของผสมระหว่างตัวทำละลายอินทรีย์ต่างๆ ขึ้นอยู่กับว่าจะใช้ตัววัดสัญญาณเป็นชนิดใด

โดยทั่วไปภาชนะใส่เฟสเคลื่อนที่จะทำด้วยแก้ว มีขนาดบรรจุ 1-2 ลิตร จะมีท่อเล็กๆ ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1/8 นิ้ว ที่ต่อจากภาชนะใส่เฟสเคลื่อนที่เพื่อพาของเหลวเข้าสู่ตัวบีม ของเหลวที่เป็นเฟสเคลื่อนที่

ก่อนที่จะเข้าตัวบีมจะต้องกรองให้ปราศจากผง และอนุภาคแขวนลอยต่างๆ ออกเสียก่อน เพราะอนุภาคแขวนลอยต่างๆ จะทำให้เกิดการแทรกสอดการทำงานของตัวบีม และอาจทำลายลิ้นปิด - เปิด ของตัวบีมได้ และอีกประการหนึ่งที่สำคัญคือ ฟองอากาศหรืออากาศที่ละลายอยู่ในเฟสเคลื่อนที่ โดยเฉพาะก๊าซออกซิเจนหรือไนโตรเจน ถ้าไม่กำจัดทิ้งทำให้เกิดฟองก๊าซในคอลัมน์หรืออาจรบกวนการตรวจวัดหรือไปทำให้การทำงานของบีมเสียหาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ดังนั้นจึงต้องกำจัดแก๊สที่ละลายอยู่ในเฟสเคลื่อนที่ก่อนด้วยระบบทำลายแก๊ส (degassing system) การทำลายแก๊สอาจทำได้โดยการเก็บเฟสเคลื่อนที่ไว้ภายใต้สุญญากาศ หรือโดยการให้ความร้อนและคนเฟสเคลื่อนที่ด้วยระบบอัลตราโซนิก สำหรับน้ำกลั่นที่ใช้ต้องเป็นน้ำกลั่นที่มีความบริสุทธิ์สูง เนื่องจากในน้ำมีไอออนอยู่ถ้าใช้น้ำไม่บริสุทธิ์ก็จะมีผลต่อการตรวจวัด

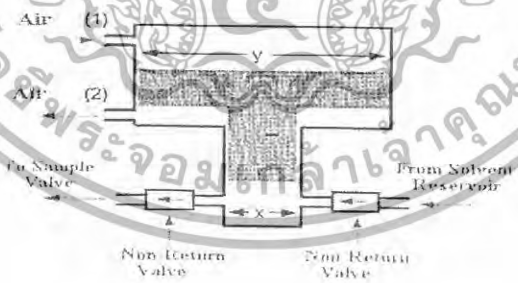
ถ้าวิเคราะห์ใช้ตัวทำละลายเพียงชนิดเดียวเครื่องมือก็จะมีขดใส่ตัวทำละลายเพียงขดเดียวแต่ถ้าต้องใช้ตัวทำละลายผสมในการอีลูทต้องมีเครื่องมือสองขด ต่อเชื่อมกันเพื่อทำให้ตัวทำละลายสามารถผสมกันและเปลี่ยนโพลาไรตีได้อย่างต่อเนื่อง (gradient elution) การอีลูทที่ใช้ตัวทำละลายเพียงตัวเดียว (isocratic elution) จะใช้เวลาในการแยกนาน แต่ถ้าเปลี่ยนตัวอีลูทโดยทำให้ตัวทำละลายผสมกันและเปลี่ยน โพลาไรตีได้อย่างต่อเนื่อง (gradient elution) พบว่าการแยกจะใช้เวลาน้อยลง การเพิ่มโพลาไรตีของตัวทำละลายขึ้นเรื่อยๆ ในช่วงเวลาหนึ่ง

ต่อจากนั้นก็ควบคุมให้คงที่ในช่วงเวลาหนึ่ง แล้วก็เพิ่มขึ้นอีก จากนั้นก็ควบคุมให้คงที่อีกเป็นเช่นนี้ตลอดการทดลอง

2. เครื่องปั๊ม (Pump) ทำหน้าที่ปั๊มเฟสเคลื่อนที่ที่เข้าสู่คอลัมน์ด้วยความดันที่เหมาะสม ประมาณ 4000 ถึง 6000 psi ซึ่งทำให้อัตราการไหลของตัวทำละลายมีค่าเท่ากับ 3 ลบ.ซม./นาที อัตราการไหลควรควบคุมให้คงที่ เบี่ยงเบนได้ไม่เกิน 2% เนื่องจากการไหลมีผลโดยตรงต่อเวลาที่ใช้ในการแยก ระบบปั๊มที่ใช้ในเครื่องไฮโครมาโทกราฟี มีด้วยกัน 2 ระบบ คือ

2.1) ปั๊มชนิดความดันคงที่ (constant pressure pumps) ได้แก่ pneumatic amplifier

pump



รูปที่ ค.2 แสดง pneumatic amplifier pump

หลักการทำงานของ pneumatic amplifier pump ให้ความดันอากาศประมาณ 10 บาร์ กับลูกสูบแก๊ส (gas piston) ที่มีพื้นที่ผิวมาก ลูกสูบแก๊สจะต่ออยู่กับลูกสูบไฮดรอลิก (hydraulic piston) ที่มีผิวน้อยกว่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

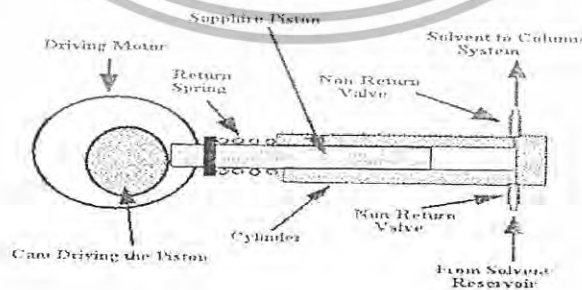
ดังนั้นความดันที่ดันของเหลว = (ความดันของแก๊ส)(พื้นที่ผิวลูกสูบแก๊ส/ พื้นที่ผิวลูกสูบไฮโดรลิก) ถ้าความดันเข้าเท่ากับ 10 บาร์ และอัตราส่วนของพื้นที่ผิวเป็น 50:1 จะทำให้ความดันตรงลูกสูบไฮโดรลิกมีค่าเท่ากับ 500 บาร์ จะเห็นว่าความดันแก๊ส 10 บาร์ จะทำให้ความดันของเฟสที่เคลื่อนที่เท่ากับ 500 บาร์ เมื่อเกิดจังหวะดันเข้าของลูกสูบเกิดขึ้น (drive stroke) จะทำลิ้น (valve) ด้านทางออกของปั๊มเปิดออกและเฟสเคลื่อนที่จะถูกดันเข้าสู่คอลัมน์ และลิ้นด้านทางเข้าของปั๊มจะถูกปิดจากทางด้านที่ติดอยู่กับภาชนะใส่เฟสที่เคลื่อนที่ จากนั้นจะเกิดจังหวะดันออกของลูกสูบลิ้นด้านทางออกของปั๊มจะปิดและลิ้นด้านทางเข้าของปั๊มจะเปิดออก และเฟสเคลื่อนที่จะเข้าสู่ตัวปั๊ม ระบบปั๊มทั้งหมดจะถูกควบคุมด้วยลิ้นเปิดปิดที่ต่ออยู่ระหว่างตัวควบคุม (regulator) กับตัวปั๊ม

pneumatic amplifier pump มีราคาถูก เมื่อเสียบหรือชำรุดแล้วยากต่อการซ่อม ขณะปั๊มทำงานจะมีเสียงรบกวน เนื่องจากว่าปั๊มชนิดนี้มีอัตราการไหลของเฟสเคลื่อนที่ไม่คงที่จึงไม่ค่อยถูกนำมาใช้มากนัก

2.2) ปั๊มชนิดอัตราการไหลคงที่ (constant flow pumps) มีด้วยกัน 2 ชนิด คือ syring type pump และ reciprocating pump



รูปที่ ค.3 แสดง syring type pump



รูปที่ ค.4 แสดง reciprocating pump

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

syring type pump ประกอบด้วย chamber ขนาดความจุ 200-500 ลบ.ซม. ที่มีมอเตอร์อยู่ จะค่อยๆ ดันลูกสูบด้วยอัตราเร็วคงที่ การไหลจะไม่มีพัลส์ และความเร็วที่ให้กับมอเตอร์สามารถเปลี่ยนแปลงได้ สำหรับความจุเฟสที่เคลื่อนที่เข้าสู่คอลัมน์จะขึ้นอยู่กับขนาดของแชมเบอร์

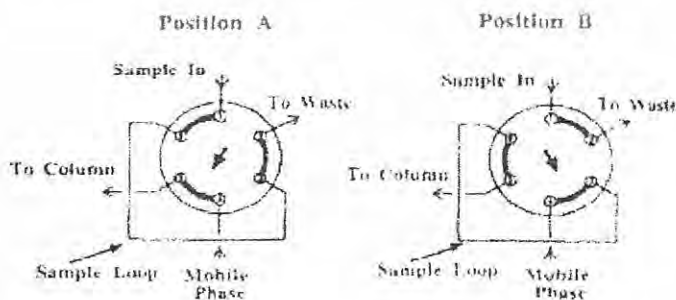
reciprocating pump ปัมชนิดนี้ลูกสูบจะถูกดันเข้า และดันออกจากแชมเบอร์ด้วยเกียร์ เมื่อ ดันลูกสูบเข้าด้านตรงทางด้านขวาเข้าของเฟสที่เคลื่อนที่จะปิดและด้านตรงทางด้านทางออกจะเปิด ทำให้ เฟสที่เคลื่อนที่ ถูกปัมเข้าสู่คอลัมน์ในทางกลับกัน เมื่อดันลูกสูบออกทางด้านทางออกจะปิดและเฟส ที่เคลื่อนที่จะเข้าสู่ปัม ปัมชนิดนี้ต่างจาก syring type pump ตรงที่ว่าความจุของตัวทำละลายจะไม่ จำกัด และปริมาตรภายในของแชมเบอร์ที่มีขนาดน้อยมากๆ ประมาณ 10-100  $\mu\text{l}$ . อัตราการไหลจะ เปลี่ยนแปลงได้ขึ้นอยู่กับ การเปลี่ยนแปลงความยาวของคานที่ดันลูกสูบหรืออัตราเร็วมอเตอร์

3. ส่วนที่ฉีดสาร (sample injection system) เป็นส่วนที่ใช้ในการการฉีดสารตัวอย่างเข้าสู่ คอลัมน์ในการทำไอออนโครมาโทกราฟี การฉีดสารต้องมีปริมาณน้อยและต้องระมัดระวังไม่ให้เกิด ฟองอากาศในขณะที่ฉีดสารเพื่อให้เกิดประสิทธิภาพการแยกเกิดขึ้นสมบูรณ์ วิธีการฉีดสารที่นิยมใน เทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี คือ การฉีดสารเข้าสู่คอลัมน์ชนิดผ่านลูพวาล์ว (loop valve) ซึ่งมีอยู่ 2 แบบ คือ

### 3.1) ลูพการฉีดสารตัวอย่างชนิดมีลูพวาล์วอยู่ภายนอก (external loop valve)

ลูพวาล์วชนิดนี้จะมีวาล์วอยู่ 6 แห่ง ประกอบด้วยลูพที่รับสารตัวอย่างและสำหรับให้สารตัวอย่างออก 2 แห่ง ที่สามารถจำกัดปริมาตรได้ ส่วนวาล์วอีก 4 แห่ง จะใช้สำหรับการนำเฟสเคลื่อนที่และสาร ตัวอย่างเข้าสู่คอลัมน์และออกจากคอลัมน์

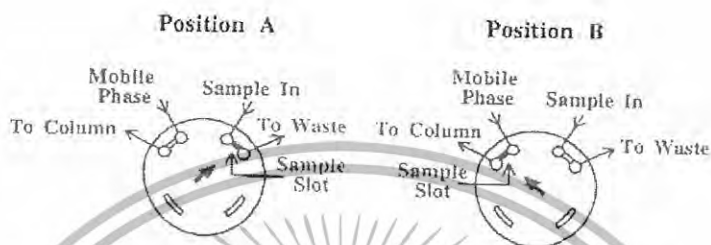
เมื่อเริ่มแรกจะบรรจุสารตัวอย่างโดยการฉีดเข้าไปตรงบริเวณลูพวาล์วที่รับตัวอย่างก่อนการ ฉีดสารตัวอย่างจะต้องผ่านเฟสที่เคลื่อนที่ที่เข้าไปคอลัมน์ เพื่อให้ระบบอิ่มตัวเสียก่อน ตอนนี้จะ เรียกว่าการไหลดตัวอย่าง จากนั้นก็ปรับวาล์วโดยการหมุนไปอยู่ในตำแหน่ง inject จะทำให้เฟสที่ เคลื่อนที่พาสารตัวอย่างเข้าสู่คอลัมน์ ปริมาตรที่ใช้กับ external loop valve ประมาณ 10  $\mu\text{l}$ .



**รูปที่ ค.5** แสดง external loop valve

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2) ลูบของการฉีดสารตัวอย่างชนิดมีลูบวาล์วอยู่ภายใน (internal loop valve) ในกรณีที่ฉีดสารตัวอย่างน้อยกว่า  $10 \mu\text{l}$ . จะใช้ลูบวาล์วชนิดที่มีวาล์ว 4 แห่ง เมื่อไหลตสารตัวอย่างแล้วก็หมุนจากตำแหน่งไหลตไปยังตำแหน่ง inject ด้วยมุม 270 องศา จะทำให้สารตัวอย่างถูกปั๊มเข้าสู่คอลัมน์ดังแสดงการทำงานดังรูป



รูปที่ ค.6 แสดง internal loop valve

คอลัมน์ (column) ทำหน้าที่ในการแยกสารที่จะทำการวิเคราะห์ คอลัมน์ส่วนใหญ่ที่ใช้ในเครื่องไอออนโครมาโทกราฟีจะทำมาจาก PEEK หรือ สแตนเลส มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 3-5 cm. คอลัมน์สามารถจะบรรจุด้วยอนุภาคที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 หรือ 5  $\mu\text{m}$ . สารที่บรรจุอยู่ในคอลัมน์หรือสารที่ทำหน้าที่เป็นเฟสอยู่กับที่นิยมใช้ในไอออนโครมาโทกราฟี คือ เรซินที่สามารถแลกเปลี่ยนไอออนได้ (ion exchanger resins)

ion exchanger resins คือ สารโพลีเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากการทำโพลีเมอร์ไรซ์สารอินทรีย์ต่อไปนี้

- Styrene + divinylbenzene
- Polymethacrylate
- Methacrylic acid + divinylbenzene
- Acrylic acid + divinylbenzene

การโพลีเมอร์ไรซ์สามารถทำให้โมเลกุลของสารอินทรีย์เชื่อมโยง (cross-linking) ได้หลายแบบทำให้ได้สารเรซินที่มีคุณสมบัติ ๆ ต่างกัน เรซินที่นิยมใช้กัน คือเรซินที่ได้จากการเตรียมโพลีเมอร์ไรซ์สารสไตรีนกับไดไวนิลเบนซีน

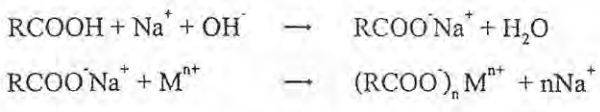
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เรซินที่เตรียมได้จะแสดงคุณสมบัติอย่างไรขึ้นอยู่กับหมู่ธาตุ (function group) ที่นำเข้าไป ในอะโรมาติกนิวเคลียส ดังนั้นเรซินที่ใช้ในการทำไอออนโครมาโทกราฟีสามารถแบ่งตามคุณสมบัติของหมู่ธาตุที่ใส่เข้าไปได้ 2 ชนิด คือ

1. ชนิดแลกเปลี่ยนแคทไอออน (cation exchangers) เรซินนี้จะมีหมู่ธาตุที่เป็นกรดอยู่ในอะโรมาติกนิวเคลียส เตรียมได้โดยนำกรดซัลฟิวริกทำปฏิกิริยากับโพลีเมอร์ของสไตรีนกับไดไวนิลเบนซีน หมู่  $-SO_3H$  จะเข้าไปในโพลีเมอร์ ทำให้ได้เรซินที่สามารถแลกเปลี่ยนแคทไอออนได้ เรซินที่เตรียมได้ชนิดนี้มีคุณสมบัติที่สามารถแลกเปลี่ยนไอออน  $H^+$  กับแคทไอออนอื่นๆ ได้ดี จัดเป็นแคทไอออนที่แรง (strong cation exchangers) ยังมีแคทไอออนเอ็กซ์เชนจ์เรซินชนิดอื่นๆ อีกมาก ซึ่งเป็นเรซินที่แตกต่างกันที่หมู่ฟังก์ชันัลที่มีฤทธิ์เป็นกรดเตรียมได้โดยทำปฏิกิริยาเคมีแทนที่ระหว่างหมู่ฟังก์ชันัลกับโพลีเมอร์ เช่นกัน หมู่ของกรดที่ใช้เป็นหมู่ฟังก์ชันัล ได้แก่

Carboxylic acid	- COOH
Phosphonic acid	- $PO_3H^-, PO_3H_2$
Phosphinic acid	- $HPO_2H^-, HPO_2H_2$
Phenolic	- OH
Arsonic acid	- $AsO_3H^-, AsO_3H_2$
Selenonic acid	- $SeO_3H$

แคทไอออนเอ็กซ์เชนจ์ที่ได้จากหมู่ของกรดเหล่านี้จะมีความแรงน้อยกว่า  $-SO_3H$  จึงจัดเป็นแคทไอออนเอ็กซ์เชนจ์ที่อ่อน (weak cation exchangers) ความแรงของหมู่กรดแต่ละชนิดแตกต่างกันขึ้นอยู่กับค่าคงที่ของการแตกตัวของกรดนั้นๆ และ pH ของสารละลาย ถ้าสารละลายมี pH ต่ำ การแตกตัวของ  $H^+$  จะเกิดได้น้อย ความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคทไอออนมีน้อย ถ้าสารละลายมี pH สูงๆ หรือเป็นเบสจะทำให้กรด แตกตัวได้ดี และได้เรซินที่อยู่ในรูปของเกลือโซเดียม สามารถนำไปใช้แลกเปลี่ยนกับแคทไอออนอื่นๆ ได้ดี



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้





จะเห็นได้ว่า ลักษณะของเรซินที่นำมาใช้ในการแลกเปลี่ยนไอออนมีได้ 2 รูป คือ รูปของ OH<sup>-</sup> (hydroxide form) และอยู่ในรูป Cl<sup>-</sup> (chloride form) ในทางการค้าสามารถซื้อหาเรซินทั้งชนิดแก่และชนิดปานกลางในรูปต่างๆ มาใช้งานได้โดยตรง

สำหรับแอนไอออนเรซินชนิดอ่อนที่เตรียมได้ในปฏิกิริยาที่ 4 ในทางการค้าจะอยู่ในรูปของเบสอิสระ (RCH<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>) เมื่อต้องการนำมาใช้งานต้องมาทำปฏิกิริยากับกรดเกลือก่อนเพื่อทำให้อยู่ในรูปของคลอไรด์



จากนั้นจึงนำไปแลกเปลี่ยนกับไอออนอื่นๆ



เมื่อต้องการทำให้เรซินที่กล่าวมาข้างต้นเป็นการแบ่งตามความประพฤติของเรซินที่เกิดธรรมชาติของหมู่ฟังก์ชันนัล เรซินที่แบ่งไว้เป็นพวกเดียวกันตามหมู่ฟังก์ชันนัลนี้ยังมีความประพฤติแตกต่างกันออกไปได้อีก สิ่งที่มีผลทำให้เรซินมีความประพฤติต่างๆ กัน ได้แก่

- ขนาดของเรซิน (size of particles) มีผลต่ออัตราเร็วในการแลกเปลี่ยนไอออนและการซึมผ่านของสารละลายออกจากคอลัมน์
- Degree of cross-linking จะมีผลต่อทำให้เรซินมีความแข็ง มีการพองตัว และมีขนาดรูที่ต่างๆ กัน
- Strength of functional group มีผลต่อค่าสัมประสิทธิ์ของการกระจายของไอออนระหว่างเรซินกับสารละลาย
- Number of functional group มีผลทำให้เรซินมีขนาดความจุต่างๆ กัน

#### 4. ส่วนควบคุมอุณหภูมิ (temperature control) สำคัญมากสำหรับการวัดความ

ถูกต้องของข้อมูลการคงไว้ (retention data) ส่วนควบคุมอุณหภูมิอาจใช้เป็นถังน้ำหุ้มคอลัมน์ไว้ (water jacketed) เพื่อทำให้อุณหภูมิกคงที่ แต่ถ้าต้องการให้รีเทนชันไทม์ของตัวอย่างสั้นขึ้น อาจเพิ่มอุณหภูมิให้แก่คอลัมน์ได้เช่นเดียวกับก๊าซโครมาโทกราฟีโดยใช้เตา (oven) ที่ควบคุมอุณหภูมิเป็นการเพิ่มอัตราการแยกโดยเฉพาะเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพของคอลัมน์

5. ส่วนปรับค่าการนำไฟฟ้า (suppressor) มีหน้าที่ทำลายไอออนของตัวอีลูทโดยเปลี่ยนตัวอีลูทให้อยู่ในรูปที่มีค่าการนำไฟฟ้าต่ำ และในขณะเดียวกันยังสามารถเปลี่ยนไอออนของสารตัวอย่างให้เป็นไอออนที่มีค่าการนำไฟฟ้าสูง คือ H<sup>+</sup> หรือ OH<sup>-</sup> ซึ่งทำให้ conductivity detector มีความไวสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6. ดีเทคเตอร์ (detector) หลังจากที่เราสารตัวอย่างที่ถูกอีลิวต์ออกจากคอลัมน์จะประกอบด้วย ไอออนต่างๆ และไอออนแต่ละตัวที่อยู่ในสารตัวอย่างจะมีความสามารถในการนำไฟฟ้าได้แตกต่างกัน ดังนั้นวิธีการตรวจวัดค่าการนำไฟฟ้า (conductivity detector) จึงเป็นวิธีที่นิยมมากที่สุด ดีเทคเตอร์ที่ใช้ในไอออนโครมาโทกราฟีชนิดอื่นๆ เช่นการวัดค่าดูดกลืนแสง , วิธีการทางรังสี , วิธีโพเทนเชียลโอเมตรี หรือวิธีโพลารोगราฟี

### การประยุกต์ใช้เทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี

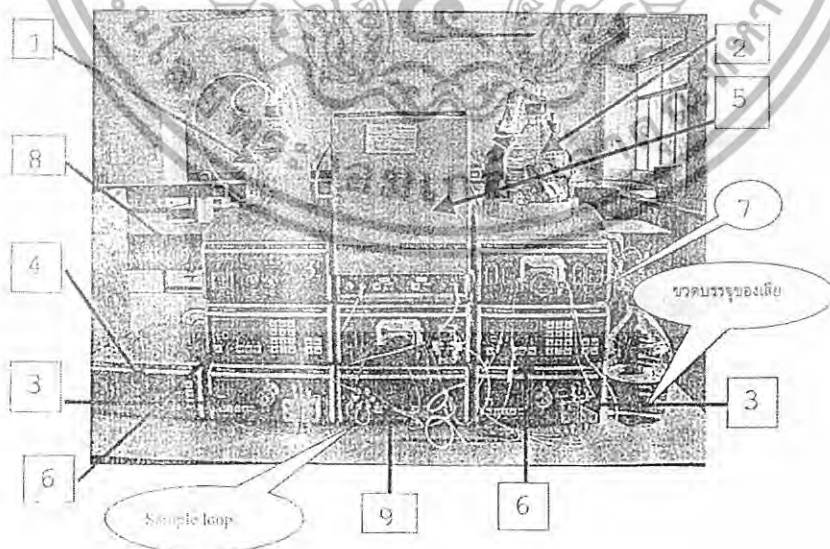
1. การทำคุณภาพวิเคราะห์ (Qualitative analysis) การวิเคราะห์สามารถทำได้โดยเปรียบเทียบค่ารีเทนชันไทม์หรือรีเทนชันโวลูมของสารตัวอย่างกับสารมาตรฐานที่ทราบค่ารีเทนชันไทม์ แล้วการเปรียบเทียบสามารถทำได้เมื่อสภาวะการทดลองเหมือนกันทุกประการ
2. การทำปริมาณวิเคราะห์ (Quantitative analysis) การวิเคราะห์สามารถทำได้โดยสร้างกราฟมาตรฐาน (calibration curve) โดยการนำสารมาตรฐานที่ทราบปริมาณที่แน่นอนหลายๆ ขนาดความเข้มข้นมาทำการวิเคราะห์ เมื่อได้โครมาโทแกรม จากนั้นวัดพื้นที่พีคแล้วนำไปสร้างกราฟมาตรฐานโดยทำการพล็อตระหว่างพื้นที่พีคเทียบกับปริมาณความเข้มข้น เมื่อทำการวิเคราะห์สารตัวอย่าง ก็จะได้โครมาโทแกรมของสารตัวอย่างและวัดพื้นที่ได้พีคได้ แล้วก็สามารถนำไปพล็อตลงบนกราฟมาตรฐานและอ่านค่าความเข้มข้นของสารตัวอย่างจากกราฟมาตรฐานได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## การใช้เครื่องไอออนโครมาโทกราฟี

### 1. ส่วนประกอบของเครื่องไอออนโครมาโทกราฟี

1. ขวดพร้อมสารละลายวัฏภาคเคลื่อนที่สำหรับแคทไอออน (Eluent or Mobile phase for Cation)
2. ขวดพร้อมสารละลายวัฏภาคเคลื่อนที่สำหรับแอนไอออน (Eluent or Mobile phase for Anion)
3. ปั๊มสำหรับสารละลายวัฏภาคเคลื่อนที่ (709 IC pump) สำหรับแยกแคทไอออน ให้ใช้อัตราการไหล 1.00 มิลลิลิตรต่อนาที และสำหรับแยกแอนไอออนให้ใช้อัตราการไหล 0.70 มิลลิลิตรต่อนาที
4. หน่วยติดต่อประมวลผลทุกหน่วยย่อย (762 IC Interface)
5. ตู้ภายในบรรจุคอลัมน์สำหรับแยกแคทไอออน (METROSEP C2\_150 ขนาด 4.0 x 250 มิลลิเมตร) และคอลัมน์สำหรับแยกแอนไอออน (METROSEP ASUPP5\_150 ขนาด 4.0 x 250 มิลลิเมตร)
6. เครื่องตรวจวัดสัญญาณการนำไฟฟ้า สำหรับการแยกแคทไอออน และแอนไอออน (Conductivity detector, 732 IC Detector)
7. หน่วยซัพเพรสเซอร์ (758 IC Suppressor)
8. เครื่องตรวจวัดสัญญาณ (791 VA Detector)
9. หน่วยสำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิคไดอะไลซิส (812 Valve unit)



รูปที่ ค.1 แสดงส่วนประกอบของเครื่องไอออนโครมาโทกราฟี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2. ขั้นตอนการวิเคราะห์และประมวลผลด้วยโปรแกรมควบคุม IC Net 2.3

### วิธีเปิดเครื่อง

1. เปิด switch power ด้านปลั๊กไฟทุกตัว ตรวจสอบว่ามีการต่ออุปกรณ์ มีการละลายสำหรับชะเตรียมไว้เรียบร้อยแล้ว
2. กด ON ที่หน่วย Interface (762 IC Interface)
3. กดปุ่ม EXT ของ 709 IC pump ทั้ง 2 ตัว
4. สับตัวล๊อคของด้าม Suppressor IC 753 ขึ้นด้วย
5. เปิดคอมพิวเตอร์ตามปกติ และขอรหัสผ่านเจ้าหน้าที่ผู้รับผิดชอบเพื่อเข้าโปรแกรม IC Net 2.3

### วิธีการเดินเครื่อง (Run) เพื่อดูเส้นกราฟของสารละลายวิทยาภาคเคลื่อนที่ (Run Base Line) เทคนิคที่ควรทราบ

การสั่งการและควบคุม กรณีที่ต่อการควบคุมระหว่างอุปกรณ์ต่างๆ ผ่านหน่วย 762 IC Interface กับเครื่องคอมพิวเตอร์ จะต้องแน่ใจว่าได้ กดปุ่ม EXT ของหน่วย 709 IC pump ให้งานแล้ว จึงจะสามารถกดคำสั่งต่างๆ ต่อไปนี้ได้ และกรณีที่มีหลายๆหน้าต่างเปิดอยู่ จะเรียกคำสั่งใดขึ้นมาจะแสดงสีน้ำเงินเข้ม หน้าต่างที่ไม่พร้อมรับคำสั่ง เมนูบาร์จะเป็นสีน้ำเงินจาง

### สำหรับแอนไอออน

#### กดคำสั่งที่เมนูบาร์ ของหน้าต่าง IC Net ดังนี้

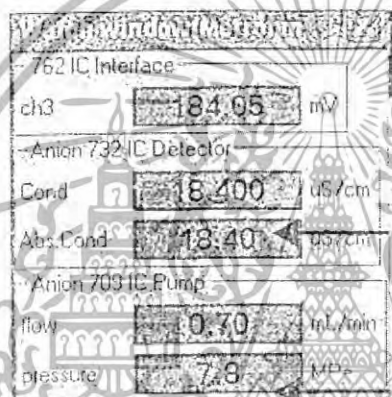
- File/open/System/Metrohm/Prep MSM+ ( จะมีหน้าจอส่วนประกอบของเครื่องมือ ดังรูปที่ ค.1 )
- Control/Connect to workplace



รูปที่ ค.2 แสดงหน้าจอคอมพิวเตอร์ เมื่อเรียกระบบ Prep MSM+smt

เอกสารนี้เป็นเอกสารลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- Control/Start determination (จะมีหน้าต่าง Watch window ขึ้นทุกครั้ง ดังรูปที่ ค.3) และมีหน้าต่างแสดงโครมาโทแกรมเมื่อเวลาผ่านไปหลังทำการกด Start determination โปรแกรม ทำการสั่งให้ซีฟเฟรสเซอร์ทำงานทุก 20 นาที คือ การแปลงสัญญาณการนำไฟฟ้าของสารละลายที่ผ่านไปถึงเครื่องตรวจวัดสัญญาณ เมื่อคอลัมน์อยู่ในสภาพสมดุล เส้นโครมาโทแกรมจะเรียบโดยดูสัญญาณที่แกน Y (ค่ากระแส mV อยู่ระหว่าง -1 ถึง 1 mV) และแกน X (เวลาที่ผ่านไป ช่วง 10 นาที) และมีการลดลงของเส้นพีกหัวกลับทุก 20 นาที เนื่องมาจากการสั่งให้ ซีฟเฟรสเซอร์ การใช้งานต้องทำให้คอลัมน์อยู่ในสภาพสมดุลกับสารละลายวัฏภาคเคลื่อนที่ก่อนเสมอ ทำการเดินเครื่อง (Run) อย่างน้อย 30 นาที



ค่าการนำไฟฟ้าของสารละลายวัฏภาคเคลื่อนที่สูงมาก อาจเกิดจากการเตรียมที่ไม่ถูกต้อง หรือหมดอายุการใช้งาน  
ความดันภายใน

รูปที่ ค.3 แสดงหน้าต่าง watch window ของระบบที่เรียก

- เมื่อคอลัมน์สมดุล ทำการกด Control/stop determination เพื่อหยุดการเดินเครื่อง และเข้าสู่ system และ method ที่ต้องการวิเคราะห์

### สำหรับแคทไอออน

#### กดคำสั่งที่เมนูบาร์ ของหน้าต่าง IC Net ดังนี้

- File/open/System/Metrohm/Normal Cation Training/
- การใช้งานต้องทำให้คอลัมน์อยู่ในสภาพสมดุลกับสารละลายวัฏภาคเคลื่อนที่ก่อนเสมอ คล้ายกับแอนไอออน แต่ไม่มีการซีฟเฟรส เนื่องจากสารละลายวัฏภาคเคลื่อนที่ไม่มีสัญญาณรบกวน การวิเคราะห์แคทไอออนทำการเดินเครื่องอย่างน้อย 40 นาที ไม่ต้องเปลี่ยนโปรแกรมคำสั่งของระบบเหมือนแอนไอออน แต่ต้องเรียก method ที่ต้องใช้งานมา ตามคำสั่งต่อไปนี้  
File/Open/Method/Metrohm/C2\_150 Training/

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3. วิธีหาความเข้มข้นของสารตัวอย่าง

ตรวจสอบว่าเปิดระบบและ method ที่ใช้อยู่ตรงกับที่ต้องการหรือไม่ ถ้ายังไม่ใช่ระบบที่ต้องการ ให้กดคำสั่งดังนี้

- 3.1 File/Open/System/Metrohm/Normal Cation Training/ และ File/Open/Method/Metrohm/C2\_150 Training/ สำหรับเปิดระบบและ method ของแคทไอออน
- 3.2 File/Open/System/Metrohm/Normal anion with suppressor+ และ File/Open/Method/Metrohm/ASUPP5\_150 nitrate สำหรับเปิดระบบและ method สำหรับแอนไอออน
- 3.3 Control/Connect to workplace
- 3.4 Control/Start determination หน้าต่าง Edit sample description จะปรากฏดังรูปที่ 5 ให้ใส่ข้อมูลที่เกี่ยวข้องไป กรณีที่เริ่มทำให้ทำการขีดสารละลายมาตรฐาน ที่ความเข้มข้นต่างๆ หลายๆ ระดับ (อย่างน้อย 5 จุด) ใส่ หมายเลข 1 , 2 , 3 ... ตามลำดับความเข้มข้นจากน้อยไปมากของสารละลายมาตรฐาน และใส่ calibration level เป็น 0 สำหรับสารตัวอย่าง ( ดังตัวอย่างรูปที่ ค.4) เมื่อใส่เสร็จแล้วกด OK เครื่องมือจะรับคำสั่ง และทำการซีฟเฟอร์สเซอร์ก่อน 1 ครั้ง และทำการปรับให้ค่าสัญญาณลัมพันธ์เป็นศูนย์ หรือเรียกว่า Offset หรือ Auto Zero รอจนหน้าจอ watch window แสดงค่า conductivity (cond) เป็น 0.000 mV
- 3.5 ระหว่างรอให้ค่า conductivity (cond) เป็น 0.000 mV ล้างฟลอปเซลล์ที่เป็นส่วนดูดสารเข้าสู่ Sample loop ด้วยน้ำความบริสุทธิ์สูง จุ่มปลายท่อฟลอปเซลล์ลงในสารละลายที่ต้องการวิเคราะห์ ให้ใช้เข็มฉีดยาฉีดฟลอปเซลล์ดูดสารละลายที่ต้องการวิเคราะห์เข้าไปล้างภายในเส้นท่อ และ ดูดสารละลายนั้นทิ้งลงภาชนะบรรจุของเสีย 2-3 ครั้ง หรืออย่างน้อย 0.5 มิลลิลิตร ต้องไม่ให้มีฟองอากาศ หลงเหลือในเส้นท่อ จึงกดคำสั่ง FILL ที่ตู้บรรจุคอลัมน์ หมายเลข 5 ในรูปที่ ค.1
- 3.6 เมื่อค่า conductivity (cond) เป็น 0.000 mV ให้ดูดสารละลายด้วยเข็มฟลอปเซลล์ซ้ำอีกครั้ง และกดคำสั่ง INJECT ที่ตู้บรรจุคอลัมน์หมายเลข 5 ในรูปที่ ค. 1
- 3.7 กรณีที่มีแท่งกราฟมาตรฐานเดิมอยู่การใส่ข้อมูลในหน้าต่าง Edit sample description ที่ Level ซ้ำของเดิม ค่าที่เดินเครื่องใหม่จะไปทับข้อมูลเดิมที่มีอยู่ ถ้ากด Save
- 3.8 สามารถดูกราฟมาตรฐานและค่า Correlation coefficient , R ได้ โดยใช้คำสั่งที่หน้าต่าง IC Net ดังนี้ Method/calibration/component/ จะมีหน้าต่างแสดงดังรูปที่ ค. 5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 3.9 แต่ถ้ายังไม่มีการพามาตรฐานอยู่ ต้องทำการ สร้างกราฟก่อนโดยการใส่ข้อมูลลงในหน้าต่าง ดังรูปที่ ค. 6 เช่นจำนวน Level และ ความเข้มข้นของสารมาตรฐานแต่ละตัวในตัวเลขความเข้มข้น โดยใช้คำสั่งที่หน้าต่าง IC Net ดังนี้ Method/calibration/component/
- 3.10 ใส่ข้อมูลว่าสารใดออกมา ณ เวลาใด (ใส่ค่า R<sub>t</sub>) โดยใส่ข้อมูลลงในหน้าต่างดังรูปที่ ค.7 โดยใช้คำสั่ง Method/calibration/Identification/ เมื่อใส่แล้วทำการ Save Method ด้วย
- 3.11 เมื่อเดินเครื่องเรียบร้อยแล้ว โครมาโทแกรมจะปรากฏและแสดงค่าผลการวิเคราะห์ ดังรูปที่ ค.8 ถ้าต้องการฉีดตัวอย่างให้ซ้ำเช่นเดิมตามข้อ 3.4-3.6
- 3.12 ระหว่างแต่ละตัวอย่าง ควรเดินเครื่อง และฉีดน้ำที่ความบริสุทธิ์สูงล้างสารที่อาจตกค้างในคอลัมน์ เพื่อให้แน่ใจว่าไม่มีไอออนค้างอยู่ภายในคอลัมน์ ก่อนทำการวิเคราะห์ ตัวอย่างครั้งต่อไป

level ของสารตัวอย่าง

Edit sample description: Metrohm	
Ident	Baseline
Calibration level	10
Info 1:	2373147
Info 2:	?????
Volume:	100 µl
Dilution:	1
Vial number:	1
Amount:	1
Internal standard amount:	100
Date/Time when sample was collected (if different from injection time):	
0	0
0	0
0	9
<input type="button" value="OK"/> <input type="button" value="Cancel"/>	

**รูปที่ ค.4** แสดงหน้าต่างสำหรับรายละเอียดของสารที่ฉีดแต่ละครั้ง

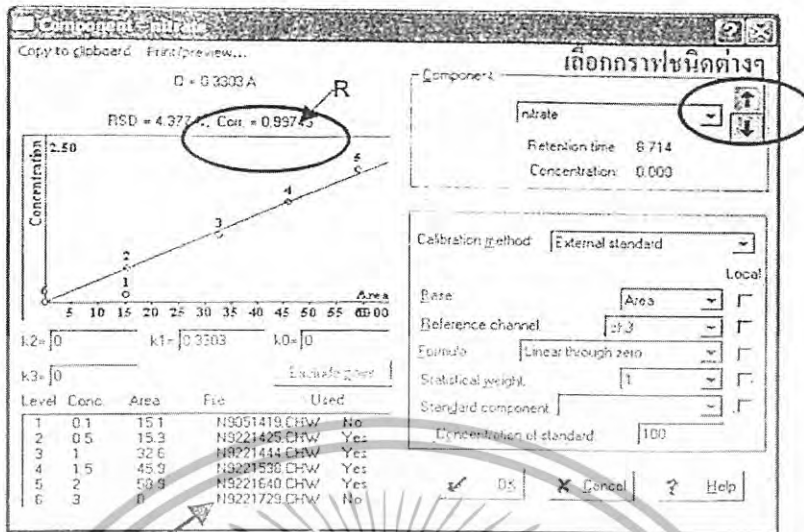
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4. การสร้าง Method และ Calibration curve

- 4.1 เปิด System และ Method ที่เป็นต้นแบบ (Template) เช่นการวิเคราะห์แอนไอออน ใช้คำสั่งเปิด File/Open/System/Metrohm/Normal anion with suppressor+ และ File/Open/Method/Metrohm/ASUPP5\_150 nitrate สำหรับเปิดระบบและ method สำหรับแอนไอออน และ File/Open/System/Metrohm/Normal Cation Training/ และ File/Open/Method/Metrohm/C2\_150 Training/ สำหรับเปิดระบบและ method ของ แคทไอออน
- 4.2 สร้าง method ใหม่สำหรับสารที่เราต้องการวิเคราะห์ โดยใช้คำสั่ง File/Save as/Method/XXX โดยที่ XXX.mtw คือชื่อ method ใหม่ที่เราต้องการสร้าง ห้ามใช้ชื่อซ้ำเดิม ณ เวลานั้น Method จะมีชื่อกำหนดต่างๆ เหมือน Method ที่เป็นต้นแบบทุกประการ ต่อไปจึงเป็นการแก้ไขให้มีชื่อกำหนดตามที่เราต้องการวิเคราะห์
- 4.3 กำหนดชนิดและค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานในช่วงที่ทำการวิเคราะห์ โดยเปิดหน้าต่างดังรูปที่ ค.6 และแก้ไขข้อมูลให้ถูกต้อง ข้อควรระวัง ต้องตรวจสอบข้อมูลใหม่ให้ถูกต้องทั้งค่าความเข้มข้น และ level ที่ได้
- 4.4 ทำการบันทึกข้อมูลใหม่ให้เป็นปัจจุบัน และตรวจสอบว่า ณ เวลานั้นเปิด Method XXX.mtw ที่สร้างใหม่แล้ว โดยการคลิกเมาส์ด้านขวา และกดคำสั่ง set up ดูชื่อ Method ที่ link ว่า เป็น XXX.mtw หรือไม่ ถ้าไม่ใช่ให้กด Choose เพื่อเรียก Method ที่สร้างใหม่ และกด Choose และทำตามข้อที่หัวข้อ 3.4
- 4.5 ทำการฉีดสารมาตรฐานทุก level โดยเรียงลำดับจากความเข้มข้นน้อยไปมาก และทำการ Save Method ด้วย
- 4.6 ดูค่า R หรือ Correlation coefficient มีค่าเข้าใกล้ 1.00 หรือไม่ (ค่าที่ยอมรับได้ = 0.999xx)
- 4.7 ถ้าข้อมูลของ level ใดทำหน้าที่ให้เส้นกราฟไม่เป็นเส้นตรง ให้กดที่ level นั้น และกด Exclude point ที่หน้าต่างรูปที่ ค.5 จากรูปแสดงว่า level 1 และ level 6 ไม่นำมาใช้ในการสร้างกราฟมาตรฐาน พิจารณาว่าค่า R ว่าเพิ่มเป็นค่าที่ยอมรับได้หรือไม่ถ้าค่า R ยอมรับได้ให้ กด Save Method และ (Run) ตัวอย่างต่อไปได้

**ข้อควรระวัง** level ที่นำมาสร้างกราฟต้องมีไม่น้อยกว่า 5 จุด ครอบคลุมความเข้มข้นของสาร ตัวอย่าง และเป็นช่วงเส้นตรง (Linear Range)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



โทรมาโทแกรมสารละลายมาตรฐาน level 6 ที่ไม่นำมาใช้ในการทำกราฟมาตรฐาน

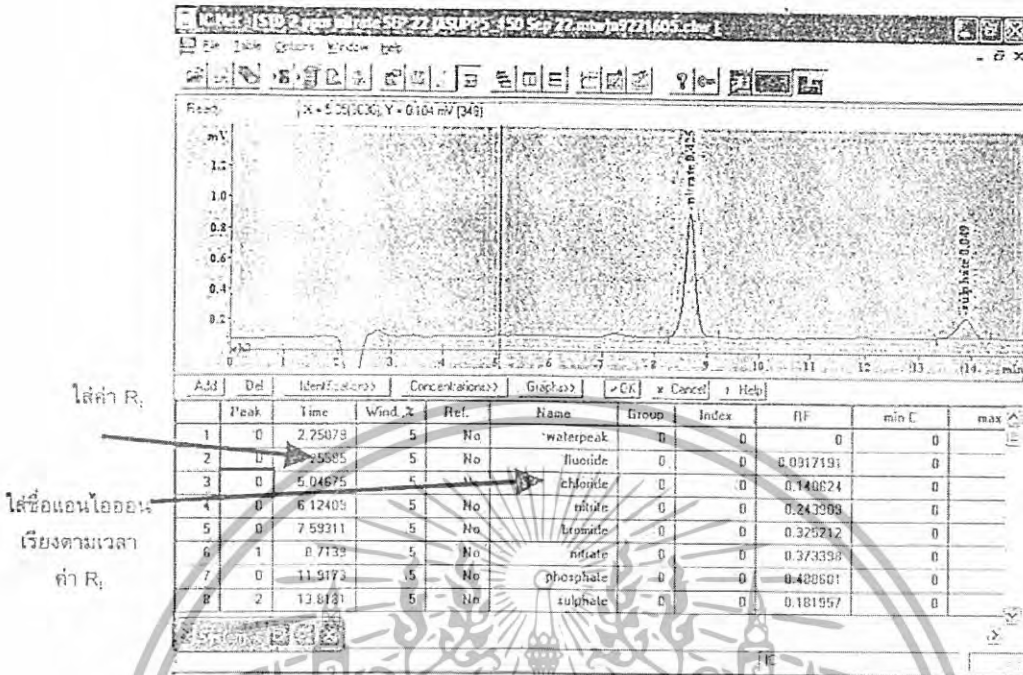
รูปที่ ค.5 แสดงหน้าต่างแสดงรายละเอียดของกราฟมาตรฐาน

	Name	This run	Level 1	Level 2	Level 3
1	lithium	0	0.5	1	
2	sodium	0	10	20	
3	ammonium	0	0	0	
4	potassium	0	0.5	1	
5	sulfium	0	0.5	1	
6	magnesium	0	0.5	1	

สำหรับเพิ่มข้อมูลสารละลายมาตรฐานอีกครั้งละ 1 Level

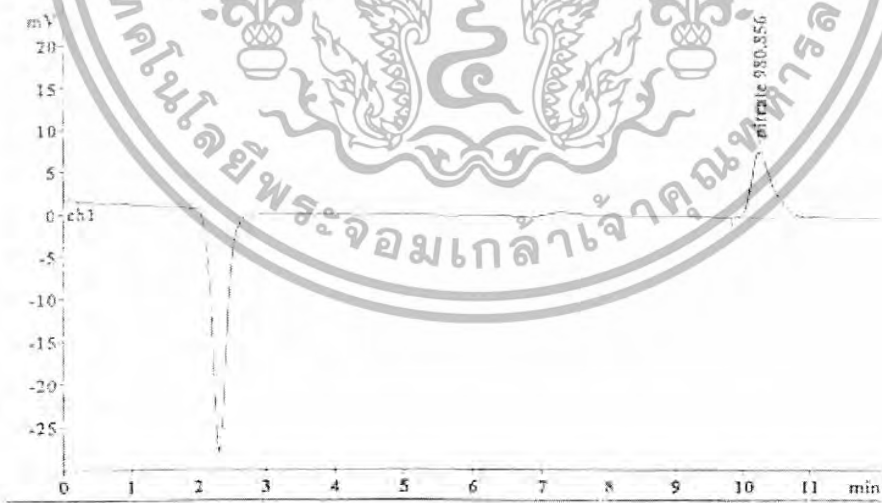
รูปที่ ค.6 แสดงหน้าต่างสำหรับใส่ข้อมูลเกี่ยวกับสารละลายมาตรฐานแคโทไดออน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ใส่ค่า R<sub>i</sub>  
ใส่ชื่อแอนไอออน  
เรียงตามเวลา  
ค่า R<sub>i</sub>

รูปที่ ค.7 แสดงหน้าต่างสำหรับดูข้อมูลเกี่ยวกับสารมาตรฐานแอนไอออน



รูปที่ ค.8 แสดงโครมาโทแกรมของตัวอย่างไนเตรตไอออน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 5. วิธีการปิดเครื่อง

1. ไปที่หน้าต่างของระบบวิเคราะห์ของไอออนที่ต้องการปิด และกดคำสั่ง Control/Stop determination (ถ้ามีหน้าจอที่ไม่เกี่ยวข้อง เช่น Chromatogram ให้ปิดให้หมด กรณีที่มีการเปลี่ยนแปลง ถ้าต้องการ save ให้กด save ด้วย) เมื่อเสร็จให้ทำขั้นต่อไป
2. กด Control/Shut down Hardware
3. Control/Disconnect to workplace
4. System/Close
5. สับตัวล๊อคของด้าน Suppressor IC 753 ลงด้วย
6. ดูหน้าจอไม่มีไอคอนตรงเมนูบาร์ ของหน้าต่าง IC Net ถ้ามีให้ไปดับเบิลคลิกที่ไอคอนดังกล่าว และทำซ้ำ 4 ครั้ง
7. ปิดคอมพิวเตอร์ตามปกติ
8. ปิดสวิตซ์ไฟทั้งหมด

### ข้อสังเกต

1. ต้องมีสารละลายหยดออกมาของการเดินเครื่องจากปลายเส้นท่อลงในขวดบรรจุของเสียเสมอ เมื่อเริ่มทำการเดินเครื่อง
2. โครมาโทแกรมของการเดินเครื่อง PREP MSM+ ที่ปรากฏจะมีการ suppress ทุก 20 นาที กรณีที่ไม่ได้ใช้งานเครื่องมานาน ควรเดินเครื่อง PREP MSM+ อย่างน้อย 1 ชั่วโมง หรือดูเส้นโครมาโทแกรมเรียบ
3. การวิเคราะห์ทั้งแคทและแอนไอออน สามารถทำได้พร้อมกัน เนื่องจากมีหน่วยย่อยที่แยกกัน แต่ประมวลผลด้วยโปรแกรม IC Net 2.3 เหมือนกัน
4. เลือก Method ดับเบิลคลิกที่รูปคีย์บอร์ด หรือ File/Open/Method แล้วเลือก Method ที่เคยเซฟไว้
5. ถ้าต้องการปรับ Scale ให้คลิกขวาที่โครมาโทแกรม แล้วเลือก appearance และกำหนด Scale แกน X หรือ แกน Y ตามต้องการ
6. ถ้าต้องการดู Retention time ให้ใช้คำสั่ง Method/Calibration/Component
7. ถ้าต้องการเปลี่ยนข้อมูล เช่น ชื่อตัวอย่าง หรือเวลาในการเดินเครื่องสารอยู่สามารถเปลี่ยนได้ ให้ใช้คำสั่ง Method/Passport แล้วจึงแก้ไขข้อมูล
8. ถ้าต้องการแก้ Retention time เมื่อค่า  $R_f$  เปลี่ยนไป เช่นเมื่อเปลี่ยนสารละลายวิทยภาคเคลื่อนที่ใหม่ ให้ใช้คำสั่ง Method/Calibration/Component/ กดเลือกพิกที่ที่ต้องการ (จะมีสีแดงขึ้น) จากนั้นกดคำสั่ง/Identification/Update

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

9. ถ้าต้องการดูข้อมูลเก่าของกราฟมาตรฐานเดิม ให้ใช้คำสั่ง Method/Calibration/Graph/ กด ลูกศรขึ้นลงเลือกกราฟที่ต้องการดูข้อมูล แต่ถ้าเดินเครื่องสารถลายมาตรฐานเสร็จแล้ว และ กด Save method ข้อมูลที่เดินเครื่องใหม่จะไปลงทับข้อมูลเดิม

## 6. ความหมายของโปรแกรม คำสั่งใน IC Net 2.3 ที่เกี่ยวข้องกับ ระบบ (System)

หมายถึง โปรแกรมซอฟต์แวร์ของการจัดกลุ่มหน่วยย่อยที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์ จะมีชื่อ สกูลที่ลงท้ายด้วย \*.smt เช่น ในการหาแอนไอออน ต้องใช้หน่วยย่อย คือ

- 762 IC Interface
- 709 IC pump
- 732 IC Detector
- 753 IC Suppressor ฯลฯ

ในโปรแกรม IC Net 2.3 ได้จัดระบบสำหรับการทำงานสำหรับการวิเคราะห์ของนักศึกษาไว้ แล้ว กรณีที่ต้องการดัดแปลงให้เหมาะสมกับสารตัวอย่างของตัวเอง ต้องศึกษาโปรแกรมเพิ่มเติมก่อน

ระบบ PREP MSM+.smt สำหรับการเตรียมคอลัมน์แอนไอออน ให้ระบบโดยรวมของการ วิเคราะห์ในสถานะสมดุลก่อน

ระบบ Normal anion with suppressor+.smt สำหรับการวิเคราะห์แอนไอออน

ระบบ Normal Cation Training.smt สำหรับการวิเคราะห์แคทไอออน

### Method

หมายถึง โปรแกรมซอฟต์แวร์ของการจัดวิธีการวิเคราะห์ ควบคุมการทำงานของหน่วยต่างๆ ณ ช่วงเวลาต่างๆ ผ่านเครื่องคอมพิวเตอร์ รวมทั้งการประมวลผล จะมีชื่อสกูลที่ลงท้ายด้วย \*.mtw เมื่อ ทำการหาปริมาณสารตัวอย่างเมื่อเทียบกับสารมาตรฐานแล้ว โดยมีการอ่านค่าสัญญาณโครมาโทแกรม อินทิเกรตพีคที่เกิดขึ้นในช่วงเวลาที่กำหนดให้เป็นเอกลักษณ์ของสารนั้นๆ เช่น ณ เวลา 5.64 นาที ภายหลังการฉีดสารเข้าสู่คอลัมน์ สัญญาณที่ตรวจวัดได้จะเป็นพีคของไอออน A เสมอ เมื่อทำด้วย สภาวะเงื่อนไขเช่นเดิมจะสามารถใช้ Method นี้ในการหาไอออน A ได้ทั้งแบบ คุณภาพวิเคราะห์ เช่น ดูว่ามีไอออน A ในสารละลายหรือไม่ ถ้ามีเมื่อทำการฉีดสารตัวอย่าง จะมีพีคปรากฏ ณ เวลา 5.64 นาที เสมอ และสามารถหาไอออน A แบบปริมาณวิเคราะห์ได้ โดยการฉีดสารมาตรฐานของไอออน A ที่ความเข้มข้นต่างๆ อย่างน้อย 5 จุด และสั่งทำกราฟมาตรฐาน หาความสัมพันธ์เชิงเส้นในรูปสมการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อฉีดสารตัวอย่างอ่านค่าพีคที่ได้ นำมาคำนวณโดยใช้สมการ หาปริมาณแอนไอออน A ในสารละลายตัวอย่างได้ เช่น ตัวอย่างโครมาโทแกรมของไนเตรต ในการวิเคราะห์ผู้วิเคราะห์ต้องทำกราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์แต่ละครั้งเอง สามารถดูตัวอย่างได้จากแฟ้ม เช่น

ASUPP5\_150 nitrate.mtw สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณแอนไอออน

C2\_150 Training.mtw สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณแคทไอออน

## 7. ปัญหาและเทคนิคการแก้ไข

1. กรณีค่า conductivity มากเกิน (เป็นสีแดง) ให้ตรวจสอบว่า Suppressor ทำงานหรือไม่ โดยดับเบิ้ลคลิกที่ ion suppressor ตรวจสอบโปรแกรมการสั่งงาน suppressor ว่าปกติหรือไม่ และกด Pump ON หนึ่งครั้ง ให้ suppressor ทำงาน ค่า conductivity ควรลดลงเป็นปกติ
2. กรณีมีพีคต่างๆ มากมาย ซึ่งเป็นสารปนเปื้อนในสารละลายที่ฉีด และไม่ใช่สารที่ต้องการวิเคราะห์ให้ไปตรวจสอบคำสั่งการประมวลผล โดยกด Method/Integration/ ตรวจสอบเงื่อนไขในการอินทิเกรตให้เหมาะสม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ง.  
แสดงวิธีการคำนวณ

ง.1 วิธีการคำนวณหาค่าเฉลี่ย ( $\bar{X}$ )

$$\bar{X} = \frac{\sum Xi}{n}$$

ง.2 วิธีการคำนวณหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard Deviation, SD)

$$SD = \frac{\sum (Xi - \bar{X})^2}{n}$$

ง.3 วิธีการคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์ของความสัมพันธ์ (Regression Coefficient,  $r^2$ ) ของกราฟมาตรฐาน

$$R^2 = \frac{N\sum xy - (\sum x)(\sum y)}{(N\sum x^2 - \sum x^2)(N\sum y^2 - \sum y^2)}$$

ง.4 วิธีการคำนวณหาค่าร้อยละของการได้กลับคืน (% recovery)

$$\% \text{recovery} = \frac{\text{ความเข้มข้นของ spike sample} - \text{ความเข้มข้นของ sample}}{\text{ความเข้มข้นของ Standard}} \times 100$$

ง.5 วิธีการคำนวณหาปริมาณความเข้มข้นของกรด โกล โคลิก ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางตัวอย่าง

$$C_1 = \frac{C_2 \times V_2}{V_1}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้