

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานในผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพ โดยใช้  
เทคนิคแอนติกสทริปปิงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี



T107809



เลขหมู่.....  
เลขทะเบียน.....  
วัน,เดือน,ปี.....

2549  
๑๗/๙

b.....  
i.....

โครงการนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต  
สาขาเคมีอุตสาหกรรม – เครื่องมือวิเคราะห์  
ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
ปีการศึกษา 2549

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**DETERMINATION OF TRICLOSAN IN PERSONAL HEALTH CARE PRODUCTS  
BY ANODIC STRIPPING DIFFERENTIAL PULSE VOLTAMMETRY (ASDPV)**



**A Special Project Submitted in Partial Fulfillment of the Requirement for  
the Degree of Bachelor of Science**

**Major in Industrial Chemistry - Analytical Instrumentation**

**Department of Chemistry**

**Faculty of Science**

**King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang**

**Academic Year 2006**

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษ การวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซาน ในผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพ  
โดยใช้เทคนิคแอสโตรคัทรีปิงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี

นักศึกษา นายตติยะ ถิมภักดี รหัสประจำตัว 46050783  
นางสาวสุรางคณา จันทรา รหัสประจำตัว 46050802

ภาควิชา เคมี  
สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม - เครื่องมือวิเคราะห์

ปีการศึกษา 2549

อาจารย์ที่ปรึกษา รศ. อรุณี คงศักดิ์ไพศาล

ภาควิชา เคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้  
โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการตรวจสอบ	ลายมือชื่อ
ประธานกรรมการ ดร.วิบูลย์ ประดิษฐ์เวียงคำ	
กรรมการ อ. พรทิพย์ ศัพทอนันต์	
กรรมการ รศ.อรุณี คงศักดิ์ไพศาล	

(ผศ.ดร.ประยงค์ ดวงดี)

หัวหน้าภาควิชาเคมี

### ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

#### สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษ	การวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานในผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพ โดยใช้เทคนิคแอนโคลิกสทริปปิงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมทรี	
นักศึกษา	นายตติยะ ลิมภักดี รหัสประจำตัว 46050783	นางสาวสุรางคณา จันทรา รหัสประจำตัว 46050802
ภาควิชา	เคมี คณะวิทยาศาสตร์	
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม - เครื่องมือวิเคราะห์	
ปีการศึกษา	2549	
อาจารย์ที่ปรึกษา	รศ. อรุณี คงศักดิ์ไพศาล	

### บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานโดยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าที่ขั้วปรอทหยด โดยการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานในปริมาณน้อยนั้น ได้พัฒนาเทคนิคทางโวลแทมเมทริก วิธีแอนโคลิกสทริปปิงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมทรีมาใช้ในการวิเคราะห์ โดยจะแสดงเป็นพีคของกระแสที่มีการเกาะติดของไตรโคลซานที่ขั้วไฟฟ้า การวิเคราะห์จึงขึ้นอยู่กับค่าการเกาะติดของไตรโคลซานบนขั้วไฟฟ้าปรอทหยดแวนตัว ภายใต้สภาวะการทดลองนี้ตำแหน่งพีคของไตรโคลซานจะอยู่ระหว่าง -1200 และ -990 mV (เทียบกับขั้ว Ag/AgCl) ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับค่า pH เวลาการเกาะติดสาร ค่าศักย์ไฟฟ้าสะสม และ ผลกระทบจากสารอินทรีย์อื่น ๆ เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงค่าเวลาการเกาะติดสารในช่วง 120 -150 s จะส่งผลต่อการเพิ่มความสูงของพีค ภายใต้สภาวะการทดลองที่ pH = 8 ค่าศักย์ไฟฟ้าสะสมที่ -450 และ ค่าเวลาในการเกาะติดสาร 120 s ปริมาณต่ำสุดที่ตรวจวัดไตรโคลซาน เท่ากับ 1.4952 mg/L จากกราฟมาตรฐานของไตรโคลซานที่มีสมการเชิงเส้น เท่ากับ  $y = 1.2282x + 4.6462$  วิธีนี้ประสบความสำเร็จในการประยุกต์เพื่อหาไตรโคลซานซึ่งผสมอยู่ในผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพ คือ เจลล้างมือ ยาสีฟัน โรลออน และผลิตภัณฑ์ซักผ้า โดยมีค่าในช่วง 0.0540 - 0.1437 % w/w และค่าเปอร์เซ็นต์การคืนกลับของการวิเคราะห์มีค่าในช่วง 92.2126 - 102.4904 ปริมาณความเข้มข้นของไตรโคลซานที่วิเคราะห์ได้ในส่วนผสมน้อยกว่า 0.3% ซึ่งตรงตามข้อกำหนดของสหภาพยุโรป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

<b>Special Project Title</b>	Determination of triclosan in personal health care products by Anodic stripping differential pulse voltammetry (ASDPV)	
<b>Student</b>	Mr. Tatiya Limpukdee	ID 46050783
	Ms. Surangkana Jantra	ID 46050802
<b>Department</b>	Chemistry	
<b>Program</b>	Chemistry Industrial – Analytical Instrumentation	
<b>Academic Years</b>	2006	
<b>Special Project Advisor</b>	Assoc. Prof. Arunee Kongsakpaisal	

### ABSTRACT

A voltammetric method for the determination of trace amount of triclosan was developed. Anodic stripping differential pulse voltammetry of triclosan exhibits tensammetric peak at the deposition potential of triclosan. The determination method is base on the deposition of triclosan on hanging mercury drop electrode under the experimental conditions. The tensammetric peak potential of triclosan was between -1200 and -990 mV (versus Ag/AgCl), depending on pH, deposition time , accumulation potential and presence of organic materials. Variation of the deposition time between 120 - 150 s caused a linear increase in the tensammetric peak height. Under optimum experimental condition (pH = 8, accumulation potential of -450 mV and deposition time 120 s) the detection limit (LOD) obtained from the linear regression equation ( $y = 1.2282x + 4.6462$ ) was 1.4952 mg/L. The method was successfully applied to the determination of triclosan in commercially available health care product (handwash, toothpate, deodorant stick and laundry detergent) The amounts of the analyses are 0.0540 - 0.1437 % w/w and the % recovery are 92.2126 – 102.4904. All the product displayed triclosan concentration in compliance with the EEC directive (< 0.3%)

## กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษครั้งนี้สำเร็จลุล่วงได้เป็นอย่างดี ซึ่งจะเกิดขึ้นไม่ได้เลยหากขาดการดูแลเอาใจใส่ ตลอดเวลาในการทำงาน รวมทั้งให้คำปรึกษา คำแนะนำ รวมถึงเสนอแนวทางแก้ไขปัญหาและ ข้อบกพร่องต่าง ๆ ให้เกิดความถูกต้องและสมบูรณ์มากที่สุด จาก รศ.อรุณี คงศักดิ์ไพศาล ซึ่งเป็นอาจารย์ ที่ปรึกษาโครงการพิเศษ ทั้งนี้ขอขอบพระคุณ รศ. อรุณี คงศักดิ์ไพศาล ดร.วิบูลย์ ประดิษฐ์เวียงคำ และ อ.พรทิพย์ ศัพทอนันต์ ที่สละเวลาในการเป็นกรรมการสอบ และได้ให้คำแนะนำ ข้อแก้ไขและสิ่งที่ต้อง ปรับปรุงต่าง ๆ ซึ่งทำให้โครงการพิเศษนี้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ทุกท่านในภาควิชาเคมี คณะ วิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ช่วยอำนวยความสะดวกในเรื่อง ต่าง ๆ และให้ความช่วยเหลือมาโดยตลอดตั้งแต่เริ่มศึกษามาจนกระทั่งบรรลุผลสำเร็จตามความมุ่งหมาย ขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงไว้ ณ ที่นี้

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณ คุณพ่อคุณแม่ ผู้เป็นที่รักและเคารพอย่างสูง พี่น้อง ทุกคน ที่ให้ ความช่วยเหลือสนับสนุนด้านทุนทรัพย์ และคอยเป็นกำลังใจ ให้ความเข้าใจเสมอมา ตลอดจนเพื่อน ๆ ทุกคน รุ่นพี่ นักศึกษาปริญญาโท ที่คอยช่วยเหลือ ให้คำปรึกษา ให้กำลังใจมาโดยตลอด พร้อมทั้งให้ ข้อเสนอแนะ ที่เป็นประโยชน์อย่างยิ่ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ช
สารบัญรูป	ฉ
<b>บทที่ 1 บทนำ</b>	
1.1 ความสำคัญและที่มาของ โครงการงานพิเศษ	1
1.2 วัตถุประสงค์ของ โครงการงานพิเศษ	2
1.3 ขอบเขตของ โครงการงานพิเศษ	2
1.4 ขั้นตอนการวิจัยและการดำเนินงาน	2
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
<b>บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง</b>	
2.1 ไตรโคลซาน (Triclosan)	4
2.2 กลไกการทำงานของ ไตร โคลซาน	5
2.3 ลักษณะทางกายภาพของ ไตร โคลซาน	6
2.4 โวลแทมเมตรี	8
2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	25
<b>บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย</b>	
3.1 สารเคมี	28
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ	28
3.3 การดำเนินการทดลอง	29
3.3.1 การเตรียมสารละลายที่ใช้ในการทดลอง	29
3.3.2 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์หาปริมาณ ไตร โคลซาน ด้วยเทคนิคแอดโนติกสทริปปิงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี	31
3.3.3 ศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของการทำ Standard addition	34
3.3.4 ศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของการทำกราฟมาตรฐาน	34
3.3.5 การวิเคราะห์หาปริมาณ ไตร โคลซาน ในตัวอย่างผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพ	34

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
<b>บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผล</b>	
4.1 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซาน ด้วยเทคนิคแอนติคสทริปปิงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี	38
4.2 ศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของการทำ Standard addition	41
4.3 การสร้างกราฟมาตรฐานของไตรโคลซาน	43
4.4 การวิเคราะห์ไตรโคลซานในตัวอย่างผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพ	45
4.4.1 External Standard Method	45
4.4.2 Standard addition	46
4.4.3 การหาเปอร์เซ็นต์คืนกลับ (% recovery)	47
4.4.4 ค่าขีดจำกัดการตรวจวัด (LOD)	48
4.4.5 ค่าขีดจำกัดการตรวจวัดเชิงปริมาณ (LOQ)	48
4.4.6 การทดสอบความเที่ยง (Precision)	48
4.4.7 การเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซาน ในผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพ	49
4.4.8 การทดสอบค่าเฉลี่ยด้วย t-test	50
<b>บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ</b>	
5.1 สรุปผลการวิจัย	51
5.2 ข้อเสนอแนะ	52
<b>เอกสารอ้างอิง</b>	53
<b>ภาคผนวก ก</b> วิธีมาตรฐานในการวิเคราะห์ Triclosan และการเตรียมสารละลายมาตรฐานไตรโคลซาน	
ก1. วิธีมาตรฐานในการวิเคราะห์ Triclosan USP	55
ก1.1 การวิเคราะห์หาความบริสุทธิ์ของไตรโคลซาน	55
ก1.2 การวิเคราะห์หาสารเจือปนในไตรโคลซาน	56
ก2. วิธีการเตรียมสารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้น 1 10 20 50 100 และ 1000 ppm	56
<b>ภาคผนวก ข</b> ตัวอย่างโวลแทมโมแกรมที่ได้จากการทดลอง	58
<b>ภาคผนวก ค</b> กราฟมาตรฐานของไตรโคลซานที่ได้จากการทดลอง	64

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
ภาคผนวก ง ผลการวิเคราะห์ไตรโคลซาน	
ง1. สารตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์	73
ง2. ผลการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานตัวอย่างชนิดต่าง ๆ	
External Standard Method และ Standard addition method	73
ภาคผนวก จ ค่าขีดจำกัดการตรวจวัดของไตรโคลซาน	80
ภาคผนวก ฉ ค่าขีดจำกัดของการตรวจวัดเชิงปริมาณของไตรโคลซาน	82
ภาคผนวก ช การทดสอบความเที่ยง (Precision)	83
ภาคผนวก ซ การเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซาน	85
ภาคผนวก ฌ การทดสอบค่าเฉลี่ยด้วย t-test	86



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 แสดงการประยุกต์ใช้และประโยชน์ของสารไตรโคโลซาน ในผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพ	6
ตารางที่ 2.2 ข้อมูลของอิเล็กทรอนิกส์โทรคทำงานบางตัว	10
ตารางที่ 3.1 ตารางแสดงความสภาวะที่ใช้ในการศึกษาความเข้มข้น ของบัฟเฟอร์ที่เหมาะสม	32
ตารางที่ 3.2 ตารางแสดงความสภาวะที่ใช้ในการศึกษา pH ของบัฟเฟอร์ที่เหมาะสม	33
ตารางที่ 3.3 ตารางแสดงความสภาวะที่ใช้ในการศึกษาเวลาการเกาะติด ที่เหมาะสม	33
ตารางที่ 4.1 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้ของ B-R buffer ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ	38
ตารางที่ 4.2 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้ ของ B-R buffer ที่ pHต่าง ๆ	39
ตารางที่ 4.3 แสดง deposition time ในช่วง 30-300 s ที่มีผลต่อกระแสไฟฟ้า ที่อ่านได้จากสารละลายมาตรฐาน ไตรโคโลซาน 100 ppm	40
ตารางที่ 4.4 แสดงผลจากการสร้างกราฟมาตรฐาน Standard addition ค่าพิสัยเชิงเส้น และสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ของ ไตรโคโลซาน	43
ตารางที่ 4.5 แสดงผลจากการสร้างกราฟมาตรฐานที่จุดทดลองต่าง ๆ ค่าพิสัยเชิงเส้น และสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ของ ไตรโคโลซาน	44
ตารางที่ 4.6 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณ ไตรโคโลซาน ในสารตัวอย่างชนิดต่าง ๆ	46
ตารางที่ 4.7 ปริมาณของ ไตรโคโลซาน ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Standard addition	47
ตารางที่ 4.8 แสดงผลของค่าขีดจำกัดการตรวจวัด (LOD)	48
ตารางที่ 4.9 แสดงผลของค่าขีดจำกัดการตรวจวัดเชิงปริมาณ (LOQ)	48
ตารางที่ 4.10 แสดงผลของค่า HORRAT ที่คำนวณได้จากการทดลอง	49
ตารางที่ 4.11 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณ ไตรโคโลซาน ในผลิตภัณฑ์ตัวอย่างทั้ง 2 วิธี	50
ตารางที่ 4.12 แสดงผลของค่า t ที่คำนวณได้จากการทดลอง	50
ตารางที่ ค1 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้จากสารมาตรฐาน ไตรโคโลซานที่ได้จาก Standard addition ทำการทดสอบในช่วงความเข้มข้น 0-16.67 ppm	64
ตารางที่ ค2 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้จากสารมาตรฐาน ไตรโคโลซานชุดที่ 1 ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ	65
ตารางที่ ค3 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้จากสารมาตรฐาน ไตรโคโลซานชุดที่ 2 ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ	66

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญตาราง (ต่อ)

	หน้า
ตารางที่ ค4 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้จากสารมาตรฐานไตรโคลซานชนิดที่ 3 ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ	67
ตารางที่ ค5 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้จากสารมาตรฐานไตรโคลซานชนิดที่ 4 ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ	68
ตารางที่ ค6 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้จากสารมาตรฐานไตรโคลซานชนิดที่ 5 ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ	69
ตารางที่ ง1 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้ของ ไตร โคลซานในสารตัวอย่าง ที่วิเคราะห์ด้วย External Standard Method	74
ตารางที่ ง2 ปริมาณ ไตร โคลซานในสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ด้วย External Standard Method	75
ตารางที่ ง3 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้ของ ไตร โคลซานในสารตัวอย่าง ที่วิเคราะห์ด้วย Standard addition method	76
ตารางที่ ง4 ปริมาณ ไตร โคลซานในสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ด้วย Standard addition method	77
ตารางที่ ง5 ปริมาณ % W/W ไตร โคลซานในสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ ด้วย Standard addition method	78
ตารางที่ ง6 ปริมาณของ ไตร โคลซานจากการหุงเปอร์เซ็นต์คืนกลับ (% recovery)	79
ตารางที่ จ1 แสดงผลของค่าขีดจำกัดการตรวจวัด (LOD)	81
ตารางที่ ฉ1 แสดงผลของความเข้มข้นของ blank ที่อ่านได้	82
ตารางที่ ช1 แสดงผลของค่า HORRAT ที่คำนวณได้จากการทดลอง	84
ตารางที่ ฉ1 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณ ไตร โคลซานในผลิตภัณฑ์ตัวอย่างทั้ง 2 วิธี	85
ตารางที่ ฉ1 แสดงผลการวิเคราะห์ t - test	87

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 แผนภาพแสดงไมโครอิเล็กโทรดปรอท	
(ก) DME (ข) HDME (ค) SMDE (ง) MFE	9
รูปที่ 2.2 แผนภาพแสดงไมโครอิเล็กโทรดของแข็ง	
(ก) RME (ข) RRDE (ค) Disk electrode	10
รูปที่ 2.3 แผนภาพระบบของเครื่องมือโวลแทมเมตรีชนิดสามอิเล็กโทรด	11
รูปที่ 2.4 ผังแสดงวงจรการต่อขั้วไฟฟ้าแบบ (ก) 2 ขั้ว (ข) 3 ขั้ว	13
รูปที่ 2.5 แสดงลักษณะสัญญาณกระตุ้นและเทคนิคต่าง ๆ ในโวลแทมเมตรี	14
รูปที่ 2.6 แผนภาพแสดงกระบวนการสทริปปิงโวลแทมเมตรี	16
รูปที่ 2.7 แผนภาพแสดงผลของความเข้มข้นโลหะที่ HMDE ต่อระยะทาง จากจุดศูนย์กลางหยด ที่ระยะเวลาสะสมต่าง ๆ (A) 240 วินาที (B) 120 วินาที (C) 60 วินาที (D) 30 วินาที (E) 10 วินาที (j = อัตราการไหลของโลหะ)	18
รูปที่ 2.8 แสดงลักษณะอุปกรณ์การวิเคราะห์โดยเทคนิคสทริปปิงโวลแทมเมตรี	21
รูปที่ 2.9 สัญญาณการกระตุ้นและโวลแทมโมแกรมของสทริปปิงโวลแทมเมตรี	22
รูปที่ 2.10 (ก) แสดงสัญญาณกระตุ้น(โวลเตจ โปรแกรม)ในการทำ แอนดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี (ข) แสดงดิฟเฟอเรนเชียลพลัสต์ แอนดิกสทริปปิงโวลแทมโมแกรมของสารละลายผสม $Cd^{2+}$ และ $Cu^{2+}$	23
รูปที่ 2.10 เครื่อง METROHM 746 Trace Analyzer	24
รูปที่ 4.1 แสดงค่ากระแสที่อ่านได้ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ของ Britton –Robinson buffer ( B-R buffer)	38
รูปที่ 4.2 ผลของ pH ของ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ 25 °C เวลาการเกาะติด 60 s ในช่วง pH ต่าง ๆ กับค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้	39
รูปที่ 4.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ค่า deposition time (30-300 s) กับค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้ของสารละลายมาตรฐานไตรโคลซาน ความเข้มข้น 100 ppm ในสารละลาย B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8	40
รูปที่ 4.4 แสดงช่วงความเป็นเส้นตรง (linear range) ของเวลาการเกาะติด ที่ทำให้ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์มีค่าใกล้เคียง 1 มากที่สุด	41

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.5 กราฟมาตรฐาน Standard addition ของไตรโคลซาน ช่วงความเข้มข้น 0-28.57 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120s	42
รูปที่ 4.6 แสดงช่วงความเป็นเส้นตรง (linear range) ของช่วงความเข้มข้นของ สารละลายมาตรฐานไตรโคลซานที่ทำให้ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ มีค่าใกล้เคียง 1 มากที่สุด	42
รูปที่ 4.7 โวลแทมโมแกรมของสารละลายมาตรฐานไตรโคลซานที่ ช่วงความเข้มข้น 0-28.57 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV	43
รูปที่ 4.8 กราฟมาตรฐานของไตรโคลซานที่ชุดการทดลองที่ 4 ช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120s	44
รูปที่ 4.9 โวลแทมโมแกรมของสารละลายมาตรฐานที่ช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณ ที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV	45
รูปที่ ข1 โวลแทมโมแกรมของสารละลายมาตรฐานไตรโคลซาน ที่ช่วงความเข้มข้น 0-28.57 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV	58
รูปที่ ข2 โวลแทมโมแกรมของสารละลายมาตรฐานที่ช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณ ที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV	59
รูปที่ ข3 โวลแทมโมแกรมของไตรโคลซานในสารตัวอย่างยาสีฟัน ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณ ที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV	59
รูปที่ ข4 โวลแทมโมแกรมของไตรโคลซานในสารตัวอย่างเจลล้างมือ ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV	60

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ ข5 โวลแทมโมแกรมของไตรโคลซานในสารตัวอย่างโรลออน ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณ ที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV	60
รูปที่ ข6 โวลแทมโมแกรมของไตรโคลซานในสารตัวอย่างผลิตภัณฑ์ซักผ้า ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณ ที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV	61
รูปที่ ข7 โวลแทมโมแกรมของไตรโคลซานในสารตัวอย่างยาสีฟัน ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณ ที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV	61
รูปที่ ข8 โวลแทมโมแกรมของไตรโคลซานในสารตัวอย่างเจลล้างมือ ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณ ที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV	62
รูปที่ ข9 โวลแทมโมแกรมของไตรโคลซานในสารตัวอย่างโรลออน ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณ ที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV	62
รูปที่ ข10 โวลแทมโมแกรมของไตรโคลซานในสารตัวอย่างผลิตภัณฑ์ซักผ้า ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณ ที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV	63
รูปที่ ค1 กราฟมาตรฐานของไตรโคลซานที่ได้จาก Standard addition ทำการทดสอบในช่วงความเข้มข้น 0- 16.67 ppm	64
รูปที่ ค2 กราฟมาตรฐานของไตรโคลซานที่ชุดการทดลองที่ 1 ช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s	65
รูปที่ ค3 กราฟมาตรฐานของไตรโคลซานที่ชุดการทดลองที่ 2 ช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s	66

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ ค4 กราฟมาตรฐานของไตรโคลซานที่ชุดการทดลองที่ 3 ช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s	67
รูปที่ ค5 กราฟมาตรฐานของไตรโคลซานที่ชุดการทดลองที่ 4 ช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s	68
รูปที่ ค6 กราฟมาตรฐานของไตรโคลซานที่ชุดการทดลองที่ 5 ช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s	69
รูปที่ ค7 กราฟมาตรฐาน Standard addition ของไตรโคลซานที่ในสารตัวอย่างยาสีฟัน โดยใช้สารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณ ที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120s ตรวจวัดด้วย เทคนิคแอนโอดิกสทริปปิงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมทรี	70
รูปที่ ค8 กราฟมาตรฐาน Standard addition ของไตรโคลซานที่ในสารตัวอย่างเจลล้างมือ โดยใช้สารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณ ที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s ตรวจวัดด้วย เทคนิคแอนโอดิกสทริปปิงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมทรี	71
รูปที่ ค9 กราฟมาตรฐาน Standard addition ของไตรโคลซานที่ในสารตัวอย่างโรลออน โดยใช้สารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณ ที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s ตรวจวัดด้วย เทคนิคแอนโอดิกสทริปปิงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมทรี	71
รูปที่ ค10 กราฟมาตรฐาน Standard addition ของไตรโคลซานที่ในสารตัวอย่างน้ำยาซักผ้า โดยใช้สารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณ ที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s ตรวจวัดด้วย เทคนิคแอนโอดิกสทริปปิงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมทรี	72
รูปที่ จ1. กราฟมาตรฐานไตรโคลซานแสดงการคำนวณค่าขีดจำกัดของการตรวจวัด	80

## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 ความสำคัญและที่มาของโครงการพิเศษ

ไตรโคลซาน (Triclosan) เป็นสารปฏิชีวนะที่มีคุณสมบัติในการยับยั้งแบคทีเรียและจุลินทรีย์ โดยมีชื่อทางการค้าว่า Irgasan หรือ Irgacare ซึ่งผลของสารต่อการยับยั้งแบคทีเรานั้นจะส่งผลกระทบต่อแบคทีเรียหลายระดับทั้ง gram-negative และ gram-positive มีความยาวคลื่นกระจายเป็นช่วงกว้าง (broad spectrum) ของสารยับยั้งแบคทีเรีย และจุลินทรีย์ ไตรโคลซานนิยมใช้ในผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพ เช่น ผลิตภัณฑ์ระงับกลิ่นกาย สบู่ น้ำยาล้างมือ น้ำยาบ้วนปาก ยาสีฟัน และเครื่องสำอาง รวมทั้งไตรโคลซานยังใช้เติมในพลาสติก พอลิเมอร์ และเส้นใย เช่น เสื้อผ้า เครื่องครัว ภาชนะใส่อาหาร และของเล่น เพื่อเพิ่มคุณสมบัติของเส้นใย

ไตรโคลซานเป็นสารสังเคราะห์ชนิดไม่มีขั้ว ไม่ละลายในน้ำและสารที่มีความเป็นด่าง แต่ละลายได้ดีในสารอินทรีย์ ไตรโคลซานเป็นสารที่เสถียรและสามารถทนความร้อนได้ถึง 150-200°C ในระยะเวลา 2 ชั่วโมง [1]

จากการที่มีข่าวลงตีพิมพ์ในหนังสือพิมพ์ว่าสาร ไตรโคลซานในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง สามารถทำปฏิกิริยากับคลอรีนในน้ำประปา เกิดเป็นคลอโรฟอร์ม ซึ่งอาจก่อให้เกิดอันตรายต่อผู้บริโภคได้ ดังนั้น กลุ่มควบคุมเครื่องสำอาง ได้สืบค้นข้อมูลที่เกี่ยวข้อง และสรุปสาระสำคัญได้ ดังนี้

1. มีการเผยแพร่ผลการศึกษาวิจัยของ Peter Vikesland [2] จาก Virginia Polytechnic Institute and State University ใน Environmental Science & Technology Online News ระบุว่าสารไตรโคลซาน (Triclosan) ซึ่งเป็นส่วนผสมในผลิตภัณฑ์ล้างจาน (dishwashing soaps) สามารถทำปฏิกิริยากับคลอรีนในน้ำประปา (chlorinated water) เกิดเป็นคลอโรฟอร์ม (Chloroform) ซึ่งอาจถูกดูดซึมผ่านผิวหนัง หรือเมื่อสูดดม เข้าสู่ร่างกาย อาจก่อให้เกิดอันตรายต่อผู้บริโภคได้

นอกจากนั้น ยังพบด้วยว่าปฏิกิริยาระหว่าง Triclosan และ free chlorine ก่อให้เกิด chlorinated triclosan intermediates เช่น 2,4 dichlorophenol เมื่อสารนี้กระทบกับแสงแดด สามารถก่อให้เกิด Dioxins ซึ่งเป็นสารพิษ ประเด็นนี้ตรงกับการศึกษาของ McNeil and William Arnold of the University of Minesota ซึ่งพบว่าแสงแดดสามารถเปลี่ยน Triclosan ซึ่งปนเปื้อนแม่น้ำ (river water) ให้เป็นสารพิษไดออกซิน (Dioxins) ได้

2. ไตรโคลซาน (Triclosan) เป็นสารที่มีคุณสมบัติยับยั้งแบคทีเรีย (Antibacteria) จึงนิยมใช้เป็นส่วนผสมในผลิตภัณฑ์เพื่อความสะอาดหลายชนิด เช่น สบู่ ครีมน้ำนม ผลิตภัณฑ์ระงับกลิ่นกาย ยาสีฟัน น้ำยาบ้วนปาก ตลอดจนน้ำยาล้างจานด้วย โดยพบว่ามีการใช้เพื่อวัตถุประสงค์ต่างๆ เช่น เป็นสารกันเสีย และเป็นสารยับยั้งแบคทีเรีย เป็นต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. เนื่องจากการศึกษาวิจัยดังกล่าวเป็นการทดลองในห้องปฏิบัติการ ปฏิกริยาที่ก่อให้เกิดเป็นคลอโรฟอร์ม นั้นขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายประการ เช่น ความเข้มข้นของไตรโคลซานในผลิตภัณฑ์ ความเข้มข้นของคลอรีนในน้ำ ความเป็นกรด-ด่าง รวมทั้งอุณหภูมิของน้ำด้วย

4. จากข้อมูลของกลุ่มควบคุมเครื่องสำอางพบว่า เครื่องสำอางที่ขายในประเทศไทย มีสารไตรโคลซานเป็นส่วนผสมที่ความเข้มข้นประมาณ 0.1-0.4 % ซึ่งใกล้เคียงกับข้อกำหนดของสหภาพยุโรป (European Economic Community (EEC)) กับ Department of Health ของสหราชอาณาจักร อนุญาตให้มีปริมาณไตรโคลซาน ในส่วนผสมเข้มข้นไม่เกิน 0.3%

## 1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการพิเศษ

1.2.1 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมตัวอย่าง และวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซาน โดยเทคนิคแอสโตรคิฟเฟอเรนเชียลฟลูออโรเมตริ

1.2.2 สามารถประยุกต์วิธีทดลองในการควบคุมเชิงปริมาณขององค์ประกอบที่มีอยู่ในผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพ

1.2.3 เพื่อตรวจสอบหาปริมาณไตรโคลซานว่าอยู่ในมาตรฐานที่ได้รับการรับรอง

## 1.3 ขอบเขตของโครงการพิเศษ

1.3.1 ศึกษาคุณสมบัติและวิธีการวิเคราะห์ไตรโคลซาน

1.3.2 ศึกษาข้อมูลผลิตภัณฑ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์

1.3.3 ตรวจสอบวิธีหาปริมาณไตรโคลซาน โดยใช้เทคนิคแอสโตรคิฟเฟอเรนเชียลฟลูออโรเมตริ

1.3.4 วิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานในผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพ

## 1.4 ขั้นตอนการวิจัยและการดำเนินงาน

1.4.1 สืบค้นข้อมูลที่เกี่ยวข้อง

1.4.2 ออกแบบการทดลอง จัดหาอุปกรณ์และสารเคมี

1.4.3 ดำเนินการทดลอง โดยแบ่งการทดลองออกเป็นขั้นตอนดังนี้

1.4.3.1 การเตรียมสารละลายต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลอง

1.4.3.2 ศึกษาคุณสมบัติและความเหมาะสมของไตรโคลซานที่ใช้ในการวิเคราะห์

1.4.3.3 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของอิเล็กโทรไลต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 1.4.3.4 ศึกษาวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณ ไตร โคลซาน ในผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพให้เหมาะสม
- 1.4.3.5 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์โดย เทคนิคแอนโอดิกสทริปปิงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมทรี
- 1.4.3.6 ศึกษาศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมในการทดลอง
- 1.4.3.7 การทำกราฟมาตรฐานและการตรวจสอบการใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ (Method Validation)
- 1.4.3.8 การวิเคราะห์หาปริมาณ ไตร โคลซาน ในตัวอย่างผลิตภัณฑ์
- 1.4.3.9 นำผลการวิเคราะห์มาปรับปรุงเพื่อให้ได้สภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์หาปริมาณ ไตร โคลซาน ในผลิตภัณฑ์

## 1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.5.1 เพื่อเป็นแหล่งข้อมูลในการประยุกต์ใช้เทคนิคแอนโอดิกสทริปปิงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมทรีในการวิเคราะห์หาปริมาณ ไตร โคลซาน
- 1.5.2 ใช้เป็นแหล่งข้อมูลในการศึกษาสาร ไตร โคลซาน ในผลิตภัณฑ์อื่นๆ เพื่อนำไปใช้ประโยชน์และเป็นแนวทางในการศึกษาต่อไป
- 1.5.3 เพื่อให้เกิดความตระหนักถึงผลกระทบของสาร ไตร โคลซาน ที่มีอยู่ในผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพที่ขายอยู่ทั่วไป รวมถึงใช้เป็นแนวทางในการเลือกใช้ผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพที่มีส่วนผสมของ ไตร โคลซาน เพื่อความปลอดภัย

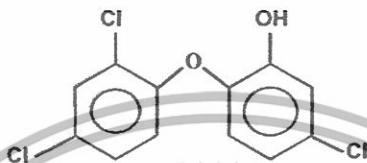
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 2

# ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

### 2.1 ไตรโคลซาน (Triclosan)

Triclosan



ไตรโคลซานเป็นสารปฏิชีวนะที่ยับยั้งแบคทีเรียและจุลินทรีย์ มีการใช้มากกว่า 30 ปี โดยอยู่ในรูปแบบของผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพ และในปัจจุบันเริ่มเป็นที่นิยมใช้โรงพยาบาล ในสหรัฐอเมริกาใช้ไตรโคลซานเป็นส่วนผสมของสารระงับกลิ่น และสบู่ระงับกลิ่นกายตั้งแต่ปี 1960 และในปี 1972 ได้เริ่มใช้ในอุตสาหกรรมผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพที่ใช้ขัดผิว ในยุโรปจะเริ่มใช้ไตรโคลซานในยาสีฟันเมื่อปี 1985 จากนั้นเริ่มใช้ไตรโคลซานเป็นส่วนประกอบในผลิตภัณฑ์อีกหลายชนิด มีรายงานกล่าวไว้ว่าระหว่างปี 1992 ถึง ปี 1999 ได้สำรวจพบผลิตภัณฑ์ในกลุ่มยับยั้งเชื้อแบคทีเรียมากกว่า 700 ชนิด ที่มีไตรโคลซานเป็นส่วนผสมและออกจำหน่ายแก่ผู้บริโภค [3]

คุณสมบัติของไตรโคลซานนั้นมีฤทธิ์ในการยับยั้งแบคทีเรียและจุลินทรีย์ ส่งผลต่อต้านเชื้อราและไวรัสบางชนิด เป็นสารสังเคราะห์ชนิดไม่มีชีวิต ละลายน้ำและสารละลายค้างไม่ดี แต่สามารถละลายได้ในสารละลายอินทรีย์ นับได้ว่าไตรโคลซานเป็นเคมีที่มีความเสถียร และสามารถทนความร้อนได้ถึง  $200^{\circ}\text{C}$  ในระยะเวลา 2 ชั่วโมง

ไตรโคลซานเป็นสารประกอบอนุพันธ์ในกลุ่ม diphenyl ether (bis-phenyl) รู้จักในชื่อ 5-Chloro-2-(2,4-dichlorophenoxy) phenol หรือ 2,4,4'-trichloro-2'-hydroxydiphenyl ether โดยไตรโคลซานจะมีโครงสร้างและจำนวนของสารประกอบคล้ายคลึงกับ bis-phenyl polychlorinated และ bis-phenyl chlorophenol ซึ่งหลักการสังเคราะห์ทางเคมีของ polychloro diphenyl ethers และ phenoxy phenols เมื่อเกิดการก่อรูปจะให้ผลผลิตทางอ้อมที่ไม่ต้องการออกมา โดยสารนี้จะเป็นปัญหาให้เกิดอันตรายได้ ด้วยเหตุนี้เมื่อสังเคราะห์ไตรโคลซาน ซึ่งโดยโครงสร้างทางเคมีเป็น polychloro phenoxy phenol จึงมีโอกาสที่จะพบ polychlorodibenzo-p-dioxins (dioxins) และ polychloro-dibenzofurans (dibenzofurans) ในปริมาณเล็กน้อย โดยการที่จะพบหรือไม่ขึ้นอยู่กับชนิด และความบริสุทธิ์ของ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารเริ่มต้นในการสังเคราะห์ไตรโคลซาน อีกทั้งสถานะในการสังเคราะห์ เช่น อุณหภูมิ ความดัน ถ้าเกิดพบ polychlorodibenzo-p-dioxins (dioxins) polychloro-dibenzofurans (dibenzofurans) แสดงว่าอัตราความเข้มข้นของสารบริสุทธิ์เริ่มต้น สามารถเปลี่ยนแปลงได้จากชุดหนึ่งต่อชุดหนึ่ง (batch to batch) ของการสังเคราะห์ ซึ่งระดับความอันตรายที่กล่าวมาในข้างต้นจะเพิ่มขึ้น เนื่องจากความเป็นพิษของ dioxins และ dibenzofurans

ความเป็นพิษของ dioxins และ dibenzofurans ขึ้นอยู่กับตำแหน่งและจำนวนของอะตอมคลอรีนที่ต่อกับวงอะโรมาติก โดยทั่วไปแล้วความเป็นพิษจะเพิ่มขึ้นเมื่อมีการแทนที่ของคลอรีนเพิ่มขึ้น dioxins และ dibenzofurans มีอะตอมคลอรีนที่ตำแหน่ง 2 3 และ 7 ซึ่งมีความเป็นพิษมาก ส่วน Tetrachlorodibenzo-p-dioxin และ tetrachlorodibenzo-furan จะมีอะตอมคลอรีนที่ตำแหน่ง 2 3 7 และ 8 เมื่อพิจารณาแล้วจะเห็นว่ามีความเป็นพิษมากกว่า dioxins และ dibenzofurans กับ 2, 3, 7, 8-tetrachlorodibenzo-p-dioxin ซึ่งเป็นสารพิษที่เรารู้จัก

ผลของระดับการเกิด dioxins และ dibenzofurans ที่เป็นผลผลิตทางอ้อมในระดับต่ำนั้น จะมีข้อกำหนดมาตรฐานอยู่ใน USP ซึ่งมีรายละเอียดของการวิเคราะห์และทดสอบ ไตรโคลซาน นอกจากนี้ยังบอกถึงการเตรียมมาตรฐาน และขั้นตอนการวิเคราะห์สารบริสุทธิ์ ลักษณะทางกายภาพของไตรโคลซาน รวมถึงบอกถึงข้อจำกัด และวิธีวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ทางอ้อมที่อาจเกิดขึ้น [4]

## 2.2 กลไกการทำงานของไตรโคลซาน

ในปี 1998 ได้มีการอธิบายถึงการทำงานของไตรโคลซานต่อโครงสร้างผิวและส่วนอื่น โดยผนังเซลล์ส่วนที่ไม่สมบูรณ์และที่สมบูรณ์ของ *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* และ *Pseudomonas aeruginosa* จะเกิดการดูดซับไตรโคลซานโดยการแพร่เข้าไป โดยอัตราการดูดซับขึ้นอยู่กับปริมาณของไขมันในเซลล์ ซึ่ง *P. aeruginosa* จะมีปริมาณไขมันอยู่มากที่สุดจึงอธิบายได้ว่าจะมีระดับการแพร่ของไตรโคลซานอยู่สูงที่สุด

กลไกการทำงานของไตรโคลซานจะกำหนดขอบเขตของแบคทีเรียในส่วน bacterial fatty acid biosynthetic pathway ซึ่งมี NAD-dependent enoyl-[acyl carrier protein] reductase (FabI) หรือ homolog Inha ใน *M. smegmatis* และ *M. tuberculosis* โดยจะเกิดการรวมตัวเป็นโครงสร้างของสารประกอบที่มีโครงสร้าง 3 แขนที่เสถียร คือ FabI-NAD<sup>+</sup>Triclosan ซึ่งเกิดจากอัตรากิริยาระหว่างกลุ่มของกรโคอะมิโนในส่วนเอนไซม์ที่ถูกระงับ [3]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.3 ลักษณะทางกายภาพของไตรโคลซาน

สูตรโมเลกุล	:	$C_{12}H_7Cl_3O_2$
มวลโมเลกุล	:	289.6
ลักษณะ	:	ผง
สี	:	ขาว
จุดหลอมเหลว	:	$57 \pm 1^\circ C$
ความดันไอที่ $20^\circ C$	:	$4 \times 10^{-6}$ mmHg
pKa	:	7.9
ความเป็นพิษ	:	เกิดการระคายเคืองต่อผิวหนัง ดวงตาและระบบการหายใจ
ความสามารถในการละลายใน 1M NaOH	:	สารละลายใส ไม่มีสี

- European Economic Community (EEC) อนุญาตให้มีปริมาณไตรโคลซานในส่วนผสมเข้มข้นไม่เกิน .3% (w/w) [5]

ตารางที่ 2.1 แสดงการประยุกต์ใช้และประโยชน์ของสารไตรโคลซานในผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพ [6]

การประยุกต์ใช้	จุดเด่นของผลิตภัณฑ์	ประโยชน์
ยาสีฟัน น้ำยาบ้วนปาก ผลิตภัณฑ์ดูแลช่องปาก	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ต่อต้านแบคทีเรียได้ยาวนาน</li> <li>- ช่วยกำจัดหินปูนและสิ่งสกปรก</li> <li>- ป้องกันการอักเสบ</li> <li>- ลดกลิ่นปาก</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Anti-gingivitis (ลดคราบหินปูน)</li> <li>- Anti-cavities (ยับยั้งแบคทีเรีย)</li> <li>- Anti-plaque</li> <li>(ลดการจับตัวของแบคทีเรียเป็นคราบ)</li> </ul>
สบู่ก้อน	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ลดกลิ่นที่เกิดจากแบคทีเรีย</li> <li>- มีประสิทธิภาพยาวนาน</li> <li>- ป้องกันแบคทีเรียที่มือ</li> <li>- ระงับกลิ่นจากแบคทีเรียที่ติดสีแกรมบวกและแกรมลบ</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ระงับกลิ่น</li> <li>- ยับยั้งแบคทีเรียได้หลายชนิด</li> <li>- ประสิทธิภาพการทำงานยาวนาน</li> <li>- ดูแลสุขภาพความสะอาด</li> </ul>
สบู่เหลว น้ำยาล้างจาน	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ลดกลิ่นที่เกิดจากแบคทีเรีย</li> <li>- มีประสิทธิภาพยาวนาน</li> <li>- ป้องกันแบคทีเรียที่มือ</li> <li>- ระงับกลิ่นและการติดเชื้อจากแบคทีเรียที่ติดสีแกรมบวกและแกรมลบ</li> <li>ง่ายต่อการใช้</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ระงับกลิ่น</li> <li>- ยับยั้งแบคทีเรียได้หลายชนิด</li> <li>- ประสิทธิภาพการทำงานยาวนาน</li> <li>- ดูแลสุขภาพความสะอาด</li> </ul>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การประยุกต์ใช้	จุดเด่นของผลิตภัณฑ์	ประโยชน์
ผลิตภัณฑ์ระงับกลิ่น	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ลดกลิ่นที่เกิดจากแบคทีเรีย</li> <li>- มีประสิทธิภาพยาวนาน</li> <li>- ป้องกันแบคทีเรียที่มีมือ</li> <li>- ระงับกลิ่นและการติดเชื้อจากแบคทีเรียที่ติดสีแกรมบวกและแกรมลบ</li> <li>- ง่ายต่อการใช้</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ระงับกลิ่น</li> <li>- ยับยั้งแบคทีเรียได้หลายชนิด</li> <li>- ประสิทธิภาพการทำงานยาวนาน</li> </ul>
ครีมอาบน้ำ	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ลดกลิ่นที่เกิดจากแบคทีเรีย</li> <li>- มีประสิทธิภาพยาวนาน</li> <li>- ป้องกันแบคทีเรียที่มีมือ</li> <li>- ระงับกลิ่นจากแบคทีเรียที่ติดสีแกรมบวกและแกรมลบ</li> <li>- ง่ายต่อการใช้</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ระงับกลิ่น</li> <li>- ยับยั้งแบคทีเรียได้หลายชนิด</li> <li>- ประสิทธิภาพการทำงานยาวนาน</li> <li>- คุณภาพความสะอาด</li> </ul>
สเปรย์ระงับกลิ่นเท้า	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ยับยั้งเชื้อโรคตามง่ามเท้า</li> <li>- มีประสิทธิภาพยาวนาน</li> <li>- ระงับกลิ่นที่เกิดจากแบคทีเรีย</li> <li>- ง่ายต่อการใช้ในรูปของเหลวและการพ่น</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ยับยั้งเชื้อรา</li> <li>- ระงับกลิ่น</li> <li>- ยับยั้งแบคทีเรียได้หลายชนิด</li> <li>- ประสิทธิภาพการทำงานยาวนาน</li> </ul>
น้ำยาล้างมือ	<ul style="list-style-type: none"> <li>- กำจัดแบคทีเรีย</li> <li>- เหมาะสมกับแบคทีเรีย</li> <li>- ผสมกับสารลดแรงตึงผิวในรูปของเหลว</li> <li>- ใช้สำหรับฆ่าเชื้อในโรงพยาบาล</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ยับยั้งแบคทีเรียและลดจำนวนแบคทีเรีย</li> </ul>
ยาแต้มสิว โฟมล้างหน้า	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ลดการเกิดสิวที่เกิดจากแบคทีเรีย</li> <li>- มีประสิทธิภาพยาวนาน</li> <li>- ยับยั้งการติดเชื้อ</li> <li>- ง่ายต่อการใช้</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ระงับกลิ่น</li> <li>- ยับยั้งแบคทีเรียได้หลายชนิด</li> <li>- ประสิทธิภาพการทำงานยาวนาน</li> <li>- คุณภาพความสะอาด</li> <li>- ทำความสะอาดผิว</li> </ul>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.4 โวลแทมเมทรี

โวลแทมเมทรีเป็นเทคนิคการวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าเทคนิคหนึ่ง โดยอาศัยความสัมพันธ์ระหว่างกระแส ณ จุดต่าง ๆ เทียบกับศักย์ไฟฟ้าที่ให้กับวงจร ภายใต้สภาวะการทดลองที่เกิดปรากฏการณ์โพลาไรเซชัน (polarization) ชั้นที่ขั้วชี้บอกหรือขั้วใช้งาน (indicating or working electrode) เพื่อให้เกิดโพลาไรเซชันที่ขั้วไฟฟ้าใช้ได้ดี ขั้วไฟฟ้าใช้งานต้องมีขนาดเล็กมีพื้นที่ผิวน้อยมากเพียงไม่ว่าาราง มิลลิเมตร (พื้นที่ผิวอยู่ระหว่าง  $10^{-6}$  -  $10^{-3}$   $m^2$ ) ดังนั้นขั้วไฟฟ้าใช้งานที่ใช้ในเทคนิคโวลแทมเมทรีจึงเรียกเป็นขั้วไฟฟ้าจุลภาคหรือไมโครอิเล็กโทรด (microelectrode)

### 2.4.1 ประเภทของไมโครอิเล็กโทรด [7]

ไมโครอิเล็กโทรดที่ใช้ในโวลแทมเมทรีมีหลายรูปแบบ และหลายรูปร่าง บ่อยครั้งมีลักษณะเป็นจานแบนขนาดเล็กของตัวนำไฟฟ้าที่อัดติดอยู่กับแท่งของวัสดุเฉื่อย เช่น เทฟลอน (Teflon) หรือ เคล-เอฟ (Kel-F) ภายในมีส่วนต่อติดกับขดลวด ตัวนำไฟฟ้าอาจเป็นโลหะเฉื่อย (เช่น แพลทินัม หรือ ทอง) คาร์บอนใสเหมือนกระจกหรือกลาสซีคาร์บอน (glassy carbon) กราไฟท์ที่ไม่มีความร้อน (pyrolytic graphite) สารกึ่งตัวนำ (เช่น ตะกั่ว หรือ อินเดียมออกไซด์) หรือแผ่นฟิล์มปรอทที่เคลือบอยู่บนแผ่นโลหะหรือคาร์บอน

ไมโครอิเล็กโทรดปรอทมีหลายรูปแบบดังรูปที่ 2.1 รูปแบบที่นิยมกว้างขวางมี 3 ชนิด คือ อิเล็กโทรดปรอทแบบหยด (dropping mercury electrode คำย่อเป็น DME), อิเล็กโทรดหยดปรอทแขวนตัว (hanging mercury drop electrode คำย่อเป็น HMDE) หรือ อิเล็กโทรดหยดปรอทสถิต (static mercury drop electrode คำย่อเป็น SMDE) และอิเล็กโทรดแบบแผ่นฟิล์มปรอท (mercury film electrode คำย่อเป็น MFE)

ยังมีไมโครอิเล็กโทรดอีกกลุ่มที่ใช้ในโวลแทมเมทรี คือ อิเล็กโทรดของแข็ง (solid electrode) ดังรูป 2.2 อิเล็กโทรดกลุ่มนี้ได้แก่ อิเล็กโทรดจานหมุน (rotating-disk electrode คำย่อเป็น RED), อิเล็กโทรดแบบจาน (disk electrode) ซึ่งได้แก่ อิเล็กโทรดคาร์บอน (carbon electrode) และ อิเล็กโทรดโลหะ (metal electrode) ในที่นี้จะยกตัวอย่างไมโครอิเล็กโทรดปรอทแขวนตัวที่ใช้ในการทดลองเท่านั้น ดังนี้

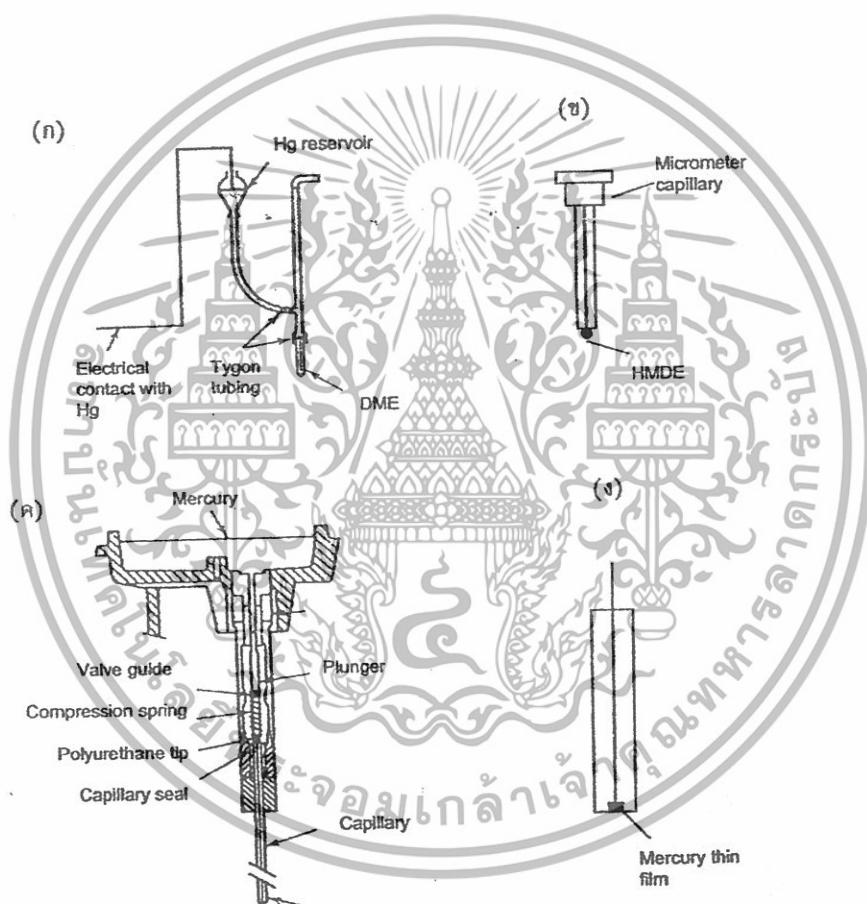
**อิเล็กโทรดปรอทหยดแขวนตัว (hanging mercury drop electrode : HMDE)**

อิเล็กโทรดประกอบด้วยท่อแคปิลารีที่เล็กมากต่อกับแหล่งเก็บปรอท ปรอทถูกผลักดันให้ออกจากแคปิลารีโดยการหมุนสกรูขนาดไมโครเมตรออกมาแล้วทำให้หยดปรอทติดนิ่งอยู่ตรงปลาย ดังรูป 2.1 (ข) HMDE เป็นอิเล็กโทรดงานที่นิยมใช้สำหรับการวิเคราะห์แบบสทริปปิง (stripping analysis) และโวลแทมเมทรีแบบรอบ (cyclic voltammetry)

ปัจจุบันมีอิเล็กโทรดที่จำหน่ายจำนวนมากสามารถทำงานได้ทั้งเป็น DME และ HMDE อิเล็กโทรดปรอทแบบสากลชนิดนี้ คือ อิเล็กโทรดหยดปรอทสถิต ซึ่งแสดงในรูป 2.1 (ค) ใน HMDE หยดของปรอทถูกจ่ายผ่านแคปิลารีโดยลูกสูบ แล้วทำงานบนหยดปรอทหนึ่งหยดที่ปลายแคปิลารี

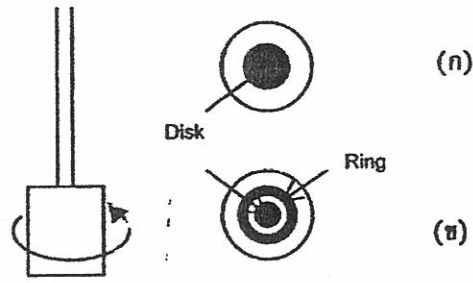
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แคปิลารีของ SMDE มีขนาดใหญ่ (0.15 มิลลิเมตร) กว่า HMDE ทัวไปทำให้พื้นที่ผิวของปรอทใหญ่ขึ้น ซึ่งพื้นที่ผิวที่อยู่กับที่นี้กำจัดการเข้ามาเกี่ยวข้องของกระแสอัดประจุจากการเปลี่ยนแปลงพื้นที่ผิว การใช้ SMDE ซึ่งทำให้ความไวของวิธีเพิ่มขึ้นเนื่องจากขนาดของหยดที่ใหญ่ขึ้น หยดปรอทจะหลุดไปหลังการทดลองแต่ละครั้ง โดยตัวเคาะเชิงกลแล้วหยดปรอทหยดใหม่เหมือนเดิมถูกจ่ายออกมาทุกครั้งเมื่อทำการทดลอง ทำให้สถานะของพื้นผิวอิเล็กโทรดมีความสำคัญต่อการวิเคราะห์น้อยซึ่งแตกต่างจากพื้นผิวของอิเล็กโทรดของแข็ง นอกจากนี้ SMDE ทำหน้าที่เป็น DME โดยจ่ายหยดปรอทในอัตราเร็วสม่ำเสมอเช่นเดียวกับ DME ได้



รูปที่ 2.1 แผนภาพแสดงไมโครอิเล็กโทรดปรอท (ก) DME (ข) HMDE (ค) SMDE (ง) MFE

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(ค)



รูปที่ 2.2 แผนภาพแสดงโมโครอิเล็กโทรดของแข็ง (ก) RME (ข) RRDE (ค) Disk electrode

ตารางที่ 2.2 ข้อมูลของอิเล็กโทรดทำงานบางตัว

อิเล็กโทรด	ช่วงศักย์ไฟฟ้าที่ใช้งาน (โวลต์)*	ขีดจำกัดการวิเคราะห์ (โมลาร์)**	$W_{1/2}$ (mv)
HMDE	+0.2 ถึง -0.2	$10^9 - 10^8$	100
MFE	+0.2 ถึง -1.3	$10^{11} - 10^{10}$	40-80
Glassy carbon	+1.2 ถึง -0.8	$10^{10} - 10^6$	100-500

\*สารละลายอิเล็กโทรไลต์เป็นกลาง

\*\*ขึ้นกับชนิดของสารตัวอย่าง

#### 2.4.2 อุปกรณ์และเครื่องมือการทำโวลแทมเมตรี

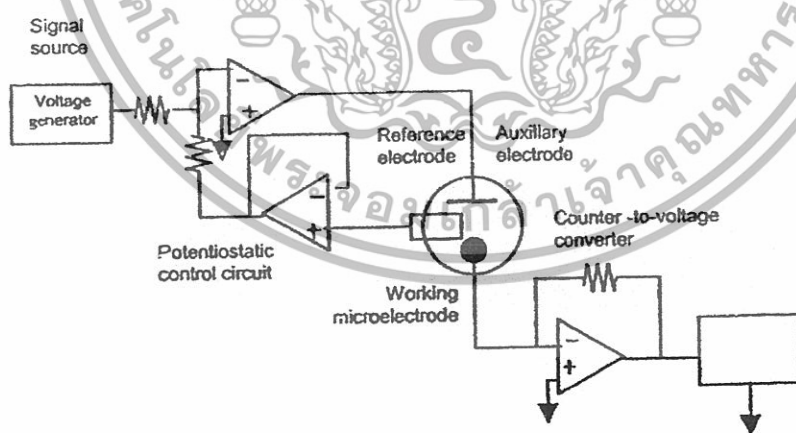
การวิเคราะห์ด้วยควอลแทมเมตรี ประกอบด้วยส่วนสำคัญ 2 ส่วนคือ ส่วนของเซลล์เคมีไฟฟ้า และส่วนของเครื่องมือในการควบคุมสัญญาณไฟฟ้า เซลล์เคมีไฟฟ้าในการทำโวลแทมเมตรี มักเรียกเป็น เซลล์โวลแทมเมตรี เพราะมีความแตกต่างไปจากเซลล์เคมีไฟฟ้าธรรมดาอยู่บ้าง สำหรับเครื่องเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มือในการควบคุมสัญญาณไฟฟ้า ประกอบด้วยอุปกรณ์ในการควบคุมศักย์ที่ให้แก่วัสดุไฟฟ้า เรียกว่า โพลีโตนอสแตต (potentiostat) และอุปกรณ์ในการอ่านค่ากระแสของวงจร อาจเรียกส่วนของการควบคุมสัญญาณไฟฟ้านี้ว่า โวลแทมเมตริก อะนาไลเซอร์ (voltammetric analyzer) . ในเครื่องมือของการทำโวลแทมเมตริกที่ใช้ในงานวิเคราะห์ต่าง ๆ ยังมักประกอบด้วยอุปกรณ์บันทึกแปลงผลข้อมูล และอาจวาดกราฟได้ด้วย

ลักษณะของเครื่องมือทางโวลแทมเมตริกสมัยใหม่ต้องมีวงจรควบคุมศักย์ไฟฟ้าคงที่ (potentiostatic control circuit) เพื่อลดความผิดพลาดที่เกิดจากความต้านทานของเซลล์ เช่น โวลแทมโมแกรมที่มีรูปร่างไม่ดี มีการตอบสนองในรูปกระแสไฟฟ้าต่ำ เกิดการเลื่อนไปหรือการขยายกว้างของยอดแหลม การบิดเสียของรูปมีสาเหตุจากการตกลงของศักย์ไฟฟ้าโอห์มิก (iR) ดังสมการ

$$E_{app} = E_w - E_{ref} - iR$$

เมื่อ  $E_{app}$  เป็นศักย์ไฟฟ้าที่ให้  $E_w$  เป็นศักย์ไฟฟ้าอิเล็กโทรด และ เป็น  $E_{ref}$  ศักย์ไฟฟ้าที่อิเล็กโทรดอ้างอิง วัดประจักษ์ของวงจรควบคุมศักย์ไฟฟ้าเพื่อทดแทนส่วนที่เกิดจากความต้านทานของเซลล์ ซึ่งทโดยการใช้เซลล์ชนิดสามอิเล็กโทรด (three-electrode cell) ต่อกับตัวทำหน้าที่ขยาย (operational amplifier) และวงจรย้อนกลับ (feedback loop) ดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.3 แผนภาพระบบของเครื่องมือโวลแทมเมตริกชนิดสามอิเล็กโทรด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.4.2.1 เซลล์โวลแทมเมตรี [8]

เซลล์โวลแทมเมตรี มักใช้เรียกเซลล์เคมีไฟฟ้าในกลุ่มการวิเคราะห์โวลแทมเมตรี ประกอบด้วยขั้วไฟฟ้า และสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ที่แตกต่างไปจากการทโพเทนชิอเมตรี ตรงที่ว่า ขั้วไฟฟ้าในการทำโวลแทมเมตรี มักประกอบด้วยขั้วไฟฟ้าอ้างอิง ขั้วไฟฟ้าใช้งาน และขั้วไฟฟ้าร่วม จุ่มอยู่ในสารละลายที่มีสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ และสารอิเล็กโทรไลต์ที่ไม่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยา มักเรียกเป็นสารอิเล็กโทรไลต์ช่วย หรือเกลือหนุน (supporting electrolyte) โดยสารอิเล็กโทรไลต์ช่วยมักใช้ในการปริมาณที่มากพอ

#### ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง

ขั้วไฟฟ้าคาโทดเมต ยังคงถูกจัดเป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิงที่ใช้ได้ทั่วไป แต่ถ้าสารละลายที่วิเคราะห์ใช้ตัวละลายที่ไม่ใช้น้ำ (nonaqueous) ควรเปลี่ยนใช้ไฟฟ้าอ้างอิงอื่น ๆ แทน ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงนี้มีค่าศักย์ขั้วไฟฟ้าที่คงที่ตลอดการทดลอง และควบคุมค่าศักย์ของขั้วไฟฟ้างานด้วย

#### ขั้วไฟฟ้าร่วม หรือขั้วไฟฟ้าช่วย

จัดเป็นขั้วไฟฟ้าขั้วที่สามของวงจร โวลแทมเมตรีที่มีคุณลักษณะเฉพาะ คือ ทำหน้าที่เป็นตัวนำไฟฟ้าที่ดี เป็นขั้วที่รับพลังงานไฟฟ้าอ้างอิง ส่งผลผ่านสารละลายไปยังขั้วไฟฟ้าใช้งาน เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาเคมีของสารตัวอย่างที่ขั้วไฟฟ้าจุ่มอยู่โดยขั้วไฟฟ้าร่วมนี้ไม่มีส่วนเกี่ยวข้อง หรือไม่มีการเปลี่ยนแปลงใด ๆ เกิดขึ้น ในขณะที่เกิดปฏิกิริยาของสารตัวอย่างระหว่างการวิเคราะห์

#### ขั้วไฟฟ้าใช้งาน

ในกลุ่มการวิเคราะห์โวลแทมเมตรี ขั้วไฟฟ้าใช้งานจะแตกต่างจากการวิเคราะห์อื่น ๆ ที่ว่าขนาดของขั้วไฟฟ้าต้องเล็ก ซึ่งมักเรียกว่าขั้วไฟฟ้าจุลภาค ทั้งนี้เพื่อให้พื้นที่ของขั้วไฟฟ้าในการสัมผัสกับสารตัวอย่างมีน้อย เกิดสถานะของโพลาไรเซชันตลอดการวิเคราะห์

### 2.4.2.2 อิเล็กโทรไลต์เกลือหนุน

คือ สารประกอบอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้เติมลงไป ในสารละลายตัวอย่างในการวิเคราะห์ทางโวลแทมเมตรี โดยเติมในปริมาณที่มากกว่าสารตัวอย่างประมาณ 50-100 เท่า ทั้งนี้สารอิเล็กโทรไลต์เกลือหนุนนี้ต้องไม่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาของสารตัวอย่าง แต่ทำหน้าที่เป็นตัวกลางในการทำให้ไอออนของสารตัวอย่างมีการเคลื่อนที่ในสารละลายแบบแพร่ ไม่ใช่แบบไมเกรชัน และยังช่วยลดผลของความต้านทานของเซลล์ด้วย นอกจากนี้การเลือกชนิดของอิเล็กโทรไลต์เกลือหนุนที่เหมาะสม ยังช่วยทำหน้าที่เป็นบัฟเฟอร์ หรือช่วยขจัดโลหะแทรกซ้อนที่ปนมาในสารตัวอย่าง โดยการเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อน

สารประกอบอิเล็กโทรไลต์ทั่วไปที่มีคุณสมบัติเป็นกรดแก่ (เช่น กรดไฮโดรคลอริก กรดซัลฟูริก) ค่างแก่(เช่น โซเดียม หรือ ลิเทียม ไฮดรอกไซด์) หรือ เกลือ(เช่น คลอไรด์ เปอร์คลอเรท หรือ ซัลเฟตของโลหะอัลคาไล หรือไอออนเตตราอัลทิลแอมโมเนียม) หรือสารก่อสารเชิงซ้อน (เช่น ทาร์เท

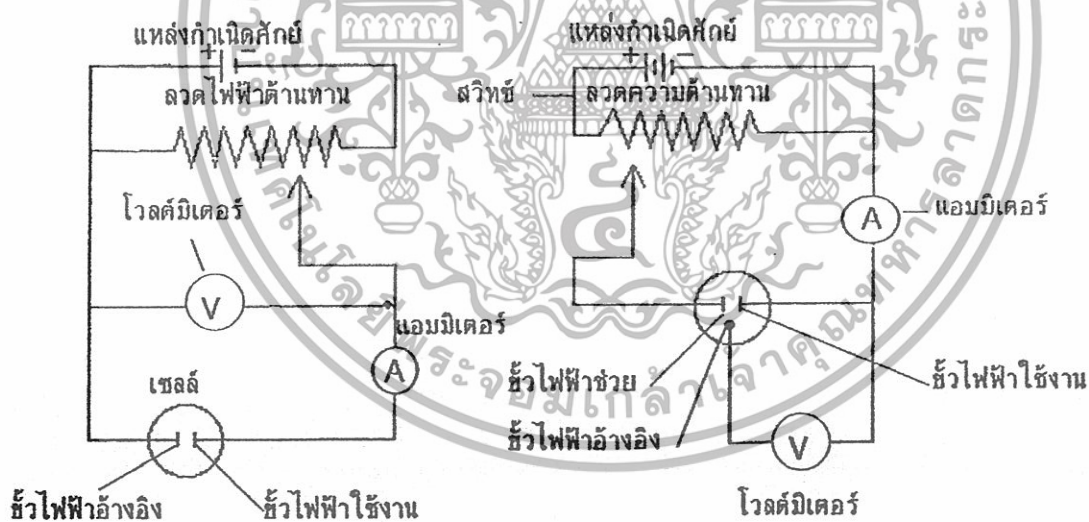
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รท, ซิเตรท, โซยาไนต์, ฟลูออไรด์ หรือเอมีน รวมทั้งแอมโมเนีย และEDTA) ล้วนแต่นำมาใช้เป็นอิเล็กโทรไลต์เกือบทั้งสิ้น

การเลือกใช้สารอิเล็กโทรไลต์เกือบทั้งสิ้นหนึ่ง ๆ มักต้องคำนึงถึงการทำให้เกิดสภาวะที่เหมาะสม สำหรับการวิเคราะห์นั้น ๆ ด้วย เพราะการทำหน้าที่ของอิเล็กโทรไลต์เกือบทั้งสิ้นอยู่ที่การใช้สารอิเล็กโทรไลต์นั้นในปริมาณมาก ๆ ขณะเดียวกันคุณสมบัติของสารอิเล็กโทรไลต์ในปริมาณที่มากนี้ย่อมมีผลต่อสภาวะของการทำการวิเคราะห์ด้วย

### โวลแทมเมตริก อะนาไลเซอร์

โวลแทมเมตริก อะนาไลเซอร์ เป็นส่วนของเครื่องมือการวิเคราะห์ทางโวลแทมเมตริก ที่ต่อเข้ากับเซลล์โวลแทมเมตริกเดิมมีเพียงการทำโพลาริกราฟีเครื่องมือนี้ถูกเรียกเป็นโพลาริกราฟซึ่งอาจเขียนแทนเป็นวงจรไฟฟ้าง่าย ๆ ที่มีการควบคุมค่าศักย์ขั้วไฟฟ้าด้วยการปรับเลื่อนเข็มไปบนหลอดความต้านทานของวงจรที่มีขั้วไฟฟ้า 2 หรือ 3 ขั้ว ต่อเชื่อมอยู่ ดังผังวงจรในรูป 2.4 ปัจจุบัน โวลแทมเมตริก อะนาไลเซอร์ มีวิวัฒนาการที่แตกต่างไปจากเดิมมาก โดยมีการนำเอาโอเพอร์เรชันแนล แอมป์ไฟเออร์ (Op amp) มาใช้ในการควบคุมค่าศักย์ขั้วไฟฟ้า เช่นเดียวกับในเครื่องโพเทนชิอิมิเตอร์ เพียงแต่ในวงจรการทำโวลแทมเมตริกต้องใช้ Op amp ถึง 3 วงจรต่อเชื่อมกัน และใช้ขั้วไฟฟ้า 3 ขั้ว



รูปที่ 2.4 ผังแสดงวงจรการต่อขั้วไฟฟ้าแบบ (ก) 2 ขั้ว (ข) 3 ขั้ว

#### 2.4.3 เทคนิควิธีวิเคราะห์ในกลุ่มโวลแทมเมตริก [9]

ลักษณะสำคัญของการวิเคราะห์ด้วยหลักการโวลแทมเมตริก คือต้องจัดเซลล์แบบอิเล็กโทรไลต์ ขั้วไฟฟ้าใช้งานต้องเป็นขั้วไฟฟ้าจุลภาค และต้องมีการบันทึกกระแสตามศักย์ที่ให้กับวงจรหรือขั้วไฟฟ้า ดังได้กล่าวแล้วว่า พัฒนาการของเทคนิคการวิเคราะห์จากโพลาริกราฟีซึ่งเป็นแบบเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คลาสสิกเกิดจากการพัฒนาดัดแปลงวิธีการในการบันทึกศักย์และกระแสที่ต่าง ๆ กันไป ถ้าถือว่าศักย์ที่ให้กับวงจรในช่วงระยะเวลาหนึ่งเป็นเสมือนสัญญาณกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยาเคมี และเกิดการไหลของกระแส สัญญาณกระตุ้นที่แตกต่างกันไปย่อมทำให้เกิดการตอบสนองของกระแสที่ต่างกันเกิดเป็นเทคนิควิธีวิเคราะห์แบบต่าง ๆ ขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 2.1

รูปแบบของสัญญาณกระตุ้นที่ใช้ในโวลแทมเมทรีแบ่งได้เป็น 3 รูปแบบในแต่ละรูปแบบนี้เกิดเป็นเทคนิควิธีการวิเคราะห์

แบบแรกของสัญญาณกระตุ้นแบบดั้งเดิมหรือแบบคลาสสิกซึ่งพลังงานในรูปศักย์ถูกให้กับวงจร ในอัตราความเร็วคงที่ประมาณ 1-5 mv/s สัญญาณเช่นนี้เป็นลิเนียร์-สแกน โวลแทมเมทรีในยุคแรก ๆ จัดเป็นเทคนิควิธีวิเคราะห์ในสัญญาณแบบแรกนี้อาจเรียกรวมเป็นลิเนียร์-สแกน โวลแทมเมทรีสำหรับสัญญาณกระตุ้นแบบพัลส์ และสทริปปิง ใช้ในเทคนิควิธีวิเคราะห์พัลส์ โวลแทมเมทรี และสทริปปิง โวลแทมเมทรีตามลำดับ รายละเอียดของแต่ละเทคนิควิธีวิเคราะห์ที่จะกล่าวถึงต่อไปจะเรียงตามลำดับรูปแบบของสัญญาณกระตุ้น โดยเริ่มต้นที่วิธี โพลารอกราฟีซึ่งถือเป็นวิธีเริ่มแรกของการทำโวลแทมเมทรี

ชื่อ

ก. ลิเนียร์-สแกน

รูปแบบสัญญาณ

เทคนิควิเคราะห์

ศักย์

โพลารอกราฟี

ไฮโดรไดนามิก

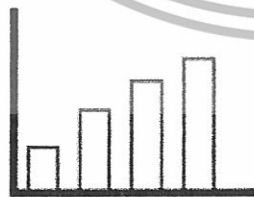
โวลแทมเมทรี

เวลา →

ข. พัลส์

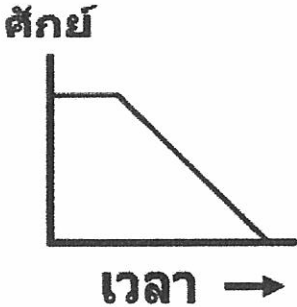
ศักย์

พัลส์โวลแทมเมทรี



เวลา →

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ชื่อ	รูปแบบสัญญาณ	เทคนิควิเคราะห์
ค.สทรีปปีง		สทรีปปีง-โวลแทมเมตรี

รูปที่ 2.5 แสดงลักษณะสัญญาณกระตุ้นและเทคนิคต่าง ๆ ใน โวลแทมเมตรี

#### 2.4.4 วิธีการวิเคราะห์ทางโวลแทมเมตรีประเภทต่าง ๆ

วิธีโวลแทมเมตรีได้ถูกพัฒนามาโดยตลอดเวลาจนสามารถประยุกต์ใช้ได้ทั้งทางคุณภาพวิเคราะห์ (qualitative analysis) และทางปริมาณวิเคราะห์ (quantitative analysis) ได้ ทั้งสารประกอบอินทรีย์ซึ่งสรุปเทคนิค และวิธีการวิเคราะห์ต่าง ๆ ได้ดังนี้คือ

1. โพลารอกราฟี (polarography)
2. โวลแทมเมตรีโดยใช้ขั้วของแข็ง (voltammetry at solid electrode) แบ่งเป็น 2 ประเภทคือ
  - ขั้วของแข็งที่อยู่นิ่ง (stationary electrode)
  - ขั้วของแข็งที่หมุนได้ (rotating electrode)
3. ดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โพลารอกราฟี (differential pulse polarography)
4. เอซีโพลารอกราฟี (AC polarography)
5. ลินียร์สวีปโพลารอกราฟี (linear sweep polarography)
6. ไซคลิกโวลแทมเมตรี (anodic stripping voltammetry)
7. แอนโนดิกสทรีปปีงโวลแทมเมตรี (anodic stripping voltammetry)
8. โครโนโพเทนชิโอเมตรี (chronopotentiometry)

เนื่องจากการทดลองวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซาน ใช้เทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์แอนโนดิกสทรีปปีงโวลแทมเมตรี จึงยกตัวอย่างวิธีการวิเคราะห์สทรีปปีง โวลแทมเมตรีเท่านั้น ดังนี้

#### 2.4.5 สทรีปปีง โวลแทมเมตรี (Stripping voltammetry)

สทรีปปีง โวลแทมเมตรีเป็นเทคนิควิเคราะห์ ที่วัดความสามารถในการวิเคราะห์สารมากที่สุดในกลุ่มการวิเคราะห์โวลแทมเมตรี โดยสามารถวิเคราะห์สารในปริมาณน้อยมากถึง  $1 \times 10^{-9}$  M

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หรือประมาณ 0.01 ppb ทั้งนี้ ในวิธีการวิเคราะห์เป็นการเพิ่มขึ้นขั้นตอนของการทำให้สารตัวอย่างมีความเข้มข้นเพิ่มมากขึ้น ก่อนวิเคราะห์ด้วยเทคนิคโพลารอกราฟี หรือพัลส์โวลแทมเมตรี

#### 2.4.5.1 การทำงานของสทริปปิงโวลแทมเมตรี [7]

การทำงานของสทริปปิงโวลแทมเมตรีโดยทั่วไปแบ่งเป็น 2 ขั้นตอน คือ ขั้นตอนการสะสม (deposition step) หรือขั้นตอนการเพิ่มความเข้มข้นก่อน (preconcentration step) กับขั้นตอนสทริปปิง (stripping step) หรือขั้นตอนทางโวลแทมเมตรี (voltammetry step) ในการสทริปปิงจะเพิ่มช่วงเวลาที่พัก (rest period) ซึ่งอยู่ระหว่างขั้นตอนสองขั้นตอนเข้ามาเพื่อประกอบความเข้าใจการทำงานของวิธีนี้เพิ่มขึ้น แผนภาพดังรูปที่ 2.6 เป็นตัวอย่างการทำงานของสทริปปิงโวลแทมเมตรี ที่ใช้อิเล็กโทรดปรอทเป็นอิเล็กโทรดทำงาน



รูปที่ 2.6 แผนภาพแสดงกระบวนการสทริปปิงโวลแทมเมตรี

##### (1) ขั้นตอนการสะสม

การวิเคราะห์สารที่มีความเข้มข้นเจือจางมากจำเป็นต้องมีขั้นตอนบางอย่างของการเพิ่มความเข้มข้นก่อนทำการวิเคราะห์ที่แท้จริง สำหรับไอออนของโลหะสามารถทำได้โดยการสะสมจากกระบวนการอิเล็กโทรไลซิสไปเป็นโลหะอิเล็กโทรดก่อน แล้วข้อมูลของการวิเคราะห์จะได้จากสารละลายกลับอีกครั้งในขั้นตอนสทริปปิง

ขั้นตอนการสะสมทำในสารละลายที่มีการคนกวนอย่างดีโดยให้ศักย์ไฟฟ้าในบริเวณที่เกิดกระแสขีดจำกัดในระยะเวลาช่วงหนึ่งจนแน่ใจว่าเกิดการสะสมอย่างสมบูรณ์ และเป็นไปตามมวล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารสัมพันธ์ ไมโครอิเล็กโทรดที่ใช้สำหรับสทริปปิง โวลแทมเมตรีทำจากวัสดุหลายประเภทได้แก่  
ปรอท ทอง เงิน แพลทินัม และคาร์บอนในหลายรูปแบบ

อิเล็กโทรดที่นิยมใช้มากที่สุดคือ HMDE ซึ่งเป็นหยดเดี่ยวของปรอทที่ติดอยู่กับขดลวด  
แพลทินัม ในอานอติกสทริปปิง โวลแทมเมทรินั้น ไอออนของโลหะถูกรีดิวซ์ที่ศักย์ไฟฟ้าควบคุมที่  
เป็นค่าลบ ถ้าใช้อิเล็กโทรดทำงานทำงานชนิด HMDE ปฏิกริยาที่เกิดขึ้นเป็นการเกิดโลหะอะมัลกัม  
ดังนี้



กระบวนการนี้มีสมมติฐานว่าสปีชีส์ทั้งหมดที่เกิดอิเล็กโทรดรีดักชันอยู่บนผิวของหยดปรอท  
และในการวิเคราะห์ใดก็ตามจะมีเพียงส่วนหนึ่งของสารตัวอย่างของสารตัวอย่างที่เกิดอิเล็กโทรดรีดักชัน  
สออย่างแท้จริง ซึ่งแตกต่างจากวิธีการสะสมด้วยไฟฟ้า (electrodeposition method) ที่สารทั้งหมดต้อง  
เกิดอิเล็กโทรดรีดักชัน 100 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นจะได้ความเข้มข้นในหยดปรอท  $C_{(Hg)}$  ตอนสุดท้ายของการ  
สะสมทางไฟฟ้าเป็นดังนี้



เมื่อ

$$C_{(Hg)} = \frac{id t_d}{nFV_{Hg}}$$

$i_d$  = กระแสการสะสม  
 $t_d$  = เวลาในการสะสม  
 $V_{Hg}$  = ปริมาตรของหยดปรอท (มีค่าเท่ากับ  $\frac{4}{3}\pi r^2$ )

ระยะเวลาสะสมโดยทั่วไปอยู่ในช่วงหนึ่งนาทิจนหลายนาทิจ การใช้ HMDE ทำให้ความ  
เข้มข้นของโลหะที่ถูกรีดิวซ์ในอะมัลกัม มีความเข้มข้นมากกว่าความเข้มข้นของไอออนโลหะนั้นใน  
สารละลายภายนอก อาจทำให้ค่าสัมประสิทธิ์แอกทิวิตีในสองวิถุภาคนี้แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ซึ่ง  
แตกต่างจากวิธีโพลารอกราฟีที่ปริมาณของสารในวิถุภาคต้องเท่ากันเมื่อสิ้นสุดการแพร่

การเกิดอะมัลกัมนั้น โอกาสของการสะสม ไอออน โลหะบนอิเล็กโทรดปรอทขึ้นกับละลาย  
ของโลหะในปรอทเป็นหลัก ถึงแม้ว่าการละลายที่สูงแสดงว่าสามารถเพิ่มความไวของการวัดทางสท  
ริปปิงได้ แต่ต้องระวังเป็นพิเศษในการป้องกันการอิมิตัวที่อาจเกิดขึ้นด้วยเช่นกัน

การสะสมของตัวอย่างบนอิเล็กโทรดเป็นกระบวนการอิเล็กโทรดรีดักชันที่ควบคุมศักย์ไฟฟ้า  
การสะสมที่เกิดขึ้นสำหรับช่วงการวัดเป็นอย่างไรนั้นสามารถเกิดจากช่วงเวลาหนึ่งนาทิจ หรือต่ำกว่า  
สำหรับสารละลายความเข้มข้น  $10^{-7}$  โมลาร์ ไปจนถึงช่วงเวลา 30 นาที หรือมากกว่าสำหรับ  
สารละลายความเข้มข้น  $10^{-9}$  โมลาร์ ซึ่งขั้นตอนนี้มีส่วนสำคัญต่อขีดจำกัดของการวิเคราะห์ที่ต่ำลงใน  
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การทดลองจำเป็นต้องทำในช่วงเวลาที่ความไวของการวิเคราะห์เกิดขึ้นสำหรับการวิเคราะห์ที่เกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ จึงต้องใช้เวลานานพอจนแน่ใจว่าปฏิกิริยาเกิดขึ้นจนหมดอย่างแท้จริง

## (2) ช่วงเวลาพัก

ช่วงเวลาพักหลังการสะสมอยู่ในช่วง 15 ถึง 30 วินาที เพื่อให้แน่ใจว่าสารละลายนิ่งเงียบ และสารตัวอย่างมีการกระจายตัวเป็นเนื้อเดียวกันในหยดปรอท เนื่องจากขณะเกิดการสะสมนั้นมีความเข้มข้นของโลหะในปรอททั้งชนิดหยดหรือแผ่นฟิล์มมีการกระจายตัวแบบพาราโบลา โดยความเข้มข้นที่มากกว่าตามทิศทางของสารละลายนั้น ความเข้มข้นยังมีการกระจายตัวสม่ำเสมอมากขึ้น เมื่อมีช่วงเวลาสะสมมากขึ้นหรือยังใช้แผ่นฟิล์มปรอทที่บางขึ้นดังรูปที่ 2.7 ซึ่งแสดงผลที่ความเข้มข้น  $C_r$  ขึ้นอยู่กับระยะทางจากจุดศูนย์กลางปรอทในช่วงเวลาสะสมที่แตกต่างกัน



**รูปที่ 2.7** แผนภาพแสดงผลของความเข้มข้น โลหะที่ HMDE ต่อระยะทางจากจุดศูนย์กลางหยดที่ระยะเวลาสะสมต่าง ๆ (A) 240 วินาที (B) 120 วินาที (C) 60 วินาที (D) 30 วินาที (E) 10 วินาที ( $j$  = อัตราการไหลของโลหะ)

เพื่อให้ความเข้มข้นของโลหะในปรอทที่สม่ำเสมอ จึงต้องมีช่วงเวลาพักในระหว่างช่วงเวลาสะสมกับขั้นตอนการสทริปปิง ขณะที่แรงกายภาพของการคอนเวกชันหยุดลงที่ช่วงสุดท้ายของการสะสม กระแสการสะสมตกลงมีค่าเกือบเป็นศูนย์และการกระจายความเข้มข้นที่สม่ำเสมอเกิดขึ้นในเวลาที่รวดเร็วประมาณ 2 วินาที ในอิเล็กโทรดชนิดแผ่นฟิล์ม และ 30 วินาทีสำหรับหยดแขวน ช่วงเวลาพักยังคงมีเพื่อให้แน่ใจว่าขั้นตอนการสทริปปิงที่จะเกิดตามมานั้นอยู่ในสารละลายที่นิ่งเงียบ ในขณะที่อยู่ในช่วงเวลาที่พักนั้นการสะสมทางไฟฟ้าซึ่งเกิดจากการขนส่งชนิดการแพร่ยังคงเกิดต่อเนื่อง เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไปอีกทำให้ได้จุดตัดที่มีค่าไม่เป็นศูนย์ของการพลอตระหว่างกระแสที่หยอดแหลม (peak current) กับเวลาในการสะสม

### (3) ขั้นตอนการสทริปปิง

โดยทั่วไปขั้นตอนสทริปปิงเป็นการสแกนศักย์ไฟฟ้าอาโนดิก คือ สแกนศักย์ไฟฟ้าไปทางค่าบวกที่เพิ่มขึ้นเชิงเส้นตรงหรือรูปคลื่นศักย์ไฟฟ้ากับเวลาแบบอื่น ๆ เมื่อศักย์ไฟฟ้าถึงค่าศักย์ไฟฟ้ามาตรฐานของคูโลหะ - แบบไอออนของโลหะ โลหะนั้นจะถูกออกซิไดส์กลับเข้ามาในสารละลายอีกครั้ง และทำให้เกิดการไหลของกระแสดังกล่าว



สทริปปิงโวลแทมเมโทแกรมเป็นการพลอตระหว่างกระแสกับศักย์ไฟฟ้าที่ให้ ซึ่งบันทึกในขณะที่กระแสไหลในขั้นตอนสทริปปิง โวลแทมเมโทแกรมนี้จะให้ข้อมูลทางวิเคราะห์ของสารตัวอย่างที่สนใจ กระแสสทริปปิง (stripping current) ซึ่งเกิดจากการออกซิเดชันของโลหะเป็นสัดส่วนของความเข้มข้นของโลหะนั้นที่อยู่บนหรืออยู่ในอิเล็กโทรด และยังขึ้นกับความเข้มข้นของสารนี้ที่อยู่ในสารละลายตัวอย่าง ศักย์ไฟฟ้าที่หยอดแหลม (peak potential) ให้ข้อมูลในการพิสูจน์เอกลักษณ์ ขณะที่ขั้นตอนการสะสมของการวิเคราะห์ซึ่งโดยทั่วไปเหมือนกันหมดสำหรับเทคนิคสทริปปิงที่แตกต่างกัน

ความแตกต่างแรกสุดเกี่ยวข้องกับวิธีการที่ใช้ในระหว่างขั้นตอนการสทริปปิง ในทุกกรณีตัวแปรจากการทดลองจำนวนมากมีผลต่อการตอบสนองทั้งกระแสของการวิเคราะห์และกระแสพื้นหลัง ความรู้เกี่ยวกับผลเหล่านี้มีความสำคัญในการปรับปรุงประสิทธิภาพการวิเคราะห์ให้เหมาะสม

เทคนิคต่าง ๆ ของขั้นตอนการสทริปปิง เริ่มตั้งแต่สทริปปิงโวลแทมเมตรีแบบกวาดเชิงเส้นตรง (linear scan stripping analysis) ซึ่งเป็นวิธีดั้งเดิม ต่อมาเป็นวิธีที่มีการพัฒนาแล้วเช่นการกระตุ้นโดยใช้พัลส์ประเภทต่าง ๆ เช่นเดียวกับการกระตุ้นในวิธีโพลารอกราฟี ขณะที่สัมพันธ์กับวิธีทางโพลารอกราฟีที่พัลส์ของศักย์ไฟฟ้าค่าลบซ้อนทับบนทิศทางการสแกนไปทางค่าลบทางเดียวกันนั้น ในวิธีสทริปปิงอิเล็กโทรดทำงานให้สัญญาณศักย์ไฟฟ้าสแกนไปทางบวกกับพัลส์ทางบวก

นอกจากวิธีพัลส์ประเภทต่าง ๆ แล้ว ยังมีเทคนิคอื่นที่ใช้ในขั้นตอนการสทริปปิง เช่น โพอเทนชิอเมตริกสทริปปิงโวลแทมเมตรี (potentiometric stripping voltammetry) การเปลี่ยนแปลงตัวอย่างหรือสารละลายอิเล็กโทรไลต์

ขั้นตอนการสทริปปิงสามารถทำได้โดยเทคนิคทางโวลแทมเมตรีชนิดต่าง ๆ ชนิดใดก็ได้ อย่างไรก็ตามโวลแทมเมตรีแบบพัลส์เชิงผลต่างและโวลแทมเมตรีแบบสแกนเชิงเส้นตรง เป็นวิธีที่ใช้บ่อยมากโดยเฉพาะอย่างยิ่งเทคนิคชนิดพัลส์อาโนดิกเชิงผลต่างนั้นเป็นที่นิยมใช้อย่างกว้างขวางบ่อยครั้งพบว่าขั้นตอนชนิดนี้ให้พีคที่แคบ นอกจากนี้การใช้ TMFE ก็ทำให้ได้พีคที่แคบซึ่งอิเล็กโทรดประเภทนี้เป็นแผ่นฟิล์มบาง ๆ ของปรอทติดอยู่บนไมโครอิเล็กโทรดเฉื่อย เช่น คาร์บอน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 2.4.5.2 เครื่องมือ

เครื่องมือพื้นฐานสำหรับการวิเคราะห์แบบสทริปปิงมีจำหน่ายในเชิงพาณิชย์และมีราคาไม่แพงมากนัก ส่วนประกอบของเครื่องมือไม่แตกต่างจากเครื่องมือประเภทอื่น ประกอบด้วยเครื่องวิเคราะห์โพลารอกราฟิก (polarographic analyzer) ซึ่งมี

- (1) เครื่องกำเนิดศักย์ไฟฟ้าคงที่ชนิดสามอิเล็กโทรดและวงจรในการวัดกระแส
- (2) เซลล์เคมีไฟฟ้าประกอบด้วยอิเล็กโทรดทำงาน อิเล็กโทรดอ้างอิง และอิเล็กโทรดช่วย
- (3) เครื่องบันทึกผล หรืออุปกรณ์อ่านผลประเภทอื่น

#### 2.4.5.3 สัญญาณกระตุ้นในการทำสทริปปิง

สัญญาณกระตุ้นเป็น 2 ลักษณะด้วยกัน เริ่มแรกเป็นการให้ศักย์แก่วงจร ในช่วงศักย์ที่ใกล้เคียงกับค่าศักย์มาตรฐานของการเกิดปฏิกิริยาของสารตัวอย่างจุดศักย์ไฟฟ้าสลายตัว และเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรไลซิสของสารตัวอย่าง ในขณะที่สารละลายตัวอย่างถูกกวนตลอดเวลา เกิดการเกาะตัวของสารตัวอย่างบนขั้วไฟฟ้าจุลภาค เรียกขั้นตอนนี้ว่า ขั้นตอนการเกาะติดสารด้วยไฟฟ้า (Electrodeposition step) ผลของการที่สารตัวอย่างแยกตัวจากสารละลายไปเกาะติดสารด้วยขั้วไฟฟ้า เป็นการเพิ่มความเข้มข้นของสารตัวอย่าง 10 ถึง 1000 เท่า จากเดิมปริมาณในสารละลายตัวอย่าง ( $5-20 \text{ cm}^3$ ) เหลือเพียง  $10^{-3}$  ถึง  $10^{-4} \text{ ml}$  ที่ขั้วไฟฟ้าจุลภาค ต่อจากสัญญาณกระตุ้นในช่วงแรกเป็นการปรับศักย์ของวงจรใหม่ เพื่อให้เกิดการละลาย หรือสทริปปิงของสารจากขั้วไฟฟ้าจุลภาคนั้น อาจเรียกเป็นการปรับศักย์ของวงจรใหม่ เพื่อให้เกิดการละลาย หรือสทริปปิงของสารจากขั้วไฟฟ้าจุลภาคนั้น อาจเรียกเป็นขั้นตอนของการวิเคราะห์โวลแทมเมตรี เพื่อให้สามารถวิเคราะห์ได้ด้วยเทคนิควิธีวิเคราะห์โวลแทมเมตรีต่าง ๆ ที่กล่าวไปแล้ว สัญญาณกระตุ้นช่วงหลัง เป็นลิเนียร์-แสกน โดยศักย์ลดลงอย่างเป็นเส้นตรงกับเวลาในการวิเคราะห์แบบโวลแทมเมตริก คลาสสิก สัญญาณกระตุ้นในช่วงนี้อาจเป็นลักษณะพัลส์ในการวิเคราะห์แบบพัลส์โวลแทมเมตริกก็ได้ ที่ใช้มักเป็นดิฟเฟอเรนเชียล พัลส์ โวลแทมเมตรี

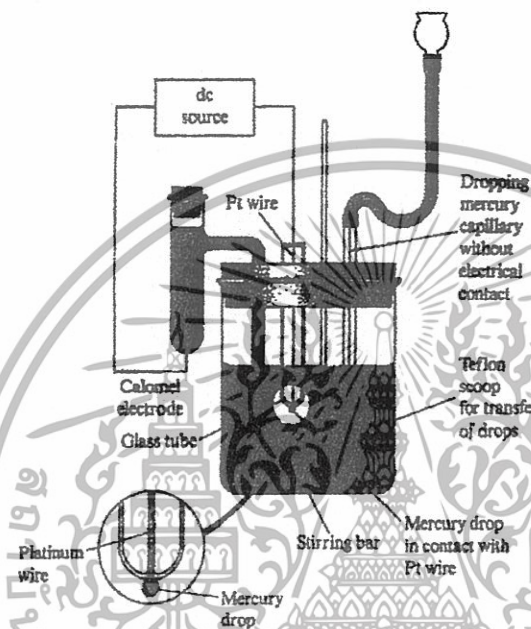
ในการวิเคราะห์ ถ้าสารตัวอย่างเป็นไอออนบวกซึ่งเกิดปฏิกิริยารีดักชันเกาะติดที่ขั้วไฟฟ้าขั้วไฟฟ้าจุลภาคทำหน้าที่เป็นแคโทดในช่วงแรก และเป็นแอโนดในขั้นตอนการเกิดสทริปปิง เรียกเป็นวิธีวิเคราะห์ แอโนดิก สทริปปิง โวลแทมเมตรี ในทางกลับกัน ถ้าสารตัวอย่างเป็นไอออนลบในสารละลาย วิธีวิเคราะห์เป็น แคโทดิก สทริปปิง โวลแทมเมตรี

#### 2.4.5.4 ขั้นตอนการเกาะติดสารด้วยไฟฟ้า [9]

ในการทำให้ไอออนของสารตัวอย่างเกิดปฏิกิริยา และเกาะติดที่ขั้วไฟฟ้า ไม่จำเป็นต้องให้เกิดการเกาะติดของสารตัวอย่างทั้งหมดในสารละลาย ซึ่งมีปริมาณการเกาะติดที่เหมาะสม หรือพอเพียงแก่การทำสทริปปิง ขึ้นกับการควบคุมปัจจัยต่าง ๆ ที่เกี่ยวข้อง ในทางปฏิบัติชุดมาตรฐานของสารตัวอย่างถูกวิเคราะห์พร้อมสารตัวอย่าง โดยควบคุมปริมาตร หรือขนาดของขั้วไฟฟ้าอัตราความเร็วของการคนสารละลาย ระยะห่างคงที่ระหว่างแท่งแม่เหล็กในการกวนสารละลายและเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ขั้วไฟฟ้าจุลภาค เพื่อเป็นการควบคุมระหว่างทาง หรือความหนาของชั้นที่เกิดการแพร่กับชั้นที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาที่ขั้วไฟฟ้า

ขั้วไฟฟ้าจุลภาคที่ใช้ในวิธีสทริปปิง อาจเป็นปรอท ทองคำ เงิน แพลทินัม หรือแท่งคาร์บอน โดยทำให้รูปร่างต่าง ๆ กัน ที่เป็นที่ยอมรับมากที่สุดเป็นขั้วไฟฟ้าหยดปรอทแขวนตัว (HMDE) ซึ่งควบคุมการเกิดหยดปรอทที่ปลายหลอดครูลึก และหยดปรอทคงอยู่เช่นนั้นได้ ดังแสดงในรูปที่ 2.8

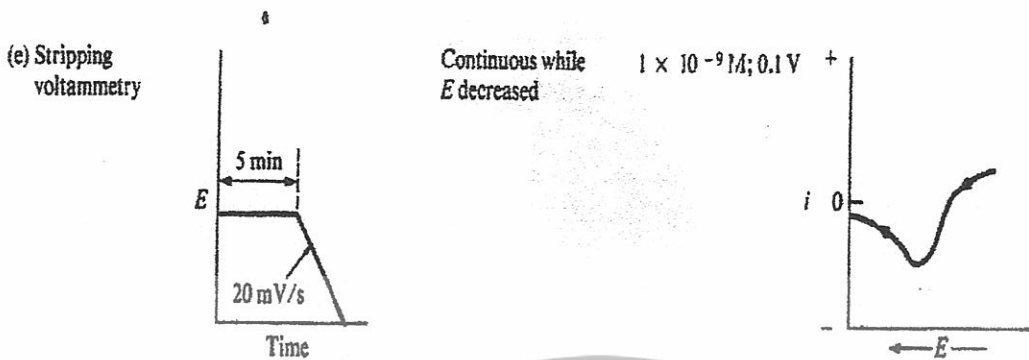


รูปที่ 2.8 แสดงลักษณะอุปกรณ์การวิเคราะห์โดยเทคนิคสทริปปิง โวลแทมเมตรี

ตัวอย่างการวิเคราะห์ไอออนของโลหะหนักโดยวิธีแอมัลกัม สทริปปิง หยดปรอทถูกปล่อยคาอยู่ที่ปลายหลอดครูลึกนั้น พร้อมกับเริ่มกวานสารละลาย และให้ศักย์กับวงจรในขนาดศักย์ที่ใกล้เคียงกับศักย์ครึ่งคลื่นของสารนั้น (เป็นลบมากกว่าศักย์ครึ่งคลื่นประมาณ 0.2 ถึง 0.3V) ไอออนของโลหะในสารละลายถูกแรงกวานมายังชั้นของการแพร่ และแพร่เข้าหาผิวหน้าขั้วไฟฟ้า ซึ่งไอออนนี้จะเกิดปฏิกิริยารีดักชัน และรวมกับปรอท โดยการเกิดเป็นโลหะเจือปรอท ระยะเวลาของการเกิดปฏิกิริยาขึ้นกับความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างนั้น โดยทั่วไปสารละลายตัวอย่างนั้น โดยทั่วไปสารละลาย  $10^{-5}$  M ใช้เวลา 5 นาที หรือ 30 นาที สำหรับสารละลาย  $10^{-6}$  M ระยะเวลาที่ปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาของการเกาะติดสารที่ขั้วไฟฟ้านี้ ให้ใช้เวลาเดียวกันทั้งสารตัวอย่างและสารมาตรฐาน และความเหมาะสมของเวลาที่ใช้ ขึ้นกับความสามารถของวิธีวิเคราะห์ที่ใช้วิเคราะห์สารตัวอย่างที่ถูกสทริปปกลับมาในสารละลาย เมื่อเสร็จสิ้นการเกาะติดสาร ต้องหยุดการกวานสารละลาย และพัก ณ ศักย์เดิมนี้ประมาณ 30 นาที เพื่อเป็นการปล่อยให้สารละลายเข้าสู่สถานะที่นิ่ง ไม่มีแรงกวานเหลืออยู่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ก่อนเริ่มปรับศักย์ใหม่ให้กับวงจร เพื่อให้เกิดสทริปปิง ถ้าสารละลายไม่อยู่ในสภาวะนิ่ง ก่อนปรับศักย์ใหม่ จะทำให้เกิดกระแสที่ไม่ต้องการขึ้น โดยไม่เกี่ยวกับการเกิดปฏิกิริยา ดังรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 สัญญาณการกระตุ้นและโวลแทมโมแกรมของสทริปปิง โวลแทมเมตรี

#### 2.4.5.5 ขั้นตอนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคโวลแทมเมตรี

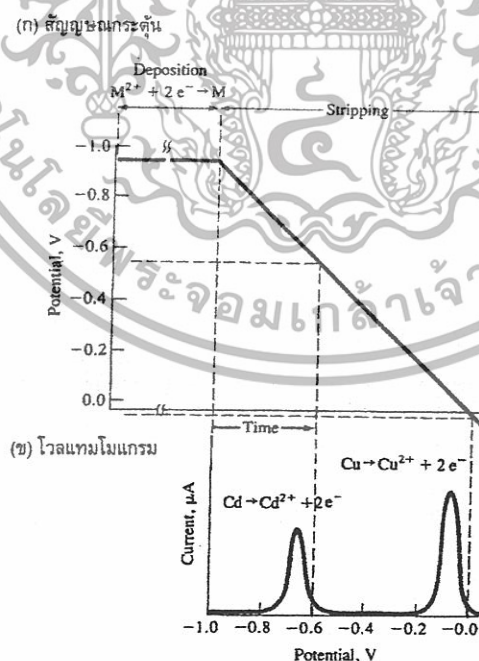
การทำให้ไอออนสารตัวอย่างเกิดการเกาะติดกับขั้วไฟฟ้า เป็นการเพิ่มความเข้มข้นของสารตัวอย่างนั้นให้มากพอที่จะวิเคราะห์ด้วยเทคนิคโวลแทมเมตรีวิธีต่าง ๆ ทั้งที่สัญญาณกระตุ้นเป็นลิเนียร์-สแกน หรือเป็นพัลส์ได้ ซึ่งขีดความสามารถของเทคนิควิธีวิเคราะห์โวลแทมเมตรีที่ใช้วิเคราะห์สารตัวอย่าง ภายหลังจากการสทริปปิงออกมาจากขั้วไฟฟ้าเป็นปัจจัยกำหนดปริมาณสารที่เกาะติด หรือเวลาของการปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาการเกาะติดสารในการวิเคราะห์สารผสมของไอออนแคดเมียม และทองแดง แสดงโวลแทมโมแกรม โดยสัญญาณกระตุ้นถูกให้กับวงจรซึ่งศักย์ถูกลดลงอย่างเป็นเส้นตรงด้วยอัตราความเร็วที่คงที่จากศักย์แรกให้กับวงจร

การได้มาซึ่งโวลแทมโมแกรม เป็นการใช่วิธีแอนโอดิก สทริปปิง ในการวิเคราะห์สารผสมตัวอย่างของแคดเมียม และทองแดง โดยศักย์เริ่มแรกให้กับวงจรเป็น  $-1V$  ซึ่งทั้งไอออนแคดเมียม และไอออนทองแดง เกิดปฏิกิริยาเกาะติดบนขั้วไฟฟ้าที่เป็นหยดปรอทแขวนตัว เมื่อหยุดกวานสารละลาย และปล่อยสารละลายที่ศักย์  $-1V$  ประมาณ  $30s$  จึงเริ่มลดศักย์ของวงจรลงอย่างเป็นเส้นตรง พร้อมทั้งบันทึกค่ากระแสกับเวลา หรือศักย์ที่เปลี่ยนแปลงไป โดยพีคของแคดเมียมปรากฏที่ศักย์ของวงจรมีค่าเป็นลบมากกว่า  $-60V$  เมื่อศักย์ลดลงถึงประมาณ  $-0.1V$  เกิดออกซิเดชันของทองแดง ปรากฏเป็นพีคของทองแดงที่แยกจากส่วนของแคดเมียมได้อย่างชัดเจน ความสูงของพีคโลหะทั้งสองในโวลแทมโมแกรมเป็นสัดส่วนกับมวลของโลหะที่เกาะติดบนขั้วไฟฟ้า ดังนั้นจากการใช้เทคนิควิธีแอนโอดิก สทริปปิง สามารถวิเคราะห์หาปริมาณของแคดเมียม และทองแดงจากสารผสมตัวอย่างได้ โดยเทียบค่าความสูงของพีคจากตัวอย่างกับกราฟเทียบมาตรฐานที่สร้างขึ้นจากการวิเคราะห์สารมาตรฐานของแคดเมียมและทองแดง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในทำนองเดียวกับการวิเคราะห์โลหะในสารผสมตัวอย่าง ดังกล่าวข้างต้น แต่แทนที่ใช้เทคนิคการวิเคราะห์เป็นแอนโอดิก สทริปปิง โวลแทมเมทรี (สัญญาณกระตุ้นเป็น ลิเนียร์-สแกน) ใช้เทคนิคการวิเคราะห์เป็นดิฟเฟอเรนเชียล พัลส์ แอนโอดิก สทริปปิง โวลแทมเมทรี ซึ่งมีขีดความสามารถในการวิเคราะห์และความจำเพาะเจาะจงสูงกว่า ยิ่งทำให้แยกส่วนผสมโลหะออกจากกันได้ดีขึ้น แม้มีอยู่ในความเข้มข้นต่ำถึง 25 ppm ก็ตาม ดังนั้น เป็นการย้ำให้เห็นว่า ขีดความสามารถของการวิเคราะห์เพิ่มสูงขึ้นได้ จากการเลือกเทคนิควิธีวิเคราะห์โวลแทมเมทรีที่ใช้ในช่วงสทริปปิง ดังรูปที่ 2.10 (ก) และ 2.10 (ข)

การเพิ่มขีดจำกัดความสามารถของการวิเคราะห์ นอกจากเลือกที่เทคนิควิธีวิเคราะห์ในช่วงสทริปปิง ดังกล่าวข้างต้นแล้ว ยังอาจทำได้ โดยการเลือกใช้ขั้วไฟฟ้าจุลภาคที่เหมาะสม พบว่าการใช้ขั้วไฟฟ้าจุลภาคที่ทำจากการเคลือบปรอทบนสารของแข็ง เช่น คลาสติคาร์บอน เรียก ขั้วไฟฟ้าเคลือบปรอท (mercury film electrode) ช่วยเพิ่มขีดความสามารถของการวิเคราะห์ได้มากกว่าการใช้ขั้วไฟฟ้าหยดปรอทแขวนตัว โดยความหนาของแผ่นฟิล์มของปรอทย่อมน้อยกว่าหยดปรอทแขวนตัว ระยะทางการเกิดการแพร่บนผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าน้อยกว่ากันมาก เท่ากับเป็นการเร่งให้เกิดปฏิกิริยาที่ผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าเป็นไปได้เร็วมากขึ้น ได้โวลแทม โมแกรมพีคที่แคบและสูง ทำให้ยังวิเคราะห์ในปริมาณเพียง 2 ppm อย่างใดก็ดี ขั้วไฟฟ้าเคลือบปรอทที่เตรียมขึ้นมักทำให้ผลแตกต่างกันในแต่ละขั้วไฟฟ้า ดังนั้น ถ้ามีอุปกรณ์ทำดิฟเฟอเรนเชียล พัลส์ มักนิยมใช้ ดิฟเฟอเรนเชียล พัลส์ กับขั้วไฟฟ้าหยดปรอทแขวนตัวมากกว่า



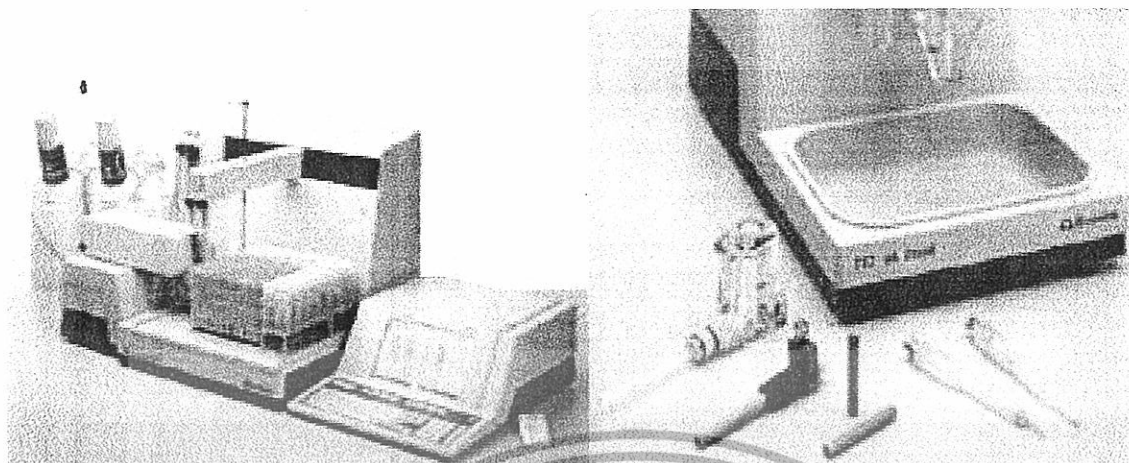
รูปที่ 2.10 (ก) แสดงสัญญาณกระตุ้น (โวลเตจโปรแกรม) ในการทำแอนโอดิกสทริปปิงโวลแทมเมทรี

(ข) แสดงดิฟเฟอเรนเชียล พัลส์ แอนโอดิกสทริปปิงโวลแทมโมแกรมของสารละลายผสม



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.4.7 วิธีใช้ และบำรุงรักษาเครื่อง



รูปที่ 2.10 เครื่อง METROHM 746 Trace Analyzer

เครื่อง VA Trace Analyzer ยี่ห้อต่าง ๆ มีวิธีการใช้งานคล้ายกัน ตั้งแต่การเตรียมเซลล์ ส่วนประกอบของเซลล์ การใส่สารตัวอย่าง การใส่สารมาตรฐาน การคำนวณและการบันทึกผล ซึ่งผู้ใช้ควรศึกษาคู่มือการใช้งานให้ละเอียดก่อนลงมือใช้งาน [10]

1. ล้างถ้วยที่ใช้บรรจุสารละลายด้วยน้ำปราศจากน้ำปราศจากไอออน ให้สะอาด
2. กวาดถ้วยด้วยสารละลายที่ต้องการวัด 2 ครั้ง แล้วใส่สารละลายลงไป
3. กดคีย์ Monitoring ตรวจสอบ Run Mode ว่าถูกต้องหรือไม่ ถ้าเป็นสารละลายมาตรฐานต้องบันทึกโวลแทจ โมแกรมของสารละลายมาตรฐานเรียงลำดับจากความเข้มข้นน้อยไปมาก ให้ตรงตามที่ที่กำหนดไว้ในหน้า Substance และถ้ามีคำว่า Ready ที่มุมขวาบน ให้กดคีย์ Start
4. เครื่องจะบอกให้ใส่สารละลายลงไป ถ้าใส่สารละลายแล้ว ให้กด Enter เพื่อให้เครื่องทำงานต่อไป
5. เมื่อบันทึกโวลแทจ โมแกรมเรียบร้อยแล้ว ให้เก็บสารละลายไว้ในบีกเกอร์ขนาด 400 cm<sup>3</sup> ห้ามทิ้งลงในอ่างเด็ดขาด ล้างถ้วยอิเล็กโทรดให้สะอาด น้ำล้างอิเล็กโทรดและถ้วยนี้ ให้แยกเก็บไว้ในบีกเกอร์ขนาด 400 cm<sup>3</sup> อีกใบหนึ่ง ใช้กระดาษทิชชูซับน้ำที่อิเล็กโทรดให้แห้ง
6. ใส่สารละลายที่ต้องการวัดต่อไปแล้วกดคีย์ Enter
7. เมื่อวัดสารละลายจนครบแล้ว ให้ล้างถ้วยและอิเล็กโทรดให้สะอาดแล้วแช่อิเล็กโทรดไว้ในน้ำที่ปราศจากไอออน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### ข้อควรปฏิบัติในการใช้งาน

สิ่งที่จะต้องระมัดระวังอย่างยิ่งในการเครื่อง VA Trace Analyzer คือ การดูแลรักษา ส่วนประกอบต่าง ๆ ของเซลล์ การใช้งานที่ผิดหรือขาดการดูแลจะทำให้เกิดการเสียหาย

1. สารที่ใช้ทดสอบอิเล็กโทรดอาจมี oxide มาเกาะ ควรนำกระดาษทรายมาขัด
2. การถอดที่บรรจุปรอท จะต้องปิด  $N_2$  เปื่องการรั่วไหลของปรอท
3. needle ที่ใช้ในการบรรจุปรอทต้องปราศจากสนิม
4. Capillary ที่เสียบอยู่ตรงที่บรรจุปรอทห้ามใช้มือสัมผัส และเสียบให้ตรงตำแหน่ง ศูนย์กลาง หมุนจุกให้แน่น
5. ขั้วที่ใช้ต้องแช่น้ำที่ปราศจากไอออนตลอดเวลาเพื่อป้องกันการอุดตันของขั้ว
6. ปรอทที่เหลือจากการทดลองให้ล้างปรอทด้วยน้ำกลั่นให้สะอาดแล้วเก็บไว้ในขวดให้มิดชิด เนื่องจากไอปรอทเป็นพิษจึงควรระมัดระวัง
7. ถ้าทำปรอทหกบนพื้น โตะให้ใช้กำมะถันกลบแล้วผสมให้เข้ากันแล้วเก็บในภาชนะมิดชิด
8. ล้างถ้วย และอิเล็กโทรดด้วยน้ำกลั่นให้สะอาดทุกครั้งหลังใช้เสร็จ

### 2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

A. Piccoli, J. Fiori, V. Andrisano, M. Oriol [11] ศึกษาการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานในผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพ โดยวิธี isocratic reversed-phase liquid chromatographic (HPLC) เป็นวิธีที่ใช้ในการหาปริมาณไตรโคลซาน ซึ่งเป็นสารยับยั้งแบคทีเรีย (antimicrobial agent) ในผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพหลายชนิด การแยกโดยใช้เทคนิคโครมาโทกราฟี จะใช้ C-18 Column และใช้ Acetonitrile-TEA phosphate (70 mM; pH 3.5) 55:45 (v/v) เป็นเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase), UV detection (230 and 280 nm) เป็นดีเทคเตอร์ การพิสูจน์พีคไตรโคลซานจะถูกยืนยันโดยวิธี HPLC-MS วิธีนี้ประสบความสำเร็จในการประยุกต์หาปริมาณไตรโคลซานในผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพ (สารระงับกลิ่นกาย ยา สีฟัน น้ำยาบ้วนปาก และ น้ำยาล้างมือ) ปริมาณความเข้มข้นของไตรโคลซานที่เป็นส่วนผสมจะขึ้นอยู่กับทาง European Economic Community (EEC) directive ( $\leq 0.3\%$ )

A. Safavi, N. Maleki and H. R. Shahbaazi [12] ศึกษาการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานโดยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าที่ขั้วปรอท โดยการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานในปริมาณน้อยนั้นได้พัฒนาเทคนิคโวลแทมเมตริก วิธีคิฟเฟอร์เรเชียลพัลส์โวลแทมเมตริมาใช้ในการวิเคราะห์ โดยจะแสดงผลเป็นพีคของกระแสที่มีการดูดซับและการคายการดูดซับของไตรโคลซาน ซึ่งที่ระดับการดูดซับนั้นจะให้ค่ากระแสลดลง ดังนั้นการวิเคราะห์จึงขึ้นอยู่กับค่าการดูดซับของไตรโคลซานบนขั้วไฟฟ้าปรอทหดยดเว้นตัวและการคายการดูดซับจะเกิดพีคกระแสเป็นลบแสดงให้เห็นว่าผลของระบบนี้ไม่เกิดพีคที่กระแสเป็นขั้วบวกบนขั้วปรอทหดยด ภายใต้อุณหภูมิการทดลองนี้ตำแหน่งพีคของไตรโคลซานจะอยู่ระหว่าง -1190 และ -990 mV. (เทียบกับขั้ว Ag/AgCl) ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับค่า pH อัตรา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น มิอนุญาตให้นำไปเผยแพร่หรือนำไปใช้ในการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การสแกน ค่าระยะเวลาการสะสม และผลกระทบจากสารอินทรีย์อื่น ๆ เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงค่า อัตราการสแกนในช่วง 80 ถึง 500 mVs<sup>-1</sup> จะส่งผลต่อการเพิ่มความสูงของพีค นอกจากนี้พีคของ กระแสจะสัมพันธ์กับความเข้มข้นของไตรโคลซานที่ความเข้มข้นมากกว่า 2.5–60 µgL<sup>-1</sup>. ภายใต้ สภาวะการทดลองที่ pH 7 ค่าศักย์ไฟฟ้าสะสมที่ -450 mV และค่าระยะเวลาการสะสม 90 s ค่า ขีดจำกัดของการตรวจวัด (detection limit, DL) เท่ากับ 1.9 µgL<sup>-1</sup> และค่าสัมประสิทธิ์ความแปรผัน (R.S.D %) จะต่ำกว่า 3% โดยการทดลองประยุกต์ใช้เทคนิคนี้ในการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซาน ในตัวอย่างยาสีฟัน (ประกอบด้วยไตรโคลซาน 0.3%) และตัวอย่างน้ำเสีย

M. van Bruijnsvoort, S.K. Sanghi, H Poppe, W.Th. Kok [13] วิธีนี้พัฒนามาสำหรับการวิเคราะห์ หาปริมาณ ไตร โคลซาน โดยเทคนิค micellar electrokinetic chromatography (MEKC) ซึ่งใช้โมเดล ทางคณิตศาสตร์ทำนายสภาวะการแยกที่เหมาะสม ซึ่งมี 17 จาก 20 สารประกอบที่เราสนใจ (19 คลอ โรฟินอล และ 1 ฟีนอล) ซึ่งแยกใน 50 mmol/l ACES บัฟเฟอร์ pH 6.1, ดิน โซเดียม โคเดซิลซัลเฟต 22 mmol/l ซึ่งวิเคราะห์โดยใช้ graphite-epoxy เป็นขั้วทำงาน ที่ศักย์ไฟฟ้า 100 mV เทียบกับ Ag/AgCl โดยมีโลหะพลาตินัมจะช่วยแยกการแยกสารออกจากเซลล์เคมีไฟฟ้า ซึ่งมีการลดความดันโดยใช้การแพร่ทางเคมีระหว่างทำการวิเคราะห์ ซึ่งมีจำนวนเพลทมากกว่า 150,000 เพลท การเปลี่ยนค่า ศักย์ไฟฟ้า แสดงให้เห็นถึงผลต่อความสูงของพีค เพราะว่าตัวรบกวนของสัญญาณจะเพิ่มขึ้นเมื่อค่า ศักย์ไฟฟ้า ดังนั้นจึงจำเป็นต้องหาการระหว่างขีดจำกัดการในการตรวจวัด และเวลาในการวิเคราะห์ ซึ่ง ขีดจำกัดในการตรวจวัดมีค่า = 10 µg/l ซึ่งมีค่าต่ำกว่าการวิเคราะห์ด้วย UV 1-3 เท่า ซึ่งมีค่าการทำซ้ำ ±9% สำหรับค่า electroosmotic flow ที่ถูกต้อง และ ±4% ของค่าพื้นที่พีค (n=7) ซึ่งใช้ SPE โดยใช้ คอลัมน์ที่บรรจุ polystyrene-divinglbenzene (PLRP-S) ซึ่งวิธีนี้เหมาะคือการวิเคราะห์ดย.น้ำในแม่น้ำ เมื่อใช้ internal standard ค่าเฉลี่ยการทำซ้ำของพื้นที่พีคมีค่า ±6% สำหรับ 14 สารประกอบ (n=5) โดย ใช้วิธีเตรียมความเข้มข้น ซึ่งมีขีดจำกัดในการตรวจวัด 0.1 µg/l ใน 100 ml ตัวอย่างน้ำในแม่น้ำ

P. Raghupathy, J. Mathiyarasu, James Joseph, K.L.N. Phani, V. Yegnaraman [14] ผลของสาร ลดแรงดึงผิวบน โวลแทมเมทริกของสารต่อต้านแบคทีเรีย ไตร โคลซาน (TCN) และการปล่อยวัฏภาค ของสารตัวอย่างต่อเนื่องสำหรับการตรวจวัดทางโวลแทมเมทริกที่มีความเข้มข้นของสารลดแรงดึงผิว (%wt) ซึ่งการเพิ่มขึ้นของพีคกระแสที่พบจะลดลงในช่วง น้อยกว่า 60-80 ของ Sodium laurylsulphate ผลของการทดลองจะพบว่าความสัมพันธ์ที่เกิดขึ้น โดยใช้ hydrotrope-driven disruption of micellar encapsulants ในการปล่อยของไตรโคลซาน ในสารละลายที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิคโวลแทมเมทริก hydrotrope จะใช้ในการศึกษา Sodium d-toluenesulphonate ในการทดลองแสดงผลกระทบของ hydrotropes บน 'pre-adsorbed' ของผิวไตรโคลซาน 'pseudo-complex' ซึ่งการพิสูจน์ hydrotrope - driven disruption ของ micellar จะถูกแทนที่โดยสารลดแรงดึงผิว ดังนั้นการจุ่มขั้วลงในที่มีสารลด แรงดึงผิวอยู่ ในสารละลาย hydrotrope สามารถแยกสารต่อต้านแบคทีเรียออกจากสารลดแรงดึงผิว ผลกระทบของขั้นตอนการทดลองสามารถประยุกต์ใช้ได้ที่มีความเข้มข้นต่ำๆ (0.1-0.8 มิลลิโมล) ใน

ไม่ว่าการณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลิตภัณฑ์ที่มี TCN เป็นองค์ประกอบความเป็นเส้นตรงจะขึ้นกับความเข้มข้นของไตรโคลซาน และขนาดของกระแสจะมีความสัมพันธ์กับสัมประสิทธิ์ 0.97 ความไวในการวัดการออกซิเดชันไตรโคลซาน คือ  $11.8 \mu\text{A}/\text{mM}$

Roy M. Pemberton, Jonh P . Hart [15] โวลแทมเมตรีถูกใช้ในการตรวจสอบสมบัติทางเคมีไฟฟ้าของไตรโคลซาน (2,2,4'-trichloro-2'-hydroxydiphenyl ether) ที่ขั้ว screen-printed carbon (SPCE) ซึ่งพีคของขั้วบวกที่เกิดขึ้นในช่วง pH 6.0-12.0 ซึ่งพีคจะพิจารณาถึงผลจากปฏิกิริยาออกซิเดชันไม่กลับของสารประกอบฟีนอล โดยพลอตค่าของ Ep กับ pH ที่เกิดขึ้นและจุดพอดิกัน ที่  $\text{pKa} = 7.9$  รายละเอียดของโวลแทมเมตรีที่ศึกษาคือ ที่ pH = 10 ซึ่งวิเคราะห์สารที่จะวิเคราะห์ที่อยู่บนขั้วบวกดังที่พิสูจน์ให้เห็น ซึ่งเริ่มต้นจากค่าศักย์ไฟฟ้า 0 V ขั้วบวกที่ถูกดูดซับทางไฟฟ้า ค่อยๆเกิดการออกซิเดชันทางเคมีไฟฟ้า ปฏิกิริยาออกซิเดชันที่เกิดขึ้นทำให้เกิดการเคลื่อนย้าย อิเล็กตรอนซึ่งได้จากการคำนวณ  $\alpha_{\text{na}}$  มีค่า = 0.5 ที่ pH = 7 ในการเปรียบเทียบไตรโคลซาน ไตรโคลซานโมโนฟอสเฟตไม่สามารถวัดได้ด้วยเทคนิคเคมีไฟฟ้าในสภาวะที่วิเคราะห์

การออกซิเดชันทางเคมีไฟฟ้าของไตรโคลซาน ที่ SPCE สามารถวิเคราะห์ได้ ซึ่งต้องมีปริมาณน้อยกว่า 0.3% ในผลิตภัณฑ์ที่ขายทั่วไปของยาสีฟันและผลิตภัณฑ์ดูแลช่องปากโดยเทคนิคดีฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรีซึ่งค่าการคืนกลับและความแม่นยำ ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับการวิเคราะห์ควบคุมคุณภาพ

วีรชัย ไกรวันธุ์ พิชรินทร์ วีระอาชากุล ชลธิชา อมรฉัตร เทอดพงษ์ ตริรัตน์ และเพชรรัตน์ ไกรวพันธุ์ [16] ศึกษาประสิทธิภาพการต้านแบคทีเรียของครีมอาบน้ำที่มีส่วนผสมไตรโคลซาน เป็นการศึกษาทางคลินิก เพื่อทดสอบประสิทธิภาพของครีมอาบน้ำที่มีส่วนผสมไตรโคลซานร้อยละ 0.18 ต่อจุลินทรีย์ที่ผิวหนัง โดยวิธีการล้างมือ ทำการศึกษาในอาสาสมัครจำนวน 30 คน ซึ่งเลือกใช้สารต่างๆ ที่มีฤทธิ์ทำลายเชื้อเป็นเวลา 7 วัน หาปริมาณเชื้อแบคทีเรียที่จุดเริ่มต้นแล้วแบ่งอาสาสมัครเป็น 2 กลุ่มๆ ละ 5 คน โดยอาสาสมัครแต่ละกลุ่มมีค่าเฉลี่ยปริมาณแบคทีเรียที่จุดเริ่มต้นเท่ากัน โดยวิธีสูบล้างและดับเบิลไบลนอาสาสมัครแต่ละกลุ่มได้รับครีมอาบน้ำไตรโคลซาน หรือครีมอาบน้ำไปใช้ที่บ้าน และต้องมาล้างมือต่อหน้าผู้ควบคุมวันละ 2 ครั้ง เป็นเวลา 3 วัน ตามวิธีที่กำหนด ผลการศึกษาพบว่าอาสาสมัครกลุ่มที่ล้างมือด้วยครีมอาบน้ำไตรโคลซานมีปริมาณเชื้อแบคทีเรียน้อยกว่ากลุ่มที่ล้างมือด้วยครีมอาบน้ำ ร้อยละ 83.47 76.61 และ 0.12 และ 24 ชั่วโมงหลังการหยุดใช้ครีมอาบน้ำตามลำดับ ( $p < 0.001$ ) เมื่อเปรียบเทียบกับจำนวนแบคทีเรียที่จุดเริ่มต้นของแต่ละกลุ่ม อาสาสมัครกลุ่มนี้ล้างมือด้วยครีมอาบน้ำไตรโคลซานมีปริมาณแบคทีเรียลดลง ร้อยละ 83.04 78.61 และ 69.83 ที่เวลา 0 12 และ 24 ชั่วโมงหลังการหยุดใช้ครีมอาบน้ำตามลำดับ ( $p < 0.001$ ) แต่อาสาสมัครกลุ่มที่ล้างมือด้วยครีมอาบน้ำไม่พบความแตกต่างของปริมาณแบคทีเรีย ( $p < 0.05$ )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 3

### วิธีดำเนินการวิจัย

#### 3.1 สารเคมี

1. ไตรโคลซาน (Triclosan  $\geq 97.0\%$ , 2, 4,4'-trichloro-2'-hydroxydiphenyl ether) HPLC grade ของบริษัท Fluka
2. กรดแอซติก (Glacial  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) AR grade ของบริษัท LAB SCAN
3. กรดบอริก ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) AR grade ของบริษัท Carlo Erba
4. กรดฟอสฟอริก ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) AR grade ของบริษัท J.T Beaker
5. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) AR grade ของบริษัท Carlo Erba
6. แอซีโตน (Acetone) AR grade ของบริษัท Carlo Erba
7. คลอโรฟอร์ม (Chloroform) AR grade ของบริษัท Carlo Erba
7. น้ำปราศจากไอออนจากเครื่อง Milli-Q Gradient ชนิดไส้กรอง Millipak-40 ขนาด  $20 \mu\text{m}$
8. สารตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์
  - 8.1 เจลล้างมือ บีเอสซี
  - 8.2 ยาสีฟันคาร์ตี้ เจล
  - 8.3 เอเวอร์เซ็นส์ ไวท์ & มอยซ์ โรลออน
  - 8.4 ผลิตภัณฑ์ซักผ้าเอสเซนซ์

#### 3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. METROHM 746 Trace Analyzer  
ใช้ร่วมกับ Capillary hanging mercury drop electrode (HMDE) และ Lenseis LY 1600 Model recorder มีขดลวดแพลทินัมเป็น counter electrode และ Ag/AgCl เป็น reference electrode
2. เครื่องกรองแบบสูญญากาศพร้อมขวดกรองแบบสูญญากาศ 1000 mL
3. กระจกกรอง เบอร์ 2 ขนาด 70 mm ของบริษัท Toyo Roshi Kaisha, Ltd
4. เครื่องซั่งน้ำหนักละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง
5. เครื่องวัดพีเอช (pH meter) Metromh รุ่น 713 pH meter
6. Ultrasonic bath
7. หลอดสีชา และเครื่องแก้วที่จำเป็น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3 การดำเนินการทดลอง

#### 3.3.1 การเตรียมสารละลายที่ใช้ในการทดลอง

##### 3.3.1.1 การเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ Britton-Robinson ( B-R buffer ) ความเข้มข้น 0.01 mol/L

ชั่งกรดบอริก ( $H_3BO_3$ ) มา 0.0618 กรัม ละลายด้วยน้ำอุ่นที่อุณหภูมิ  $40^{\circ}C$  เล็กน้อย จากนั้นปีเปตกรดแอซิดิก ( $CH_3COOH$ ) มา 0.057 มิลลิลิตร และกรดฟอสฟอริก ( $H_3PO_4$ ) 0.067 มิลลิลิตร ลงไป นำสารละลายผสมที่ได้มาใส่ในขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดบอกปริมาตร

ปรับค่า pH ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.02 mol/L

##### 3.3.1.2 การเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ Britton-Robinson ( B-R buffer ) ความเข้มข้น 0.04 mol/L

ชั่งกรดบอริก ( $H_3BO_3$ ) มา 0.247 กรัม ละลายด้วยน้ำอุ่นที่อุณหภูมิ  $40^{\circ}C$  เล็กน้อย จากนั้นปีเปตกรดแอซิดิก ( $CH_3COOH$ ) มา 0.228 มิลลิลิตร และ กรดฟอสฟอริก ( $H_3PO_4$ ) 0.2668 มิลลิลิตร ลงไป นำสารละลายผสมที่ได้มาใส่ในขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดบอกปริมาตร

ปรับค่า pH ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.02 mol/L

##### 3.3.1.3 การเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ Britton-Robinson ( B-R buffer ) ความเข้มข้น 0.1 mol/L

ชั่งกรดบอริก ( $H_3BO_3$ ) มา 0.6184 กรัม ละลายด้วยน้ำอุ่นที่อุณหภูมิ  $40^{\circ}C$  เล็กน้อย จากนั้นปีเปตกรดแอซิดิก ( $CH_3COOH$ ) มา 0.570 มิลลิลิตร และ กรดฟอสฟอริก ( $H_3PO_4$ ) 0.667 มิลลิลิตร ลงไป นำสารละลายผสมที่ได้มาใส่ในขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดบอกปริมาตร

ปรับค่า pH ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.02 mol/L

##### 3.3.1.4 การเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ Britton-Robinson ( B-R buffer ) ความเข้มข้น 0.4 mol/L

ชั่งกรดบอริก ( $H_3BO_3$ ) มา 2.47 กรัม ละลายด้วยน้ำอุ่นที่อุณหภูมิ  $40^{\circ}C$  เล็กน้อย จากนั้นปีเปตกรดแอซิดิก ( $CH_3COOH$ ) มา 2.280 มิลลิลิตร และ กรดฟอสฟอริก ( $H_3PO_4$ ) 2.668 มิลลิลิตร ลงไป นำสารละลายผสมที่ได้มาใส่ในขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดบอกปริมาตร

ปรับค่า pH ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.02 mol/L

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3.1.5 การเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ Britton-Robinson ( B-R buffer ) ความเข้มข้น 1 mol/L

ชั่งกรดบอริก ( $H_3BO_3$ ) มา 6.184 กรัม ละลายด้วยน้ำอุ่นที่อุณหภูมิ  $40^\circ C$  เล็กน้อย จากนั้นปิเปตกรดแอซติก ( $CH_3COOH$ ) มา 5.70 มิลลิลิตร และ กรดฟอสฟอริก ( $H_3PO_4$ ) 6.67 มิลลิลิตร ลงไป นำสารละลายผสมที่ได้มาใส่ในขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดบอกปริมาตร

ปรับค่า pH ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.02 mol/L

### 3.3.1.6 การเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 0.02 mol/L

ชั่งสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) มา 0.4 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนเล็กน้อย แล้วปรับปริมาตรเป็น 500 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน

### 3.3.1.7 การเตรียมสารละลายสต็อกของสารละลาย 1000 ppm ไตรโคลซาน

ชั่งน้ำหนัก ไตร โคลซานมา 0.1 กรัม ละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในปริมาณเล็กน้อย เติมสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer ลงไป 20 มิลลิลิตร เทใส่ลงในขวดวัดปริมาตร แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร เก็บไว้ในภาชนะที่บดแสงในที่เย็น

### 3.3.1.8 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน ไตรโคลซาน ที่ความเข้มข้น 1 10 20 50 และ 100 ppm

1 ชั่งน้ำหนัก ไตร โคลซานมา 0.1 กรัม

2 ละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในปริมาณเล็กน้อย เติมสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer ความเข้มข้นที่เหมาะสม ลงไป 20 มิลลิลิตร เทใส่ลงในขวดวัดปริมาตร แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร จะได้สารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้น 1000 ppm (สารละลายสต็อก 1000 ppm ไตร โคลซาน)

3 เตรียมสารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้น 1 10 20 50 100 ppm

4 ปิเปตสารละลายสต็อก 1000 ppm ไตร โคลซานมา 2.5 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตร 25 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน จะได้สารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้น 100 ppm

5 ปิเปตสารละลายสต็อก 1000 ppm ไตร โคลซานมา 1.25 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตร 25 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน จะได้สารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้น 50 ppm

6. ปิเปตสารละลายสต็อก 1000 ppm ไตร โคลซานมา 0.5 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตร 25 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน จะได้สารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้น 20 ppm

7 เตรียมสารละลายมาตรฐาน ไตร โคลซาน ที่ความเข้มข้น 10 ppm แต่เปลี่ยนมาใช้สารละลายสต็อก 100 ppm ไตร โคลซานแทน (ขั้นตอนการเตรียมในข้อ 4) โดยปิเปตสารละลายสต็อก 100 ppm ไตร โคลซานมา 2.5 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตร 25 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน จะได้สารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้น 10 ppm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

8 เตรียมสารละลายมาตรฐานไตรโคลซานที่ความเข้มข้น 10 ppm แต่เปลี่ยนมาใช้สารละลายสต็อก 100 ppm ไตรโคลซานแทน (ขั้นตอนการเตรียมในข้อ 2.4) โดยปิเปตสารละลายสต็อก 100 ppm ไตรโคลซานมา 0.25 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตร 25 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน จะได้สารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้น 1 ppm

### 3.3.1.9 การเตรียมสารละลายตัวอย่างของผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพ

เตรียมสารตัวอย่างโดยชั่งสารตัวอย่างยาสีฟัน 0.45 กรัม ตัวอย่างเจลล้างมือ 0.45 กรัม ตัวอย่างโรลออน 0.40 กรัม และผลิตภัณฑ์ซักผ้า 1.50 กรัม นำแต่ละสารตัวอย่างมาละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ปริมาณเล็กน้อย แล้วกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 2 ก่อนจากนั้นนำมาทำการสกัดแยก โดยนำสารละลายตัวอย่างที่ได้ และ 5 มิลลิลิตรของคลอโรฟอร์มลงในกรวยแยก เขย่าแรง ๆ ทิ้งไว้จนสารละลายที่ได้แยกเป็น 2 เฟส ปิเปตสารตัวอย่างที่สกัดได้ใส่ลงในขวดวัดปริมาตร 25 มิลลิลิตร เติมสารละลาย B-R buffer ความเข้มข้นและค่า pH ที่เหมาะสมลงไป 5 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน ก่อนทำการวิเคราะห์ให้นำไปไล่ฟองอากาศด้วยเครื่อง Ultrasonic

### 3.3.2 สึกษาสถานะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานด้วยเทคนิคแอนโอดิกสทริปปิงคิฟเฟอร์นเซียลพัลส์โวลแทมเมทรี

การวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซาน โดยเครื่อง METROHM 746 Trace Analyzer ใช้ร่วมกับ Capillary hanging mercury drop electrode (HMDE) และ Lenseis LY 1600 Model recorder มีขดลวดแพลทินัมเป็น counter electrode และ Ag/AgCl เป็น reference electrode

ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาเกาะติด ที่ 60 s

#### 3.3.2.1 สถานะเบื้องต้นที่ใช้ในการทดลอง

	Instruction	t/s	Main parameters	Auxilaly parametrs
1	HMDE		Drop size 4	Meas.Cell normal
2	DPMODE		U. amol 50 mV	t. meas 20.0 ms
			t. step 0.10 mV	t. pulse 40.0 ms
3	MEAS	120.0	U. meas -800 mV	
4	OSTIR	5.0		
5	SWEEP	15.0	U. strat -450 mV	U. step 6 mV
			U. end -1200 mV	Sweep rate 60 mV/s
6	OMEAS		U. standby	
7	END			

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3.2.1 สภาวะเบื้องต้นที่ใช้ในการทดลอง (ต่อ)

Recognition		Baseline		Evaluation	
U. verify	-1200 mV	Type	linear	Mode	VA
U. tol (+/-)	100 mV	Scope	whole	Quantity	I.peak
U. width min	10 mV	dU.front	auto	Sing. Digits	4
U. width max	200 mV	S.front	auto		
I. threshold	200 pA	dU.rear	auto		
		S.rear	auto		

### 3.3.2.2 ศึกษาความเข้มข้นของบัฟเฟอร์ที่เหมาะสม

ศึกษาความเข้มข้นของบัฟเฟอร์ที่เหมาะสม คือนำสารละลาย B-R buffer ที่ความเข้มข้น 0.04 , 0.1 , 0.4 , 1.0 mol/L ( ขั้นตอนการเตรียมจากข้อ 3.3.2.1 – 3.3.2.5) ปิเปิดสารละลายบัฟเฟอร์ที่เตรียมไว้ ลงในโพลารोगราฟิเคเซลล์ ปริมาตร 10 มิลลิลิตร แล้วตรวจวัดสัญญาณของกระแสเทียบกับความเข้มข้น จากนั้นเติมสารละลายลงไป 1 มิลลิลิตร แล้วตรวจวัดสัญญาณลงไปศึกษาจนครบทุกความเข้มข้น ซึ่งสภาวะที่ใช้ในการทดลองเป็นดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ตารางแสดงสภาวะที่ใช้ในการศึกษาความเข้มข้นของบัฟเฟอร์ที่เหมาะสม

สารละลายบัฟเฟอร์	ความเข้มข้น	ปริมาตร	สารละลาย	ปริมาตร	เวลา
	(mol/L)		มาตรฐาน		
Briston-Robinson ( B-R buffer ) pH = 7	0.01	10	Triclosan (100 ppm)	1	60
	0.04				
	0.1				
	0.4				
	1.0				

### 3.3.2.3 ศึกษา pH ที่เหมาะสม

ศึกษาพีเอชที่เหมาะสมของสารละลายบัฟเฟอร์ที่ pH 4, 5, 6, 7, 8, 9 และ 10 คือปิเปิดสารละลาย B-R buffer ความเข้มข้นที่ได้จากการศึกษาข้อ (3.3.2.2) ลงในโพลารोगราฟิเคเซลล์ 10

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มิลลิลิตร เติมสารละลายมาตรฐาน 1 มิลลิลิตรลงไป แล้วตรวจวัดสัญญาณของกระแสไฟฟ้าเทียบกับ  
ทุกความเข้มข้น ศึกษาจนครบทุกค่า pH ซึ่งสถานะที่ใช้ในการทดลองดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 ตารางแสดงภาวะที่ใช้ในการศึกษา pH ของบัฟเฟอร์ที่เหมาะสม

สารละลายบัฟเฟอร์	pH	ปริมาตร (mL)	เวลา เกาะติด (s)	สารละลาย มาตรฐาน	ปริมาตร (mL)
Briston-Robinson ( B-R buffer ) ความเข้มข้นที่ เหมาะสม	4.0, 5.0, 6.0, 7.0, 8.0, 9.0, 10.0	10	60	Triclosan (100 ppm)	1

#### 3.3.2.4 การศึกษาเวลาการเกาะติดที่เหมาะสม

ศึกษาเวลาเกาะติดที่เหมาะสม โดยเปิดสารละลาย B-R buffer ความเข้มข้นและค่า pH ที่ได้  
จากการศึกษาข้อ (3.3.2.2 และ 3.3.2.3) ลงในโพลาลอกราฟิเคเซลล์ 10 ml เติมสารละลายมาตรฐาน 1  
มิลลิลิตรลงไป แล้วตรวจวัดสัญญาณของกระแสไฟฟ้าโดยเปรียบเทียบกับกระแสไฟฟ้ากับ deposite  
time สถานะที่ใช้ในการทดลองดังในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 ตารางแสดงภาวะที่ใช้ในการศึกษาเวลาการเกาะติด ที่เหมาะสม

สารละลาย บัฟเฟอร์	pH	ปริมาตร (mL)	เวลาเกาะติด (s)	สารละลาย มาตรฐาน	ปริมาตร (mL)
Briston- Robinson ( B-R buffer ) ความเข้มข้นที่ เหมาะสม	pH ที่ เหมาะสม	10	30, 60, 90 120, 150,180, 240 และ 300	Triclosan (100 ppm)	0.1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3.3 ศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของการทำ Standard addition

ศึกษาช่วงความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรงของการทำ Standard addition โดยปีเปตสารละลาย B-R buffer ความเข้มข้นและค่า pH ที่ได้จากการศึกษาข้อ (3.3.2.2, 3.3.2.3 และ 3.3.2.4) ลงในโพลาลอกราฟิเคเซลล์ 10 ml เริ่มตรวจวัดสัญญาณของกระแสไฟฟ้าครั้งที่ 1 เมื่อเสร็จสิ้นให้เติมสารละลายมาตรฐานไตรโคลซาน 100 ppm 1 มิลลิลิตร ลงไปในเซลล์เดิมแล้วตรวจวัดสัญญาณของกระแสไฟฟ้าครั้งที่ 2 ทำเช่นเดิมจนครบ 4 ครั้ง แล้วนำผลของกระแสไฟฟ้าที่วัดได้เปรียบเทียบกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน

### 3.3.4 ศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของการทำกราฟมาตรฐาน

เตรียมสารละลายมาตรฐานไตรโคลซานที่มีความเข้มข้น 1 10 50 และ 100 ppm (ขั้นตอนการเตรียมสารมาตรฐานแสดงไว้ในภาคผนวก ก) ทำการตรวจวัดที่สภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากการศึกษา ข้อ 3.3.2 และสร้างกราฟกราฟมาตรฐานระหว่างกระแสไฟฟ้าที่อ่านได้กับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานไตรโคลซาน ดูช่วงความเป็นเส้นตรง (linearity) ของกราฟ หาค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์และขีดจำกัดการตรวจวัดของไตรโคลซาน

### 3.3.5 การวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานในตัวอย่างผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพ

#### 3.3.5.1 การทำ External Standard Method

นำสารตัวอย่างที่เตรียมได้มา 5 มิลลิลิตร ใส่ในขวดปริมาตร 10 มิลลิลิตร เติมสารละลาย B-R buffer ความเข้มข้นและค่า pH ที่ได้จากการศึกษาข้อ 3.3.2 ลงไป 2 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน ตรวจวัดด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนต์แอโนดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี ที่สภาวะที่ได้จากการศึกษาข้อ 3.3.2 วิเคราะห์ผลที่ได้และเทียบหาปริมาณของไตรโคลซานของสารตัวอย่างจากกราฟมาตรฐานที่ได้จากการศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรง (linearity) ของกราฟ และค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ในข้อ 3.3.4

#### 3.3.5.2 การทำ Standard addition method

เตรียมสารตัวอย่างโดยชั่งสารตัวอย่างยาตีฟัน 0.45 กรัม ตัวอย่างเจลล้างมือ 0.45 กรัมตัวอย่างโรลออน 0.40 กรัมและผลิตภัณฑ์ซักผ้า 1.50 กรัม นำแต่สารตัวอย่างมาละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ปริมาณเล็กน้อย แล้วกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 2 ก่อนจากนั้นนำมาทำการสกัดแยก โดยนำสารละลายตัวอย่างที่ได้ และ 5 มิลลิลิตรของคลอโรฟอร์มลงในกรวยแยก เขย่าแรง ๆ ทิ้งไว้จนสารละลายที่ได้แยกเป็น 2 เฟส ปีเปตสารตัวอย่างที่สกัดได้ใส่ลงในขวดปริมาตร 25 มิลลิลิตร เติมสารละลาย B-R buffer ความเข้มข้นและค่า pH ที่เหมาะสมลงไป 5 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน

นำสารละลายที่เตรียมได้ปีเปตมา 5 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดปริมาตร 10 มิลลิลิตร เติมสารละลาย B-R buffer ลงไป 2 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนนำไปวิเคราะห์ที่สภาวะที่ได้จากการศึกษาข้อ 3.3.2 ปีเปตสารละลายตัวอย่างที่เตรียมได้ลงในโพลาลอกราฟิเคเซลล์ 10

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ml เริ่มตรวจวัดสัญญาณของกระแสไฟฟ้าครั้งที่ 1 เมื่อเสร็จสิ้นให้เติมสารละลายมาตรฐานไตรโคลซาน 100 ppm 1 มิลลิลิตร ลงไปในเซลล์เดิมแล้วตรวจวัดสัญญาณของกระแสไฟฟ้าครั้งที่ 2 ทำเช่นเดิมจนครบ 4 ครั้ง แล้วนำผลของกระแสไฟฟ้าที่วัดได้ เขียนกราฟระหว่างกระแสที่ได้กับปริมาณของสารมาตรฐานที่เติมในปริมาณต่าง ๆ หาปริมาณของไตรโคลซานในตัวอย่างผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพ

### 3.3.5.3 การหาเปอร์เซ็นต์คืนกลับ (% recovery)

การศึกษาหาเปอร์เซ็นต์คืนกลับ (% recovery) โดยการเติมสารละลายมาตรฐานไตรโคลซานในสารละลายตัวอย่าง ที่ระดับความเข้มข้น 0, 9.09 และ 16.67 ppm ซึ่งทำการสกัดด้วยวิธี และสภาวะที่เหมาะสม ความเข้มข้นละ 7 ชั่วโมง แล้วคำนวณหาค่าเปอร์เซ็นต์คืนกลับ ของวิธีวิเคราะห์

$$\% \text{ recovery} = \frac{(\text{Conc}_{\text{spiked sample}} - \text{Conc}_{\text{original sample}})}{\text{Conc}_{\text{added}}} \times 100$$

### 3.3.5.4 ค่าขีดจำกัดการตรวจวัด (LOD)

สร้างกราฟมาตรฐานของไตรโคลซาน โดยทำการทดสอบในช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 โดยเทคนิคแอนโอดิกสทริปปิงคิฟเฟอร์นเซียลพัลส์โวลแทมเมตรี ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s จากกราฟมาตรฐานจะได้สมการเชิงเส้น และค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ นำข้อมูลที่ได้มาคำนวณหาค่า  $S_{y/x}$

$$S_b = \frac{s_{y/x}}{x} = \sqrt{\frac{\sum (y_i - \hat{y}_i)^2}{n-2}}$$

นำค่า  $S_{y/x}$  ที่คำนวณได้จากสมการข้างต้น มาคำนวณหาค่า LOD จากสูตร

$$\text{LOD} = \text{ความเข้มข้นที่ correspond กับ } (y_{\text{intercept}} + 3 S_{y/x})$$

$$\text{โดยที่ } y_{\text{intercept}} = \text{intercept} = \text{response บนแกน } y \text{ ที่ } x = 0$$

$$S_{y/x} = \text{Standard deviation ของ } y_{\text{intercept}}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3.5.5 การทดสอบความเที่ยง (Precision)

โดยการเติมสารละลายมาตรฐานไตรโคลซานในสารละลายตัวอย่าง ที่ระดับความเข้มข้น 0, 9.09 และ 16.67 ppm ซึ่งทำการสกัดด้วยวิธี และสภาวะที่เหมาะสม ความเข้มข้นละ 7 ซ้ำ (n=7) ภายในวันเดียวกัน แล้วคำนวณหา %RSD เปรียบเทียบกับค่า %RSD<sub>r</sub> (repeatability) ที่ได้จากการคำนวณโดยใช้ Horwitz's equation

$$\%RSD_r = 0.66 \times 2^{(1-0.5\log C)}$$

โดย C เป็น concentration ratio (ไม่มีหน่วย)

โดย HORRAT หรือ Horwitz ratio คือ อัตราส่วนระหว่างค่า RSD ค่าคำนวณจากผลการทดลอง (RSD<sub>obs</sub>) กับค่า RSD ที่คำนวณจาก Horwitz's equation (RSD<sub>expected</sub>) ใช้ประเมินการยอมรับความเที่ยง ดังสมการ

$$\text{HORRAT} = \frac{(\%RSD_{obs})}{(\%RSD_{expected})}$$

โดยค่า HORRAT ที่คำนวณได้ต้องมีค่าน้อยกว่า 2 ถือว่าความเที่ยงของวิธีนี้ยอมรับได้ ซึ่งเกณฑ์การยอมรับ อาจใช้เกณฑ์ AOAC และ Codex กับ EU กำหนดไว้ทั่วไป ดังนี้

Reference	ค่า HORRAT ที่ยอมรับ
AOAC	< 2
Codex, EU	≤ 2

### 3.3.5.6 การทดสอบค่าเฉลี่ยด้วย t-test

การวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานในผลิตภัณฑ์ยาสีฟัน เจลล้างมือ โรลออน และผลิตภัณฑ์ซักผ้า โดยตรวจวัดด้วยเทคนิคแอนโอดิกสทริปปิงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติดที่ 120 s ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 วิเคราะห์ผลที่ได้และคำนวณหาปริมาณของไตรโคลซานในสาร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลักษณะ โดยทำการวิเคราะห์ 2 วิธี นำค่าเฉลี่ยของปริมาณไตรโคซานในสารตัวอย่าง และ ค่า S (standard deviation) ของทั้ง 2 วิธี ในแต่ละตัวอย่าง มาทดสอบด้วย t-test ดังสมการ

$$t = \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x}_2)}{s \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}}$$

โดย S ได้จาก

$$S^2 = \frac{[(n_1 - 1)S_1^2 + (n_2 - 1)S_2^2]}{(n_1 + n_2 - 2)}$$

ค่า degree of freedom

$$df = (n_1 + n_2 - 2)$$

ซึ่งเมื่อทดสอบด้วย t-test ดังสมการข้างต้นแล้ว เปรียบเทียบค่า t ที่ได้จากการคำนวณ กับค่า t จากตาราง (critical t-value, t) ซึ่งขึ้นอยู่กับระดับนัยสำคัญ และ degree of freedom (df) ถ้าค่า t ที่ได้จากการคำนวณน้อยกว่า ค่า t จากตาราง แสดงว่า ค่าเฉลี่ยทั้งสองไม่แตกต่างกัน



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและอภิปรายผล

#### 4.1 ศึกษาสถานะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซาน ด้วยเทคนิคแอมโพลีกราฟฟีฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี

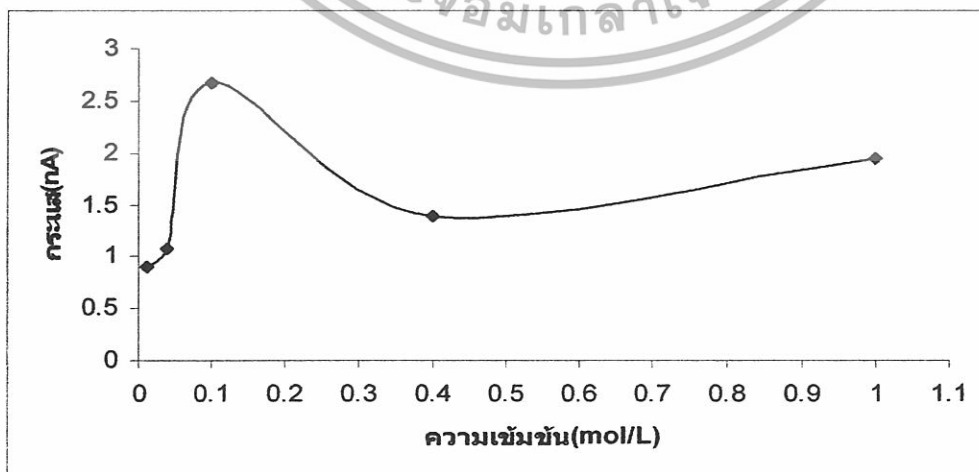
##### 4.1.1 ศึกษาความเข้มข้นบัฟเฟอร์ที่เหมาะสม

การศึกษาค่าความเข้มข้นของสารละลายบัฟเฟอร์ คือ Britton – Robinson buffer (B-R buffer) ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ ในช่วง 0.01 – 1.0 mol/L (pH 7 ที่ 25 °C) ได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้ของ B-R buffer ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

ความเข้มข้น B-R buffer (mol/L)	ค่ากระแสไฟฟ้า (nA)			ค่ากระแสไฟฟ้า เฉลี่ย (nA)
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	
0.01	0.973	0.869	0.858	0.900
0.04	1.110	1.087	1.047	1.081
0.10	2.809	2.574	2.609	2.664
0.40	1.447	1.376	1.331	1.385
1.00	2.058	1.933	1.830	1.941

จากตารางที่ 4.1 จากการทดลองศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมแสดงให้เห็นว่าความเข้มข้นของ B-R buffer ที่ 0.1 mol/L จะให้ค่ากระแสที่สูงกว่าความเข้มข้นอื่น ๆ



รูปที่ 4.1 แสดงค่ากระแสที่อ่านได้ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ของ Britton – Robinson buffer ( B-R buffer)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

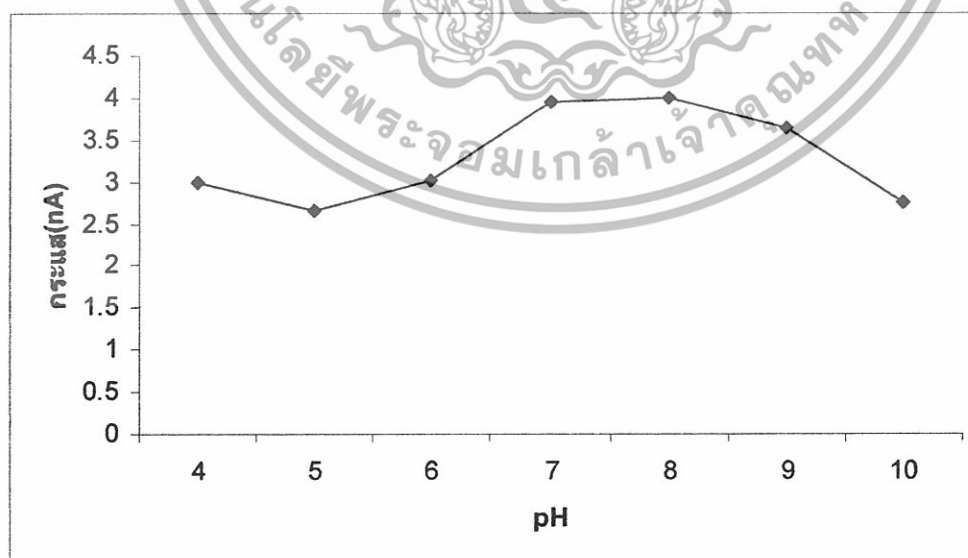
#### 4.1.2 ศึกษา pH ที่เหมาะสม

การศึกษา pH ที่เหมาะสมของสารละลายบัฟเฟอร์ คือ Britton - Robinson buffer (B-R buffer) ในการวิเคราะห์ปริมาณไตรโคลซาน ที่ pH ต่าง ๆ ที่ 25 °C ได้ผลการทดลองดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้ ของ B-R buffer ที่ pH ต่าง ๆ

ความเข้มข้น B-R buffer (mol/L)	pH	ค่ากระแสไฟฟ้า (nA)
0.1	4	1.977
0.1	5	2.664
0.1	6	3.014
0.1	7	3.944
0.1	8	4.003
0.1	9	3.645
0.1	10	2.747

จากตารางที่ 4.2 แสดงผลการทดลองศึกษา pH ที่เหมาะสมของสารละลายบัฟเฟอร์ 0.1 mol/L เวลาการเกาะติด 60 s แสดงให้เห็นว่าค่าศักย์ไฟฟ้าสูงขึ้น และวิเคราะห์ได้ดีในช่วง 7-8 ซึ่งจุดที่เหมาะสมที่สุด คือ pH 8 จากรูปที่ 4.2 ที่ pH 8 จะให้ค่ากระแสสูงกว่าความเข้มข้นอื่น ๆ



รูปที่ 4.2 ผลของ pH ของ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ 25 °C เวลาการเกาะติด 60 s ในช่วง pH ต่าง ๆ กับค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้

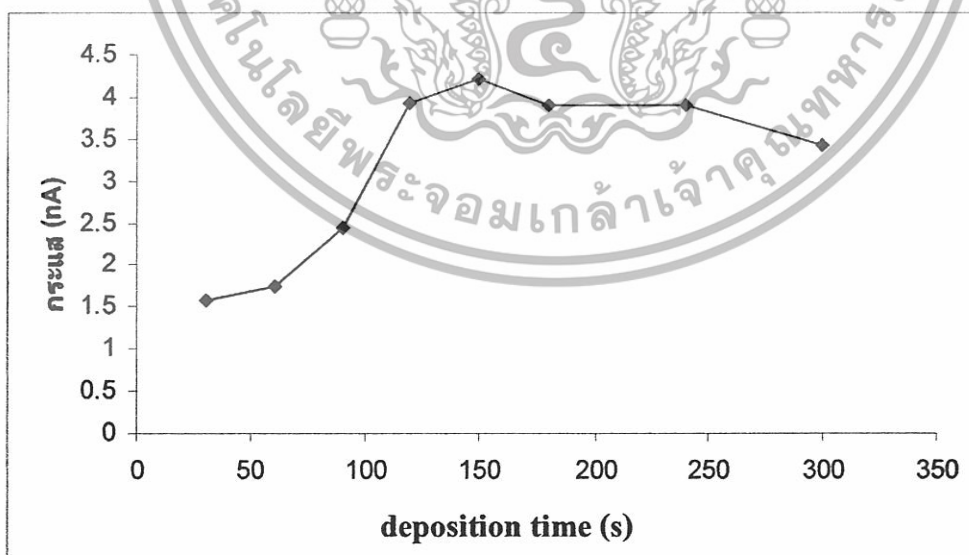
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.1.3 ศึกษาเวลาการเกาะติด ที่เหมาะสม

ผลการศึกษาช่วงเวลาการเกาะติด ที่เหมาะสมของสารละลายมาตรฐานไตรโคโลซานที่ความเข้มข้น 100 ppm ในสารละลาย B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ช่วงเวลาการเกาะติดที่ศึกษาคือ 30-300 s ดังตารางที่ 4.3 พบว่า เมื่อใช้เวลาในการเกาะติดมากขึ้น กระแสไฟฟ้าที่อ่านได้จะเพิ่มสูงขึ้นเรื่อยๆ แต่เมื่อใช้เวลาในการเกาะติด ในช่วง 180-300 s มีผลทำให้ค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้จากสารละลายมาตรฐานไตรโคโลซาน ค่อยๆ ลดลง ดังแสดงในรูปที่ 4.3

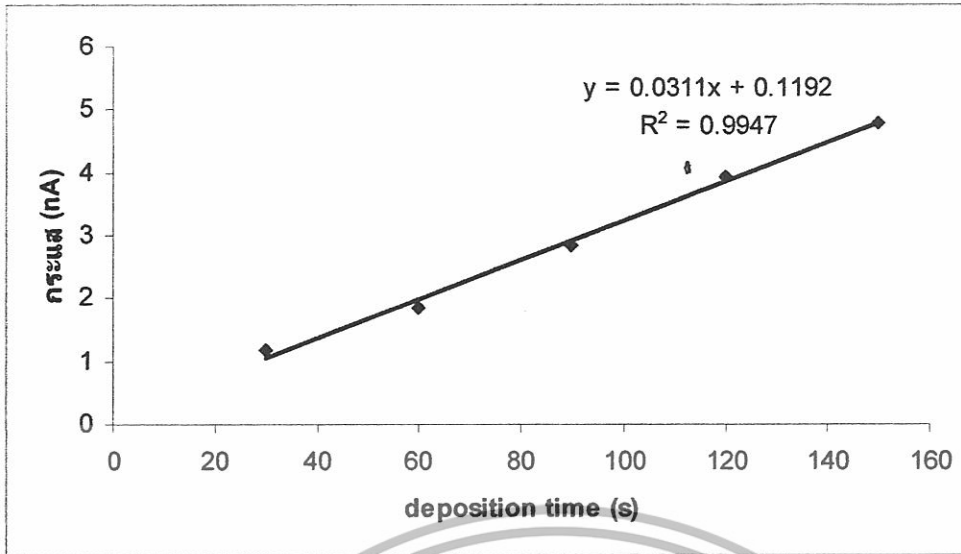
ตารางที่ 4.3 แสดง deposition time ในช่วง 30-300 s ที่มีผลต่อกระแสไฟฟ้าที่อ่านได้จากสารละลายมาตรฐานไตรโคโรซาน 100 ppm

deposite time (s)	ค่ากระแสไฟฟ้า (nA)
30	1.577
60	1.714
90	2.445
120	3.922
150	4.203
180	3.908
240	3.891
300	3.426



รูปที่ 4.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ค่า deposition time (30-300 s) กับค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้จากสารละลายมาตรฐานไตรโคโลซานความเข้มข้น 100 ppm ในสารละลาย B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



**รูปที่ 4.4** แสดงช่วงความเป็นเส้นตรง (linear range) ของเวลาการเกาะติด ที่ทำให้ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์มีค่าใกล้เคียง 1 มากที่สุด

จากรูปที่ 4.4 แสดงให้เห็นว่าที่เวลาการเกาะติด ในช่วง 30-150 s เป็นช่วงที่มีความเป็นเส้นตรงมากที่สุด เนื่องจากเป็นช่วงที่มีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ มีค่าใกล้เคียง 1 มากที่สุด ดังนั้นจากผลการศึกษาเวลาการเกาะติด ในช่วง 30-150 s เป็นช่วงที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ ซึ่งจากสถานะเบื้องต้นที่ใช้ในการทดลอง เวลาในการเวลาการเกาะติด ที่ 150 s เป็นช่วงที่เหมาะสม และให้ค่ากระแสที่สูงแต่การเพิ่มเวลาการเกาะติด ให้มากขึ้นช่วยเพิ่มกระแสที่อ่านได้สูงขึ้น แต่ก็เป็นการสิ้นเปลืองเวลา จึงเลือกใช้เวลาในการเกาะติด ที่ 120 s ซึ่งมีค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้ใกล้เคียงกับเวลาในการเกาะติด ที่ 150 s ในการทดลอง

#### 4.2 ศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของการทำ Standard addition

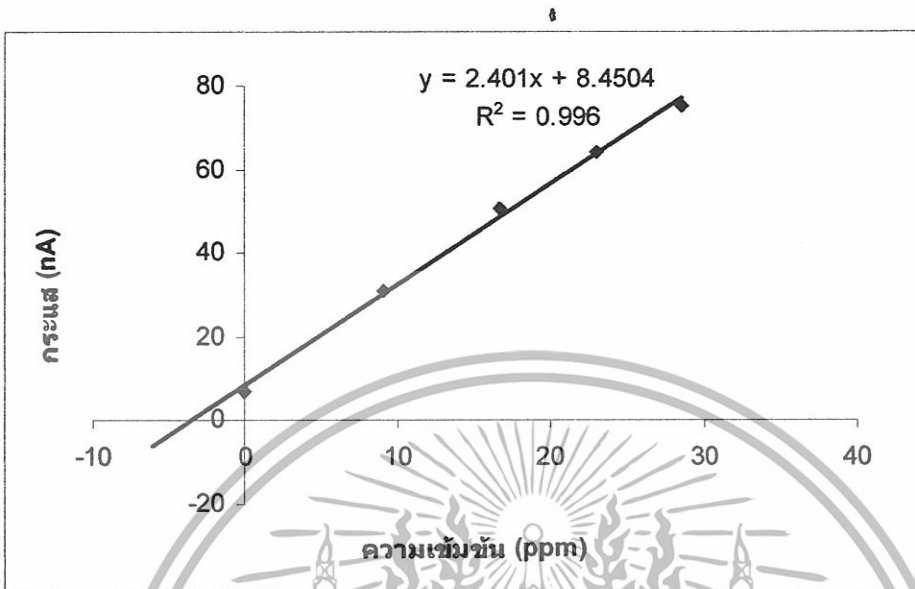
จากการศึกษาช่วงที่เป็นเส้นตรงของสารละลายมาตรฐานไตรโคลซาน ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 โดยเทคนิคแอมโพลีเมอไรเซชันโพสิทีฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s แล้วนำผลการทดลองที่ได้ไปวิเคราะห์ผล โดยนำไปสร้างกราฟมาตรฐานที่ได้แสดงในภาคผนวก รูปที่ค1

จากรูปที่ 4.5 แสดงให้เห็นว่าค่ากระแสที่อ่านได้สูงขึ้นอย่างเป็นเส้นตรงเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานไตรโคลซานตั้งแต่ 0 – 28.57 ppm

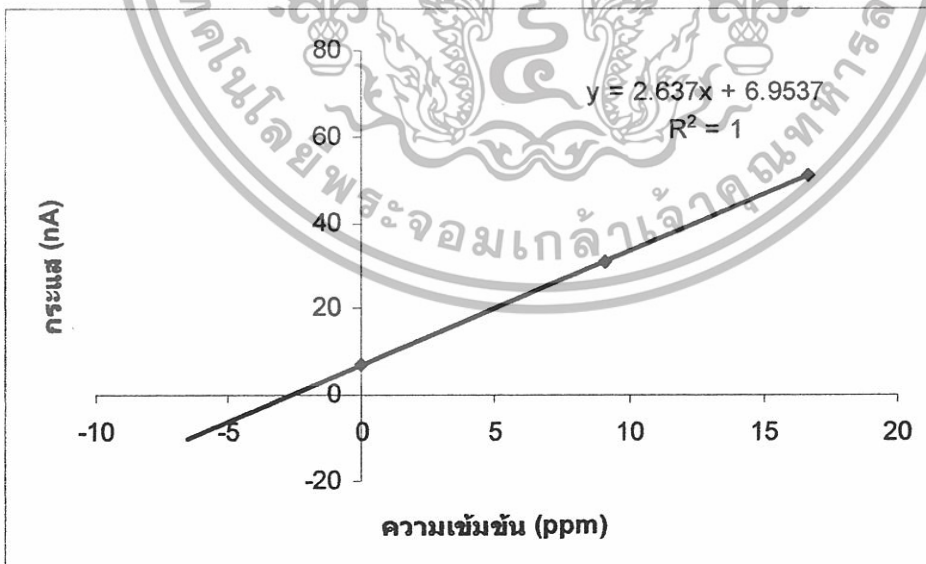
จากรูปที่ 4.6 แสดงให้เห็นว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานไตรโคลซานตั้งแต่ 0 – 16.67 ppm ช่วงความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานไตรโคลซานที่มีช่วงความเป็นเส้นตรง (linear range) ที่ทำให้ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์มีค่าใกล้เคียง 1 มากที่สุด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยผลจากการสร้างกราฟมาตรฐาน Standard addition ทำให้ทราบถึงพิสัยเชิงเส้น สัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ของไตรโคโลซาน ดังตารางที่ 4.4



รูปที่ 4.5 กราฟมาตรฐาน Standard addition ของไตรโคโลซาน ช่วงความเข้มข้น 0-28.57 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s

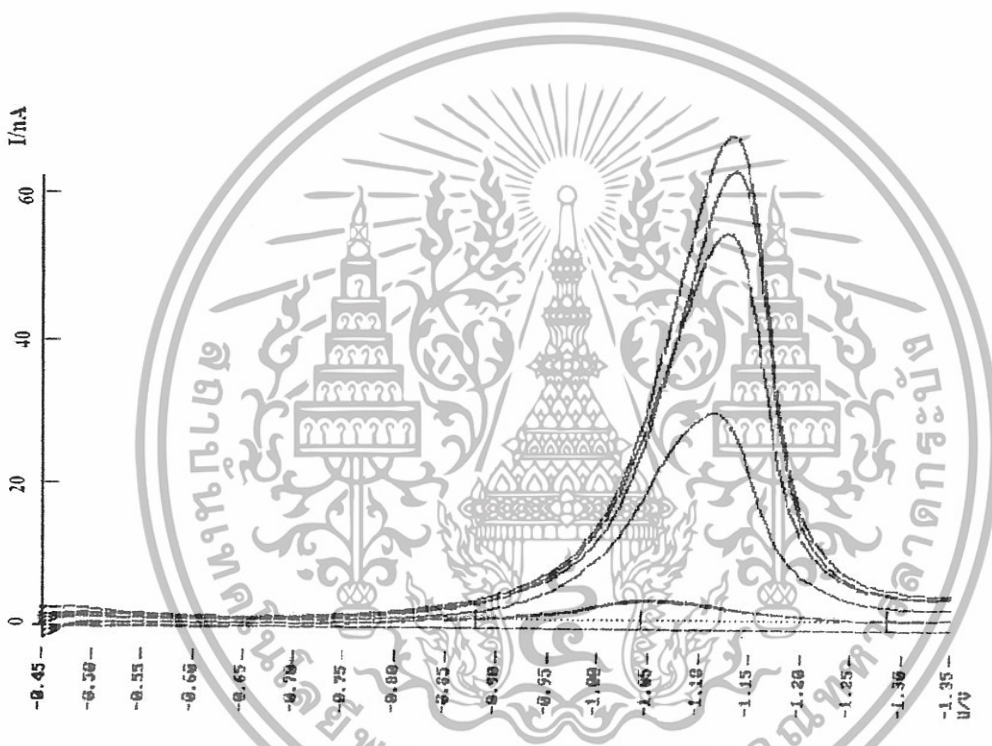


รูปที่ 4.6 แสดงช่วงความเป็นเส้นตรง (linear range) ของช่วงความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานไตรโคโลซานที่ทำให้ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์มีค่าใกล้เคียง 1 มากที่สุด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.4 แสดงผลจากการสร้างกราฟมาตรฐาน Standard addition ค่าพิสัยเชิงเส้น และสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ของไตรโคโรซาน

พิสัยเชิงเส้น (ppm)	สมการเชิงเส้น	สัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (r <sup>2</sup> )
0-16.67	$y = 2.637x + 6.9537$	1.00



รูปที่ 4.7 โวลแทมโมแกรมของสารละลายมาตรฐานไตรโคโลซานที่ช่วงความเข้มข้น 0-28.57 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV

#### 4.3 การสร้างกราฟมาตรฐานของไตรโคโลซาน

สร้างกราฟมาตรฐานของไตรโคโลซาน โดยการทดสอบในช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 โดยเทคนิคแวนโตนิกสทริปปิงดิฟเฟอเรนเชียลพลัส โวลแทมเมตรี ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติดที่ 120 s การทดสอบจะเตรียมชุดการทดลองของสารละลายมาตรฐานที่ช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm หลายชุดการทดลอง

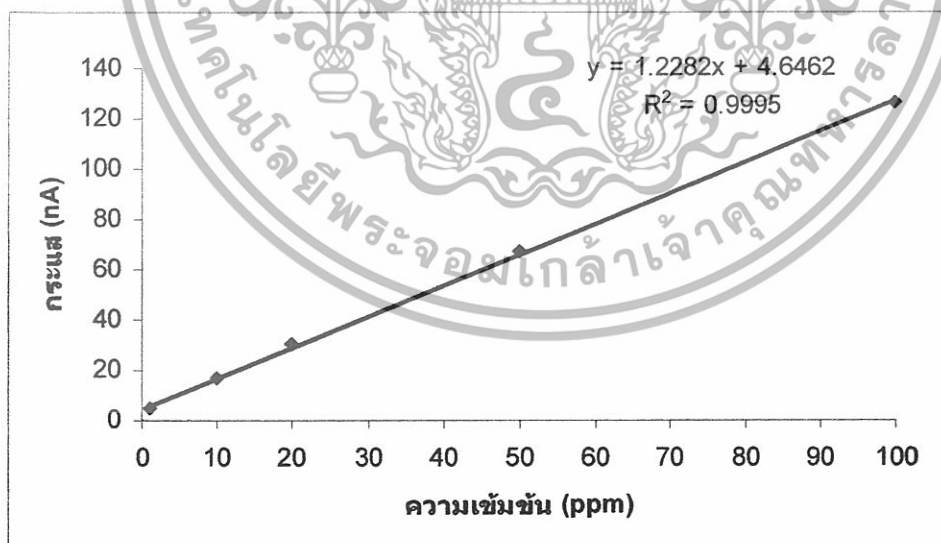
แล้วนำไปวิเคราะห์ผลที่ได้จะนำไปสร้างกราฟมาตรฐานที่ได้แสดงในภาคผนวก ค รูปที่ค2-ค6

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยผลจากการสร้างกราฟมาตรฐานทำให้ทราบถึงพิสัยเชิงเส้น สัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ของไตรโคโลซาน ดังตารางที่ 4.5

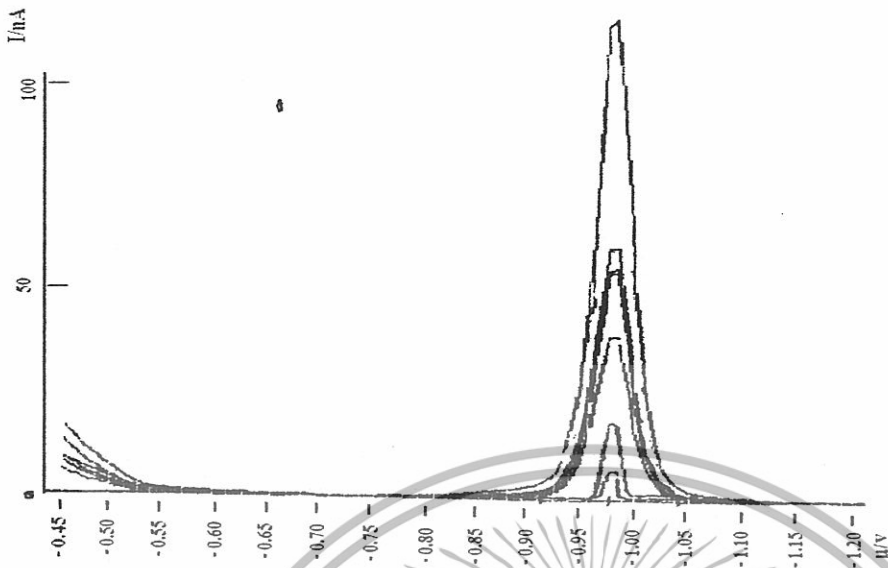
ตารางที่ 4.5 แสดงผลจากการสร้างกราฟมาตรฐานที่ชุดทดลองต่าง ๆ ค่าพิสัยเชิงเส้น และสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ของไตรโคโรซาน

ชุดทดลองที่	พิสัยเชิงเส้น (ppm)	สมการเชิงเส้น	สัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ ( $r^2$ )
1	1-100	$y = 1.165x + 4.4037$	0.9986
2	1-100	$y = 1.2629x + 4.4522$	0.9978
3	1-100	$y = 1.2303x + 4.3388$	0.9992
4	1-100	$y = 1.2282x + 4.6462$	0.9995
5	1-100	$y = 1.2616x + 4.2419$	0.9987



รูปที่ 4.8 กราฟมาตรฐานของไตรโคโลซานที่ชุดการทดลองที่ 4 ช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



**รูปที่ 4.9** โวลแทมโมแกรมของสารละลายมาตรฐานที่ช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV

จากผลการทดสอบที่ได้พบว่าเมื่อทำการทดลองสร้างกราฟมาตรฐานที่ชุดการทดลองต่าง ๆ จะให้ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ของไตรโคโลซานที่แตกต่างกัน ดังนั้นกราฟมาตรฐานที่เหมาะสมที่สุดในการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคโลซานจะเป็นกราฟมาตรฐานค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์มีค่าใกล้เคียง 1 คือกราฟมาตรฐาน  $y = 1.2282x + 4.6462$  และค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ ( $r^2$ ) เท่ากับ 0.9995

#### 4.4 การวิเคราะห์ไตรโคโลซานในตัวอย่างผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพ

##### 4.4.1 External Standard Method

นำสารตัวอย่างที่เตรียมได้มาตรวจวัดด้วยเทคนิคเทคนิคแวนดิกสทริปปิงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s

เมื่อวิเคราะห์ผลที่ได้ และเทียบหาปริมาณของไตรโคโลซานในสารตัวอย่างจากกราฟมาตรฐานที่มีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ ( $r^2$ ) เท่ากับ 0.9995 จะให้ผลแสดงในตารางที่ 4.6

ทำโดยการวิเคราะห์ปริมาณไตรโคโลซานในสารตัวอย่าง 4 ตัวอย่าง คือ ยาสิฟีน เจลล้างมือ โรลออน และผลิตภัณฑ์ซักผ้า ทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างละ 7 ครั้ง ( $n=7$ )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.6 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานในสารตัวอย่างชนิดต่าง ๆ

ตัวอย่าง	ปริมาณไตรโคลซาน ในสารละลาย (ppm)	ปริมาณไตรโคลซาน ในตัวอย่าง (% w/w)	%RSD (%)
ยาสีฟัน	12.9814	0.1432±0.0529	0.0408
เจลล้างมือ	9.9433	0.1108±0.0627	0.6310
โรลออน	6.5426	0.0813±0.0588	0.8984
ผลิตภัณฑ์ซักผ้า	15.9181	0.0523±0.0857	0.5384

จากตารางที่ 4.6 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานที่ได้สามารถคำนวณหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ค่าสัมประสิทธิ์ความแปรผัน และค่า % w/w ได้อยู่ในช่วงที่ยอมรับ แสดงว่าผลการวิเคราะห์นี้มีความเที่ยงที่ยอมรับได้

#### 4.4.2 Standard addition

เตรียมสารตัวอย่าง แล้วนำสารตัวอย่างไปตรวจวัดด้วยเทคนิคแอมเพอเมตริกในดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตริก ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติดที่ 120 s วัดค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้ และเขียนกราฟระหว่างกระแสไฟฟ้าที่ได้กับปริมาณของสารละลายมาตรฐานที่เติมในปริมาณต่าง ๆ หาปริมาณของไตรโคลซานในผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพ

โดยทำการวิเคราะห์ปริมาณไตรโคลซานในสารตัวอย่าง 4 ตัวอย่าง คือ ยาสีฟัน เจลล้างมือ โรลออน และผลิตภัณฑ์ซักผ้า ผลแสดงในตารางที่ 4.7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.7 ปริมาณของไตรโคลซานในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Standard addition

ตัวอย่าง	ความเข้มข้น ของสาร มาตรฐาน (ppm)	น้ำหนัก สาร ตัวอย่าง (g)	% W/W ไตรโคลซาน	% RSD
ยาสีฟัน	0	0.4521	0.1441	1.0604
	9.09			
	16.67			
เจลล้างมือ	0	0.4502	0.1082	0.7925
	9.09			
	16.67			
โรลออน	0	0.4023	0.0798	0.7099
	9.09			
	16.67			
น้ำยาซักผ้า	0	1.5183	0.0537	1.7774
	9.09			
	16.67			

จากตารางที่ 4.7 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณ ไตรโคลซานที่สามารถคำนวณหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน และค่า %w/w ได้อยู่ในช่วงที่ยอมรับ แสดงว่าผลการวิเคราะห์นี้มีความเที่ยงที่ยอมรับได้

#### 4.4.3 การหาเปอร์เซ็นต์คืนกลับ (% recovery)

การศึกษาหาเปอร์เซ็นต์คืนกลับ (% recovery) โดยการเติมสารละลายมาตรฐานไตรโคลซานในสารละลายตัวอย่าง ที่ระดับความเข้มข้น 0, 9.09 และ 16.67 ppm ซึ่งทำการสกัดด้วยวิธี และสภาวะที่เหมาะสม ความเข้มข้นละ 7 ชั่วโมง แล้วคำนวณหาค่าเปอร์เซ็นต์คืนกลับ ของวิธีวิเคราะห์

$$\% \text{ recovery} = \frac{(\text{Conc}_{\text{spiked sample}} - \text{Conc}_{\text{original sample}}) \times 100}{\text{Conc}_{\text{added}}}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.4.4 ค่าขีดจำกัดการตรวจวัด (LOD)

สร้างกราฟมาตรฐานของไตรโคลซาน โดยทำการทดสอบในช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 โดยเทคนิคแอนโอดิกสทริปปิงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s

จากกราฟมาตรฐานของไตรโคลซานคำนวณหาขีดจำกัดการตรวจวัดตามขั้นตอนในภาคผนวก จ. ผลที่ได้ดังตารางที่ 4.8

ตารางที่ 4.8 แสดงผลของค่าขีดจำกัดการตรวจวัด (LOD)

กราฟมาตรฐาน	LOD (ppm)
$y = 1.2282x + 4.6462$ $r^2 = 0.9995$	1.4952

จากตารางที่ 4.8 ค่าขีดจำกัดของการวิเคราะห์นี้มีค่าเท่ากับ 1.4952 ppm

#### 4.4.5 ค่าขีดจำกัดการตรวจวัดเชิงปริมาณ (LOQ)

หาค่าขีดจำกัดการตรวจวัดเชิงปริมาณ (LOQ) โดยประมาณจากการหาค่า LOD ในภาคผนวก จ. ผลที่ได้ดังตารางที่ 4.9

ตารางที่ 4.9 แสดงผลของค่าขีดจำกัดการตรวจวัดเชิงปริมาณ (LOQ)

กราฟมาตรฐาน	LOQ (ppm)
$y = 1.2282x + 4.6462$ $r^2 = 0.9995$	4.5985

จากตารางที่ 4.9 ค่าขีดจำกัดของการวิเคราะห์เชิงปริมาณนี้มีค่าเท่ากับ 4.5985 ppm

#### 4.4.6 การทดสอบความเที่ยง (Precision)

โดยการเติมสารละลายมาตรฐานไตรโคลซานในสารละลายตัวอย่าง ที่ระดับความเข้มข้น 0, 9.09 และ 16.67 ppm ซึ่งทำการสกัดด้วยวิธี และสภาวะที่เหมาะสม ความเข้มข้นละ 7 ซ้ำ (n=7)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภายในวันเดียวกัน แล้วคำนวณหา %RSD เปรียบเทียบกับค่า %RSD<sub>r</sub> (repeatability) ที่ได้จากการคำนวณ โดยใช้ Horwitz's equation

$$\%RSD_r = 0.66 \times 2^{(1-0.5 \log C)}$$

โดย C เป็น concentration ratio (ไม่มีหน่วย)

การคำนวณหาค่า HORRAT ตามขั้นในภาคผนวก ข. ผลที่ได้ดังตารางที่ 4.10

ตารางที่ 4.10 แสดงผลของค่า HORRAT ที่คำนวณได้จากการทดลอง

ตัวอย่าง	ค่า %RSD ที่ได้จาก การทดลอง	ค่า %RSD <sub>r</sub> ที่ได้จาก การคำนวณ	ค่า HORRAT
ยาสีฟัน (n=7)	1.0539	7.1738	0.1444
เจลล้างมือ (n=7)	0.7997	7.4950	0.1067
โรลออน (n=7)	0.7083	7.9806	0.0887
ผลิตภัณฑ์ซักผ้า (n=7)	1.8547	6.9334	0.2675

จากตารางที่ 4.10 ค่า HORRAT ที่คำนวณได้จากการทดลอง น้อยกว่า 2 ถือว่าความเที่ยงของวิธีนี้ยอมรับได้

#### 4.4.7 การเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานในผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพ

การวิเคราะห์หาปริมาณ ไตรโคลซาน ในผลิตภัณฑ์ยาสีฟัน เจลล้างมือ โรลออน และผลิตภัณฑ์ซักผ้า โดยตรวจวัดด้วยเทคนิคแอนโอดิกสทริปปิงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 วิเคราะห์ผลที่ได้และคำนวณหาปริมาณของไตรโคลซานในสารตัวอย่างแต่ละชนิด โดยทำการวิเคราะห์ 2 วิธี แสดงผลดังตารางที่ 4.11

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.11 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานในผลิตภัณฑ์ตัวอย่างทั้ง 2 วิธี

ตัวอย่าง	ปริมาณไตรโคลซาน (% W/W)		
	External Stand Method	Standard Addition Method	ค่าเฉลี่ยปริมาณไตรโคลซาน
ยาสีฟัน	0.1432±0.0529	0.1441±0.0015	0.1437±0.0529
เจลล้างมือ	0.1108±0.0627	0.1082±0.0009	0.1095±0.0627
โรลออน	0.0813±0.0588	0.0798±0.0006	0.0805±0.0588
ผลิตภัณฑ์ซักผ้า	0.0523±0.0857	0.0558±0.0001	0.0540±0.0857

#### 4.4.8 การทดสอบค่าเฉลี่ยด้วย t-test

การวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานในผลิตภัณฑ์ยาสีฟัน เจลล้างมือ โรลออน และผลิตภัณฑ์ซักผ้า โดยตรวจวัดด้วยเทคนิคแอมโพลีกราฟฟิเพื่อเรนเซียลพัลส์โวลแทมเมตรี ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 วิเคราะห์ผลที่ได้และคำนวณหาปริมาณของไตรโคลซานในสารตัวอย่างแต่ละชนิด โดยทำการวิเคราะห์ 2 วิธี นำค่าเฉลี่ยของปริมาณไตรโคลซานในสารตัวอย่าง และ ค่า S (standard deviation) ของทั้ง 2 วิธี ในแต่ละตัวอย่าง มาทดสอบด้วย t-test ตามขั้นตอนในภาคผนวก ผลที่ได้ดังตารางที่ 4.12

ตารางที่ 4.12 แสดงผลของค่า t ที่คำนวณได้จากการทดลอง

ตัวอย่าง	ค่า t ที่ได้จากการคำนวณ	df
ยาสีฟัน	-0.0104	12
เจลล้างมือ	0.0271	12
โรลออน	0.0167	12
ผลิตภัณฑ์ซักผ้า	0.1114	12

จากตารางที่ 4.12 เปิดค่า critical- t จากตาราง ที่  $df = (n_1 + n_2 - 2) = 12$  และระดับความเชื่อมั่น 95%

$t_c = 1.78$  แสดงว่า ค่า t ที่ได้จากการคำนวณ น้อยกว่า  $t_c$  ดังนั้น จึงสรุปได้ว่าทั้ง 2 วิธีให้ผลไม่

แตกต่างกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 5

# สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

### 5.1 สรุปผลการวิจัย

การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซาน โดยเปรียบเทียบสภาวะที่เหมาะสมต่อการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซาน โดยใช้ Britton – Robinson buffer ( B-R buffer) ที่ความเข้มข้นและพีเอชต่างๆ ดังนี้ ความเข้มข้นของสารละลายบัฟเฟอร์ คือ Britton – Robinson buffer ( B-R buffer) ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ ในช่วง 0.1 – 1.0 mol/L (pH 7 ที่ 25 °C) และ pH ของสารละลายบัฟเฟอร์ คือ Britton – Robinson buffer ( B-R buffer) ในการวิเคราะห์ ที่ pH ต่าง ๆ ที่ 25 °C ช่วง pH 4-10 แล้วนำไปวิเคราะห์โดยเทคนิคแอมโนดิทรีปริงคิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 60 s พบว่าความเข้มข้นและ pH ที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ของสารละลาย Britton – Robinson buffer ( B-R buffer) คือความเข้มข้น B-R buffer ที่ 0.1 mol/L และ pH 8 จะให้ค่ากระแสที่สูงกว่าความเข้มข้นอื่น ๆ

การสร้างกราฟมาตรฐานของไตรโคลซานในช่วงความเข้มข้น 1-100 mg/L ให้กราฟมาตรฐานที่มีสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ใกล้เคียง 1 มากที่สุด กราฟมาตรฐานมีสมการเชิงเส้น  $y = 1.2282x + 4.6462$  และค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์มีค่าเท่ากับ  $r^2 = 0.9995$  พบว่าไตรโคลซานค่าที่สุดที่สามารถวิเคราะห์ (LOD) เท่ากับ 1.4952 ppm

การวิเคราะห์ไตรโคลซานในตัวอย่าง คือ ยาสีฟัน เจลล้างมือ โรลออน และผลิตภัณฑ์ซักผ้า โดยวิธี External Standard Method ทำการวิเคราะห์ตัวอย่างซ้ำอย่างละ 7 ครั้ง (n = 7) ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 โดยเทคนิคแอมโนดิทรีปริงคิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s ปริมาณร้อยละโดยน้ำหนักของไตรโคลซานในยาสีฟัน เจลล้างมือ โรลออน และผลิตภัณฑ์ซักผ้ามีค่าเท่ากับ  $0.1432 \pm 0.0529$   $0.1108 \pm 0.0627$   $0.0813 \pm 0.0588$   $0.0523 \pm 0.0857$  %w/w ตามลำดับ ผลการวิเคราะห์นี้ค่าความเที่ยงอยู่ในช่วงที่ยอมรับได้

ผลการวิเคราะห์ปริมาณไตรโคลซานในตัวอย่าง คือ ยาสีฟัน เจลล้างมือ โรลออน และผลิตภัณฑ์ซักผ้า โดยวิธี Standard Addition Method ทำการวิเคราะห์โดยเตรียมตัวอย่างแล้วนำสารตัวอย่างไปตรวจวัดด้วยเทคนิคแอมโนดิทรีปริงคิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติดที่ 120 s วัดค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้ และเขียนกราฟระหว่างกระแสไฟฟ้าที่ได้อกับปริมาณของสารละลายมาตรฐานที่เติมในปริมาณต่าง ๆ หาปริมาณของไตรโคลซานในผลิตภัณฑ์ดูแลสุขภาพ ผลการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานที่ได้สามารถนำมาคำนวณหาค่า % w/w ในแต่ละ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยามให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตัวอย่างได้เท่ากับ  $0.1441 \pm 0.0015$   $0.1082 \pm 0.0009$   $0.0798 \pm 0.0006$   $0.0558 \pm 0.0010$  ตามลำดับ ซึ่งอยู่ในช่วงที่ยอมรับได้ตามข้อกำหนด แสดงว่าผลการวิเคราะห์นี้ยอมรับได้ ในการศึกษาหาเปอร์เซ็นต์คืนกลับ (% recovery) โดยการเติมสารละลายมาตรฐานไตรโคลซานในสารละลายตัวอย่าง ที่ระดับความเข้มข้น 0, 9.09 และ 16.67 ppm ซึ่งทำการสกัดด้วยวิธี และสภาวะที่เหมาะสม ความเข้มข้นละ 7 ซ้ำ แล้วคำนวณหาค่าเปอร์เซ็นต์คืนกลับ ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ที่อยู่ในช่วง 92.2126 – 102.4904 แสดงให้เห็นว่าการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้มีความถูกต้องที่ยอมรับได้

จากการทำการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานทั้ง 2 วิธี ผลที่ได้นำไปทดสอบโดยวิธี t-test โดยการคำนวณ t-test ซึ่ง t ที่คำนวณได้มีค่าน้อยกว่า  $t_c$  ในตาราง แสดงว่าแต่ละวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญที่  $P = 0.05$  (ภาคผนวก ฅ)

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ควรทำการศึกษาสภาวะในการวิเคราะห์ก่อนเพื่อช่วยประหยัดเวลา เมื่อทำการวิเคราะห์ตัวอย่างผลิตภัณฑ์อื่นๆ

5.2.2 การวิเคราะห์ต้องระวังสิ่งปนเปื้อนเป็นพิเศษทั้งจากเครื่องแก้วและสิ่งแวดล้อมเนื่องจากมีผลทำให้สัญญาณรบกวนสูง

5.2.3 ควรทำการศึกษาคุณสมบัติและคุณสมบัติทางการเก็บรักษา การทำลายของสารที่ใช้ในการวิเคราะห์เพื่อการใช้และการเก็บรักษาที่ถูกต้อง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## เอกสารอ้างอิง

- [1] Aviva Glaser .**The Ubiquitous Triclosan, A common antibacterial agent exposed.**[Online]. Available: <http://www.beyondpesticides.org/pesticides/factsheets/Triclosan%20cite.pdf>
- [2] Vikesland. **Environmental Science & Technology's science new section.** [Online]. Available [http://pubs.acs.org/subscribe/journals/esthang-w/2005/apr/science/kb\\_chlorine.html](http://pubs.acs.org/subscribe/journals/esthang-w/2005/apr/science/kb_chlorine.html)
- [3] Herbert P.Schweizer. **Triclosan :a widely used biocid and its link to antibiotics.** FEMS Microbiology Lette,202(2001) 1-7, 26 June 2001
- [4] Quantex Laboratories, Inc.[Online] . Available : <http://www.quantexlabs.com/Triclosan.htm> 1998-2005.
- [5] ข้อมูลไตรโคลซานและข้อกำหนด.[Online]. Available: <http://uchem.com.cn/Triclosan:coa.htm>
- [6] Ciba Specialty Chemicals. [Online]. Available: <http://Cibasc.com/index/ind-index.htm>. 2000-2006
- [7] ลาวัลย์ ศรีพงษ์ . การวิเคราะห์เชิงเคมีไฟฟ้า . นครปฐม : คณะเกษตรศาสตร์ และ โรงพิมพ์มหาชัย ศิลปากร. 2543
- [8] เพ็ญศรี ทองนพเนื่อ . เคมีวิเคราะห์เชิงไฟฟ้า . กรุงเทพมหานคร : โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. 2542
- [9] รศ. อรุณี คงศักดิ์ไพศาล . 2548 . เอกสารประกอบการเรียนการสอนเคมีวิเคราะห์ 2 โวลแทมเมตรี และโพลาโรกราฟี
- [10] ผศ. ดร. สุวรรณ ชัยสิทธิ์ . ปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์ 2 . กรุงเทพมหานคร : โครงการตำราภาควิชาเคมีประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง. 2543
- [11] A. piccolo, J.Fiori ,V. andrisano, M.orioli. “ **Determination of triclosan in personal health care product by liquid chromatography (HPLC)**” II Farmaco Volume 57.4 February 2002 .Page 369-372
- [12] A Safavi, N. Maleki and H. R. Shahbaazi. “ **Electrochemical determination of triclosan at a mercury electrode** ”. Analytica Chemica Acta . Volume 57 .4 February 2002 . Page 369-372
- [13] M. van Bruijnsvoort, S.K. Sanghi , H Poppe, W.Th. Kok . “ **Determination of chlorophenols by micellar electrochemical detection** ”. Chromatrography A . . 2002 . Page 203-213
- [14] P. Raghupathy, J. Mathiyarasu, James Joseph, K.L.N. Phani , V. Yegnaraman. “ **Hydrotrope** เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

- [14] P. Raghupathy, J. Mathiyarasu, James Joseph, K.L.N. Phani , V. Yegnaraman. “ **Hydrotrope – driven disruption of micellar encapsulants for voltammetric detection of triclosan** ”. Electroanalytical Chemistry . 2005 . Page 210 - 214
- [15] Roy M. Pemberton, Jonh P . Hart. “ **Electrochemical behaviour of triclosan at a scen-pointed carbon electrode and its voltammetric determination in toothpaste and mouthrinse products** ”. Analytica Chemica Acta . 1999 . Page 107 - 115
- [16] วีรชัย ไกรวันธุ์, พัชรินทร์ วีระอาชากุล, ชลธิชา อมรฉัตร , เทิดพงษ์ ตริรัตน์ และ เพชรรัตน์ ไกรวันธุ์ . การศึกษาประสิทธิภาพการต้านแบคทีเรียของครีมอาบน้ำที่มีส่วนผสมของไตรโคลซาน.[Online]. Avilable : <http://www.pubnet.moph.go.th/techjrn/readabstract.php?abstractid=253&filename=hto/vol5no/original13.pdf>
- [17] Authority of the United States Pharmacopeial Convention. Inc. **United States Pharmacopeial**. meeting at Washington, D.C. USP 26 NF21 Asian Edition. United States Pharmacopeial Convention. Inc ; United States. 2003

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก.

## วิธีมาตรฐานในการวิเคราะห์ Triclosan และ การเตรียมสารละลายมาตรฐานไตรโคลซาน

### ก1. วิธีมาตรฐานในการวิเคราะห์ Triclosan USP [17]

ไตรโคลซาน ประกอบด้วย  $C_{12}H_7Cl_3O_2$  ไม่น้อยกว่า 97.0 % และไม่มากกว่า 103.0 % เมื่อเกิดจากสารที่ไม่มีน้ำเจือปน

#### ก1.1 การวิเคราะห์หาความบริสุทธิ์ของไตรโคลซาน

##### 1.1.1 การเตรียมสารมาตรฐาน

- ละลาย USP Triclosan RS ในปริมาณที่เหมาะสมในไดคลอโรมีเทน และปรับปริมาตรตามสมควรให้ได้ความเข้มข้นของสารละลายประมาณ 4.0 mg/ml

การเตรียมสารละลายสำหรับการวิเคราะห์

- ชั่งน้ำหนักไตรโคลซาน 40 มิลลิกรัม ใส่ขวดวัดปริมาตร 10 มิลลิลิตร ละลายด้วยไดคลอโรมีเทนให้ได้ปริมาตร

##### 1.1.2 สภาวะการวิเคราะห์โครมาโทกราฟี

เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

Detector : Flame – ionization detector

Column : 0.53-mm × 15-m Capillary Column กับ G3

Carrier gas : helium 6 psi

Injector temperature : 34 °C และเพิ่มเป็น 200 °C อย่างรวดเร็วหลังจากการฉีดสาร

Column temperature : 34 °C

Detector temperature : 260 °C

ฉีดสารมาตรฐานและบันทึกผลที่ได้ โดยควรมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของการฉีดซ้ำไม่เกิน 0.2 %

##### 1.1.3 ขั้นตอนการวิเคราะห์

- ฉีดสารมาตรฐานและสารละลายสำหรับการวิเคราะห์เข้าสู่เครื่องโครมาโทแกรม

- เพิ่มอุณหภูมิคอลัมน์จาก 20 °C / min ถึง 140 °C จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิเป็น 4 °C / min ถึง 240 °C

รักษาไว้ที่อุณหภูมินี้มากกว่า 5 นาที

- บันทึกโครมาโทแกรมที่ได้ และตรวจวัดพีคที่มีขนาดใหญ่ที่สุด

- คำนวณหาปริมาณ  $C_{12}H_7Cl_3O_2$  ของไตรโคลซาน จากสูตร

$$\text{ปริมาณ } C_{12}H_7Cl_3O_2 \text{ ของไตรโคลซาน} = 10 \times C \times \frac{r_u}{r_s}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อ C คือ ความเข้มข้นในหน่วย mg/ml ของ USP Triclosan RS ในสารละลายมาตรฐาน

$r_u$ ,  $r_s$  คือ การแปรผลจากพีคของสารละลายสำหรับการวิเคราะห์ และสารละลายมาตรฐานตามลำดับ

## ก1.2 การวิเคราะห์หาสารเจือปนในไตรโคลซาน

1.2.1 Chromatographic system – แบบเดียวกับวิธีวิเคราะห์ไตรโคลซาน

1.2.2 สารละลายทดสอบ – สารละลายที่เตรียมจากการเตรียมสารสำหรับการวิเคราะห์

1.2.3 ขั้นตอนการวิเคราะห์

ฉีดสารละลายทดสอบประมาณ 0.5 ไมโครลิตรเข้าสู่เครื่องโครมาโทกราฟ โดยเพิ่มอุณหภูมิคอลัมน์จาก 20°C / min ถึง 140°C จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิเป็น 4°C / min ถึง 240°C รักษาไว้ที่อุณหภูมินี้ นานกว่า 5 นาที บันทึกโครมาโทแกรมที่ได้ และตรวจจุดพีคที่เกิดขึ้น คำนวณหาค่า % ของสารเจือปนในไตรโคลซาน จากสูตร

$$\% \text{ ของสารเจือปนในไตรโคลซาน} = 100 \times \frac{r_i}{r_s}$$

เมื่อ  $r_i$  คือ ผลของพีคที่ได้จากแต่ละสารเจือปน

$r_s$  คือ ผลของพีคทั้งหมด

(ไม่ควรมีสารเจือปนมากกว่า 0.1 % ของแต่ละชนิดและ ไม่ควรมากกว่า 0.5 % ของปริมาณทั้งหมด)

## ก2. วิธีการเตรียมสารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้น 1 10 20 50 100 และ 1000 ppm

1.1 ชั่งน้ำหนักไตรโคลซานมา 0.1 กรัม

ละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในปริมาณเล็กน้อย เติมสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer ลงไป 20 มิลลิลิตร เทใส่ลงในขวดวัดปริมาตร แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร จะได้สารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้น 1000 ppm (สารละลายสต็อก 1000 ppm ไตรโคลซาน)

1.2 เตรียมสารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้น 1 10 20 50 100 ppm

1.3 บีบเปิดสารละลายสต็อก 1000 ppm ไตรโคลซานมา 2.5 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตร 25 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน จะได้สารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้น 100 ppm

1.4 บีบเปิดสารละลายสต็อก 1000 ppm ไตรโคลซานมา 1.25 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตร 25 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน จะได้สารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้น 50 ppm

1.5 บีบเปิดสารละลายสต็อก 1000 ppm ไตรโคลซานมา 0.5 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตร 25 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน จะได้สารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้น 20 ppm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.6 เตรียมสารละลายมาตรฐานไตรโคลซานที่ความเข้มข้น 10 ppm แต่เปลี่ยนมาใช้สารละลายสต็อก 100 ppm ไตรโคลซานแทน (ขั้นตอนการเตรียมในข้อ 2.4) โดยปิเปตสารละลายสต็อก 100 ppm ไตรโคลซานมา 2.5 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตร 25 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน จะได้สารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้น 10 ppm

1.7 เตรียมสารละลายมาตรฐานไตรโคลซานที่ความเข้มข้น 10 ppm แต่เปลี่ยนมาใช้สารละลายสต็อก 100 ppm ไตรโคลซานแทน (ขั้นตอนการเตรียมในข้อ 2.4) โดยปิเปตสารละลายสต็อก 100 ppm ไตรโคลซานมา 0.25 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตร 25 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน จะได้สารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้น 1 ppm

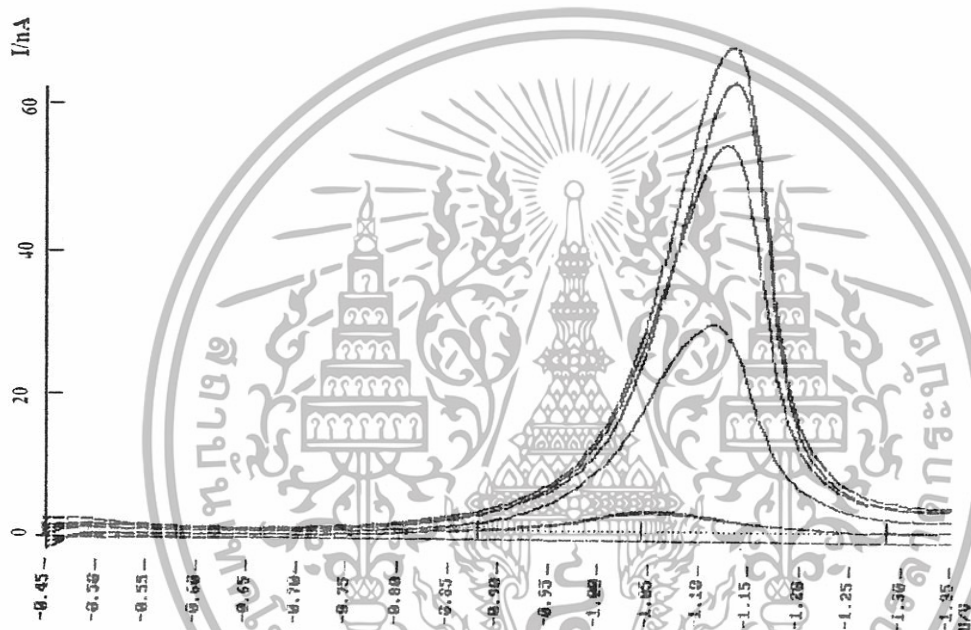


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข.

## ตัวอย่างโวลแทมโมแกรมที่ได้จากการทดลอง

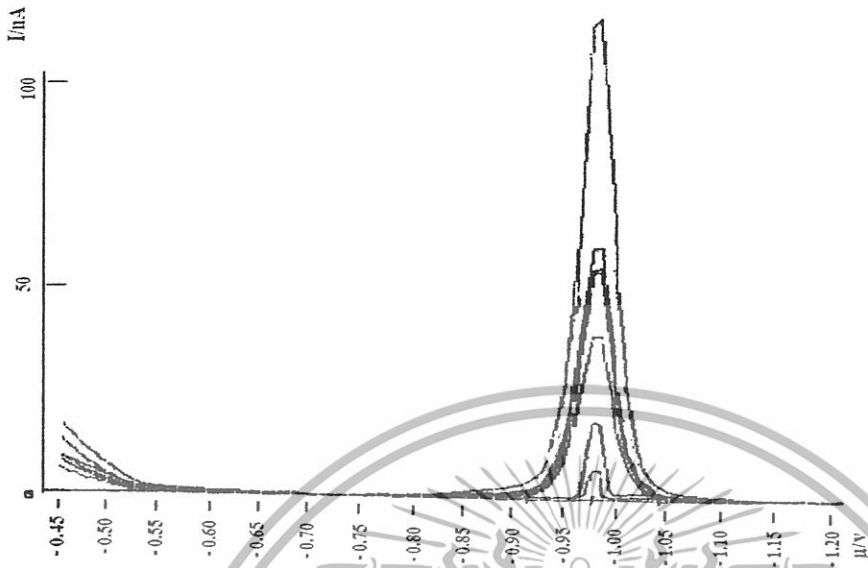
โวลแทมโมแกรมของสารละลายมาตรฐานไตรโคโลซานในช่วงความเข้มข้น 0-28.57 ppm ของการทำ Standard addition แสดงดังรูป ข1



**รูปที่ข1** โวลแทมโมแกรมของสารละลายมาตรฐานไตรโคโลซานในช่วงความเข้มข้น 0-28.57 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดศักย์มาตรฐานที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV

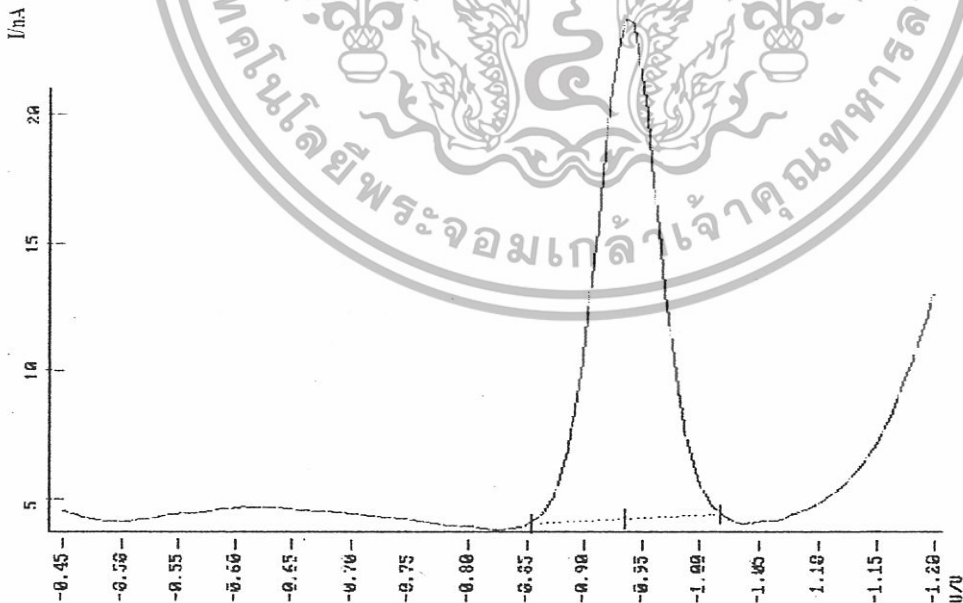
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โวลแทมโมแกรมของสารละลายมาตรฐานในช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm ของการสร้างกราฟมาตรฐาน แสดงดังรูป ข2



**รูปที่ข2** โวลแทมโมแกรมของสารละลายมาตรฐานในช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV

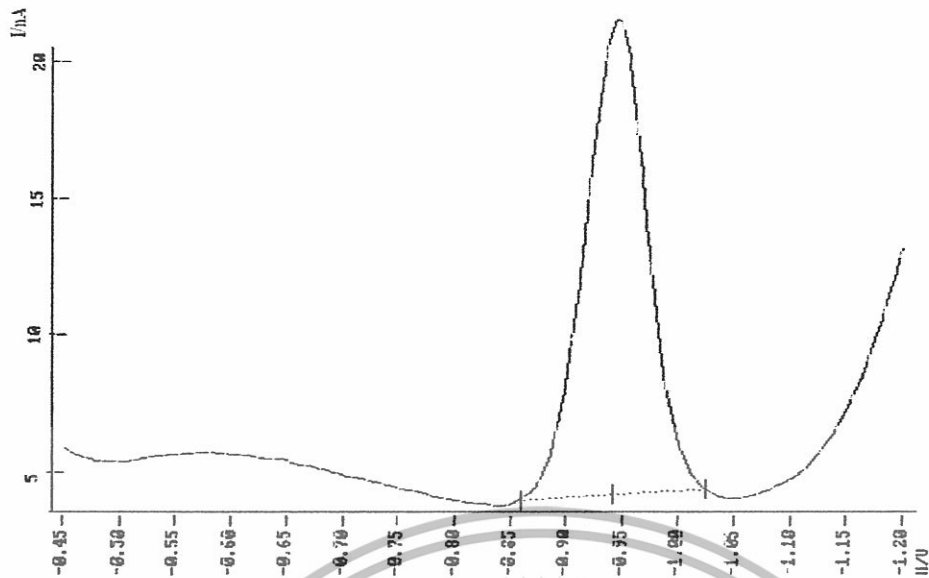
โวลแทมโมแกรมของไตรโคลซานสารตัวอย่าง ยาสีฟัน เจดล้างมือ โรตอน และผลิตภัณฑ์ซักผ้าของการสร้างกราฟมาตรฐาน แสดงดังรูปที่ ข3- ข6



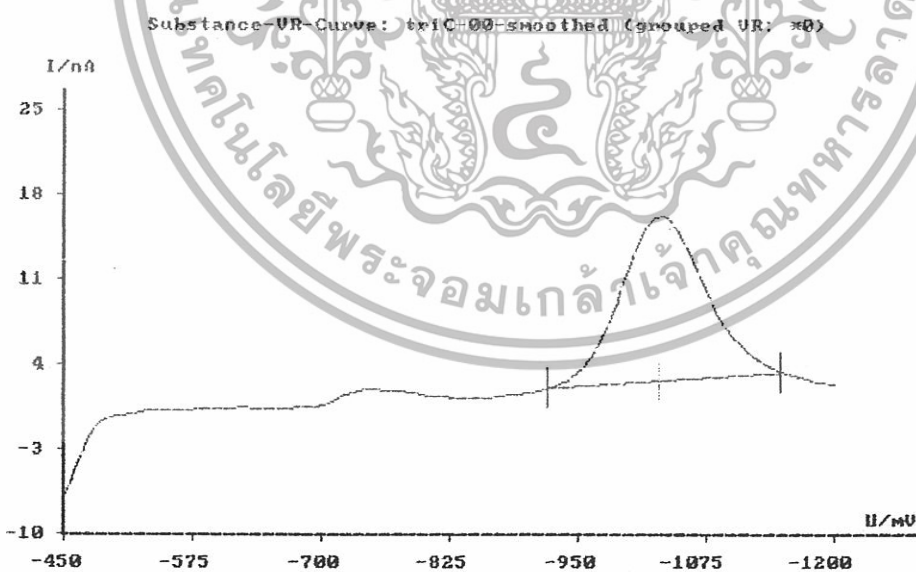
**รูปที่ข3** โวลแทมโมแกรมของไตรโคลซานในสารตัวอย่างยาสีฟัน ในสารละลายบัฟเฟอร์

B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

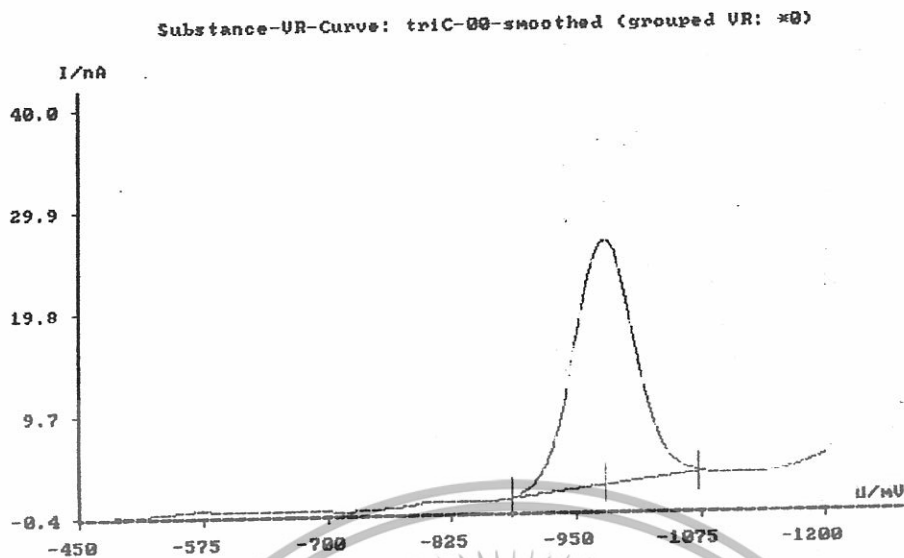


รูปที่ 4 โวลแทมโมแกรมของไทรโคลซานในสารตัวอย่างเซลล์งมื่อ ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV



รูปที่ 5 โวลแทมโมแกรมของไทรโคลซานในสารตัวอย่างโรลออน ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV

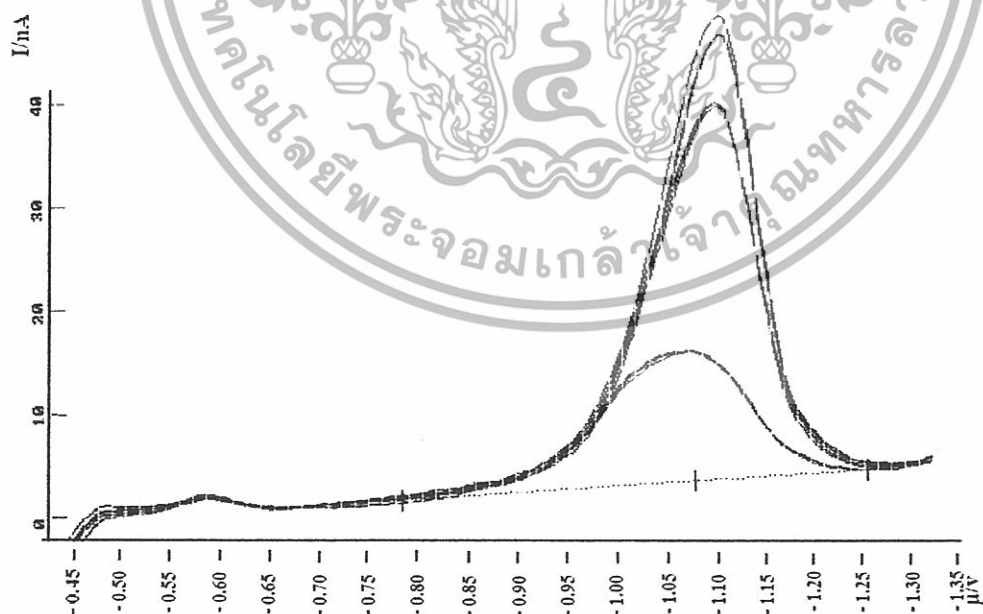
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 6 โวลแทมโมแกรมของไตรโคลซานในสารตัวอย่างผลิตภัณฑ์ซักผ้า ในสารละลายบัฟเฟอร์

B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV

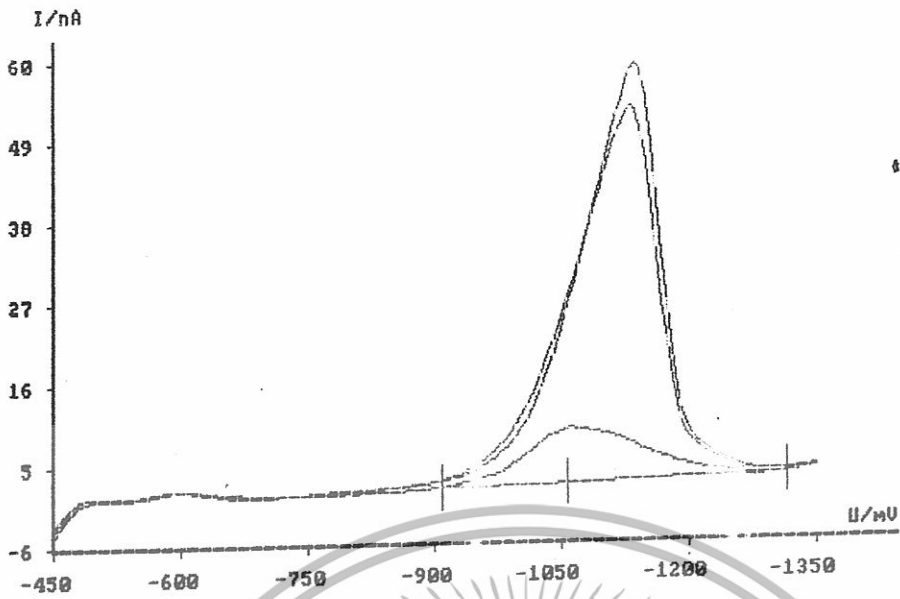
โวลแทมโมแกรมของไตรโคลซานสารตัวอย่าง ยาตีฟัน เจลล้างมือ ไรลออน และผลิตภัณฑ์ซักผ้า  
ของการทำ Standard addition ที่ช่วงความเข้มข้น 0-16.67 ppm แสดงดังรูปที่ ข7- ข10



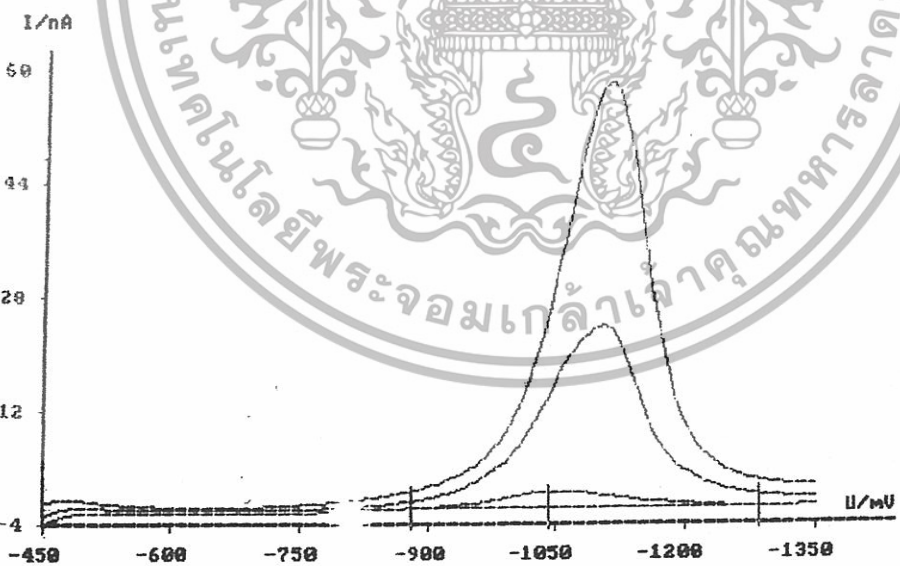
รูปที่ 7 โวลแทมโมแกรมของไตรโคลซานในสารตัวอย่างยาตีฟัน ในสารละลายบัฟเฟอร์

B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

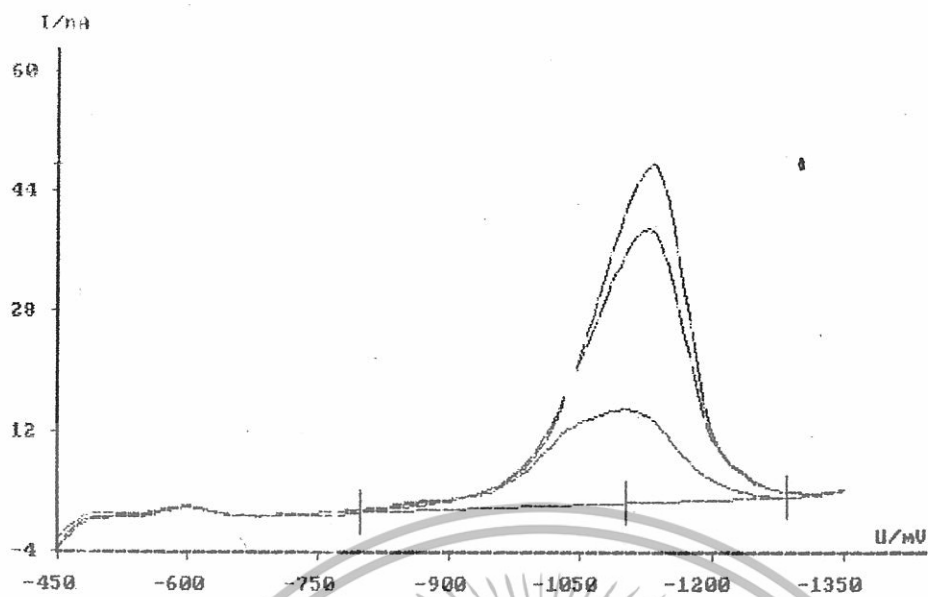


**รูปที่ ๘** โวลแทมโมแกรมของไตร โคลซานในสารตัวอย่างเจดลิ่งมือ ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV



**รูปที่ ๙** โวลแทมโมแกรมของไตร โคลซานในสารตัวอย่างโรลออน ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



**รูปที่ข10** โวลแทมโมแกรมของไตร โคลซาน ในสารตัวอย่างผลิตภัณฑ์ซีก้า ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV



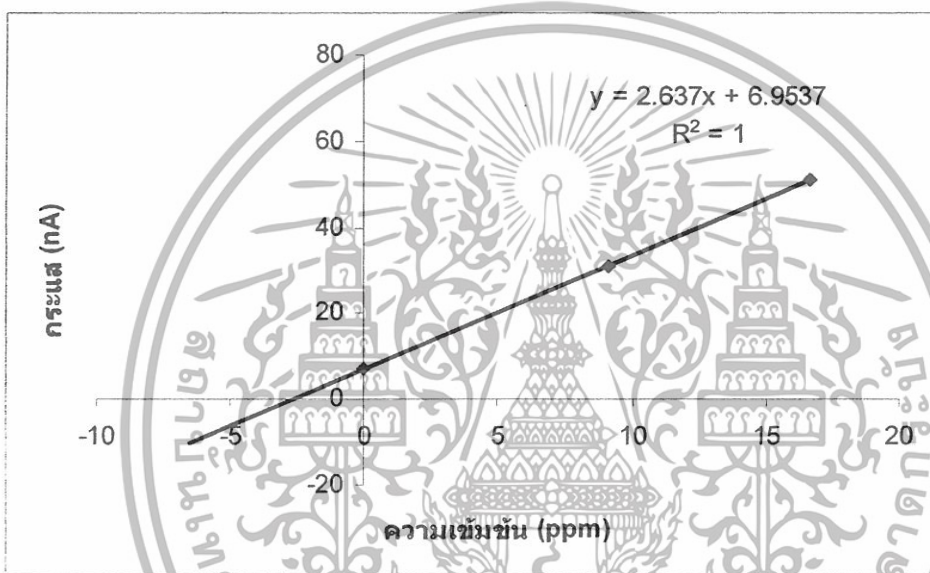
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก.

## กราฟมาตรฐานของไตรโคลซานที่ได้จากการทดลอง

๕

กราฟมาตรฐานของไตรโคลซาน ที่ได้จาก Standard addition ทำการทดสอบในช่วงความเข้มข้น 0-16.67 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 โดยเทคนิคแอมโวนดิทรีปริงคิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 เวลาการเกาะติดที่ 120 s แสดงดังรูปที่ค1



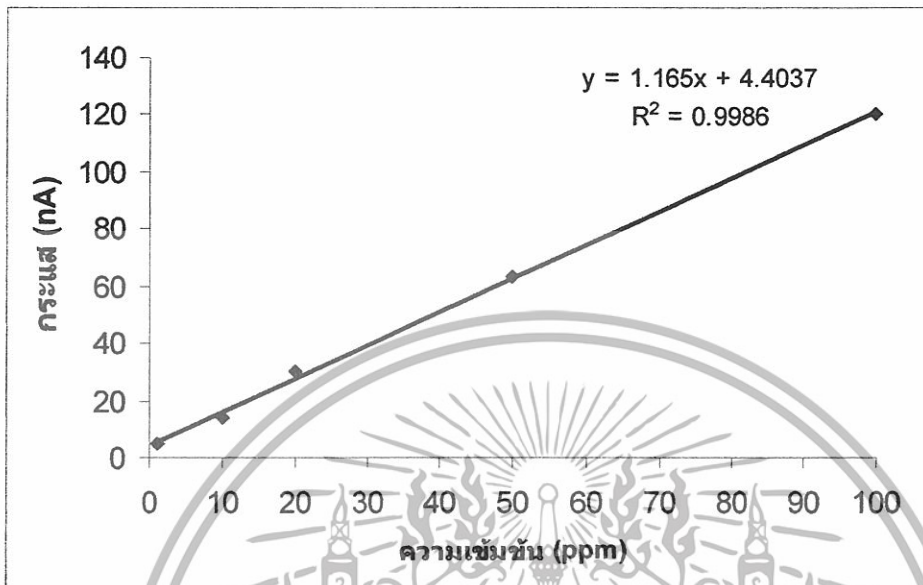
**รูปที่ ค1** กราฟมาตรฐานของไตรโคลซานที่ได้จาก Standard addition ทำการทดสอบในช่วงความเข้มข้น 0- 16.67 ppm

**ตารางที่ ค1** แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้จากสารมาตรฐานไตรโคลซานที่ได้จาก Standard addition ทำการทดสอบในช่วงความเข้มข้น 0-16.67 ppm

ความเข้มข้น ของสาร มาตรฐาน (ppm)	ค่ากระแสไฟฟ้า (nA)							ค่ากระแส ไฟฟ้าเฉลี่ย (nA)	SD
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	ครั้งที่ 6	ครั้งที่ 7		
0	6.90	6.78	6.94	6.89	6.92	7.01	6.95	6.91	0.0706
9.09	31.08	31.02	31.01	31.10	39.98	31.02	30.94	31.02	0.0549
16.67	50.80	50.87	50.76	50.91	50.88	50.87	50.91	50.86	0.0565

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กราฟมาตรฐานของไตรโคลซาน ทำการทดสอบในช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 โดยเทคนิคแอมโพลีเมอริกสตริปดิฟเฟอเรนเชียลเฟอเรนเชียลโวลเทอเมทรี ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV แสดงดังรูปที่ 2-ค6

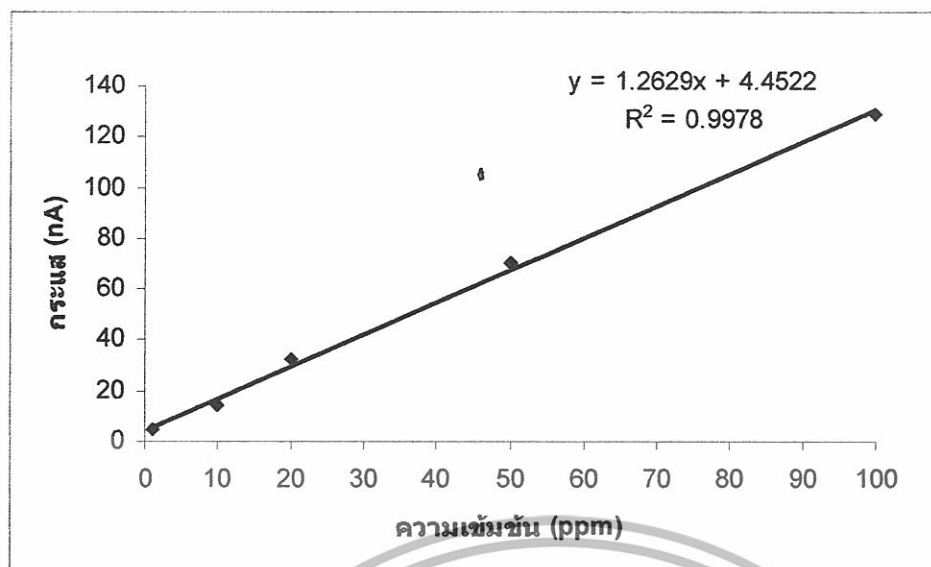


รูปที่ 2 กราฟมาตรฐานของไตรโคลซานที่ชุดการทดลองที่ 1 ช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s

ตารางที่ 2 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้จากสารมาตรฐานไตรโคลซานชุดที่ 1 ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

ความเข้มข้นของสารมาตรฐาน (ppm)	ค่ากระแสไฟฟ้า (nA)							ค่ากระแสไฟฟ้าเฉลี่ย (nA)	SD
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	ครั้งที่ 6	ครั้งที่ 7		
1	4.58	4.57	4.57	4.70	4.68	4.65	4.54	4.61	0.0618
10	14.29	14.20	14.33	14.28	14.30	14.34	14.43	14.30	0.0616
20	30.40	30.39	30.35	30.26	31.01	30.41	30.20	30.43	0.2669
50	63.11	63.28	63.32	63.32	63.22	63.52	63.35	63.35	0.1849
100	120.3	120.5	119.7	120.2	120.6	120.4	119.7	120.20	0.3651

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

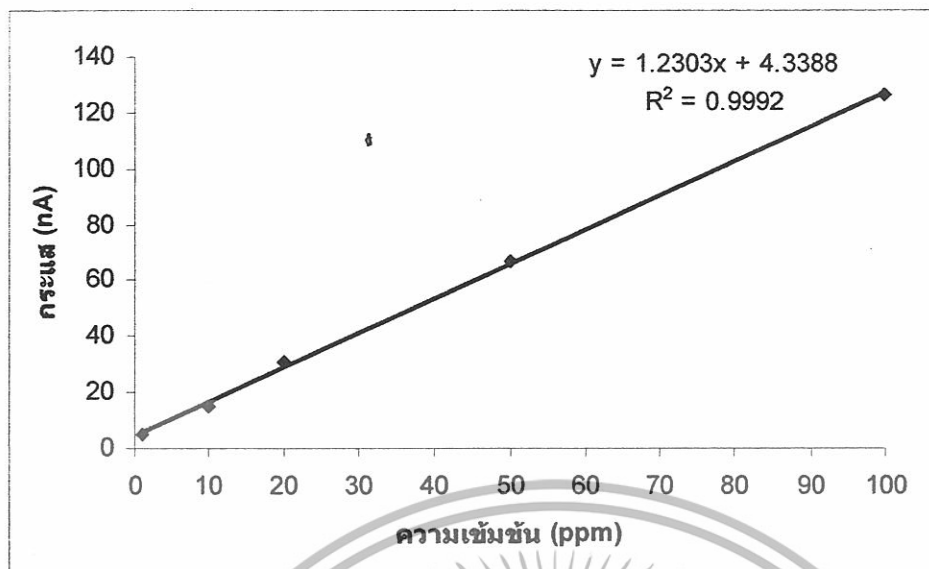


**รูปที่ ค3** กราฟมาตรฐานของไตรโคโลซานที่ชุดการทดลองที่ 2 ช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s

**ตารางที่ ค3** แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้จากสารมาตรฐานไตรโคโลซานชุดที่ 2 ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

ความเข้มข้น ของสาร มาตรฐาน (ppm)	ค่ากระแสไฟฟ้า (nA)							ค่ากระแส ไฟฟ้า เฉลี่ย (nA)	SD
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	ครั้งที่ 6	ครั้งที่ 7		
1	4.62	4.65	4.76	4.61	4.58	4.56	4.50	4.61	0.0813
10	14.50	14.69	14.73	14.41	14.58	14.72	14.64	14.61	0.1203
20	32.24	31.98	32.19	32.17	32.22	32.29	32.10	32.17	0.1026
50	70.37	70.29	70.20	70.28	70.34	70.33	70.30	70.30	0.0546
100	129.2	129.4	129	128.9	129.6	129.2	128.8	129.16	0.2820

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

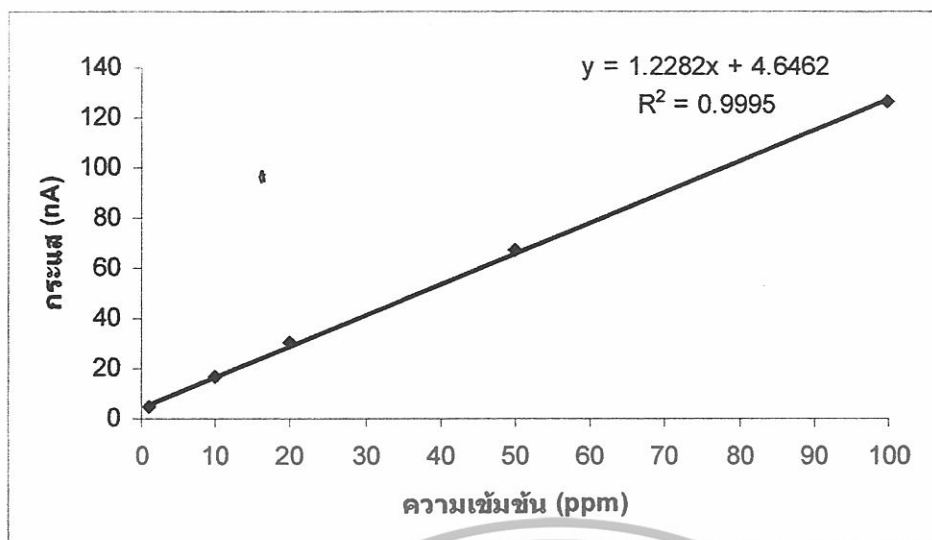


**รูปที่ ค4** กราฟมาตรฐานของไตรโคลซานที่ชุดการทดลองที่ 3 ช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s

**ตารางที่ ค4** แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้จากสารมาตรฐานไตรโคลซานชุดที่ 3 ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

ความเข้มข้น ของสาร มาตรฐาน (ppm)	ค่ากระแสไฟฟ้า (nA)							ค่ากระแส ไฟฟ้า เฉลี่ย (nA)	SD
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	ครั้งที่ 6	ครั้งที่ 7		
1	4.78	4.65	4.69	4.72	4.60	4.45	4.81	4.67	0.1302
10	15.12	15.96	15.81	15.09	15.06	15.11	15.54	15.38	0.3816
20	30.65	30.78	30.59	31.26	31.01	30.63	30.91	30.83	0.2436
50	66.63	66.74	66.8	66.77	66.95	67.16	67.19	66.89	0.2157
100	126.2	126.7	127.1	126.8	126.6	126.7	126.2	126.61	0.3236

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

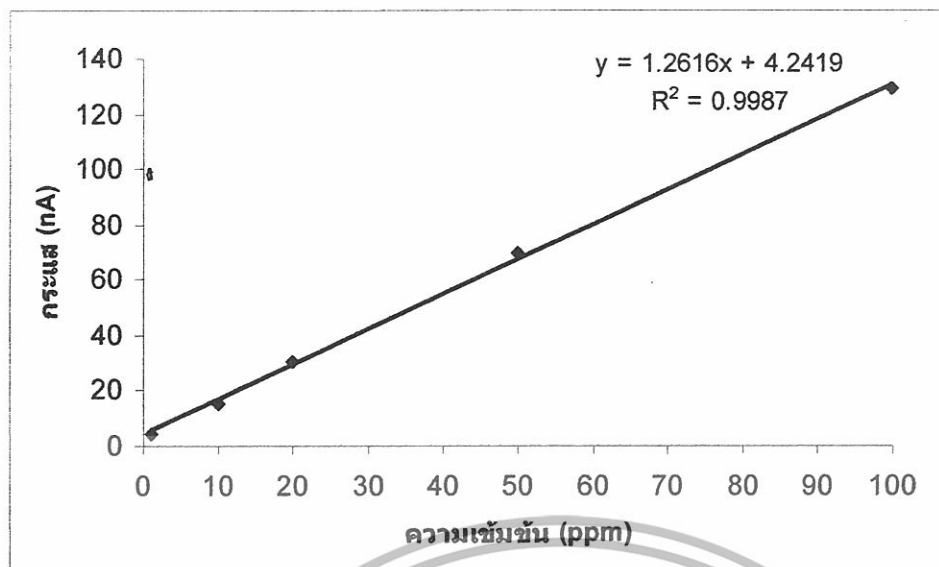


**รูปที่ ๓5** กราฟมาตรฐานของไตรโคลซานที่ชุดการทดลองที่ 4 ช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s

**ตารางที่ ๓5** แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้จากสารมาตรฐานไตรโคลซานชุดที่ 4 ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

ความเข้มข้น ของสาร มาตรฐาน (ppm)	ค่ากระแสไฟฟ้า (nA)							ค่ากระแส ไฟฟ้า เฉลี่ย (nA)	SD
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	ครั้งที่ 6	ครั้งที่ 7		
1	4.74	4.36	4.85	4.34	4.72	4.65	4.63	4.61	0.1932
10	16.88	16.79	16.53	16.91	17.06	17.02	16.84	16.86	0.1745
20	30.23	30.07	30.15	30.11	30.02	30.11	30.10	30.11	0.0655
50	67.32	67.09	67.22	67.28	67.31	67.16	67.30	67.24	0.0874
100	126.9	126.7	126.5	126.9	126.6	126.8	127.1	126.87	0.2035

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ๓6 กราฟมาตรฐานของไตรโคโลซานที่ชุดการทดลองที่ 5 ช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s

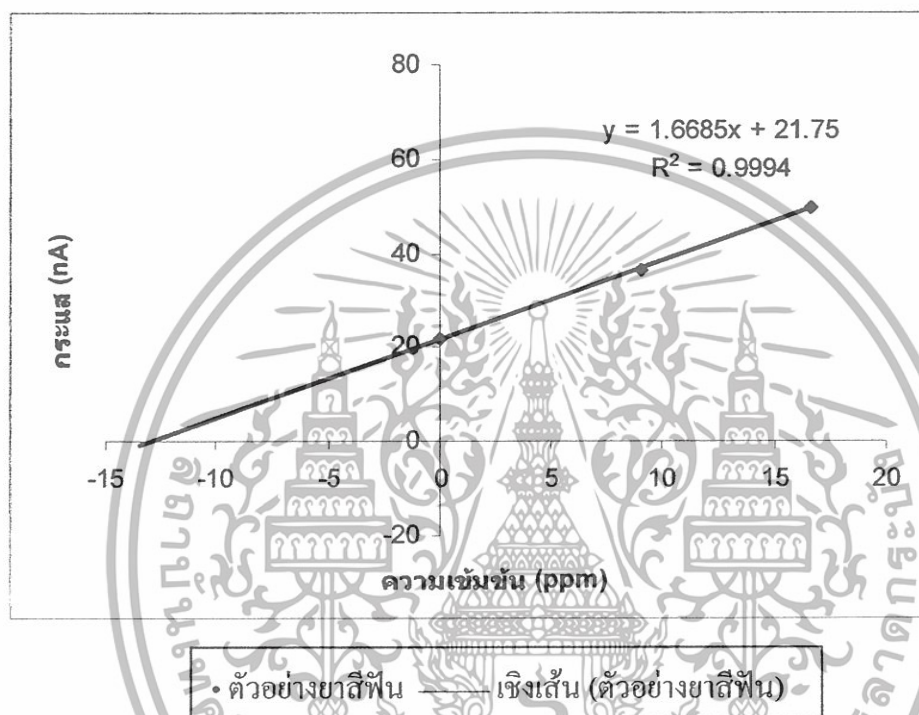
ตารางที่ ๓6 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้จากสารมาตรฐานไตรโคโลซานชุดที่ 5 ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

ความเข้มข้น ของสาร มาตรฐาน (ppm)	ค่ากระแสไฟฟ้า (nA)							ค่ากระแส ไฟฟ้า เฉลี่ย (nA)	SD
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	ครั้งที่ 6	ครั้งที่ 7		
1	4.54	4.76	4.64	4.35	4.67	4.72	4.61	4.61	0.1363
10	15.29	15.20	15.33	15.28	15.30	15.34	15.40	15.30	0.0616
20	30.50	30.79	30.55	30.84	30.61	30.80	31.09	30.74	0.2038
50	69.91	69.74	69.98	69.66	70.13	69.82	69.85	69.87	0.1556
100	129.1	129.2	128.6	128.9	129.1	129.4	129	129.04	0.2507

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กราฟมาตรฐานของไตรโคไลซาน ที่ได้จาก Standard addition Method ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 โดยเทคนิคแอมโนดิกสทริปปิงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 เวลาการเกาะติด ที่ 120 s แสดงดังรูปที่ 7-ก10

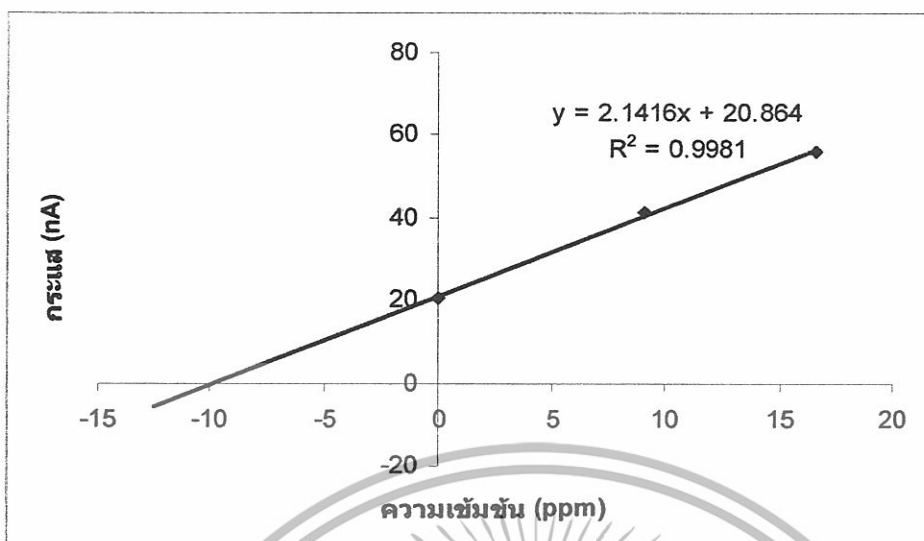
Standard addition curve



**รูปที่ ๗** กราฟมาตรฐาน Standard addition ของไตรโคไลซานที่ในสารตัวอย่างยาสีฟัน โดยใช้สารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120s ตรวจวัดด้วยเทคนิคแอมโนดิกสทริปปิงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

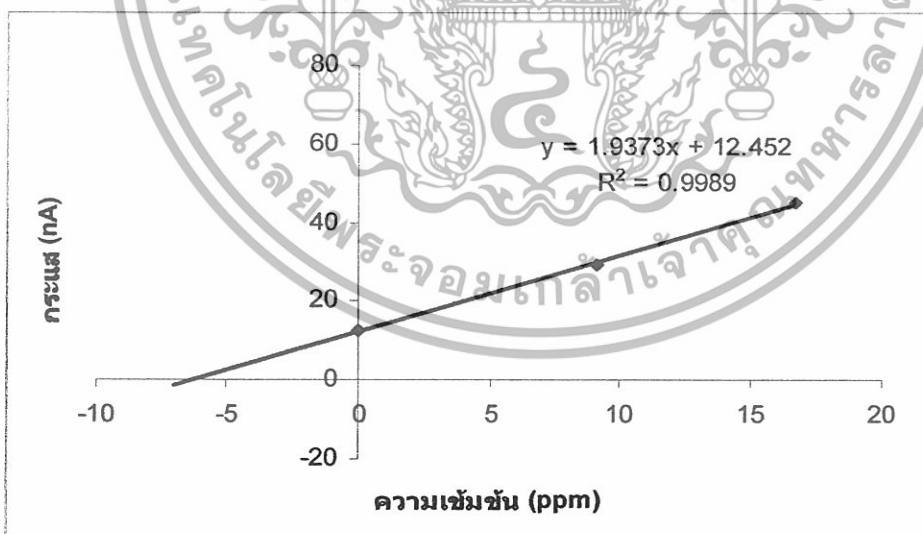
Standard addition curve



• ตัวอย่างเจดล้งมือ ———— เชิงเส้น (ตัวอย่างเจดล้งมือ)

**รูปที่ ๘** กราฟมาตรฐาน Standard addition ของไตร โคลซานทีในสารตัวอย่างเจดล้งมือ โดยใช้สารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s ตรวจวัดด้วยเทคนิคแวนดิกสทริปปิงคิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ โวลแทมเมตรี

Standard addition curve

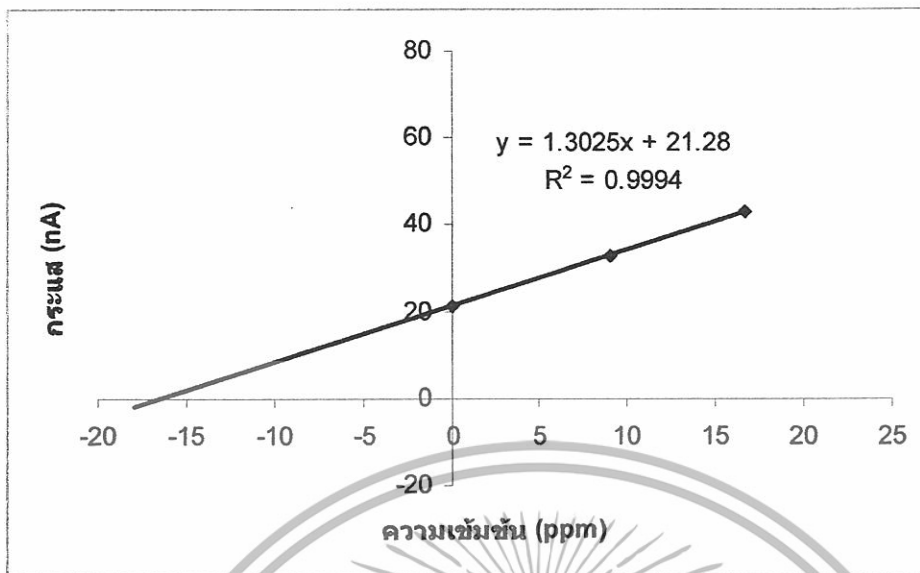


• ตัวอย่างโรลออน ———— เชิงเส้น (ตัวอย่างโรลออน)

**รูปที่ ๙** กราฟมาตรฐาน Standard addition ของไตร โคลซานทีในสารตัวอย่างโรลออน โดยใช้สารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s ตรวจวัดด้วยเทคนิคแวนดิกสทริปปิงคิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ โวลแทมเมตรี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### Standard addition curve



• ตัวอย่างผลิตภัณฑ์ซักผ้า ———— เชิงเส้น (ตัวอย่างผลิตภัณฑ์ซักผ้า)

**รูปที่ 10** กราฟมาตรฐาน Standard addition ของไตรโคซานที่ในสารตัวอย่างน้ำยาซักผ้า โดยใช้สารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s ตรวจวัดด้วยเทคนิคแอมโพลีเมอริกสทริปปิงคิฟเฟอร์เรนเซียลพัลส์ โวลแทมเมทรี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ง.

## ผลการวิเคราะห์ไตรโคลซาน

## ง1. สารตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์

## 1.1 ยาสีฟัน ยี่ห้อคาร์ลี

ผลิตโดย บริษัท คอลเกต – ปาส์ม โอลีฟ (ประเทศไทย) จำกัด 700/362 ถ. บางนา - ตราด กม. 57  
อ. เมือง จ. ชลบุรี 2000

ส่วนประกอบ Sodium Fluoride 0.22%w/w (Active Fluoride ion 1000 ppm) สารสกัดจากชา  
เขียวหลงจิ่ง 0.01%w/w Triclosan 0.2 %w/w

## 1.2 เจลล้างมือ ยี่ห้อ บีเอสซี

ผลิตโดย บริษัทบริษัท โลอ็อน (ประเทศไทยจำกัด) 602 หมู่ 11 ถ. สุขาภิบาล 8 จ. ชลบุรี 20280

ส่วนประกอบ Triclosan

## 1.2 โรลอน ยี่ห้อ เอเวอร์เซ็นส์ ไวท์แอนคัมมอยซ์

ผลิตโดย บริษัท ไบโอ แมนู แฟคเจอร์ริง จำกัด 61 ถ. ร่มเกล้า มินบุรี กทม. 10510

ส่วนประกอบ : Aluminium Chlorohydrate Kojic Acid Licorice Sodium PCA Triclosan  
Fragrance

## 1.3 ผลิตภัณฑ์น้ำยาซักผ้า ยี่ห้อ เอสเซ็นส์

ผลิตโดย บริษัท โลอ็อน (ประเทศไทยจำกัด) 602 หมู่ 11 ถ. สุขาภิบาล 8 จ. ชลบุรี 20280

ส่วนประกอบ : Sodiumlauryethersulfate 14.0 %w/w Sodiumlaury Sulfate 6.0%w/w  
Triclosan 0.05 %w/w

## ง2. ผลการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานตัวอย่างชนิดต่าง ๆ External Standard Method และ Standard addition method

นำสารตัวอย่างมาตรวจวัดด้วยเทคนิคไฟฟ้าโพเทนเชียลสแตนด์สแตนด์โนติกสทริปปิงโวลแทมเมตรี ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานในสารตัวอย่าง ดังตาราง ที่ ง1-ง3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**ตารางที่ 1** แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้ของไซตรโกลซานในสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ด้วย External Standard Method

ตัวอย่าง	ค่ากระแสไฟฟ้า (nA)							ค่ากระแสไฟฟ้าเฉลี่ย (nA)	SD
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	ครั้งที่ 6	ครั้งที่ 7		
ยาสีฟัน	20.48	20.62	20.59	20.53	20.64	20.60	20.67	20.59	0.0653
เจลล้างมือ	16.79	16.84	16.90	16.81	16.86	33.01	32.80	16.86	0.0769
โรลทอณ	12.68	12.54	12.69	12.70	12.76	12.73	12.71	12.69	0.0702
ผลิตภัณฑ์ซักผ้า	24.42	24.20	24.11	24.09	24.19	24.15	24.18	24.19	0.1088

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2 ปริมาณไตรโคซานในสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ด้วย External Standard Method

สารตัวอย่าง	ปริมาณไตรโคซานที่ได้จากการฟ (ppm)							ค่าเฉลี่ย ปริมาณ ไตรโคซาน (ppm)	ค่า เบี่ยงเบน มาตรฐาน (SD)	%RSD	น้ำหนัก สาร ตัวอย่าง (g)	%w/w ไตรโคซาน
	1	2	3	4	5	6	7					
ยาสีฟัน	12.892	13.006	12.981	12.933	13.022	12.990	13.046	12.981	0.0529	0.4080	0.4521	0.1432
เจลล้างมือ	9.887	9.928	9.977	9.904	9.944	10.067	9.896	9.943	0.0627	0.6310	0.4502	0.1108
โรลออน	6.511	6.427	6.549	6.557	6.606	6.582	6.566	6.542	0.0588	0.8984	0.4023	0.0813
ผลิตภัณฑ์ ซักผ้า	16.100	15.923	15.877	15.831	15.912	15.880	15.904	15.918	0.0857	0.5384	1.5183	0.0523

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้ของไตรโกลทานในสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ด้วย Standard addition method

สารตัวอย่าง	ปริมาณสารมาตรฐาน ฐานที่เติม (mg/L)	ค่ากระแสไฟฟ้า (nA)							mean	SD
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	ครั้งที่ 6	ครั้งที่ 7		
ยาตีฟัน	0	21.72	21.98	21.96	21.91	22.11	21.98	21.85	21.93	0.1219
	9.09	36.55	36.56	36.33	36.54	36.75	36.52	36.41	36.52	0.1316
	16.67	49.72	49.92	49.89	49.63	49.74	49.77	49.8	49.78	0.0999
เจลล้างมือ	0	20.4	20.44	20.48	20.51	20.26	20.51	20.63	20.46	0.1142
	9.09	41.21	41.3	41.11	41.39	41.24	41.19	41.1	41.22	0.1026
	16.67	56.04	56.18	55.94	55.98	56.11	56.06	56.25	56.08	0.1091
โรลออน	0	12.72	12.68	12.79	12.75	12.8	12.73	12.67	12.73	0.0499
	9.09	29.58	29.4	29.45	29.39	29.21	29.47	29.65	29.45	0.142
	16.67	45.04	45.27	45.1	45.18	44.96	44.94	45.09	45.08	0.117
ผลิตภัณฑ์ ซักผ้า	0	21.08	21.4	21.47	21.59	21.43	21.62	21.38	21.42	0.1775
	9.09	32.89	32.62	32.74	32.92	32.71	33.02	32.8	32.81	0.1376
	16.67	43.11	43.37	43.09	43.14	43.16	43.16	43.25	43.16	0.1194

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4 ปริมาณ ไตรโคซานในสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ด้วย Standard addition method

ตัวอย่าง	ความเข้มข้น ของสาร มาตรฐาน (ppm)	ปริมาณไตรโคซานที่ได้จากกราฟ (mg/L)							น้ำหนัก สาร ตัวอย่าง (g)
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	ครั้งที่ 6	ครั้งที่ 7	
ยาสีฟัน	0	12.681	13.010	12.975	13.100	13.270	13.088	12.927	0.4521
	9.09								
	16.67								
เจลล้าง มือ	0	9.714	9.705	9.790	9.830	9.599	9.779	9.785	0.4502
	9.09								
	16.67								
โรลออน	0	6.450	6.336	6.460	6.403	6.416	6.470	6.415	0.4023
	9.09								
	16.67								
ผลิตภัณฑ์ ซักผ้า	0	15.914	16.096	16.457	16.754	16.316	16.667	16.203	1.5183
	9.09								
	16.67								

ตารางที่ 5 ปริมาณ % W/W ไตรโคลซานในสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ด้วย Standard addition method

ตัวอย่าง	ความเข้มข้น ของสาร มาตรฐาน (ppm)	น้ำหนักสาร ตัวอย่าง (g)	%W/W ไตรโคลซาน							% W/W ไตรโคล ซาน	% RSD
			ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	ครั้งที่ 6	ครั้งที่ 7		
ยาสีฟัน	0	0.4521	0.1420	0.1440	0.1435	0.1449	0.1468	0.1447	0.1429	0.1441	1.0790
	9.09										
	16.67										
เจลล้างมือ	0	0.4502	0.1080	0.1078	0.1087	0.1092	0.1066	0.1086	0.1087	0.1082	0.7925
	9.09										
	16.67										
โรลออน	0	0.4023	0.0802	0.7870	0.0802	0.0800	0.0797	0.0804	0.0797	0.0798	0.7079
	9.09										
	16.67										
น้ำยาซักผ้า	0	1.5183	0.0524	0.0530	0.0540	0.0550	0.0540	0.0549	0.0534	0.0538	1.7833
	9.09										
	16.67										

ตารางที่ 6 ปริมาณของไตรโกลซานจากการหาเปอร์เซ็นต์กลับ (% recovery)

ตัวอย่าง	ปริมาณสาร มาตรฐาน ที่เติม (ppm)	ปริมาณไตรโกลซาน (ppm)							% recovery							% recovery								
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	ครั้งที่ 6	ครั้งที่ 7	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	ครั้งที่ 6	ครั้งที่ 7									
ยาลี่พัน	0	0.0787	0.1183	0.1555	0.0885	0.0779	0.1117	0.123	0.0787	0.1183	0.1555	0.0885	0.0779	0.1117	0.123	0.0787	0.1183	0.1555	0.0885	0.0779	0.1117	0.123	92.2126	
	9.09	8.916	8.8295	8.7479	8.8959	8.919	8.8455	8.8197	8.919	8.8295	8.7479	8.8959	8.919	8.8455	8.8197	8.919	8.8295	8.7479	8.8959	8.919	8.8455	8.8197	8.919	92.2126
	16.67	16.764	16.812	16.856	16.776	16.764	16.804	16.818	16.764	16.812	16.856	16.776	16.764	16.804	16.818	16.764	16.812	16.856	16.776	16.764	16.804	16.818	16.812	100.1289
เจดล้งมือ	0	0.1941	0.1931	0.1834	0.218	0.2009	0.1829	0.1476	0.1941	0.1931	0.1834	0.218	0.2009	0.1829	0.1476	0.1941	0.1931	0.1834	0.218	0.2009	0.1829	0.1476	0.1941	102.4904
	9.09	9.517	9.5142	9.4939	9.5697	9.5315	9.4928	9.4157	9.517	9.5142	9.4939	9.5697	9.5315	9.4928	9.4157	9.517	9.5142	9.4939	9.5697	9.5315	9.4928	9.4157	9.517	102.4904
	16.67	16.438	16.439	16.45	16.409	16.429	16.45	16.493	16.438	16.439	16.45	16.409	16.429	16.45	16.493	16.438	16.439	16.45	16.409	16.429	16.45	16.493	16.438	97.5128
โรลออน	0	0.1193	0.163	0.1499	0.1628	0.1955	0.098	0.1086	0.1193	0.163	0.1499	0.1628	0.1955	0.098	0.1086	0.1193	0.163	0.1499	0.1628	0.1955	0.098	0.1086	0.1193	94.8857
	9.09	8.8275	8.732	8.7606	8.733	8.6625	8.8062	8.8508	8.8275	8.732	8.7606	8.733	8.6625	8.8062	8.8508	8.8275	8.732	8.7606	8.733	8.6625	8.8062	8.8508	8.8275	94.8857
	16.67	16.813	16.866	16.849	16.865	16.79	16.825	16.8	16.813	16.866	16.849	16.865	16.79	16.825	16.8	16.813	16.866	16.849	16.865	16.79	16.825	16.8	16.813	100.1038
ผลิตภัณฑ์	0	0.0083	0.1749	0.1212	0.0811	0.13	0.0806	0.1168	0.0083	0.1749	0.1212	0.0811	0.13	0.0806	0.1168	0.0083	0.1749	0.1212	0.0811	0.13	0.0806	0.1168	0.0083	96.1983
ซึกผ้า	9.09	8.9332	8.7059	8.8233	8.9112	8.8049	8.9116	8.8337	8.9332	8.7059	8.8233	8.9112	8.8049	8.9116	8.8337	8.9332	8.7059	8.8233	8.9112	8.8049	8.9116	8.8337	8.9332	96.1983
	16.67	16.671	16.88	16.815	16.767	16.826	16.767	16.81	16.671	16.88	16.815	16.767	16.826	16.767	16.81	16.671	16.88	16.815	16.767	16.826	16.767	16.81	16.815	100.1137

ภาคผนวก จ.

## ค่าขีดจำกัดการตรวจวัดของไตรโคลซาน

### 1. การคำนวณหาค่าขีดจำกัดของการตรวจวัด (LOD) ของกราฟมาตรฐาน

1.1 สร้างกราฟมาตรฐานของไตรโคลซาน โดยทำการทดสอบในช่วงความเข้มข้น 1-100 ppm ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 ตรวจวัดด้วยเทคนิคแอมโวนิติกสทริปปิงดิฟเฟอเรนเชียลพลัสโวลแทมเมทรี ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติด ที่ 120 s

1.2 จากกราฟมาตรฐานจะได้สมการเชิงเส้น และค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ นำข้อมูลที่ได้มาคำนวณหา  $S_{y/x}$

$$S_b = s_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum (y_i - \hat{y}_i)^2}{n-2}}$$

1.3 นำค่า  $S_{y/x}$  ที่คำนวณได้จากสมการข้อ 1.2 มาคำนวณหา LOD จากสูตร

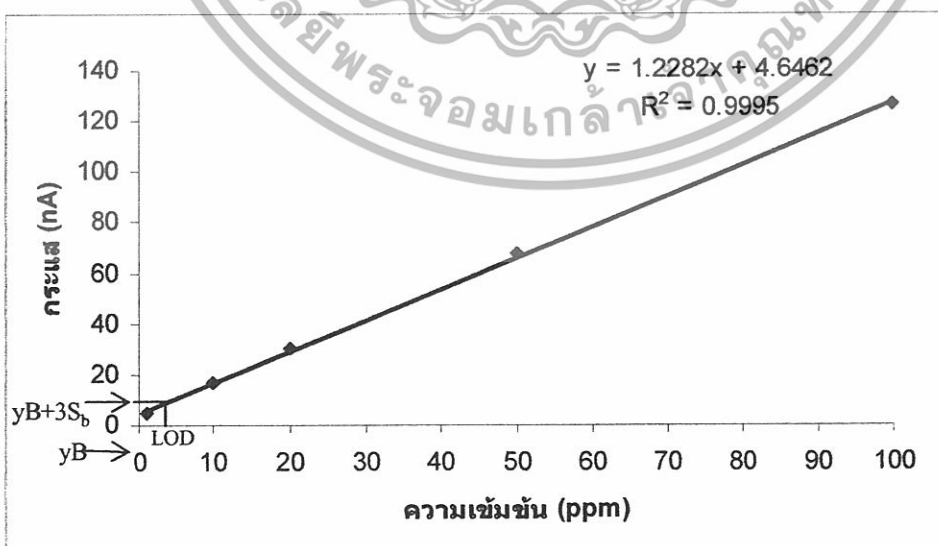
LOD = ความเข้มข้นที่ correspond กับ  $(y_{\text{intercept}} + 3 S_{y/x})$

โดยที่  $y_{\text{intercept}}$  = intercept = response บนแกน y ที่  $x = 0$

$S_{y/x}$  = Standard deviation ของ  $y_{\text{intercept}}$

1.4 ประมาณค่าขีดจำกัดการตรวจวัดของไตรโคลซานจากสมการเชิงเส้นของกราฟมาตรฐานโดยคำนวณค่า  $y_B + 3S_B$  และค่าขีดจำกัดการตรวจวัดของไตรโคลซาน ผลที่ได้แสดงดังตารางจ 1

กราฟมาตรฐานไตรโคลซาน



รูปที่จ 1. กราฟมาตรฐานไตรโคลซานแสดงการคำนวณค่าขีดจำกัดของการตรวจวัด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางจ1 แสดงผลของค่าขีดจำกัดการตรวจวัด (LOD)

กราฟมาตรฐาน	x	y <sub>i</sub>	y <sub>i</sub>	y <sub>i</sub> -y <sub>i</sub>	y <sub>i</sub> -y <sub>i</sub>   <sup>2</sup>	sum y <sub>i</sub> -y <sub>i</sub>   <sup>2</sup>	Sy/x	y <sub>B</sub> +3S <sub>b</sub>	LOD(ppm)
y = 1.2282x+4.6462	1	4.61	5.87	-1.2644	1.5987	4.3860	0.9366	2.8098	1.4952
r <sup>2</sup> = 0.9995	10	16.86	16.93	0.0682	0.0046				
	20	30.11	29.21	0.8998	0.8096				
	50	67.24	66.06	1.1838	1.4013				
	100	126.71	127.47	-0.7562	0.5718				

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ฉ.

## ค่าขีดจำกัดของการตรวจวัดเชิงปริมาณของไตรโคลซาน

### 1. การคำนวณหาขีดจำกัดของการตรวจวัดเชิงปริมาณ (LOQ)

1.1 หาค่าขีดจำกัดการตรวจวัดเชิงปริมาณ (LOQ) โดยประมาณจากการหาค่า LOD ในภาคผนวก ฉ จากสูตร

$$\text{LOQ (ประมาณ)} = \text{ความเข้มข้นของ blank ที่อ่านได้} + 10 \text{ Sy/x}$$

$$\text{หรือ LOQ (ประมาณ)} = 10 \text{ Sy/x}$$

1.2 ประมาณค่าขีดจำกัดของการตรวจสอบวัดเชิงปริมาณ (LOQ) ของไตรโคลซาน จากสูตรในข้อ 1.1 ผลที่ได้แสดงดังนี้

$$\begin{aligned} \text{LOQ (ประมาณ)} &= -4.7674 + (10 \times 0.93659) \\ &= -4.7674 + 9.3659 \\ &= 4.5985 \end{aligned}$$

ตารางฉ1 แสดงผลของความเข้มข้นของ blank ที่อ่านได้

ความเข้มข้นของ blank ที่อ่านได้จากกราฟ (ppm)							ความเข้มข้น	SD
ครั้งที่	ครั้งที่	ครั้งที่	ครั้งที่	ครั้งที่	ครั้งที่	ครั้งที่	ของ blank	
1	2	3	4	5	6	7	เฉลี่ย	
-4.766	-4.763	-4.763	-4.776	-4.754	-4.778	-4.771	(ppm)	
							-4.7674	
								0.00838

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ข.

## การทดสอบความเที่ยง (Precision)

โดยการเติมสารละลายมาตรฐาน ไตร โคลซานในสารละลายตัวอย่าง ที่ระดับความเข้มข้น 0, 9.09 และ 16.67 ppm ซึ่งทำการสกัดด้วยวิธี และสถานะที่เหมาะสม ความเข้มข้นละ 7 ซ้ำ ภายในวันเดียวกัน แล้วคำนวณหา %RSD เปรียบเทียบกับค่า %RSD<sub>r</sub> (repeatability) ที่ได้จากการคำนวณ โดยใช้ Horwitz's equation

$$\%RSD_r = 0.66 \times 2^{(1-0.5 \log C)}$$

โดย C เป็น concentration ratio (ไม่มีหน่วย)

โดย HORRAT หรือ Horwitz ratio คือ อัตราส่วนระหว่างค่า RSD ค่าคำนวณจากผลการทดลอง (RSD<sub>obs</sub>) กับค่า RSD ที่คำนวณจาก Horwitz's equation (RSD<sub>expected</sub>) ใช้ประเมินการยอมรับความเที่ยง ดังสมการ

$$\text{HORRAT} = \frac{(\%RSD_{obs})}{(\%RSD_{expected})}$$

โดยค่า HORRAT ที่คำนวณได้ต้องมีค่าน้อยกว่า 2 ถือว่าความเที่ยงของวิธีนี้ยอมรับได้ ซึ่งเกณฑ์การยอมรับ อาจใช้เกณฑ์ AOAC และ Codex กับ EU กำหนดไว้ทั่วไป ดังนี้

Reference	ค่า HORRAT ที่ยอมรับ
AOAC	< 2
Codex, EU	≤ 2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางข1 แสดงผลของค่า HORRAT ที่คำนวณได้จากการทดลอง

ตัวอย่าง	ค่า %RSD ที่ได้จาก การทดลอง	ค่า %RSD <sub>r</sub> ที่ได้จาก การคำนวณ	ค่า HORRAT
ยาสีฟัน	1.0539	7.1738	0.1444
เจลล้างมือ	0.7997	7.4950	0.1067
โรลออน	0.7083	7.9806	0.0887
ผลิตภัณฑ์ซักผ้า	1.8547	6.9334	0.2675



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ข.

## การเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซาน

การวิเคราะห์หาปริมาณ ไตรโคลซานในผลิตภัณฑ์ยาสีฟัน เจลล้างมือ โรลออน และผลิตภัณฑ์ซักผ้า โดยตรวจวัดด้วยเทคนิคแวนโวลต์สทริปปิงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติดที่ 120 s ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8 วิเคราะห์ผลที่ได้และคำนวณหาปริมาณของไตรโคลซานในสารตัวอย่างแต่ละชนิด โดยทำการวิเคราะห์ 2 วิธี แสดงผลดังตาราง น 1

ตารางน 1 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณไตรโคลซานในผลิตภัณฑ์ตัวอย่างทั้ง 2 วิธี

ตัวอย่าง	ปริมาณไตรโคลซาน (% W/W)		
	External Stand Method	Standard Addition Method	ค่าเฉลี่ยปริมาณไตรโคลซาน
ยาสีฟัน	0.1432±0.0529	0.1441±0.0015	0.1437±0.0529
เจลล้างมือ	0.1108±0.0627	0.1082±0.0009	0.1095±0.0627
โรลออน	0.0813±0.0588	0.0798±0.0006	0.0805±0.0588
ผลิตภัณฑ์ซักผ้า	0.0523±0.0857	0.0558±0.0010	0.0540±0.0857

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ฉ.

## การทดสอบค่าเฉลี่ยด้วย t-test

การวิเคราะห์หาปริมาณ ไตร โคลซานในผลิตภัณฑ์ยาสีฟัน เจลล้างมือ โรลออน และผลิตภัณฑ์ซักผ้า โดยตรวจวัดด้วยเทคนิคแอนโอดิกสทริปปิงดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี ตรวจวัดสัญญาณที่ระหว่าง -1200 และ -990 mV เวลาการเกาะติดที่ 120 s ในสารละลายบัฟเฟอร์ B-R buffer 0.1 mol/L ที่ pH 8

วิเคราะห์ผลที่ได้และคำนวณหาปริมาณของไตร โคลซานในสารตัวอย่างแต่ละชนิด โดยทำการวิเคราะห์ 2 วิธี นำค่าเฉลี่ยของปริมาณไตร โคลซานในสารตัวอย่าง และ ค่า S (standard deviation) ของทั้ง 2 วิธี ในแต่ละตัวอย่าง มาทดสอบด้วย t-test ดังสมการ

โดย S ได้จาก

$$t = \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x}_2)}{s \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}}$$

$$s^2 = \frac{[(n_1 - 1)S_1^2 + (n_2 - 1)S_2^2]}{(n_1 + n_2 - 2)}$$

ค่า degree of freedom

$$df = (n_1 + n_2 - 2)$$

ซึ่งเมื่อทดสอบด้วย t-test ดังสมการข้างต้นแล้ว เปรียบเทียบค่า t ที่ได้จากการคำนวณ กับ ค่า t จากตาราง (critical t- value,  $t_c$ ) ซึ่งขึ้นอยู่กับระดับนัยสำคัญ และ degree of freedom (df) ถ้าค่า t ที่ได้จากการคำนวณน้อยกว่า ค่า t จากตาราง แสดงว่า ค่าเฉลี่ยทั้งสองไม่แตกต่างกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางณ1 แสดงผลการวิเคราะห์ t - test

ตัวอย่าง	$\bar{x}_1$	$\bar{x}_2$	S	t	n	df
ยาสีฟัน	0.1432	0.1441	0.1649	-0.0104	7	12
เจลล้างมือ	0.1108	0.1082	0.1783	0.0921	7	12
โรลออน	0.0813	0.0798	0.1723	0.0167	7	12
ผลิตภัณฑ์ซัก ผ้า	0.0523	0.0558	0.2084	-0.0315	7	12

จากตารางณ1  $df = (n_1 + n_2 - 2) = 12$  และระดับความเชื่อมั่น 95% เปิดค่า critical-t จากตารางได้ค่า  $t_c = 1.78$



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้