

14 JUN 2002



**DETERMINATION OF ANTIOXIDANTS IN POLYMER BY HIGH
PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY**

THANAKORN PLUANGKLANG

²

With compliments
of

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยมหิดล

**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIRMENTS FOR
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE
(APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)
FACULTY OF GRADUATE STUDIES
MAHIDOL UNIVERSITY**

2002

ISBN 974-04-1629-2

COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY

TH

T967d

2002

c.2

Copyright by Mahidol University

4236971SCAI/M : MAJOR:APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY;

: M.Sc. (APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)

KEY WORDS : ANTIOXIDANT/ HPLC/POLYMER

THANAKORN PLUANGKLANG: DETERMINATION OF ANTIOXIDANTS IN
POLYMER BY HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY.

THESIS ADVISORS: JUWADEE SHIOWATANA Ph.D., DUANGJAI NACAPRICHA,
Ph.D. 93 p. ISBN 974-04-1629-2

Antioxidants are important additives in polymers. Polymers need the addition of antioxidants to prevent their degradation. Problems of their determination are the low extraction recovery in a reasonable extraction time. The proposed procedure employed by ultrasonic and microwave-assisted extraction was followed by using High Performance Liquid Chromatography (HPLC) with UV detection. Six common antioxidants in high-density polyethylene (HDPE) were successfully determined.

HPLC condition consisted of C₁₈ column (15 cm x 4.6 mm), UV detection at 280 nm, and gradient elution, with 5% acetic acid in water and CH₃CN. This condition gave a good linear calibration curve of each antioxidant in the working range of 5.0-50.0 mg/L. Wide linearity range (10⁻¹-10³ mg/L) and low instrumental detection limit (0.17-0.82 mg/L) of six antioxidants were also found. In extraction studies, the selected optimum conditions are (1:1) cyclohexane: 2-propanol solvent system with 60 and 10-min extraction times for ultrasonic and microwave-assisted extraction, respectively. Percent of recovery of the extraction method was satisfactory (93-106%). Method of detection limits in the ranges of 1.98-3.14 and 1.93-8.07 mg/L were obtained for ultrasonic and microwave-assisted extraction respectively.

From these findings it can be concluded that this process was successfully in proving a high extraction recovery in a reasonable extraction time and can be readily used as one alternative procedure.

4236971 SCAI/M : สาขาวิชา: เคมีวิเคราะห์และเคมีอินทรีย์ประยุกต์;

: วท.ม. (เคมีวิเคราะห์และเคมีอินทรีย์ประยุกต์)

ชนากร เปลื้องกลาง : การหาปริมาณสารป้องกันการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันในพอลิเมอร์ด้วยเทคนิคโครมาโตกราฟีของเหลวประสิทธิภาพสูง (DETERMINATION OF ANTIOXIDANTS IN POLYMER BY HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY): คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์: ยูวดี เชี่ยววัฒนา Ph.D., ดวงใจ นาคปรีชา Ph.D. 93 หน้า. ISBN 974-04-1629-2

สารป้องกันการปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Antioxidant) เป็นตัวเติมที่สำคัญในพอลิเมอร์ เพื่อป้องกันการสลายตัวจากสาเหตุต่างๆ ปัญหาในการวิเคราะห์สารกลุ่มนี้คือมีเปอร์เซ็นต์การกลับคืนของการสกัดต่ำ และใช้เวลานาน เทคนิคการวิเคราะห์ที่นำเสนอในการศึกษานี้ใช้คลื่นอุลตราไวโวลติกและไมโครเวฟเข้าช่วยในการสกัดแล้วจึงแยกด้วยเทคนิคโครมาโตกราฟีของเหลวประสิทธิภาพสูง (High performance liquid chromatography, HPLC) และตรวจสอบด้วยรังสีอุลตราไวโอเล็ต งานนี้เน้นศึกษา antioxidant หกชนิดในพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง

ระบบ HPLC ประกอบด้วย C₁₈ คอลัมน์ (150x4.6 มม.) วัดการดูดกลืนแสงที่ 280 นาโนเมตร gradient mobile phase คือ 5 % กรดอะซิติกในน้ำ และอะซีโตไนไตรล์ เงื่อนไขนี้ให้ Calibration curve เป็นเส้นตรงที่กว้างกับสาร antioxidant ทั้งหมด (10⁻¹-10³ mg/L) และให้ขีดจำกัดการตรวจวัดของเครื่องต่ำ(0.17-0.82 mg/L) เงื่อนไขที่ดีในการสกัดคือ ตัวทำละลายไซโคลเฮกเซน/2-โพรพานอล (1:1) ใช้เวลา 60 และ 10 นาที เมื่อสกัดด้วยคลื่นอุลตราไวโวลติกและไมโครเวฟตามลำดับ เทคนิคทั้งสองให้เปอร์เซ็นต์การกลับคืนที่ดี (93-106 %) และมีขีดจำกัดการตรวจวัดของเทคนิคอยู่ในช่วง 1.98-3.14 และ 1.93-8.07 mg/L สำหรับการสกัดที่ใช้คลื่นอุลตราไวโวลติกและไมโครเวฟตามลำดับ