

Thesis Title	Optimization of Solid Phase Microextraction Technique for the Determination of BTEX Compounds in Real Samples	
Author	Miss Kuntima Saraubon	
M.S.	Chemistry	
Examining Committee	Asst. Prof. Dr. Mongkon Rayanakorn	Chairman
	Asst. Prof. Dr. Yuthsak Vaneesorn	Member
	Dr. Sunanta Wangkarn	Member

Abstract

This work presents an improved procedure for the extraction of BTEX compounds from real samples using headspace solid-phase microextraction (HSSPME). Employing HSSPME together with high-resolution gas chromatography with flame ionization detection made it possible to determine BTEX compounds.

The optimum condition for the HSSPME extraction was performed using a manual 100 μm poly(dimethylsiloxane) solid-phase microextraction fiber assembly. Headspace SPME was carried out above 10-ml aliquot of aqueous solution saturated with 3 g sodium chloride in a 22-ml vial, fitted with a silicone PTFE septum and clamped above a magnetic stirrer plate. The aqueous phase was agitated with constant stirring rate at 70% of maximum speed. The sampling time was 10 min at ambient temperature (24-25 $^{\circ}\text{C}$) and thermal desorption was made into the injection port of GC at 200 $^{\circ}\text{C}$ for 2 min. Subsequent quantification was performed on GC-FID using an HP-FFAP capillary column with the optimized temperature program: 65 $^{\circ}\text{C}$ (12 min) – 150 $^{\circ}\text{C}$ (13 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$) – 150 $^{\circ}\text{C}$ (1.46 min). The calibration curves obtained for the spiked ultrapure water were found to be linear through the range 1–1,000 $\mu\text{g}/\text{L}$ of BTEX compounds except for benzene (2 – 2,000 $\mu\text{g}/\text{L}$), with a correlation coefficient

better than 0.999 and coefficient of variation of 1-9%. The detection limits were found to be 0.5 µg/L of BTEX compounds except for benzene (1.0 µg/L).

The optimal conditions of this method were used for analysis of real water samples spiked with standard BTEX compounds at 3 concentration levels. For spiking at low concentration levels (6.5 µg/L for benzene and 3.5 µg/L for the other BTEX compounds), the percent recoveries of most BTEX compounds were greater than 61% with RSD in the range 0.4 - 13.1 % . For spiking at medium concentration levels (100 µg/L for benzene and 50 µg/L for the other BTEX compounds), the percent recoveries of most BTEX compounds were greater than 70% with RSD in the range 1.3-10.2 % . For spiking at high concentration levels (1,000 µg/L for benzene and 500 µg/L for the other BTEX compounds), the percent recoveries of most BTEX compounds were greater than 73% with RSD in the range 1.2 – 4.6 % . In this work, an industrial wastewater sample was found to contain toluene at 116.8 µg/L. A real water sample from a motorcycle service garage was found to contain toluene, ethylbenzene, p-xylene, m-xylene and o-xylene at 7.2, 1.4, 2.0, 2.3 and 1.7 µg/L, respectively. BTEX determination in real water samples by this method has been found to be easy, no time consuming and solvent-free. It is thus a very suitable method for analysis of BTEX compounds in environmental real water samples.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การปรับสภาวะเทคนิคการสกัดสารแบบโซลิดเฟส ไมโครเอกซ์แทรกชัน เพื่อหาปริมาณสารประกอบบีเท็กซ์ ในตัวอย่างจริง	
ชื่อผู้เขียน	นางสาวกรรณทิมา สระอุบล	
วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต	สาขาวิชาเคมี	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	ผศ. ดร. มงคล ราชะนาคร ผศ. ดร. ยุทธศักดิ์ วณีสอน อ. ดร. สุนันทา ว่างานต์	ประธานกรรมการ กรรมการ กรรมการ

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้นำเสนอวิธีที่พัฒนาการสกัดสารประกอบบีเท็กซ์จากตัวอย่างจริง โดยการใช้การสกัดแบบเสตสเปซโซลิดเฟสไมโครเอกซ์แทรกชัน(เอชเอสเอสพีเอ็มอี) โดยการใช้เอชเอสเอสพีเอ็มอี ร่วมกับเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีกำลังการแยกสูง ที่มีระบบตรวจวัดเป็นแบบเฟลมไอออไนเซชัน ทำให้สามารถหาปริมาณสารประกอบบีเท็กซ์ได้

สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสกัดแบบเอชเอสเอสพีเอ็มอีได้กระทำโดยใช้อุปกรณ์ที่ประกอบด้วยชิ้นส่วนของไฟเบอร์ ซึ่งมีวัสดุเคลือบชนิดพอลิไคเมทิลไซลอกเซนหนา 100 ไมโครเมตร อยู่ที่ปลายเข็มของกระบอกฉีด และสามารถปรับการทำงานได้ด้วยมือ โดยให้ส่วนของไฟเบอร์อยู่เหนือสารละลาย 10 มิลลิเมตรที่ถูกทำให้อิมตัวด้วยเกลือโซเดียมคลอไรด์ 3 กรัมในขวดขนาด 22 มิลลิเมตรที่เปิดสนิทด้วยยางซีลีโคนที่ถูกเคลือบด้วยสารประกอบพอลิเมอร์ชนิด พีทีเอฟอี และขวดสารละลายถูกยึดไว้บนเครื่องกวนสารด้วยแท่งแม่เหล็ก กวนสารละลายด้วยอัตราเร็ว 70 % ของความเร็วสูงสุดของเครื่องกวนสารละลาย ทำการสกัดสารแบบเอชเอสเอสพีเอ็มอี เพื่อเก็บสารประกอบบีเท็กซ์ที่อยู่นเหนือสารละลายที่ทำการสกัดที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลานาน 10 นาที จากนั้นนำไปปลดปล่อยสารที่ถูกดูดซับในส่วนฉีดสารของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียสเป็นเวลานาน 2 นาที ก่อนนำอุปกรณ์ที่ทำการสกัดออกจากส่วนฉีดสาร ตามด้วยการวิเคราะห์ปริมาณ ได้กระทำโดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ซึ่งมีระบบตรวจวัดเป็นแบบเฟลมไอออไนเซชันดีเทคเตอร์ และ

ใช้คอลัมน์ เอชพี-เอฟเอฟเอพี ระบบการโปรแกรมอุณหภูมิที่เหมาะสมคือ 65 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 12 นาที จากนั้น โปรแกรมอุณหภูมิไปที่ 150 องศาเซลเซียส ด้วยอัตรา 13 องศาเซลเซียส ต่อนาที และครึ่งไว้ที่อุณหภูมิสุดท้ายเป็นเวลา 1.46 นาที จากการศึกษากากราฟที่ได้จากการเคิมสารประกอบบีเท็กซ์ลงไปใต้น้ำที่มีความบริสุทธิ์สูง พบว่าสารประกอบบีเท็กซ์ ให้กราฟมาตรฐานเป็นเส้นตรงในช่วง 1 – 1,000 ไมโครกรัมต่อลิตร ยกเว้นเบนซีนให้กราฟมาตรฐานเป็นเส้นตรงในช่วง 2– 2,000 ไมโครกรัมต่อลิตร โดยมีค่าสัมประสิทธิ์เชิงเส้น มากกว่า 0.999 และ มีความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ 1 – 9 % ขีดต่ำสุดของปริมาณที่ตรวจวัดได้ ของสารประกอบบีเท็กซ์ เท่ากับ 0.5 ไมโครกรัมต่อลิตร ยกเว้นเบนซีน มีค่าเท่ากับ 1.0 ไมโครกรัมต่อลิตร

ได้ใช้สภาวะที่เหมาะสมของวิธีนี้ในการวิเคราะห์ตัวอย่างจริงที่เป็นน้ำที่มีการเคิมสารประกอบบีเท็กซ์มาตรฐานลงไป 3 ระดับความเข้มข้น พบว่าการเคิมสารมาตรฐานที่ระดับความเข้มข้นต่ำ (6.5 ไมโครกรัมต่อลิตรสำหรับเบนซีน และ 3.5 ไมโครกรัมต่อลิตรสำหรับสารประกอบบีเท็กซ์อื่น) ให้ร้อยละการกลับคืนของสารประกอบบีเท็กซ์ มากกว่า 61% ด้วยค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์อยู่ในช่วง 0.4–13.1 % การเคิมสารมาตรฐานที่ความเข้มข้นในระดับกลาง (100 ไมโครกรัมต่อลิตรสำหรับเบนซีน และ 50 ไมโครกรัมต่อลิตรสำหรับสารประกอบบีเท็กซ์อื่น) ให้ร้อยละการกลับคืนมากกว่า 70 % ด้วยค่ามาตรฐานสัมพัทธ์อยู่ในช่วง 1.3–10.2 % และการเคิมสารมาตรฐานที่ความเข้มข้นในระดับสูง (1,000 ไมโครกรัมต่อลิตรสำหรับเบนซีน และ 500 ไมโครกรัมต่อลิตรสำหรับสารประกอบบีเท็กซ์อื่น) ให้ร้อยละการกลับคืนมากกว่า 73 % ด้วยค่ามาตรฐานสัมพัทธ์อยู่ในช่วง 1.2 – 4.6 % ในงานนี้ จากการวิเคราะห์สารประกอบบีเท็กซ์ในตัวอย่างจริงพบว่า ตัวอย่างน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรม ตรวจพบโทลูอินปนเปื้อนเท่ากับ 116.8 ไมโครกรัมต่อลิตร และตัวอย่างน้ำจากแหล่งบริการซ่อมรถจักรยานยนต์ ตรวจพบการปนเปื้อนของโทลูอิน, เอทิลเบนซีน, พารา-ไซลีน, เมตา-ไซลีน และ ออโร-ไซลีน เป็น 7.2, 1.4, 2.0, 2.3 และ 1.7 ไมโครกรัมต่อลิตร ตามลำดับ การวิเคราะห์หาปริมาณสารประกอบบีเท็กซ์ในตัวอย่างจริงจากน้ำโดยวิธีนี้ สามารถทำได้ง่าย สะดวก เป็นวิธีที่ใช้เวลาน้อย และไม่ต้องใช้ตัวทำลาย ดังนั้นจึงเป็นวิธีที่เหมาะสมเป็นอย่างยิ่งสำหรับการตรวจวิเคราะห์สารประกอบบีเท็กซ์ ในตัวอย่างจริงที่เป็นน้ำจากสิ่งแวดล้อม