

<b>Thesis Title</b>	Solid-phase Microextraction Combined with Gas Chromatography-Mass Spectrometry and Capillary Electrophoresis for the Analysis of Some Organophosphorus Compounds
<b>Author</b>	Mr. Wuttipong Singsung
<b>Degree</b>	Master of Science (Chemistry)
<b>Thesis Advisor</b>	Asst. Prof. Dr. Sunanta Wangkarn

### ABSTRACT

A headspace solid-phase microextraction (HS-SPME) combined with gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) and capillary electrophoresis (CE) methods for the determination of six organophosphorus compounds (dichlorvos, diazinon, methyl parathion, fenitrothion, malathion and chlorpyrifos) were investigated. Separation was performed on AT-1MS using GC-MS. The GC optimal conditions were as follows: injector temperature 250 °C, oven temperature program 100 °C to 220 °C at program rate 20 °C/min and 220 °C to 250 °C at program rate 10 °C/min. The helium flow rate was 1.0 ml/min.

The CE with UV detection using the on-line reversed electrode polarity stacking mode (REPSM) was proposed. After optimization, an adequate separation electrolyte for separation and stacking of these pesticides were obtained which consisted of 5 mM sodium tetraborate, 20 mM sodium dodecyl sulfate (SDS) at pH 9.0 and 15% methanol with detection wavelength 200 nm. Under the REPSM-MEKC-UV optimal condition; the limits of detection were found in the range 1 - 12  $\mu\text{g/l}$ .

Prior to analysis using GC-MS and REPSM-MEKC-UV methods, water and food samples were subjected to purification and preconcentration on solid-phase microextraction. Variables affecting the HS-SPME were studied which included extraction temperature, sodium chloride amount, extraction time and type of fibers. The optimized parameters obtained were as follows: 65  $\mu\text{m}$  PDMS/DVB was extracted at the extraction temperature of 70  $^{\circ}\text{C}$  for 30 min with 2 gram NaCl. The limit of detection of HS-SPME-GC-MS and HS-SPME-REPSM-MEKC-UV procedures were found to be ranging between 0.035 - 0.088  $\mu\text{g/l}$  and 2 - 8  $\mu\text{g/l}$ , respectively. The developed methods offer simple, short analysis time and low consumption of sample and reagent.

The applicable methods were applied to the determination of organophosphorus in water, fruit and vegetable samples. Chlorpyrifos were found to be in chinese cabbage samples by HS-SPME-GC-MS at the concentration of 20  $\mu\text{g/l}$  (5.2 %RSD).

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์

โซลิดเฟสไมโครเอกซ์แทรกชันร่วมกับแก๊สโครมาโทกราฟี

-แมสสเปกโตรเมตรีและคาปิลลารีอิเล็กทรอนิกส์สำหรับ  
การวิเคราะห์สารประกอบออกาโนฟอสฟอรัส

ผู้เขียน

นายวุฒิพงษ์ สิงห์สังข์

ปริญญา

วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ผศ. ดร. สุนันทา ว่างกานต์

บทคัดย่อ

การศึกษาวิธีสกัดสเปซโซลิดเฟสไมโครเอกซ์แทรกชัน (เอชเอส-เอสพีเอ็มอี) ร่วมกับแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมตรี (จีซี-เอ็มเอส) และคาปิลลารีอิเล็กทรอนิกส์ (ซีอี) สำหรับการหา

ปริมาณสารประกอบออกาโนฟอสฟอรัส 6 ชนิด (ไดคลอรวัวต ไดอะซินอน เมทิลพาราไรออน เฟนนิโทไรออน มาลาไรออน และคลอร์ไพริฟอส) ในการแยกสารด้วยจีซี-เอ็มเอสใช้คอลัมน์เอที-1เอ็มเอส สภาวะที่เหมาะสมคือ อุณหภูมิของส่วนฉีดสาร 250 องศาเซลเซียส โดยโปรแกรมอุณหภูมิของเตาอบจาก 100 องศาเซลเซียส ไปยัง 220 องศาเซลเซียส ด้วยอัตรา 20 องศาเซลเซียสต่อ

นาที่ จากนั้นโปรแกรมจาก 220 องศาเซลเซียส ไปยัง 250 องศาเซลเซียส ด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียส ต่อนาที ที่อัตราการไหลของแก๊สฮีเลียม 1.0 มิลลิเมตรต่อนาที

การศึกษายังได้เสนอวิธีสแตกกิ่งแบบกลับหัว (อาร์อีพีเอสเอ็ม) แบบออนไลน์ในระบบซีอีทีทำการตรวจวัดด้วยยูวี หลังจากทำการปรับสภาวะแล้วพบว่าอิเล็กทรอนิกส์ที่เหมาะสมของการแยกสารมาส์ตรูพีซและสัคว์เหล่านี้ คือ 5 มิลลิโมลาร์โซเดียมเตราบอเรต 20 มิลลิโมลาร์โซเดียมโคเคซิลซัลเฟต (เอสดีเอส) ที่พีเอช 9 และ 15 เปอร์เซ็นต์เมทานอล ณ ความยาวคลื่นที่ตรวจวัด 200 นาโนเมตร ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมของอาร์อีพีเอสเอ็ม-เอ็มอีเคซี-ยูวี ให้ค่าขีดจำกัดของการตรวจวัดอยู่ในช่วง 1 - 12 ไมโครกรัมต่อลิตร

ก่อนการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำและตัวอย่างอาหารด้วยวิธีจีซี-เอ็มเอสและอาร์อีพีเอสเอ็ม-เอ็มอีเคซี-ยูวี ได้ทำการกำจัดสิ่งรบกวนและเพิ่มความเข้มข้นของสาร โดยสกัดด้วยเฟสของแข็งขนาดเล็ก ปัจจัยที่ส่งผลต่อการสกัดที่ทำได้ศึกษาได้แก่ อุณหภูมิของการสกัด ปริมาณโซเดียมคลอไรด์ เวลาของการสกัด และชนิดของไฟเบอร์ โดยสภาวะที่เหมาะสมที่พบเป็นดังนี้ ใช้ 65 ไมโครเมตร พีดีเอ็มเอส-ดีวีบี ที่อุณหภูมิการสกัด 70 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที และโซเดียมคลอไรด์ 2 กรัม ค่าขีดจำกัดการตรวจวัดของวิธีเอสเอส-เอสพีเอ็มอี-จีซี-เอ็มเอส และเอสเอส-เอสพีเอ็มอี-อาร์อีพีเอสเอ็ม-เอ็มอีเคซี-ยูวี อยู่ในช่วง 0.035 - 0.088 ไมโครกรัมต่อลิตร และ 2 - 8 ไมโครกรัมต่อลิตร ตามลำดับ ซึ่งวิธีที่พัฒนาขึ้น

มานี้เป็นวิธีที่ง่าย ใช้เวลาในการวิเคราะห์น้อย และใช้ตัวอย่างและตัวทำลายน้อย

การนำวิธีที่ได้มาประยุกต์ในการวิเคราะห์หาปริมาณออกาโนฟอสฟอรัสในตัวอย่างน้ำ ตัวอย่างผลไม้ และตัวอย่างผัก สามารถตรวจพบคลอร์ไพริฟอสในตัวอย่างผักกาดขาวที่ความเข้มข้น 20 ไมโครกรัมต่อลิตร (5.2 เปอร์เซ็นต์ อาร์เอสดี) ด้วยวิธีเอสเอส-เอสพีเอ็มอี-จีซี-เอ็มเอส