

Thesis Title	Static Headspace and Headspace Single-Drop Microextraction Combined with Gas Chromatography- Mass Spectrometry for the Analysis of Volatile Organic Compounds
Author	Miss Rungaroon Pimparu
Degree	Master of Science (Chemistry)
Thesis Advisory Committee	Assoc. Prof. Dr. Mongkon Rayanakorn Chairperson Asst. Prof. Dr. Sunanta Wangkarn Member

ABSTRACT

Static headspace (HS) and headspace single-drop microextraction (HS-SDME) combined with gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) was evaluated for the analysis of fifteen volatile organic compounds (VOCs) in groundwater samples.

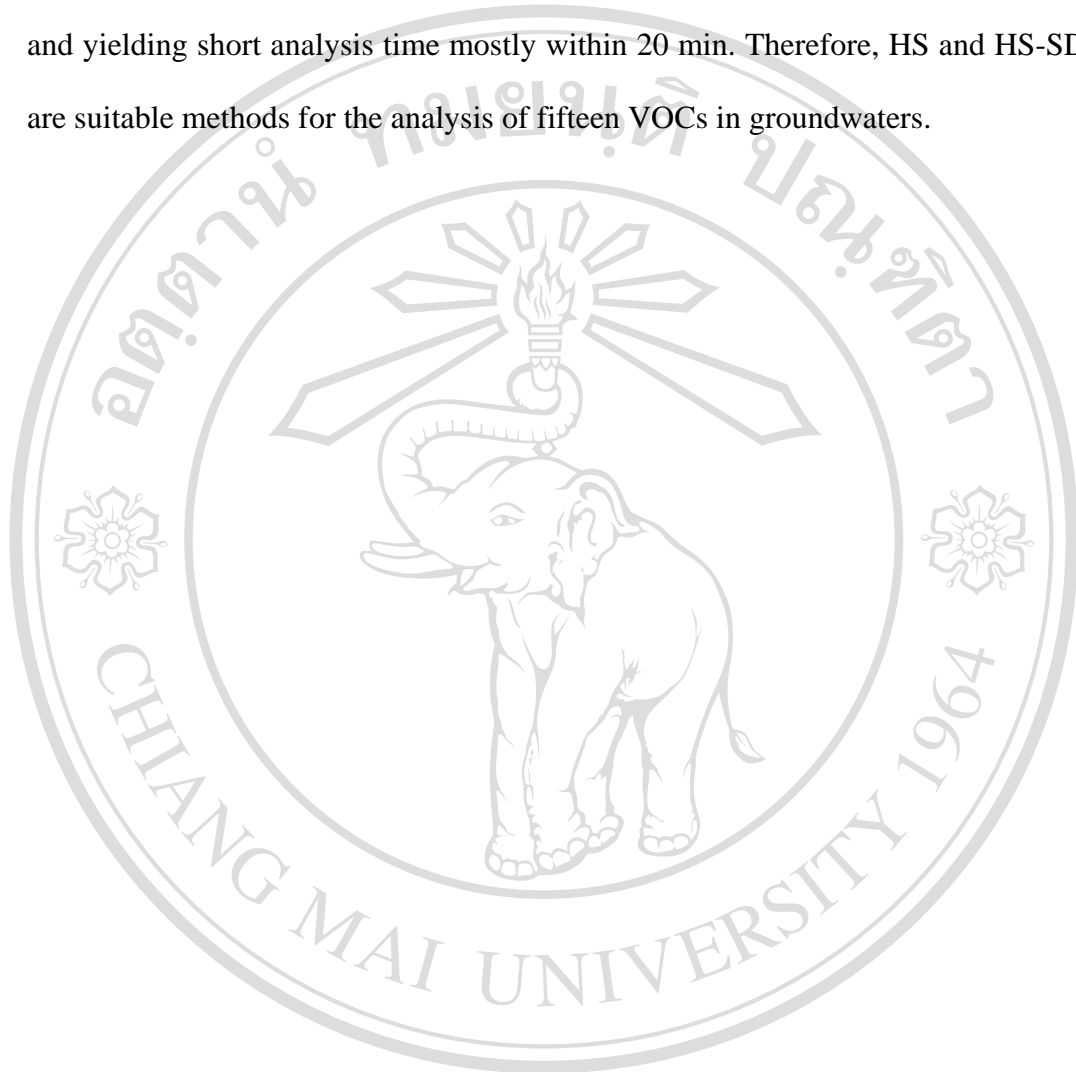
The separation of these compounds was performed on an HP-1MS capillary column (30 m x 0.25 mm I.D. and 0.25 μ m film thickness) with the optimized temperature program: held at 35 °C for 5 min, then programmed to increase at 10 °C/min to 80 °C.

The optimum conditions of HS for the VOCs extraction were oven temperature at 60 °C, vial equilibration time of 10 min, pressurization time of 0.6 min,

loop fill time of 0.1 min, loop equilibration time of 0.15 min and injection time of 0.1 min. HS extraction was carried out above 10-mL water sample saturated with 20% sodium chloride in a 20-mL vial. As for the optimum conditions of HS-SDME, they include 2.5 μL pentadecane microdrop, extraction time of 10 min, extraction temperature at 30 $^{\circ}\text{C}$, stirring rate at 1000 rpm and 15% sodium chloride. Under the optimized conditions, performance of the two methods has been studied through the determination of extraction efficiency, precision, linearity range and limits of detection.

Application of the proposed methods was used for the analysis of VOCs in groundwater spiked with a mixed VOCs standard solution at three concentration levels. Both methods were tested to provide good recoveries. In this work, the groundwater samples were collected from three selected wells of the Industrial Estate of Thailand in Phatum Thani and the water sample from the first well was found to contain 1,1-dichloroethylene, trans-1,2-dichloroethylene, cis-1,2-dichloroethylene and trichloroethylene at 4.7, 8.8, 508 and 1687 ppb, respectively, for HS-GC-MS method and 4.1, 4.3, 492 and 1456 ppb, respectively, for HS-SDME-GC-MS method. The water sample from the second well was found to contain 1,1-dichloroethylene, trans-1,2-dichloroethylene, cis-1,2-dichloroethylene, trichloroethylene and 1,1,2-trichloroethane at 4.9, 28, 3781, 462 and 6.6 ppb, respectively, for HS-GC-MS method at 4.2, 22, 3559, 473 and 3.8 ppb, respectively, for HS-SDME-GC-MS method. The water sample from the third well was found to contain cis-1,2-dichloroethylene and trichloroethylene at 23 and 81 ppb, respectively, for HS-GC-MS method and 15 and 71 ppb, respectively, for HS-SDME-GC-MS method whilst other VOCs were not detected. No VOCs were detected in groundwater samples collected

from six wells of villages around the Industrial Estate of Thailand in Lamphun. The determination of VOCs in groundwaters by both methods has been found to be simple and yielding short analysis time mostly within 20 min. Therefore, HS and HS-SDME are suitable methods for the analysis of fifteen VOCs in groundwaters.



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์

สแตติกเฮดสเปซและเฮดสเปซซิงเกิลครอปไมโครเอกซ์

แท่งกันร่วมกับแก๊สโครมาโทกราฟีแมสสเปกโตรเมตรี

สำหรับการวิเคราะห์สารประกอบอินทรีย์ระเหยได้

ผู้เขียน

น.ส. รุ่งอรุณ พิมพ์ปัฐ

ปริญญา

วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)

คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

รศ. ดร. มงคล ราชะนาคร

ประธานกรรมการ

ผศ. ดร. สุนันทา ว่างานต์

กรรมการ

บทคัดย่อ

ได้นำเทคนิคเฮดสเปซแบบสถิต (เฮชเอส) และเฮดสเปซซิงเกิลครอปไมโครเอกซ์แท่งกัน (เฮชเอส-เอสดีเอ็มอี) มารวมกับเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมตรี (จีซี-เอ็มเอส) ในการตรวจวิเคราะห์หาปริมาณสารประกอบอินทรีย์ระเหยได้ (วีไอซี) 15 ชนิดในตัวอย่างน้ำใต้ดิน

การแยกสารประกอบเหล่านี้ได้ใช้คอลัมน์แคปิลลารีเอชพี-1เอ็มเอส ยาว 30 เมตร เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 0.25 มิลลิเมตร และเคลือบด้วยเฟสคงที่หนา 0.25 ไมโครเมตร ด้วยโปรแกรมอุณหภูมิที่เหมาะสม คือ เริ่มที่อุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียสคงไว้เป็นระยะเวลา 5 นาที ต่อจากนั้นโปรแกรมอุณหภูมิขึ้นเป็น 80 องศาเซลเซียสด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที

สภาวะที่เหมาะสมของเฮดสเปซสำหรับการสกัดสารประกอบวีไอซี คือ อุณหภูมิของตู้อบ 60 องศาเซลเซียส เวลาสมดุลของขวดตัวอย่าง 10 นาที เวลาการเพิ่มความดัน 0.4 นาที เวลาการ

เดิมสูง 0.01 นาที่ เวลาสมมูลของลูปตัวอย่าง 0.15 นาที่และเวลาการฉีดสารตัวอย่าง 0.3 นาที่ ซึ่งในขั้นตอนการสกัด ตัวอย่างน้ำปริมาตร 10 มิลลิลิตรในขวดปริมาตร 20 มิลลิลิตรถูกทำให้ร้อนด้วยปริมาณเกลือโซเดียมคลอไรด์ 20 เปอร์เซ็นต์ สำหรับสภาวะที่เหมาะสมของเอชเอส-เอสดีเอ็มอี สำหรับการสกัดสารอินทรีย์ระเหยง่าย คือ หยดของเพนตะเดเคนปริมาตร 2.5 ไมโครลิตร เวลาการสกัด 10 นาที่ อุณหภูมิการสกัด 30 องศาเซลเซียส อัตราการคน 1000 รอบต่อนาที และปริมาณเกลือโซเดียมคลอไรด์ 15 เปอร์เซ็นต์ ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมประสิทธิภาพของทั้งสองวิธีถูกศึกษา โดยการตรวจวิเคราะห์ประสิทธิภาพการสกัด ความแม่นยำ ช่วงความเป็นเส้นตรง และขีดจำกัดในการตรวจวัด

ทั้งสองเทคนิคถูกนำไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์หาสารประกอบไวโอซีในน้ำใต้ดินโดยการเติมสารละลายมาตรฐานผสมไวโอซีลงไป 3 ระดับความเข้มข้นพบว่าให้ค่าร้อยละการกลับคืนของสารประกอบไวโอซีที่ดีในช่วง 89 ถึง 101 เปอร์เซ็นต์สำหรับวิธีเอชเอสและช่วง 84 ถึง 95 เปอร์เซ็นต์สำหรับวิธีเอชเอส-เอสดีเอ็มอี ในงานนี้ตัวอย่างน้ำใต้ดินที่ถูกเก็บจากบ่อของพื้นที่อุตสาหกรรมจังหวัดปทุมธานี 3 บ่อตรวจพบการปนเปื้อนของ 1,1-ไดคลอโรเอทิลีน ทราน-1,2-ไดคลอโรเอทิลีน ซีส-1,2-ไดคลอโรเอทิลีนและไตรคลอโรเอทิลีนในตัวอย่างน้ำบ่อที่หนึ่งพบ

ปริมาณ 4.7 8.8 508 และ 1687 พีพีบี ตามลำดับ สำหรับวิธีเอชเอส-จีซี-เอ็มเอส และ 4.1 4.3 492 และ 1456 พีพีบี ตามลำดับ สำหรับวิธีเอชเอส-เอสดีเอ็มอี-จีซีเอ็มเอส และในตัวอย่างน้ำบ่อที่สองพบปริมาณ 1,1-ไดคลอโรเอทิลีน ทราน-1,2-ไดคลอโรเอทิลีน ซีส-1,2-ไดคลอโรเอทิลีน ไตรคลอโรเอทิลีน และ 1,1,2-ไตรคลอโรเอทิลีน 4.9 28 3781 462 และ 6.6 พีพีบี ตามลำดับสำหรับ

วิธีเอชเอส-จีซี-เอ็มเอส และ 4.2 22 3559 473 and 3.8 พีพีบี ตามลำดับสำหรับวิธีเอชเอส-เอสดีเอ็มอี-จีซีเอ็มเอสและตัวอย่างน้ำบ่อที่สามพบปริมาณซีส-1,2-ไดคลอโรเอทิลีนและไตรคลอโรเอทิล

สิ้น 23 และ 81 พีพีบี ตามลำดับสำหรับวิธีเอชเอส-จีซี-เอ็มเอส และ 15 และ 71 พีพีบี ตามลำดับ สำหรับวิธีเอชเอส-เอสดีเอ็มอี-จีซีเอ็มเอส ในขณะที่ตัวอย่างน้ำใต้ดินที่ถูกเก็บจากบ่อของหมู่บ้าน บริเวณรอบพื้นที่อุตสาหกรรมจังหวัดลำพูนหกบ่อตรวจไม่พบสารประกอบวีโอซีในทุกตัวอย่าง การวิเคราะห์หาสารประกอบวีโอซีในน้ำใต้ดินโดยทั้งสองวิธีนี้สามารถทำได้ง่ายและใช้เวลาในการ ตรวจวิเคราะห์ 20 นาที ดังนั้นเอชเอสและเอชเอส-เอสดีเอ็มอีจึงเป็นวิธีที่เหมาะสมสำหรับการตรวจ วิเคราะห์สารประกอบวีโอซีทั้ง 15 ชนิดในน้ำใต้ดิน

The logo of Chiang Mai University is a circular emblem. In the center is a detailed illustration of an elephant standing and facing left. Above the elephant's head is a traditional Thai umbrella (parasol) with multiple tiers. The entire emblem is enclosed within a circular border. The Thai text 'มหาวิทยาลัยเชียงใหม่' is written along the top inner edge of the circle, and 'CHIANG MAI UNIVERSITY 1964' is written along the bottom inner edge. There are decorative floral motifs on the left and right sides of the circle.

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved