# ปริมาณแก๊สไนตรัสออกไซด์ในทะเลสาบสงขลาตอนนอก โดยเทคนิค แก๊สโครมาโตกราฟฟี/Purge & Trap

# Nitrous Oxide Gas in Outer Songkla Lake by Gas Chromatography/Purge & Trap Technique

นรินทร์ บุญตานนท์

Narin Boontanon

เลขหมู่ QD117.C515 น46 2539
เลขทะเบียน .....
13 / มี.ค. / 39

Order Key 7383
BIB Key 93556

วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีวิเคราะห์

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

Master of Science Thesis in Analytical Chemistry

Prince of Songkla University

2539

ชื่อวิทยานิพนธ์ ปริมาณแก๊สไนตรัสออกไซด์ในทะเลสาบสงขลาตอนนอก โดยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟฟี/Purge & Trap

ผู้เขียน นายนรินทร์ บุญตานนท์

สาขาวิชา เคมีวิเคราะห์

ปีการศึกษา 2538

## บทคัดย่อ

การศึกษานี้เป็นการหาปริมาณของแก๊สไนตรัสออกไซด์ที่ละลายในน้ำ โดยใช้เทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟฟี/Purge & Trap อาศัยหลักการไล่แก๊สไนตรัสออกไซด์ออกจากน้ำด้วยแก๊สไนโตรเจนบริสุทธิ์ที่อัตราเร็วของแก๊ส 60.0 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 10.0 นาที แก๊สที่ออกมาแยกไอน้ำและคาร์บอนไดออกไซด์ออกด้วยซิลิกาเจล (Siliga Gel Blue) แอสการ์ไรท์ (Ascarite) และแมกนีเซียมเปอร์คลอเรต (Magnesium Perchlorate) แก๊สไนตรัสออกไซด์ที่ได้จะถูกดูดซับด้วยโมเลคกูล่าซีฟชนิด 13X (1/6″ x 0.3 m S.S., Molecular Sieve-13X, 60/80 mesh) ในท่อรูปตัวยู (U-Trap) ที่เย็นจัดจากการหล่อด้วยน้ำแข็ง สำหรับขั้นตอนการวิเคราะห์ปริมาณแก๊สในตรัสออกไซด์ที่ได้ เริ่มจากการให้ความร้อนแก่ U-Trap ที่อุณหภูมิ 268.0 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1.0 นาที แล้วจึงเชื่อมระบบ Purge & Trap เข้ากับระบบของแก๊สโครมาโตกราฟ ที่มีโมเลคกูล่าซีฟชนิด 5A ในคอลัมน์สแตนเลสขนาด 1/6 นิ้ว x 2 เมตร (1/6″ x 2 m S.S., Molecular Sieve-5A, 60/80 mesh) เป็นคอลัมน์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ มีอัตราการไหลของแก๊สพา (Carrier Gas) 25.0 มิลลิลิตรต่อนาที อุณหภูมิของคอลัมน์ 300.0 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิของตัวตรวจวัดชนิดอิเล็คตรอนแคปเจอร์ 320.0 องศาเซลเซียส จากการศึกษาการรบกวนของธาตุต่างๆในน้ำทะเลเทียมที่มีความเค็ม 30.0 ส่วนในพันส่วน (ความเค็มเฉลี่ยสูงสุดในทะเลสาบสงขลาตอนนอก) และการตกค้างของแก๊สไนตรัสออกไซด์ในระบบ Purge & Trap ไม่พบการรบกวนต่อการวิเคราะห์แก๊สไนตรัสออกไซด์ในน้ำทะเลสาบสงขลาตอนนอก

การศึกษาปัญหาการแพร่ของแก๊สไนตรัสออกไซด์ในขวดเก็บน้ำตัวอย่าง แก้ไขได้โดยการเติมน้ำมันปาล์มบริสุทธิ์เท่ากับปริมาตรที่เอาน้ำออกจากขวด ในการวิเคราะห์ปริมาณแก๊สไนตรัสออกไซด์ในน้ำโดยใช้เทคนิคนี้ พบว่าให้ความแม่นยำสูงโดยมีค่าการเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เฉลี่ยน้อยกว่า 2.0 % มีค่าขีดจำกัดทางการตรวจวัดเท่ากับ 14 นาโนลิตรต่อลิตร ให้ช่วงการตอบสนองที่เป็นเส้นตรงตั้งแต่ 14 นาโนลิตรต่อลิตร ถึง 300 ไมโครลิตรต่อลิตร เวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์ประมาณ 16 นาทีต่อ 1 ตัวอย่าง โดยที่สารตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ไม่จำเป็นต้องผ่านขั้น

ตอนการเตรียมสารตัวอย่าง และยังใช้ปริมาณของสารตัวอย่างน้อยอีกด้วยคือ 5.0 มิลลิลิตร

จากการพัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์ปริมาณแก๊สไนตรัสออกไซด์โดยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟฟี/Purge & Trap นำมาศึกษาหาปริมาณแก๊สไนตรัสออกไซด์ในน้ำทะเลสาบสงขลาตอนนอกในช่วงเดือนกุมภาพันธ์ และเดือนพฤศจิกายน พ.ศ. 2538 พบว่ามีปริมาณอยู่ในช่วง 71.30 ถึง 912.85 นาโนลิตรต่อลิตร

Thesis Title Nitrous Oxide Gas in Outer Songkla Lake by Gas Chromatography / Purge & Trap Technique

Author Mr.Narin Boontanon

Major Program Analytical Chemistry

Academic Year 1995

## Abstract

This work focused on the determination of dissolved nitrous oxide ($N_2O$) in water by Gas Chromatography/Purge & Trap technique. This technique worked by purging nitrous oxide gas from water with pure nitrogen at 60.0 mL/min for 10.0 minutes. The water vapor and carbon dioxide were removed by Siliga Gel, Ascarite and Magnesium Perchlorate, the stripped nitrous oxide was collected on Molecular Sieve-13X (1/6″ x 0.3 m S.S., Molecular Sieve-13X, 60/80 mesh) in a U-Trap by cooling it at 0 °C with ice. For quantitative analysis, the trapped fraction in U-Trap was desorbed by heating at 270.0 °C for 1.0 minute, and connecting the Purge & Trap system to the Gas Chromatograph system (Shimadzu GC-14B with $^{63}$Ni-Electron Capture Detector; ECD) equipped with a 1/6″ x 2 m stainless steel column packed with Molecular Sieve-5A (1/6″ x 2 m S.S., Molecular Sieve-5A, 60/80 mesh). The optimum flow rate of the carrier gas was 25.0 mL/min, the column and detector were maintained at 300.0 °C and 320.0 °C, respectively.

At optimum conditions no significant interferences was observed either from the various minerals presented in the synthetic seawater (30.0 part-per-thousand as the highest salinity of Outer Songkla Lake) or from the memory effect of nitrous oxide gas in the Purge & Trap system.

The effect of the diffusion of nitrous oxide into the head space volume, was eliminated by filling the vial after the withdrawal of the sample with the same volume of pure palm oil. The advantages of this technique are : the high precision, with the relative standard deviation less than 2.0%; the high sensitivity, with the detection limit of 14 ppbv; the wide linear range, 14 ppbv - 300 ppmv; the analysis time is 16 minutes per 1 sample; no need for sample preparation and only a low sample volume of 5.0 mL is required.

The Gas Chromatography/Purge & Trap technique was used to analyze the dissolved nitrous oxide in natural water in Outer Songkla Lake in February and November, 1995 and the concentration of nitrous oxide were found to be in range of 71.30 - 912.85 ppbv.