

**Qualitative and Quantitative Analysis of Dioxins Residue in Water by
Gas Chromatography – Mass Spectrometry (GC- MS)**



Pimpimon Penchumruth

T

เลขทวิ	QP271.7 P55 2003
Bib Key	232293
	09 ส.ย. 2546

Master of Science Thesis in Analytical Chemistry

Prince of Songkla University

2003

ชื่อวิทยานิพนธ์ การวิเคราะห์เชิงคุณภาพและเชิงปริมาณของไดออกซินที่ตกค้างในตัวอย่างน้ำโดย
เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมตรี
ผู้เขียน นางสาวพิมพ์พิมพ์ เพ็ญจรัส
สาขาวิชา เคมีวิเคราะห์
ปีการศึกษา 2545

บทคัดย่อ

เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมตรีได้รับการพัฒนาเพื่อให้เหมาะสมกับการประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์เชิงคุณภาพและเชิงปริมาณของไดออกซินที่ตกค้างในตัวอย่างน้ำ โดยมีสถานะที่เหมาะสมคือ อัตราการไหลของแก๊สพา 1 มิลลิลิตร/นาที่ อุณหภูมิของหัวฉีด 260 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิอินเตอร์เฟส 300 องศาเซลเซียส คอลัมน์ที่ใช้วิเคราะห์ชนิด HP-5MS ความยาว 30 เมตร เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.25 มิลลิเมตร ความหนาของฟิล์มของเฟสอยู่กับที่ 0.25 ไมครอน โปรแกรมอุณหภูมิของคอลัมน์ที่ใช้ได้แก่ อุณหภูมิเริ่มต้น 100 องศาเซลเซียส คงที่ 3 นาที่ และเพิ่มอุณหภูมิจนกระทั่งถึง 220 องศาเซลเซียส คงที่ 2 นาที่ ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียสต่อนาที่ จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิจนกระทั่งถึง 240 องศาเซลเซียส คงที่ 5 นาที่ ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที่ จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิจนกระทั่งถึง 300 องศาเซลเซียส คงที่ 5 นาที่ ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที่ ด้วยสถานะที่เหมาะสมเหล่านี้ ทำให้สามารถตรวจวัดไดออกซินได้ต่ำถึง 16.9 นาโนกรัมต่อลิตร นอกจากนี้ยังให้ช่วงความเป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้นที่กว้าง 0.5 – 100.0 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร ด้วยค่าสัมประสิทธิ์เชิงเส้น 0.9977 พร้อมทั้งค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์น้อยกว่า 4 % สำหรับเทคนิคการเตรียมตัวอย่างเลือกใช้ เทคนิคการสกัดด้วยอัลตราโซนิก (Ultrasonic extraction - USE) ในการสกัด 2,3,7,8 tetrachlorodibenzo -*p*-dioxin (TCDD) จากสารดูดซับ XAD-2 resin ซึ่งใช้ดูดซับ TCDD โดยใช้ตัวทำละลายผสมระหว่างโทลูอีนและอะซิโตน สัดส่วน 1:1 สกัคนาน 20 นาที่ ปริมาตรที่เหมาะสม 60 มิลลิลิตร โดยแบ่งการสกัด 2 ครั้งแต่ละครั้งใช้ 30 มิลลิลิตร พบว่าจะให้ประสิทธิภาพการสกัดสูงสุดคือ 93 % และ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์น้อยกว่า 4 %

Thesis Title Qualitative and Quantitative Analysis of Dioxins Residue in Water by
 Gas Chromatography – Mass Spectrometry (GC- MS)
Author Ms.Pimpimon Penchumruth
Major Program Analytical Chemistry
Academic Year 2002

Abstract

The developed Gas Chromatography - Mass Spectrometry technique has been used for the qualitative and quantitative analysis of TCDD residue in water. The optimum conditions of the Gas Chromatography - Mass Spectrometry equipped with HP-5MS were, carrier gas flow rate 1 ml / minute, inlet temperature and interface temperature 260 °C and 300 °C, respectively. The column temperature was programmed at an initial temperature of 100 °C, held for 3 minutes, ramped up to 220 °C at a rate of 30 °C/min and held for 2 minutes. Then, ramped up to 240 °C at a rate of 5 °C/min, held for 5 minutes then ramped up to 300 °C at a rate of 20 °C/min and held for 5 minutes. These column program could analyze the TCDD with high precision with a %RSD at less than 4 %. The results showed a linear dynamic range of, 0.5 – 100.0 ng/mL with a correlation coefficient of 0.9977. The detection limit of 16.9 ng/L was obtained for TCDD. Ultrasonic extraction (USE) was used for the extraction of 2,3,7,8 tetrachlorodibenzo -*p*- dioxin (TCDD) from the XAD-2 resin which was used to adsorb TCDD in the atmosphere. The best condition for the extraction of TCDD by USE was by using toluene-acetone mixture (1:1, v/v) and extracted for 20 minutes. A 60 mL of this mixture, used in a double extractions (2 X 30 mL), provided the highest extraction efficiency of 93 % with an acceptable relative standard deviation (4 %).