

Thesis Title	Optimization of Supercritical Fluid Extraction Conditions for the Determination of Polychlorinated Biphenyls in Soil Samples	
Author	Miss Nichanan Tepsuparungsikul	
M.S.	Chemistry	
Examining Committee	Asst. Prof. Dr. Mongkon Rayanakorn	Chairman
	Dr. Sunanta Wangkarn	Member
	Asst. Prof. Dr. Sugunya Wongpornchai	Member

Abstract

The optimum conditions for extraction of six polychlorinated biphenyls (PCBs) in soil samples using supercritical fluid extraction and quantification by gas chromatography with an electron capture detector (GC-ECD) were investigated.

The optimum gas chromatographic conditions for the analysis of PCBs were obtained from a study of the performance of two columns, namely, DB-608 and DB-1701 capillary columns. In this work, the DB-1701 column was chosen because this column yielded a shorter analysis time, higher sensitivity, lower detection limit, higher correlation coefficient of linear range and higher precision than the DB-608 column. The optimum GC conditions used with the DB-1701 column were injector temperature at 250 °C, detector temperature at 280 °C, carrier gas flow rate of 1.2 ml/min and temperature program: 140 °C-140 °C (1 min)-220 °C (12 °C/min)-220 °C (1 min)-275 °C (6 °C/min)-275 °C (6 min).

The optimum conditions for supercritical fluid extraction of PCBs in soil were obtained from 10 g soil, sieved to less than 0.5 mm. The soils were extracted using supercritical carbon dioxide modified with addition of 1 ml hexane to the soil for 40

minutes under the dynamic mode at pressure 4000 psi and extraction temperature at 90 °C with flow rate of 0.8-1.2 ml/min. Restrictor temperature was set at 60 °C. The extracts were collected in isoctane. The extracts were then analyzed using GC-ECD. Detection limits of this method were in the range of 2.03-3.72 µg/l and linearity ranges were in the range of 10-600 µg/l with a correlation coefficient better than 0.9900. The relative standard deviations of precision were in the range of 3.26-4.91%. The percent recoveries of all studied PCBs were better than 80% with the relative standard deviations in the range of 0.95-12.47%. Extraction efficiencies of PCBs in soil were compared between supercritical fluid extraction and soxhlet extraction.

In this work, no PCBs were found in all of six soil samples and three sediment samples analyzed. PCBs determination in real soil sample by this method has been found to be easy and no time consuming with very minimal usage of organic solvent. It is thus a very suitable method for analysis of PCBs in environmental real soil samples.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การหาสภาวะที่เหมาะสมในการสกัดสารด้วยของไหลวิกฤตยิ่งยวด เพื่อหาปริมาณพอลิคลอริเนเตดไบฟีนิลในตัวอย่างดิน	
ชื่อผู้เขียน	นางสาวฉัตรนันทน์ เทพสุกรังษิกุล	
วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต	สาขาวิชาเคมี	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	ผศ. ดร. มงคล ราชะนาคร	ประธานกรรมการ
	อ. ดร. สุนันทา ว่างกานต์	กรรมการ
	ผศ. ดร. สุกัญญา วงศ์พรชัย	กรรมการ

บทคัดย่อ

ได้ทำการหาสภาวะที่เหมาะสมของการสกัดพอลิคลอริเนเตดไบฟีนิล (พีซีบี) จำนวน 6 ชนิดในตัวอย่างดิน โดยใช้การสกัดด้วยของไหลวิกฤตยิ่งยวด และการวิเคราะห์หาปริมาณด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีซึ่งมีหน่วยตรวจวัดเป็นอิเล็กตรอนแคปเจอร์ดีเทคเตอร์ (จีซี-อีซีดี)

สภาวะที่เหมาะสมของเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีสำหรับการวิเคราะห์พอลิคลอริเนเตดไบฟีนิลได้จากการศึกษาคอลัมน์ 2 ชนิดคือ คีบี-608 และคีบี-1701 แคปิลลารีคอลัมน์ ในงานนี้เลือกใช้คอลัมน์คีบี-1701 เนื่องจากคอลัมน์นี้ ใช้เวลาการวิเคราะห์น้อยกว่า มีความไวสูงกว่า ปีกด้าสุดของปริมาณที่ตรวจวัดได้ต่ำกว่า ค่าสัมประสิทธิ์เชิงเส้นของกราฟมาตรฐานเป็นเส้นตรงมากกว่า และความถูกต้องมากกว่าคอลัมน์คีบี-608 สภาวะที่เหมาะสมของคอลัมน์คีบี-1701 คือ อุณหภูมิตำแหน่งฉีดสาร 250 องศาเซลเซียส อุณหภูมิหน่วยตรวจวัด 280 องศาเซลเซียส อัตราการไหลของแก๊สพาหะ 1.2 มิลลิลิตรต่อนาที ระบบการโปรแกรมอุณหภูมิสำหรับคอลัมน์เริ่มที่ 140 องศาเซลเซียส คงไว้ 1 นาที จากนั้น โปรแกรมอุณหภูมิไปที่ 220 องศาเซลเซียส ด้วยอัตรา 12 องศาเซลเซียสต่อนาที คงไว้ 1 นาที และ โปรแกรมอุณหภูมิต่อไปที่ 275 องศาเซลเซียส ด้วยอัตรา 6 องศาเซลเซียสต่อนาที จากนั้นคงไว้ที่อุณหภูมิสุดท้าย 6 นาที

สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสกัดพอลิคลอริเนเตดไบฟีนิลในดินด้วยของไหลวิกฤตยิ่งยวด คือ ดิน 10 กรัม ร่อนให้มีขนาดน้อยกว่า 0.5 มิลลิเมตร สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์วิกฤตยิ่งยวด โดยมีการเติมเฮกเซน 1 มิลลิลิตร ลงไปในดินเพื่อเป็นโมดิฟายเออร์ด้วย สกัดเป็นเวลา 40 นาทีภายใต้

ได้ระบบไดนามิก ที่ความดัน 4000 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว และอุณหภูมิสำหรับสกัด 90 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการไหลในช่วง 0.8-1.2 มิลลิลิตรต่อนาที อุณหภูมิสำหรับส่วนควบคุมความดัน 60 องศาเซลเซียส สารที่สกัดได้เก็บในไอโซออกเทน จากนั้นนำสารที่สกัดได้วิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีซึ่งมีหน่วยตรวจวัดเป็นอิเล็กตรอนแคปเจอร์ดีเทคเตอร์ วัดค่าสุดของปริมาณที่ตรวจวัดได้มีค่าอยู่ในช่วงระหว่าง 2.03-3.72 ไมโครกรัมต่อลิตร และกราฟมาตรฐานเป็นเส้นตรงมีค่าอยู่ในช่วงระหว่าง 10-600 ไมโครกรัมต่อลิตร โดยมีค่าสัมประสิทธิ์เชิงเส้นมากกว่า 0.9900 ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของความถูกต้องมีค่าอยู่ในช่วงระหว่าง 3.26-4.91% ให้ความละเอียดการกลับคืนของพอลิคลอริเนเตดไบฟีนิลมากกว่า 80% ด้วยค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ในช่วงระหว่าง 0.95-12.47% ประสิทธิภาพการสกัดพอลิคลอริเนเตดไบฟีนิลในดินทำโดยเปรียบเทียบระหว่างการสกัดด้วยของไหลวิกฤตยิ่งยวด และการสกัดแบบซอลเลท

ในงานนี้จากการวิเคราะห์ปรากฏว่าไม่พบพอลิคลอริเนเตดไบฟีนิลใดๆ อยู่ในตัวอย่างดิน 6 ตัวอย่าง และในตัวอย่างตะกอนดิน 3 ตัวอย่างที่ได้วิเคราะห์ในงานนี้ การวิเคราะห์ปริมาณพอลิคลอริเนเตดไบฟีนิลในตัวอย่างจริงจากดินโดยวิธีนี้สามารถทำได้ง่าย และใช้เวลาและตัวทำลายอินทรีย์น้อย ดังนั้นจึงเป็นวิธีที่เหมาะสมเป็นอย่างยิ่งสำหรับการตรวจวิเคราะห์พอลิคลอริเนเตดไบฟีนิลในตัวอย่างจริงที่เป็นดินจากสิ่งแวดล้อม