

Thesis Title	Development of a Cleanup Method for Determination of Polychlorinated Biphenyls in Selected Samples	
Author	Mr. Nitirat Chimnoi	
M. S.	Chemistry	
Examining Committee	Asst. Prof. Dr. Mongkon Rayanakorn	Chairman
	Asst. Prof. Dr. Surasak Watanesk	Member
	Asst. Prof. Dr. Yuthsak Vaneesorn	Member

Abstract

The optimum conditions for extraction of polychlorinated biphenyls (PCBs) in milk and water samples using octadecyl solid phase extraction (C₁₈ SPE) and quantification by gas chromatography with electron capture detector (GC/ECD) were investigated.

In the milk sample analysis, the spiked distilled water was used as model compounds to optimize the C₁₈ SPE. The results of the optimization indicated that using 20 ml water and conditioning the C₁₈ with the solvent mixtures of water : ethyl acetate : acetone : methanol (10 : 1 : 2 : 2 v/v) could improve the precision and percent recoveries of some PCBs. The drying step was found to have no effect on the percent recoveries. The optimal elution volume was 2 ml of isooctane. The 2 ml of spiked and nonspiked cow's and reconstituted powdered milk was extracted 2 times with the solvent mixture of ethylacetate : acetone : methanol (1 : 2 : 2 v/v) with the aid of ultrasonication. The supernatant was mixed with water and loaded onto 500 mg of C₁₈ SPE. The C₁₈ SPE was first conditioned with dichloromethane, methanol

and the solvent mixture of water : ethylacetate : acetone : methanol : (10 : 1 : 2 : 2 v/v), respectively. The wash solvent was water and 2 ml of isooctane was used as eluting solvent. The quantification was performed on GC/ECD with an HP-608 capillary column with the optimized temperature program : 190°C - 190°C (4 min) - 215°C (5°C min⁻¹)- 280°C (6°C min⁻¹) -280°C (7 min). Detection limits of all studied PCBs were in the range of 0.22-0.90 µg l⁻¹. It was found that none of two milk samples analyzed contained any PCBs.

In the water sample analysis, the spiked distilled water was used in optimization of the C₁₈ SPE. The amount and type of wetting solvents and total sample volume were investigated. The results of the optimization indicated that addition of organic solvent to the spiked distilled water could improve the percent recoveries of all studied PCBs. Increasing amount of added organic solvents could increase the percent recoveries of almost all studied PCBs. Decreasing the total sample volume was found to increase the percent recoveries of some PCBs. Therefore, the optimal conditions were 20 ml of water added with 10 ml of the solvent mixture, ethylacetate : acetone : methanol (1 : 2 : 2 v/v). The solution was loaded onto 500 mg C₁₈ which had been conditioned with dichloromethane, methanol and solvent mixtures of water : ethylacetate : acetone : methanol (10 : 1 : 2 : 2 v/v). Isooctane was used as the eluent. The quantification was performed on GC/ECD with a DB-1701 capillary column with the optimized temperature program : 100°C - 100°C (1 min) - 190°C (10°C min⁻¹) - 250°C (5°C min⁻¹) -250°C (10min). Detection limits of all studied PCBs were in the range of 0.06-0.18 µg l⁻¹. The spiked and non-spiked drinking and natural surface water samples were also analyzed with these optimum conditions. No PCBs were found in all of three drinking water samples and four natural surface water samples analyzed in this work.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การพัฒนาวิธีการทำความสะอาดสารเพื่อหาปริมาณ พอลิคลอรีเนเทต ไบฟีนิลในตัวอย่างสารคัดเลือกลง	
ชื่อผู้เขียน	นายนิติรัตน์ ฉิมน้อย	
วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต	สาขาวิชาเคมี	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	ผศ. ดร. มงคล ราชะนาคร	ประธานกรรมการ
	ผศ. ดร. สุรศักดิ์ วัฒนเสถ์	กรรมการ
	ผศ. ดร. ยุทธศักดิ์ วัฒนีสอน	กรรมการ

บทคัดย่อ

ได้ทำการหาสภาวะที่เหมาะสมของการสกัดพอลิคลอรีเนเทตไบฟีนิลในนมและน้ำ โดยใช้การสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง ซี18 และการวิเคราะห์ปริมาณด้วยระบบแก๊สโครมาโทกราฟี ซึ่งมีระบบตรวจวัดเป็นอิเล็กตรอนแคพเจอร์ ดีเทคเตอร์

ในการวิเคราะห์ตัวอย่างนม ได้ใช้การเติมพอลิคลอรีเนเทตไบฟีนิลบางตัวลงไปลงในน้ำกลั่น และใช้สารละลายนี้เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง ซี18 ผลการทดลองได้แสดงให้เห็นว่า การใช้ น้ำ 20 มิลลิลิตร และเตรียมความพร้อมของวัฏภาคของแข็ง ซี18 ด้วยตัวทำละลายผสมระหว่าง น้ำ เอธิลอะซิเตต อะซิโตน และเมทานอล ในอัตราส่วน 10 ต่อ 1 ต่อ 2 ต่อ 2 โดยปริมาตร สามารถเพิ่มความเที่ยงและร้อยละการสกัดในสารประกอบพอลิคลอรีเนเทตไบฟีนิลบางตัวได้ และพบว่าการทำงานให้วัฏภาคของแข็ง ซี18 แห้ง ไม่มีผลต่อร้อยละของการสกัดกลับ ในการชะพอลิคลอรีเนเทตไบฟีนิลออกจากวัฏภาคของแข็ง ซี18 ใช้ไอโซออกเทน 2 มิลลิลิตร ในการทำการทดลองกับตัวอย่างนม ได้ใช้นมวัวและนมผงที่ละลายน้ำแล้ว ทำการเติมและไม่เติมสารประกอบพอลิคลอรีเนเทตไบฟีนิล นำตัวอย่างนมเหล่านี้มาสกัด 2 ครั้งด้วยระบบตัวทำละลายผสมของเอธิลอะซิเตต อะซิโตน และเมทานอล ในอัตราส่วน 1 ต่อ 2 ต่อ 2 โดยปริมาตร โดยใช้ระบบอัลตราโซนิกช่วยในการสกัด นำส่วนที่ใสมาผสมกับน้ำ และเทลงบนระบบวัฏภาคของแข็ง ซี18 ซึ่งเตรียมความพร้อมด้วยไดคอลลอโรมีเทน เมทานอล และตัวทำละลายผสมระหว่าง น้ำ เอธิลอะซิเตต อะซิโตน และเมทานอล ในอัตราส่วน 10 ต่อ 1 ต่อ 2 ต่อ 2 โดยปริมาตร จากนั้นจึงใช้น้ำผ่านไปยังวัฏภาคของแข็ง ซี18 และชะสารประกอบพอลิคลอรีเนเทตไบฟีนิลออกด้วย

ไอโซออกเทน 2 มิลลิลิตร การวิเคราะห์ปริมาณได้กระทำโดยใช้ระบบแก๊สโครมาโทกราฟี ซึ่งมีระบบตรวจวัดเป็นอิเล็กทรอนิกส์เทคนิเตอร์ และใช้คอลัมน์เอซพี 608 ระบบการโปรแกรมอุณหภูมิที่เหมาะสมคือ 190 องศาเซลเซียส ถึง 190 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 นาที จากนั้นโปรแกรมอุณหภูมิไปที่ 215 องศาเซลเซียส ด้วยอัตรา 5 องศาเซลเซียส ต่อ นาที จากนั้นโปรแกรมอุณหภูมิไปที่ 280 องศาเซลเซียส ด้วยอัตรา 6 องศาเซลเซียส ต่อ นาที และคงไว้ที่อุณหภูมิสุดท้ายเป็นเวลา 7 นาที จุดต่ำสุดของปริมาณที่ตรวจวัดได้ มีค่าอยู่ในช่วงระหว่าง 0.22-0.90 ไมโครกรัมต่อลิตร พบว่าตัวอย่างนมจำนวน 2 ตัวอย่างที่วิเคราะห์ไม่มีพอลิคลอรีเนเตดไบฟีนิลอยู่เลย

ในการวิเคราะห์น้ำ ได้ใช้การเติมพอลิคลอรีเนเตดไบฟีนิลบางตัวลงไปใต้น้ำกลั่น และใช้สารละลายนี้ในการหาสถานะที่เหมาะสม ในการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง ซี18 ได้มีการศึกษา ชนิด ปริมาณ ของตัวทำละลายอินทรีย์ และปริมาตรของสารละลายตัวอย่างทั้งหมดที่มีผลต่อร้อยละการสกัดกลับ จากผลการทดลองพบว่า การเติมตัวทำละลายอินทรีย์ลงไปใต้น้ำกลั่นที่มีสารประกอบพอลิคลอรีเนเตดไบฟีนิลอยู่ด้วย จะทำให้ร้อยละการสกัดกลับเพิ่มขึ้น การเพิ่มปริมาตรของตัวทำละลายอินทรีย์ที่เติมลงไป จะทำให้ร้อยละการสกัดกลับเพิ่มขึ้น ในสารประกอบพอลิคลอรีเนเตดไบฟีนิลเกือบทุกตัวที่ได้ทำการศึกษา การลดปริมาตรของสารละลายตัวอย่างจะเพิ่มร้อยละการสกัดกลับของสารละลายพอลิคลอรีเนเตดบางตัว ดังนั้น สถานะที่เหมาะสมในการสกัดคือ ใช้ น้ำ 20 มิลลิลิตร ผสมกับ 10 มิลลิลิตรของตัวทำละลายผสมระหว่าง เอธิลอะซิเตต อะซีโตน เมธานอล ในอัตราส่วน 1 ต่อ 2 ต่อ 2 โดยปริมาตร สารละลายผสมถูกเทลงบนวัฏภาคของแข็ง ซี18 น้ำหนัก 500 มิลลิกรัม ซึ่งถูกเตรียมความพร้อมด้วยไดคลอโรมีเทน เมธานอล และตัวทำละลายผสมระหว่าง น้ำ เอธิลอะซิเตต อะซีโตน เมธานอล ในอัตราส่วน 10 ต่อ 1 ต่อ 2 ต่อ 2 โดยปริมาตร และถูกชะออกด้วยไอโซออกเทน ในการวิเคราะห์หาปริมาณของสารประกอบพอลิคลอรีเนเตดไบฟีนิล ได้กระทำโดยใช้ระบบแก๊สโครมาโทกราฟี ซึ่งมีระบบตรวจวัดเป็นอิเล็กทรอนิกส์เทคนิเตอร์ และใช้คอลัมน์ดีบี 1701 ระบบการ โปรแกรมอุณหภูมิที่เหมาะสมคือเริ่มที่ 100 องศาเซลเซียส คงไว้ 1 นาที จากนั้น โปรแกรมไปที่ 190 องศาเซลเซียสด้วยอัตรา 10 องศาต่อ นาที และ โปรแกรมต่อ ไปที่ 250 องศาเซลเซียส ด้วยอัตรา 5 องศาเซลเซียสต่อ นาที จากนั้นคงไว้ที่อุณหภูมิสุดท้าย 10 นาที จุดจำกัดต่ำสุดของปริมาณที่ตรวจวัดได้ มีค่าอยู่ระหว่าง 0.06-0.18 ไมโครกรัมต่อลิตร ในการทดลองนี้ ได้ทำการวิเคราะห์ ตัวอย่างน้ำดื่มและน้ำธรรมชาติ โดยใช้สถานะที่เหมาะสมข้างต้น ด้วย ปรากฏว่าไม่พบสารพอลิคลอรีเนเตดใดๆ อยู่ในตัวอย่างน้ำดื่ม 3 ตัวอย่างและในตัวอย่างน้ำจากแหล่งธรรมชาติ 4 ตัวอย่าง ที่ได้วิเคราะห์ในงานนี้