

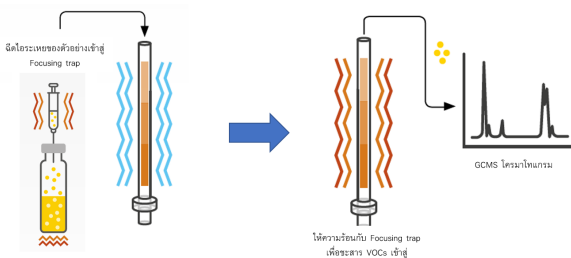
# เทคนิค Headspace-trap สำหรับการวิเคราะห์สารอินทรีย์ระเหยง่ายในตัวอย่างน้ำ

ผู้จัดทำ: รติมาศ บุญล้อม

## บทนำ

มลพิษที่เกิดขึ้นในแหล่งน้ำธรรมชาติ สามารถเกิดได้จากหลายสาเหตุ เช่น น้ำทิ้งจากแหล่งชุมชน แหล่งเกษตรกรรม แหล่งอุตสาหกรรมต่างๆที่ปราศจากการบำบัดน้ำเสียก่อนปล่อยลงสู่แหล่งน้ำธรรมชาติ ก่อให้เกิดผลกระทบต่อสิ่งมีชีวิตที่อาศัยอยู่ในแหล่งน้ำ และกระทบต่อระบบนิเวศน์ของสิ่งมีชีวิตอื่นที่อาศัยอยู่โดยรอบ หนึ่งในปัญหาสำคัญที่สามารถพบได้โดยทั่วไปคือการปนเปื้อนสารอินทรีย์ระเหยง่าย (Volatile Organic Compounds, VOCs)

สาร VOCs มีทั้งส่วนที่ก่อให้เกิดพิษเฉียบพลันและพิษเรื้อรัง จึงจำเป็นต้องมีการวิเคราะห์ปริมาณสาร VOCs ที่ปนเปื้อนในน้ำเพื่อเป็นการควบคุมคุณภาพของน้ำให้สามารถใช้อุปโภคและบริโภคได้อย่างปลอดภัย วิธีวิเคราะห์สาร VOCs ในตัวอย่างน้ำโดยมากจะใช้เทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี (Gas Chromatography, GC) ร่วมกับการเตรียมตัวอย่างที่ช่วยเพิ่มความเข้มข้นของสารก่อนการวิเคราะห์ เช่น การสกัดด้วยตัวทำละลาย หรือ การสกัดด้วยความร้อน



## รูปที่ 1 ขั้นตอนการทำงานของเทคนิค Headspace-trap

เทคนิคการเตรียมตัวอย่างแบบเฮดสเปซ (Headspace, HS) เป็นเทคนิคที่ใช้ความร้อนในการสกัดสาร VOCs จากน้ำได้ แต่เทคนิคนี้มีข้อจำกัด จากการที่ไม่สามารถฉีดตัวอย่างปริมาตรสูงๆได้ ทำให้ไม่สามารถวิเคราะห์สาร VOCs ที่มีความเข้มข้นน้อยๆ และไอระเหยของน้ำที่ปะปนเข้าสู่ระบบ GC ก็อาจจะส่งผลต่อผลการวิเคราะห์ได้

ปัจจุบันได้มีการพัฒนาเทคนิคการเตรียมตัวอย่างแบบเฮดสเปซ ร่วมกับการเพิ่มความเข้มข้นของสารก่อนฉีดเข้าสู่ระบบ GC เรียกเทคนิคนี้ว่า Headspace-trap โดยมีขั้นตอนการทำงานดังแสดงในรูปที่ 1 โดยเริ่มจากอุ่นตัวอย่างในภาชนะปิด จากนั้นดูไอระเหยของสารตัวอย่างเข้าสู่ Focusing trap ที่ควบคุมอุณหภูมิได้ต่ำสุดถึง  $-30$  องศาเซลเซียส โดยไม่ต้องใช้ในโตรเจนเหลว เพื่อจับสาร VOCs ไว้ และสามารถดูไอระเหยจากตัวอย่างซ้ำได้หลายครั้ง หรือจากหลายขวดตัวอย่างเพื่อเพิ่มความเข้มข้นของสาร VOCs ก่อนวิเคราะห์ และสามารถเพิ่มขั้นตอนการกำจัดน้ำ จากนั้นจึงให้ความร้อนกับ Focusing trap อย่างรวดเร็วเพื่อปล่อยสาร VOCs สู่อุปกรณ์ GC-MS เพื่อทำการวิเคราะห์ซึ่งจะทำให้ได้ขนาดสัญญาณสูงกว่าเมื่อเทียบกับเทคนิค Headspace เดิม ส่งผลให้ Sensitivity และ Detection limit ของการวิเคราะห์ดีขึ้น

## การเตรียมสารมาตรฐานและตัวอย่าง

### สารมาตรฐาน

- 1) เตรียมสารมาตรฐานตามวิธี EPA Method 524.2
- 2) เตรียม ISTD คือ fluorobenzene และ surrogates (4-bromofluorobenzene and 1,2-dichlorobenzene-d4).
- 3) Spike สารมาตรฐานลงในขวดเฮดสเปซที่มี DI water 10 มิลลิลิตร ให้มีความเข้มข้นในช่วง 50-20,000 ppt (7 ความเข้มข้น)

- 4) เติม ISTD และ surrogates ปิดฝาให้แน่น นำไปวิเคราะห์ตัวอย่าง

- 1) ปิดตัวอย่างน้ำ 10 มิลลิลิตรใส่ขวดเฮดสเปซ ขนาด 20 มิลลิลิตร

- 2) เติมโซเดียมคลอไรด์ 4 กรัม

- 3) เติม ISTD และ surrogates ปิดฝาให้แน่น นำไปวิเคราะห์

**Instrument:**

Instrument: Centri (Markes International)  
 Headspace-trap: Incubation: 80°C for 10 min, with agitation at 250 rpm  
 Sample volume: 1 mL

**Preconcentration:**

Focusing trap: 'TO-15/TO-17 Air Toxics' (part no. U-T15ATA-2S)  
 Trap purge: 50 mL/min (1 minutes)  
 Trap desorption: 30°C to 280°C (0.5 min, 100°C/sec)

Split ratio: 5:1

**GC conditions:**

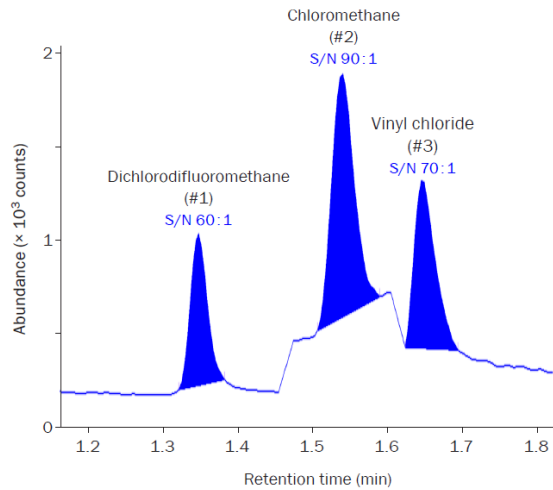
Column: MEGA®-624, 30 m x 0.25 mm x 1.4 µm  
 Column flow: Helium constant flow 2.0 mL/min  
 Inlet: 250°C, septum purge 5 mL/min  
 Oven program: 35°C (3 min), 10°C/min to 100°C, 30°C/min to 220°C (1 min)

**MS conditions:**

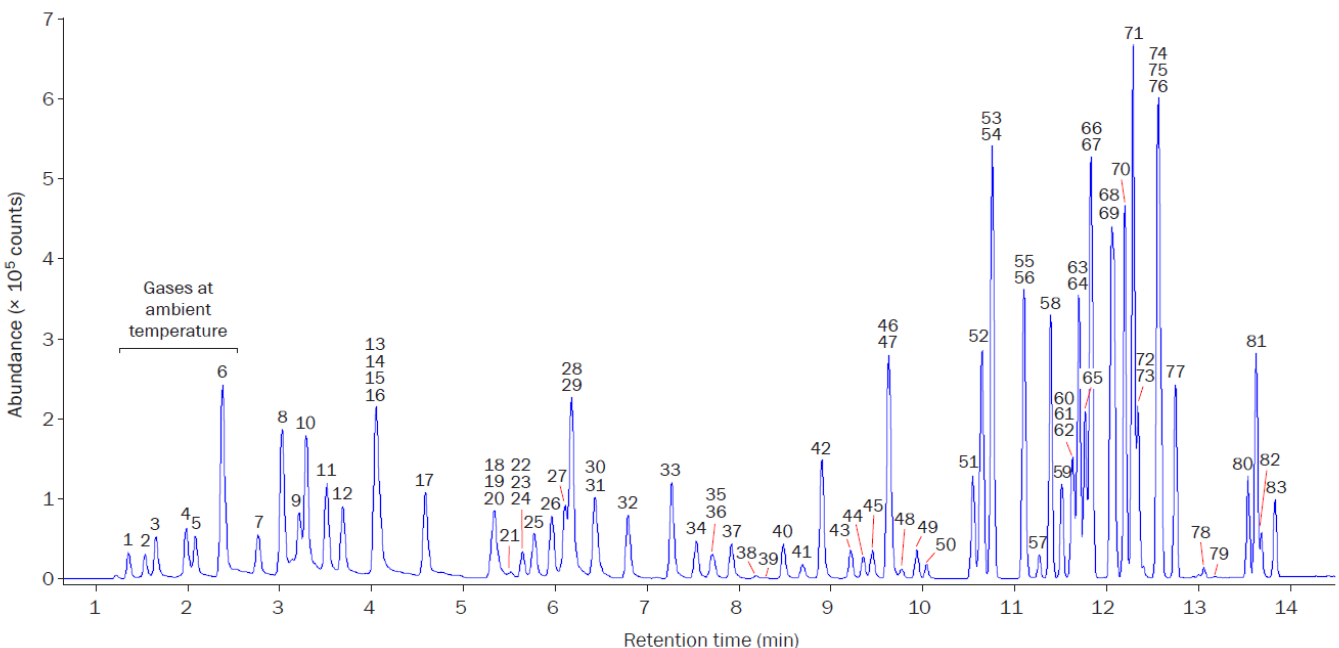
MS transfer line: 200°C  
 MS source: 200°C  
 Mass range : 35–300 m/z

**ผลการวิเคราะห์**

การวิเคราะห์สาร VOCs ผสมในตัวอย่างน้ำสามารถแยกและวิเคราะห์ได้ด้วยระบบ GC การเตรียมตัวอย่างชนิด Headspace-trap ดังแสดงในโครมาโตแกรมรูปที่ 2 ที่สามารถวิเคราะห์สาร VOCs ได้มากถึง 83 สารพร้อมกันและด้วยตัวตรวจวัดที่เป็น MS สามารถเพิ่มความจำเพาะเจาะจง (Selectivity) ได้ด้วยโหมดการวิเคราะห์แบบ Selected Ion Monitoring, SIM ดังแสดงในรูปที่ 3 ส่งผลให้สามารถแยกสารผสมออกจากกันได้โดยใช้เวลาในการวิเคราะห์น้อยกว่า 15 นาที

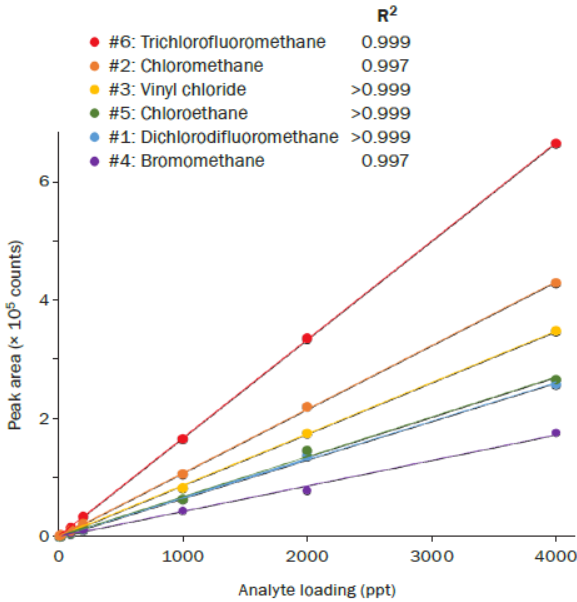


รูปที่ 3 โครมาโตแกรมการวิเคราะห์ด้วยโหมด SIM ของช่วงเวลาการวิเคราะห์ที่ 1.1-1.9 นาที

**ตารางที่ 1 แสดงการตั้งค่าพารามิเตอร์อุปกรณ์ต่างๆ**

รูปที่ 2 แสดง TIC โครมาโตแกรมของสารมาตรฐาน VOCs ความเข้มข้น 20 ppb

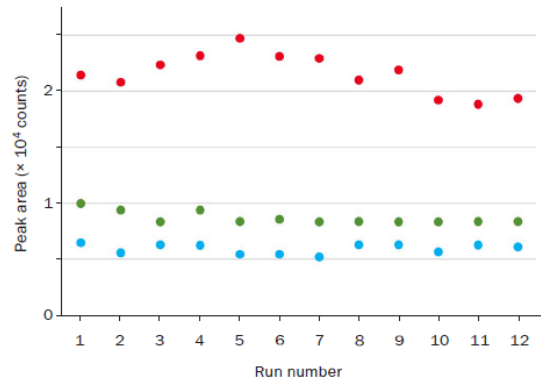
การวิเคราะห์สาร VOCs ด้วยเทคนิค Headspace-trap ร่วมกับ GC/MS มีค่า R<sup>2</sup> ของกราฟมาตรฐาน 7 ความเข้มข้นของสาร VOCs โดยเฉลี่ยอยู่ในช่วง 0.999 ดังแสดงในรูปที่ 4 ตัวอย่างกราฟมาตรฐาน ซึ่งเป็นค่าที่แสดงให้เห็นถึงความสามารถในการวิเคราะห์ปริมาณ (Quantitative) ของสาร VOCs ได้ในช่วงความเข้มข้น 10-4,000 ppt (On-column)



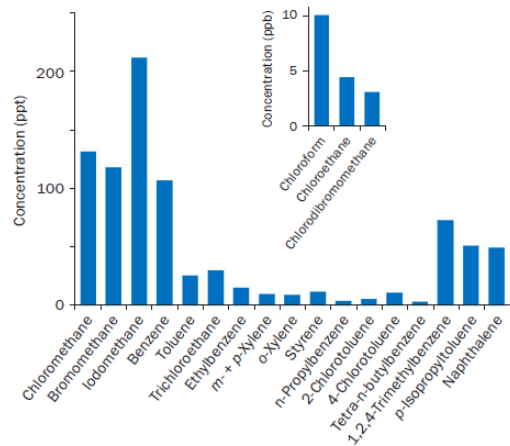
รูปที่ 4 ตัวอย่างกราฟมาตรฐานของสาร VOCs พร้อมแสดงค่า R<sup>2</sup>

การทดสอบประสิทธิภาพการวิเคราะห์สาร ISTD และ Surrogate Standard ที่ความเข้มข้น 20 ppt จำนวน 12 ครั้ง แสดงในรูปที่ 5 โดยให้ค่าเฉลี่ยของ %Recovery ของ Fluorobenzene, 4-bromofluorobenzene และ 1,2-dichlorobenzene-d4 เท่ากับ 103.0% 100.4% และ 99.7% ตามลำดับ

การวิเคราะห์ตัวอย่างจริงสามารถตรวจพบสาร VOCs ในตัวอย่างน้ำ มีความเข้มข้นโดยเฉลี่ยอยู่ระดับ ppt มีสารสามชนิดคือ Chloroform Chloroethane และ Chlorodibromomethane ที่ตรวจพบในระดับ ppb ดังแสดงในรูปที่ 6 อีกทั้งสามารถตรวจวัดสาร Benzene, Ethylbenzene และ Xylenes ที่เป็นสารอันตรายได้แม้ว่าจะมีความเข้มข้นระดับ ppt



รูปที่ 5 แสดงพื้นที่ใต้กราฟของสาร Fluorobenzene ●, 4-bromofluorobenzene ● และ 1,2-dichlorobenzene-d4 ● ในการฉีด 12 ครั้ง



รูปที่ 6 แสดงชนิดและความเข้มข้นของสาร VOCs ที่ตรวจพบได้ในตัวอย่างน้ำ

### สรุปผล

วิธี Headspace-trap-GC/MS เป็นวิธีที่สามารถใช้สำหรับการวิเคราะห์สาร VOCs ในตัวอย่างน้ำได้อย่างมีประสิทธิภาพ โดยสามารถตรวจวิเคราะห์สาร VOCs ได้ในระดับความเข้มข้นต่ำ และเป็นวิธีการเตรียมตัวอย่างที่ไม่จำเป็นต้องใช้สารละลายอินทรีย์ในการสกัด ทำให้ปลอดภัยต่อผู้ปฏิบัติงานและลดของเสียจากห้องปฏิบัติการ นอกจากนี้ยังสามารถประยุกต์ใช้วิธีนี้สำหรับการวิเคราะห์สาร VOCs ในตัวอย่างอื่นๆ ได้เช่น ดิน บรรจุภัณฑ์ อาหารต่างๆ เป็นต้น

ติดตามแอปพลิเคชันอื่น ๆ ได้ที่ <https://www.scispec.co.th>



บริษัท ชายน์ สเปค จำกัด  
10 กาญจนภิเษก ซอย 0010 แยกสอง  
เขตบางแค กทม. 10160  
โทร 02-454-8533



/scispec



@scispec

**ThermoFisher**  
SCIENTIFIC