



โครงการ  
การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

ชื่อโครงการ	การวิเคราะห์ปริมาณอีพิคลอโรไฮดรินและ 1,3-ไดคลอโร-2-โพรพานอล ใน QUAB 188 โดยการสกัดระดับจุลภาคด้วยวัฏภาคของแข็งและเทคนิค แก๊สโครมาโทกราฟี Determination of epichlorohydrin and 1,3-dichloro-2-propanol in QUAB 188 by solid phase microextraction and gas chromatography	
ชื่อนิสิต	นางสาวสุนันชธิญา สารไชย	เลขประจำตัว 5933107223
ภาควิชา	เคมี	
ปีการศึกษา	2562	

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การวิเคราะห์ปริมาณอีพิคลอโรไฮดรินและ 1,3-ไดคลอโร-2-โพรพานอล  
ใน QUAB 188 โดยการสกัดระดับจุลภาคด้วยวัฏภาคของแข็ง  
และเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

Determination of epichlorohydrin and 1,3-dichloro-2-propanol  
in QUAB 188 by solid phase microextraction  
and gas chromatography

โดย

นางสาวสุนัชธิญา สารไชย

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2562

โครงการ การวิเคราะห์ปริมาณอีพิคลอโรไฮดรินและ 1,3-ไดคลอโร-2-โพรพานอลใน QUAB 188  
โดยการสกัดระดับจุลภาคด้วยวิธีการของแข็งและเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

โดย นางสาวสุนัชนีญา สารไชย

ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี  
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ

- |                                                |                  |
|------------------------------------------------|------------------|
| 1. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ยงศักดิ์ ศรีธนาอนันต์ | ประธานกรรมการ    |
| 2. รองศาสตราจารย์ ดร.เฟื่องฟ้า อุ่นอบ          | กรรมการ          |
| 3. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พุทธรักษา วรรณสุภากุล | อาจารย์ที่ปรึกษา |

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดยหัวหน้าภาควิชาเคมี



(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พุทธรักษา วรรณสุภากุล)  
อาจารย์ที่ปรึกษา



(รองศาสตราจารย์ ดร.วุฒิชัย พาราสุข)  
หัวหน้าภาควิชาเคมี

วันที่ 5 เดือน มิถุนายน พ.ศ. 2563

ชื่อโครงการ                      การวิเคราะห์ปริมาณอีพิคลอโรไฮดรินและ 1,3-ไดคลอโร-2-โพรพานอลใน QUAB 188  
 โดยการสกัดระดับจุลภาคด้วยวิธีการของแข็งและเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

ชื่อนิสิตในโครงการ            นางสาวสุนัชนีญา สารไชย                      เลขประจำตัว 5933107223

ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา          ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พุทธรักษา วรรณสุภากุล

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2562

### บทคัดย่อ

อีพิคลอโรไฮดริน (ECH) และ 1,3-ไดคลอโร-2-โพรพานอล (DCP) เป็นสารปนเปื้อนใน QUAB 188 ซึ่งเป็นรีเอเจนต์ในการผลิตแป้งดัดแปรแคทไอออนิกที่นำไปใช้ประโยชน์มากในอุตสาหกรรมกระดาษ สารทั้ง 2 ชนิดนี้ส่งผลต่อประสิทธิภาพการดัดแปรแป้งของ QUAB 188 ดังนั้น ในงานวิจัยนี้ได้พัฒนาวิธีการวิเคราะห์ปริมาณอีพิคลอโรไฮดริน และ 1,3-ไดคลอโร-2-โพรพานอล ใน QUAB 188 โดยทำการสกัดด้วยเทคนิคการสกัดระดับจุลภาคด้วยวิธีการของแข็งแบบโดยตรง และนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี-เฟลมไอออนเซชัน จากการศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการสกัด 2 ปัจจัย พบว่า ภาวะในการสกัดที่ดีที่สุด คือ การสกัดที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้ SPME fiber ชนิด 65µm polydimethylsiloxane/divinylbenzene (PDMS/DVB) นอกจากนี้ ยังมีปัจจัยอื่นที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพในการสกัด แต่ยังไม่ได้ทำการศึกษา ได้แก่ เวลาในการสกัด เวลาในการคายซับ และการเติมเกลือ ซึ่งสามารถเพิ่มประสิทธิภาพการสกัดอีพิคลอโรไฮดริน และ 1,3-ไดคลอโร-2-โพรพานอล ใน QUAB 188 ให้ดีขึ้นได้

คำสำคัญ: การสกัดด้วยเทคนิคการสกัดระดับจุลภาคด้วยวิธีการของแข็งแบบโดยตรง, แก๊สโครมาโทกราฟี-เฟลมไอออนเซชัน, QUAB 188

Project Title        Determination of epichlorohydrin and 1,3-dichloro-2-propanol in QUAB 188  
by solid phase microextraction and gas chromatography  
Student Name        Miss Sunutiya Sarachai    Student                    ID 5933107223  
Advisor Name        Assistant Professor Puttaruksa Varanusupakul, Ph.D.  
Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Academic Year 2019

### Abstract

Epichlorohydrin (ECH) and 1,3-dichloro-2-propanol (DCP) are contaminants in QUAB 188 reagent for modification of cationic modified starch, which widely used in paper industries. Both compounds affect the modification efficiency of cationic modified starch process. Therefore, a method for determination of ECH and DCP was developed in this work by direct immersion solid phase microextraction combined with gas chromatography–flame ionization detector. For optimization, extraction at room temperature using SPME fiber coated with 65µm polydimethylsiloxane/divinylbenzene (PDMS/DVB) gave the highest extraction efficiency. However, other factors which are extraction time, desorption time and addition of salt have not optimized in this study yet. These parameters could enhance the extraction efficiency of direct immersion solid phase microextraction of ECH and DCP in QUAB 188 reagent.

Keywords: direct immersion solid phase microextraction combined, gas chromatography–flame ionization detector, QUAB 188

## กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี ด้วยความช่วยเหลือของผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พุทธรักษา วรานุศุภากุล อาจารย์ที่ปรึกษางานวิจัยนี้ ซึ่งท่านได้ให้คำแนะนำและข้อคิดเห็นต่างๆ ตลอดจนปรับปรุงแก้ไข ข้อบกพร่องต่างๆ ด้วยความเอาใจใส่เป็นอย่างดี อันเป็นประโยชน์อย่างยิ่งในการทำวิจัย อีกทั้งยังช่วย แก้ปัญหาที่เกิดขึ้นระหว่างการดำเนินงานอีกด้วย ผู้วิจัยตระหนักถึงความตั้งใจจริงและความทุ่มเทของอาจารย์ และขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงไว้ ณ ที่นี้

ขอขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ยงศักดิ์ ศรีธนาอนันต์ และรองศาสตราจารย์ ดร.เฟื่องฟ้า อุ่นอบ ที่ให้ความอนุเคราะห์เป็นกรรมการตรวจเล่มงานวิจัยในครั้งนี้

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณคณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ได้ให้เงินทุนสำหรับสนับสนุน บางส่วนในการทำวิจัย รวมถึงรุ่นพี่ในห้องปฏิบัติการทุกท่านที่คอยให้คำปรึกษา คำแนะนำ และให้กำลังใจ ตลอดเวลาในการทำงานวิจัย

ขอขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ และครอบครัว ซึ่งเปิดโอกาสให้ได้รับการศึกษาเล่าเรียนตลอดจนคอย ช่วยเหลือและให้กำลังใจผู้วิจัยเสมอมา รวมทั้งเพื่อนๆ ที่คอยให้ความช่วยเหลือ สนับสนุน และให้กำลังใจมา โดยตลอด

สุนัชชัญญา สารไชย

ผู้วิจัย

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ง
กิตติกรรมประกาศ	จ
สารบัญ	ฉ
สารบัญตาราง	ช
สารบัญรูป	ฌ
สัญลักษณ์และคำย่อ	ญ
<b>บทที่ 1 บทนำ</b>	<b>1</b>
1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจในการเสนอโครงการ	1
1.2 วัตถุประสงค์และขอบเขตการวิจัย	2
1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	2
1.4 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	3
1.4.1 QUAB 188	3
1.4.2 การสกัดระดับจุลภาคด้วยวัสดุภาคของแข็ง (SPME)	3
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	9
<b>บทที่ 2 การทดลอง</b>	<b>10</b>
2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์	10
2.2 สารเคมี	10
2.3 วิธีการทดลอง	11
2.3.1 การเตรียมสารละลาย	11
2.3.2 การวิเคราะห์ ECH และ DCP ด้วยเทคนิค GC-FID	11
2.3.3 การสกัดด้วยเทคนิค DI-SPME	12
2.3.4 การศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการสกัดด้วยเทคนิค DI-SPME	12
<b>บทที่ 3 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง</b>	<b>13</b>
3.1 การวิเคราะห์ ECH และ DCP ด้วยเทคนิค GC-FID	14
3.2 การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสกัดด้วยเทคนิค DI-SPME	15
3.2.1 ชนิดของ SPME fiber	15
3.2.2 อุณหภูมิในการสกัด	16

บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง	17
เอกสารอ้างอิง	18
ภาคผนวก	21
ประวัติผู้วิจัย	22



## สารบัญตาราง

	หน้า	
ตารางที่ 1.1	คุณลักษณะเฉพาะของ QUAB 188	3
ตารางที่ 1.2	ชนิดของ SPME fiber ที่ใช้ในทางการค้า	6
ตารางที่ 2.1	ภาวะในการวิเคราะห์ ECH และ DCP ด้วยเทคนิค GC-FID	11
ตารางที่ 3.1	คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของ ECH และ DCP	13
ตารางที่ ก.1	ผลการสกัดแบบ DI-SPME โดย SPME fiber ที่แตกต่างกัน 3 ชนิด	21
ตารางที่ ก.2	ผลการสกัดแบบ DI-SPME ที่อุณหภูมิในการสกัดแตกต่างกัน	21

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 1.1 อุปกรณ์สำหรับเทคนิค SPME	4
รูปที่ 1.2 การสกัดสารด้วยเทคนิค SPME	4
รูปที่ 1.3 การสกัดสารด้วยเทคนิค DI-SPME	5
รูปที่ 1.4 การสกัดสารด้วยเทคนิค HS-SPME	6
รูปที่ 1.5 ความสัมพันธ์ของเวลาในการสกัดเพื่อวิเคราะห์การดูดซับบนเส้นใย	7
รูปที่ 1.6 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SPME-GC-FID	8
รูปที่ 2.1 การตั้งอุปกรณ์สำหรับสกัดสารตัวอย่างด้วยเทคนิค DI-SPME	12
รูปที่ 3.1 โครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐาน ECH และ DCP 500 มิลลิกรัมต่อลิตร	14
รูปที่ 3.2 ผลของชนิดของ SPME fiber ต่อประสิทธิภาพการสกัด ECH และ DCP ด้วยเทคนิค DI-SPME	15
รูปที่ 3.3 ผลของอุณหภูมิต่อประสิทธิภาพการสกัด ECH และ DCP ด้วยเทคนิค DI-SPME	16

## สัญลักษณ์และคำย่อ

ชื่อเต็ม	คำย่อ
Carboxen/polydimethylsiloxane	CAR/PDMS
1,3-dichloro-2-propanol	DCP
Direct immersion solid phase microextraction	DI-SPME
Divinylbenzene/Carboxen on polydimethylsiloxane	DVB/CAR/PDMS
Epichlorohydrin	ECH
Gas chromatography-flame ionization detector	GC-FID
Gas chromatography-mass spectrometry	GC-MS
Headspace gas chromatographic	HS-GC
Headspace solid phase microextraction	HS-SPME
Liquid-liquid extraction	LLE
Polyamine epichlorohydrin	PAE
Polydimethylsiloxane/divinylbenzene	PDMS/DVB
Solid phase microextraction	SPME

## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

QUAB 188 เป็นชื่อทางการค้าของรีเอเจนต์ที่ใช้ในการดัดแปรแป้ง เพื่อผลิตแป้งดัดแปรแคทไอออนิก (cationic modified starch) ที่มีประจุบวกอยู่ในโมเลกุลของแป้ง โดยมีองค์ประกอบหลัก 3 ชนิด คือ 3-คลอโร-2-ไฮดรอกซีโพรพิลไตรเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (3-chloro-2-hydroxypropyltrimethylammonium chloride) หรือเรียกสั้นๆ ว่าคลอโรไฮดริน อีพอกไซด์ และ ไกลคอล โดยแป้งแคทไอออนิกนำไปใช้มากในอุตสาหกรรมกระดาษ<sup>[1,2]</sup> ให้ได้กระดาษที่มีความแข็งแรงและฟิลเลอร์ (filler) เกาะกระดาษได้ดีขึ้น<sup>[3,4]</sup> นอกจากนี้ ใน QUAB 188 ยังมีสารที่ส่งผลกระทบต่อประสิทธิภาพการดัดแปรแป้ง ได้แก่ อีพิกลอร์ไฮดริน (epichlorohydrin, ECH) และ 1,3-ไดคลอโร-2-โพรพานอล (1,3-dichloro-2-propanol, DCP) โดย ECH สามารถเกิดพันธะเชื่อมขวาง (crosslinks) กับแป้ง ทำให้การละลายและการกระจายตัวของแป้งประจุบวกในน้ำลดลง ส่งผลให้การกระจายตัวของแป้งในกระบวนการผลิตกระดาษลดลง<sup>[5]</sup> ส่วน DCP เป็นกลุ่มสารก่อมะเร็งในมนุษย์<sup>[6]</sup> ทำให้ต้องมีการตรวจวัดเพื่อควบคุมปริมาณของ ECH และ DCP ให้เป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนด เนื่องจากกระดาษที่ได้จากการผลิตอาจมีการนำไปสัมผัสกับอาหาร นำไปใช้ในทางการแพทย์และเครื่องสำอาง หรือผลิตภัณฑ์กระดาษอุปโภคอื่น ๆ ได้แก่ กระดาษ ทิชชูและผ้าเช็ดตัว เป็นต้น ซึ่งตามกฎระเบียบว่าด้วยสารเคมีของสหภาพยุโรป QUAB 188 สำหรับอุตสาหกรรมกระดาษควรมีความเข้มข้นของ ECH ไม่เกิน 10 มิลลิกรัมต่อลิตร และ DCP ไม่เกิน 20 มิลลิกรัมต่อลิตร ในปัจจุบันมีการใช้เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี-เฟลมไอออไนเซชัน (gas chromatography – flame ionization detector, GC-FID)<sup>[7]</sup> ในการวิเคราะห์หาปริมาณของ ECH และ DCP โดยทำการสกัดแยกสารที่สนใจออกมาวิเคราะห์ ด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลาย (liquid-liquid extraction, LLE)<sup>[8]</sup> แต่วิธีดังกล่าวใช้เวลาการวิเคราะห์นาน และใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ปริมาณมาก จึงมีการพัฒนาเทคนิคการสกัดระดับจุลภาคด้วยวัฏภาคของแข็ง (solid-phase microextraction, SPME)<sup>[9-11]</sup> ซึ่งเป็นวิธีที่สะดวก รวดเร็ว ลดขั้นตอนการเตรียมสารละลายตัวอย่าง และใช้ตัวทำละลายในการสกัดปริมาณน้อย

ดังนั้น ผู้วิจัยจึงมีความสนใจพัฒนาวิธีการสกัด ECH และ DCP ด้วยเทคนิค SPME และทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC-FID โดยศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่ส่งผลกระทบต่อประสิทธิภาพการวิเคราะห์ปริมาณ ECH และ DCP ใน QUAB 188

## 1.2 วัตถุประสงค์และขอบเขตของการวิจัย

พัฒนาวิธีการวิเคราะห์ปริมาณ ECH และ DCP ใน QUAB 188 โดยการสกัดด้วยเทคนิค DI-SPME และวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC-FID

## 1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ปี ค.ศ. 1997 Boden และคณะ<sup>[8]</sup> ได้วิเคราะห์ DCP และ 3-MCPD (3-chloro-1,2-propandiol) ในพอลิเอมีนอีพิคลอโรไฮดริน (polyamine epichlorohydrin) ที่ถูกนำไปใช้เป็นเรซินในการผลิตกระดาษ โดยทำการสกัดด้วยเทคนิค LLE และทำการตรวจวัดด้วยเทคนิค GC-MS ได้ค่าร้อยละการคืนกลับอยู่ในช่วงร้อยละ 80 ถึง 100 โดยเทคนิคนี้เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่างกระดาษที่มีระดับความชื้นน้อยกว่าร้อยละ 10

ปี ค.ศ. 2006 Gaca และ Wejnerowska<sup>[12]</sup> ได้ทำการเปรียบเทียบเทคนิคการสกัด ECH ในน้ำด้วยเทคนิคการสกัดต่างๆ ได้แก่ static headspace, stripping with adsorption on solid phase, LLE, SPE และ SPME โดยได้ทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC พบว่าการสกัดด้วยเทคนิค SPME มีประสิทธิภาพในการวิเคราะห์สารในระดับปริมาณน้อย (trace analysis) ได้ดีที่สุด เนื่องจากมีค่า LOD ต่ำสุดเมื่อเปรียบเทียบกับเทคนิคอื่น

ปี ค.ศ. 2006 Lasa และคณะ<sup>[7]</sup> ได้หาภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสกัด ECH ในน้ำด้วยเทคนิคการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็งระดับจุลภาคแบบเฮดสเปซ (HS-SPME) แล้วนำไปวิเคราะห์หาปริมาณด้วยเทคนิค GC โดยใช้อุปกรณ์ตรวจวัดเป็น FID และ ECD

ปี ค.ศ. 2007 Lee และคณะ<sup>[10]</sup> ได้ทำการสกัด DCP และ 3-MCPD (3-chloro-1,2-propandiol) ในตัวอย่างขอสถัวเหลือง ด้วยเทคนิค HS-SPME และมีการเติมสารอนุพันธ์ N-methyl-N-(trimethyl silyl)-trifluoroacetamide เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของเส้นใย แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC-MS พบว่าเมื่อปรับปรุงความเที่ยงโดยวิธี internal standard การสกัดด้วยเทคนิค HS-SPME สามารถวิเคราะห์สารกลุ่ม chloropropanols ในสารละลายง่าย รวดเร็ว และมีความแม่นยำ

ปี ค.ศ. 2011 Tao และคณะ<sup>[11]</sup> ได้ทำการสกัด ECH และ DCP ที่ปนเปื้อนในกระบวนการสังเคราะห์ 3-chloro-2-hydroxypropyltrimethylammonium chloride ด้วยเทคนิคเฮดสเปซแก๊สโครมาโทกราฟี (HS-GC) พบว่าค่าร้อยละการคืนกลับอยู่ในช่วงร้อยละ 101 ถึง 104 โดยสามารถนำเทคนิคนี้ไปใช้วิเคราะห์สำหรับการวิจัยเกี่ยวกับกระบวนการสังเคราะห์ของ 3-chloro-2-hydroxypropyltrimethyl ammonium chloride ได้

ปี ค.ศ. 2017 Yan และคณะ<sup>[13]</sup> ได้ทำการวิเคราะห์ ECH และ DCP ในพอลิเอมีนอีพิคลอโรไฮดริน (polyamine epichlorohydrin) ด้วยเทคนิค HS-GC พบว่าค่าร้อยละการคืนกลับอยู่ในช่วงร้อยละ 93.6 ถึง 105.0 ซึ่งเป็นเทคนิคที่เหมาะสมสำหรับวิเคราะห์สารกลุ่มไฮโดรคาร์บอนระเหยที่มีอะตอมของคลอรีนในโมเลกุลใน พอลิเอมีนอีพิคลอโรไฮดริน (polyamine epichlorohydrin)

จากงานวิจัยที่ผ่านมาส่วนใหญ่มีการใช้เทคนิค SPME ในการสกัด ECH และ DCP แต่การวิเคราะห์ ECH และ DCP ใน QUAB 188 ยังไม่เป็นที่นิยมในการศึกษามากนัก ดังนั้น งานวิจัยนี้จึงสนใจวิเคราะห์ ปริมาณ ECH และ DCP ใน QUAB 188 โดยการสกัดด้วยเทคนิค SPME

## 1.4 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

### 1.4.1 QUAB 188

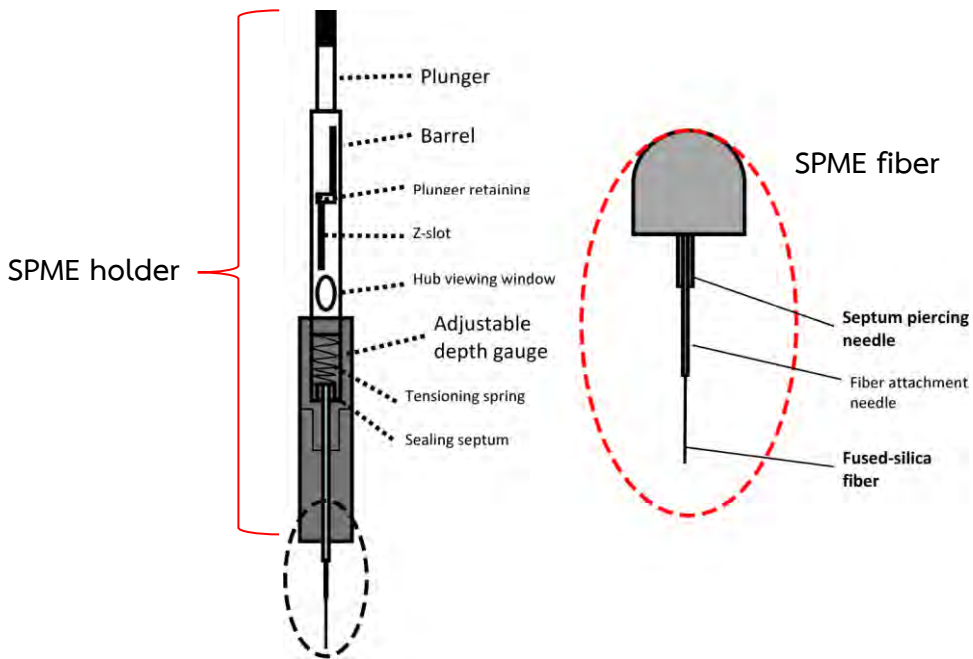
QUAB 188 เป็นชื่อทางการค้าของสารละลายที่มีส่วนประกอบของคลอโรไฮดริน ที่ถูกใช้เป็นสารในการตัดแปรแป้ง โดยการเกิดปฏิกิริยาอีเทอร์ริฟิเคชัน (etherification) ระหว่างคลอโรไฮดริน กับ แป้ง ทำให้ได้แป้งแคทไอออนิก<sup>[4,14]</sup> เพื่อนำไปใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมกระดาษ ซึ่ง QUAB 188 ที่ใช้ในการค้า มี 2 เกรด คือ เกรด 1 มีปริมาณของคลอโรไฮดรินไม่ต่ำกว่าร้อยละ 65 และ เกรด 2 มีปริมาณของคลอโรไฮดรินไม่ต่ำกว่าร้อยละ 69 โดยตารางที่ 1.1 แสดงรายละเอียดคุณลักษณะเฉพาะของ QUAB 188

ตารางที่ 1.1 คุณลักษณะเฉพาะของ QUAB 188<sup>[14]</sup>

องค์ประกอบ	QUAB 188	
	เกรด 1	เกรด 2
ปริมาณของคลอโรไฮดริน	≥65%	≥69%
ปริมาณของอีพอกไซด์	≤500 มิลลิกรัมต่อลิตร	≤500 มิลลิกรัมต่อลิตร
ปริมาณไกลคอล	≤0.8 %	≤0.8 %
Epichlorohydrin (ECH)	≤10 ppm	≤10 ppm
1,3-dichloro-2-propanol (DCP)	≤20 ppm	≤20 ppm
pH	3 - 6	3 - 6
น้ำ	32 - 35 %	28 - 31 %

### 1.4.2 การสกัดระดับจุลภาคด้วยวัฏภาคของแข็ง (SPME)

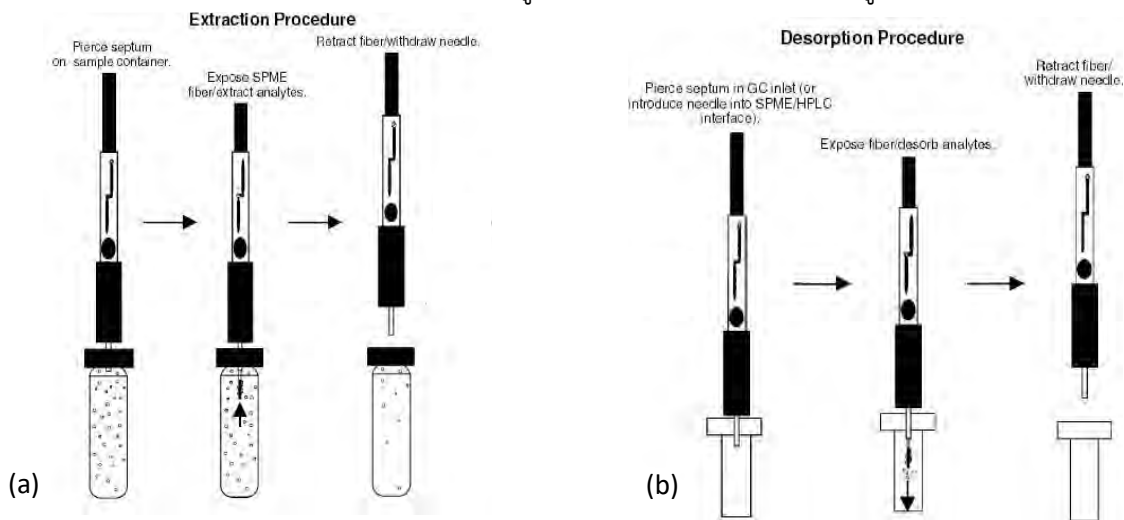
เทคนิคการสกัดระดับจุลภาคด้วยวัฏภาคของแข็ง (solid phase microextraction, SPME) เป็นเทคนิคการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์สารปริมาณน้อย (trace analysis) โดยสามารถสกัด (extraction) และเพิ่มความเข้มข้น (preconcentration) ได้ในขั้นตอนเดียว<sup>[15]</sup> อุปกรณ์สำหรับการสกัดด้วยเทคนิค SPME แสดงดังรูปที่ 1.1 โดยมีส่วนประกอบสำคัญคือ SPME fiber เคลือบด้วยตัวดูดซับ ซึ่งเป็นส่วนสกัดสารที่สนใจออกจากสารตัวอย่าง



รูปที่ 1.1 อุปกรณ์สำหรับเทคนิค SPME<sup>[16]</sup>

1.4.2.1 ขั้นตอนการสกัดด้วยเทคนิค SPME

การสกัดด้วยเทคนิค SPME ประกอบด้วย 2 ขั้นตอน ดังรูปที่ 1.2 ขั้นตอนการสกัดเริ่มจากสารที่สนใจวิเคราะห์จะถูกดูดซับบน SPME fiber ตามความมีขี้หรือไม่มีขี้ระหว่างสารและตัวดูดซับบน SPME fiber โดย SPME fiber ประเภทมีขี้จะดูดซับสารที่มีขี้ ในขณะที่ SPME fiber ประเภทไม่มีขี้จะดูดซับสารที่ไม่มีขี้ ตามหลักการ like-dissolve-like เมื่อทำการดูดซับสารที่สนใจวิเคราะห์ในสภาวะที่เหมาะสมแล้ว จึงทำการคายซับสารออกจาก SPME fiber โดยสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC จะคายซับโดยใช้อุณหภูมิที่ส่วนฉีดยาตัวอย่างของเครื่อง GC ซึ่งสารจะระเหยออกจากตัวดูดซับบน SPME fiber แล้วเข้าสู่ในส่วนของคอลัมน์<sup>[15,17]</sup>



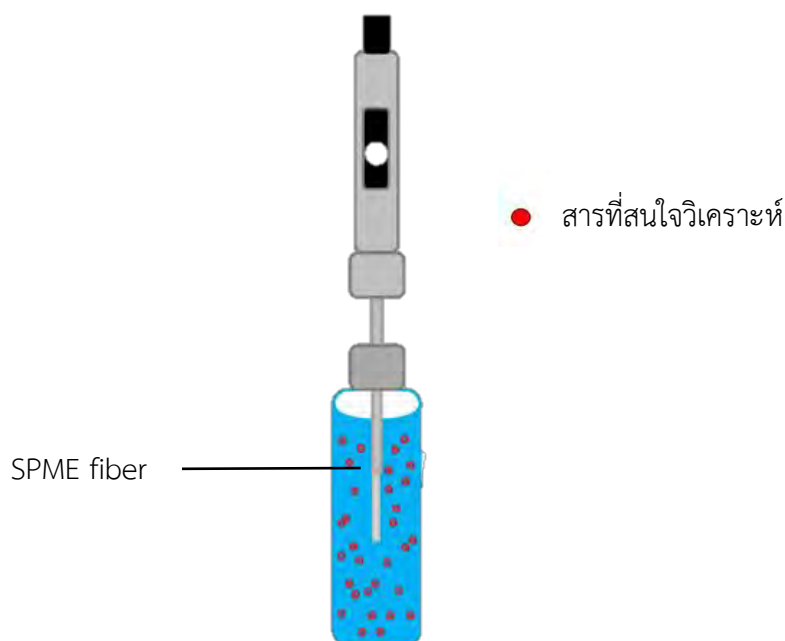
รูปที่ 1.2 การสกัดสารด้วยเทคนิค SPME<sup>[18]</sup> : (a) extraction procedure, (b) desorption procedure

### 1.4.2.2 รูปแบบการสกัด

รูปแบบการสกัดด้วยเทคนิค SPME มีอยู่ 2 รูปแบบ คือ การสกัดแบบโดยตรง (direct immersion) และการสกัดแบบเฮดสเปซ (headspace)

#### (ก) การสกัดระดับจุลภาคด้วยวัฏภาคของแข็งแบบโดยตรง (DI-SPME)

การสกัดระดับจุลภาคด้วยวัฏภาคของแข็งแบบโดยตรง (direct immersion solid phase microextraction, DI-SPME) เป็นการสกัดที่ให้ SPME fiber สัมผัสกับสารละลายตัวอย่างโดยตรง ดังรูปที่ 1.3 หลักในการสกัดจะอาศัยการแพร่ของสารที่สนใจวิเคราะห์จากตัวอย่างที่มีความเข้มข้นสูงไปสู่ตัวดูดซับบน SPME fiber ที่มีความเข้มข้นต่ำกว่า จนกระทั่งการแพร่เข้าสู่สภาวะสมดุล เหมาะสำหรับสกัดสารที่ระเหยกลายเป็นไอได้ต่ำจนถึงปานกลาง ซึ่งโดยส่วนใหญ่เทคนิค DI-SPME ให้ประสิทธิภาพในการสกัดที่ดีกว่าเทคนิค HS-SPME



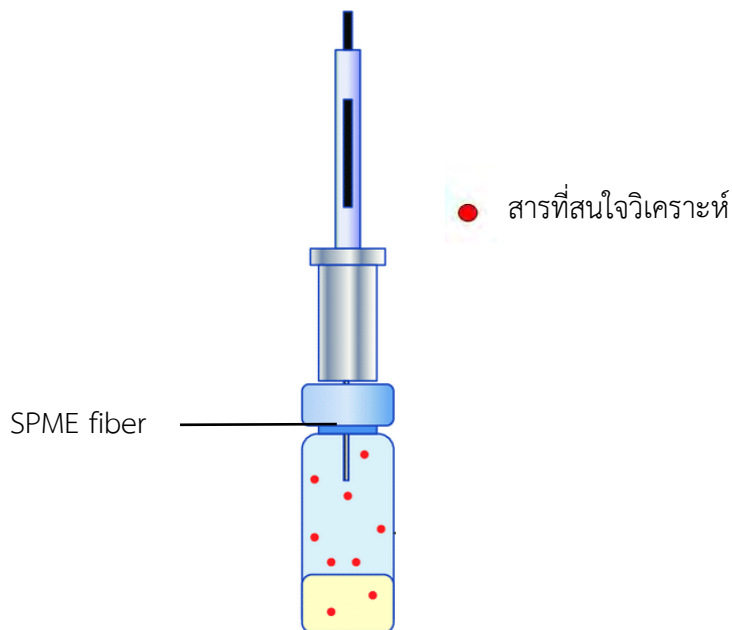
รูปที่ 1.3 การสกัดสารด้วยเทคนิค DI-SPME

#### (ข) การสกัดด้วยวัฏภาคของแข็งระดับจุลภาคแบบเฮดสเปซ (HS-SPME)

การสกัดด้วยวัฏภาคของแข็งระดับจุลภาคแบบเฮดสเปซ (headspace–solid-phase microextraction, HS-SPME) เป็นการสกัดที่ให้ SPME fiber อยู่ในส่วนของช่องว่างเหนือสารละลายหรือบริเวณเฮดสเปซ ดังรูปที่ 1.4 โดยสารที่สนใจวิเคราะห์จะระเหยออกจากตัวอย่างและแพร่ไปยังบริเวณเฮดสเปซ หลังจากนั้นสารที่สนใจวิเคราะห์จะแพร่ไปยังตัวดูดซับ โดยการแพร่ของสารจะเกิดอย่างต่อเนื่องจนกระทั่งเข้าสู่สภาวะสมดุล เป็นเทคนิคที่เหมาะสมสำหรับวิเคราะห์สารที่ระเหยง่ายหรือสารกึ่งระเหย และยัง



เหมาะกับตัวอย่างที่เป็นของแข็งและเมทริกซ์ที่สากปรักมาก<sup>[19]</sup> เนื่องจาก SPME fiber ไม่ได้สัมผัสกับตัวอย่างโดยตรง ทำให้มีความสะอาดมากกว่าเทคนิค DI-SPME ซึ่งถือเป็นการช่วยเพิ่มอายุการใช้งานของ SPME fiber



รูปที่ 1.4 การสกัดสารด้วยเทคนิค HS-SPME

#### 1.4.2.3 ปัจจัยที่มีผลต่อการสกัด

##### (ก) ชนิดของ SPME fiber

ในการสกัดด้วยเทคนิค SPME สารที่สนใจวิเคราะห์จะถูกดูดซับด้วยตัวดูดซับบน SPME fiber ดังนั้นจึงต้องมีการเลือกชนิดของ SPME fiber ให้เหมาะสมกับมวลโมเลกุล ขนาด และความมีขั้วของสารที่สนใจวิเคราะห์<sup>[15]</sup> โดยตัวอย่างชนิดของ SPME fiber ในทางการค้าแสดงดังตารางที่ 1.2

ตารางที่ 1.2 ชนิดของ SPME fiber ที่ใช้ในทางการค้า<sup>[20]</sup>

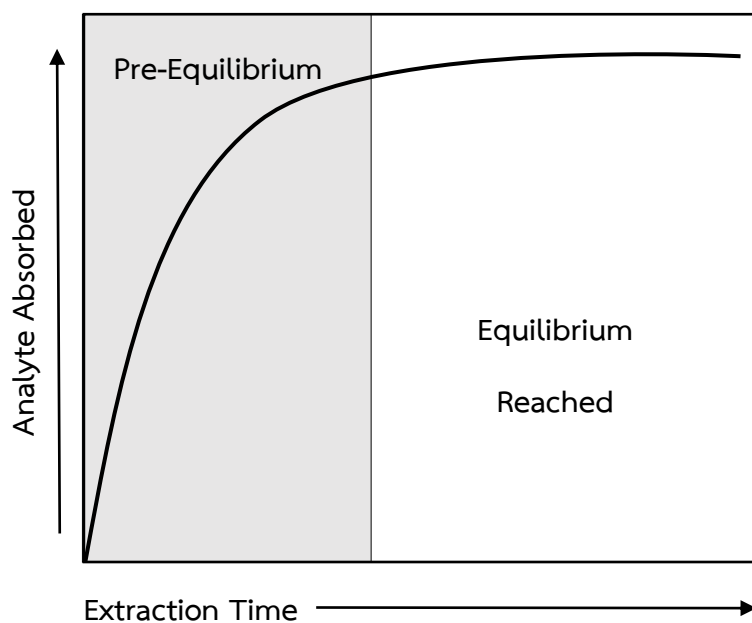
Fiber coating	Film thickness ( $\mu\text{m}$ )	Polarity	Analyte Type
Polydimethylsiloxane (PDMS)	100	Non-polar	Volatiles
PDMS-DVB	65	Bipolar	Polar volatiles
Polyacrylate (PA)	85	Polar	Polar semi-volatiles
Carboxen-PDMS	85	Bipolar	Gases and volatiles
Carbowax-DVB	65	Polar	Polar analytes
DVB-PDMS-Carboxen	50/30	Bipolar	Odours and flavours

### (ข) อุณหภูมิในการสกัด

อุณหภูมิมีผลต่อจลนศาสตร์การสกัด (extraction kinetics) และอัตราการแพร่ (diffusion rate) โดย การเพิ่มอุณหภูมิในการสกัด จะช่วยเร่งจลนศาสตร์การสกัด และเพิ่มอัตราการแพร่ ซึ่งเพิ่มการถ่ายเทมวลของ สารที่ต้องการสกัดไปสู่ตัวทำละลาย ทำให้อัตราเร็วในการสกัดเพิ่มขึ้น แต่การที่อุณหภูมิในการสกัดสูงขึ้น อาจจะทำให้สารอื่นที่ไม่ต้องการจะถูกสกัดออกมาด้วย ส่งผลให้ความจำเพาะในการสกัดลดลง นอกจากนี้ อุณหภูมิที่สูงขึ้นจะลดค่าสัมประสิทธิ์การกระจายตัว และลดปริมาณของสารที่สนใจวิเคราะห์ที่จุดสมดุลในการ สกัด

### (ค) เวลาในการสกัด

เพื่อให้การสกัดมีความไวของการวิเคราะห์ (sensitivity) ควรทำการสกัดที่เวลาที่สารมีการแพร่เข้าสู่ SPME fiber จนคงที่ กล่าวคือการแพร่เข้าสู่สถานะสมดุล<sup>[21]</sup> ซึ่งจะทำให้สารที่อยู่บน SPME fiber มีปริมาณ มากกว่าช่วงก่อนถึงจุดสมดุล (pre-equilibrium) ดังแสดงในรูปที่ 1.5 จะเห็นว่าเวลาในการสกัดแปรผันตรง กับการแพร่เข้าสู่สมดุล ดังนั้นเพื่อประสิทธิภาพในการสกัดที่ดี ควรใช้เวลาสำหรับการสกัดที่น้อยที่สุดที่สารเข้า สู่สถานะสมดุลในการแพร่

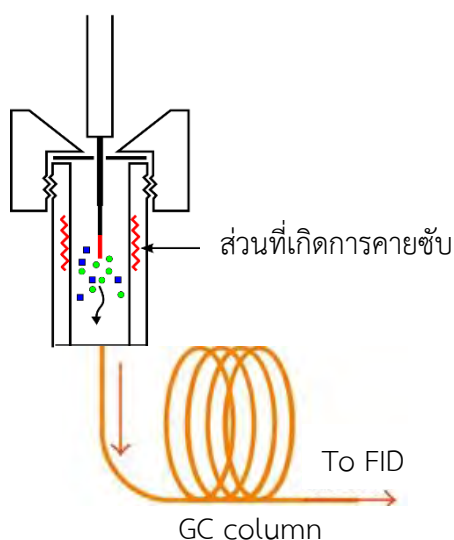


รูปที่ 1.5 ความสัมพันธ์ของเวลาในการสกัดเพื่อวิเคราะห์การดูดซับบนเส้นใย

### (ง) เวลาในการคายซับ

เวลาในการคายซับสำหรับการสกัดด้วยเทคนิค SPME และวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC-FID คือเวลาที่ใช้คายซับสารออกจาก SPME fiber ที่ส่วนฉีดสารตัวอย่างของเครื่อง GC-FID ซึ่งสารจะระเหยออกจากตัวดูดซับบน SPME fiber แล้วเข้าสู่ในส่วนของคอลัมน์ ดังรูปที่ 1.6 เมื่อเพิ่มระยะเวลาการคายซับสารสามารถระเหยออกจาก SPME fiber ได้มากขึ้น เป็นผลให้ peak area มีค่าเพิ่มขึ้น แต่ลักษณะของพีคอาจไม่สมมาตร หรือพีคของสารกว้างขึ้น (band broadening) ทำให้ความสูงของพีคลดลง เนื่องจากสารเคลื่อนที่เข้าสู่คอลัมน์ในเวลาที่แตกต่างกัน โดยสารบางส่วนเคลื่อนเข้าสู่ภายในคอลัมน์แล้ว ในขณะที่บางส่วนเพิ่งระเหยออกมาอยู่ในส่วนฉีดสารของเครื่อง แล้วเข้าสู่คอลัมน์ในภายหลัง ดังนั้นเวลาในการคายซับที่เหมาะสม ควรเลือกเวลาที่ทำให้ peak area มาก แต่พีคสารยังคงมีลักษณะที่แคบและสมมาตร

นอกจากนี้เวลาในการคายซับที่มากขึ้น อาจส่งผลให้เกิดผลบวกปลอม (false positive) ซึ่งเป็นผลของการปนเปื้อนจากส่วนตกค้างการฉีดสารตัวอย่างก่อนหน้า (carry over) เข้าสู่คอลัมน์ได้มากขึ้น ทำให้ผลการวิเคราะห์เกิดความคลาดเคลื่อน



รูปที่ 1.6 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SPME-GC-FID

### (จ) การเติมเกลือ

เกลือมีส่วนช่วยทำให้ค่า ionic strength ของสารละลายเพิ่มมากขึ้น จึงทำให้ความสามารถของการละลายของสารที่ต้องการวิเคราะห์ลดลงและสารแพร่มาอยู่บนตัวดูดซับได้มากขึ้น สารจะถูกดูดซับบน SPME fiber มากขึ้น ส่งผลให้ประสิทธิภาพในการสกัดดีขึ้น อย่างไรก็ตามประสิทธิภาพในการสกัดอาจลดลง หากมีการเติมเกลือมากเกินไป เนื่องจากสารละลายเกิดการอิมิตัว ส่งผลให้เกลือที่ละลายได้ไม่หมดไปขัดขวางการแพร่ของสารจากสารละลายไปสู่ SPME fiber จึงต้องมีการเลือกปริมาณในการเติมเกลือที่เหมาะสม เพื่อให้ประสิทธิภาพในการสกัดดีที่สุด

### 1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้วิธีการวิเคราะห์ปริมาณ ECH และ DCP ใน QUAB 188 โดยการสกัดด้วยเทคนิค SPME และวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC-FID

## บทที่ 2 การทดลอง

### 2.1 เครื่องมือ และอุปกรณ์

1. เครื่อง GC-FID ยี่ห้อ Agilent รุ่น 6890
2. Microsyringe
3. เครื่องวัดพีเอช
4. เครื่องให้ความร้อน (hot plate stirrer)
5. ขวด Vial ขนาด 1 มิลลิลิตร
6. เทอร์โมมิเตอร์
7. ขวดสีชาสำหรับสกัดขนาด 10 มิลลิลิตร
8. SPME fiber ชนิดต่างๆ ได้แก่ 85µm Carboxen/polydi-methylsiloxane (CAR/PDMS), 50/30µm divinylbenzene/Carboxen on polydimethylsiloxane (DVB/CAR/PDMS) และ 65µm polydimethylsiloxane/divinylbenzene (PDMS/DVB)
9. SPME holder
10. ปิเปตต์
11. magnetic stirrer bar

### 2.2 สารเคมี

1. 1,3-ไดคลอโร-2-โพรพานอล (99.87%, 1,3-dichloro-2-propanol, DCP, LGC Labor GmbH, Germany)
2. อีพิคลอโรไฮดริน (99.90%, epichlorohydrin, ECH, Sigma-Aldrich, Switzerland)
3. เมทานอล (methanol, Merck, Germany)
4. เกลือโซเดียม ซัลเฟต แอนไฮไดรรัส (sodium sulfate anhydrous, Ajax finechem, Australia)

## 2.3 วิธีการทดลอง

### 2.3.1 การเตรียมสารละลาย

#### 2.3.1.1 สารละลายมาตรฐานเข้มข้น (stock solution)

เตรียมสารละลายมาตรฐานของ ECH และ DCP ที่ความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยละลาย ECH เข้มข้น 99.90% หรือ DCP เข้มข้น 99.87% ปริมาตร 10 ไมโครลิตร ในเมทานอลจนมีปริมาตรรวม 10 มิลลิตร

#### 2.3.1.2 สารละลายมาตรฐานผสมที่มีความเข้มข้นต่างๆ (working standard solution)

เตรียมสารละลายมาตรฐานผสม ECH และ DCP ความเข้มข้น 500 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานเข้มข้นของ ECH และ DCP ปริมาตร 750 ไมโครลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยเมทานอลจนมีปริมาตรรวม 1.5 มิลลิตร

เตรียมสารละลายมาตรฐานผสมที่มีความเข้มข้นของ ECH 10 มิลลิกรัมต่อลิตร และ DCP 20 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานเข้มข้นของ ECH ปริมาตร 15 ไมโครลิตร และ DCP ปริมาตร 30 ไมโครลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยเมทานอลจนมีปริมาตรรวม 1.5 มิลลิตร

### 2.3.2 การวิเคราะห์ ECH และ DCP ด้วยเทคนิค GC-FID

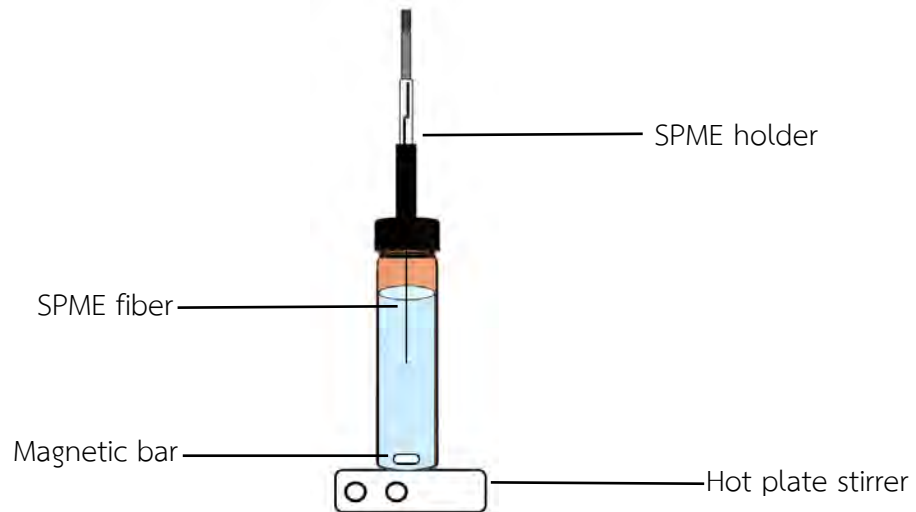
การวิเคราะห์ ECH และ DCP เพื่อศึกษาประสิทธิภาพการสกัดด้วยเทคนิค DI-SPME ใช้การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC-FID โดยภาวะในการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 2.1

#### ตารางที่ 2.1 ภาวะในการวิเคราะห์ ECH และ DCP ด้วยเทคนิค GC-FID

Column	DB-5, 30m x 0.25mm ID, 0.25 $\mu$ m film
Carrier Gas	Helium, Constant flow mode, 1mL/min
Inlet	240 °C, splitless 1min
Oven	50 – 150 °C at 10°C/min
Detector	FID, 240 °C
Detector Gas	H <sub>2</sub> 30 mL/min, air 300 mL/min, Makeup (N <sub>2</sub> ) 25 mL/min

### 2.3.3 การสกัดด้วยเทคนิค DI-SPME

นำสารละลายตัวอย่างปริมาตร 1.5 มิลลิลิตร ใส่ลงใน vial ขนาด 2 มิลลิลิตร มาทำการสกัดแบบ DI-SPME โดยจัดตั้งอุปกรณ์สำหรับการสกัด ดังรูปที่ 2.1 โดยทำการสกัดที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 30 นาที โดยคนสารละลายตลอดเวลา จากนั้นทำการคายซับสาร จาก SPME fiber ที่ส่วนฉีดสารตัวอย่างของเครื่อง GC-FID ที่อุณหภูมิ 240 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 นาที



รูปที่ 2.1 การตั้งอุปกรณ์สำหรับสกัดสารตัวอย่างด้วยเทคนิค DI-SPME

### 2.3.4 การศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการสกัดด้วยเทคนิค DI-SPME

ในการศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการสกัดด้วยเทคนิค DI-SPME ใช้สารละลายมาตรฐานผสมที่มีความเข้มข้นของ ECH 10 มิลลิกรัมต่อลิตร และ DCP 20 มิลลิกรัมต่อลิตร

#### 2.3.4.1 ชนิดของ SPME fiber

สกัดสารละลายมาตรฐานผสมของ ECH และ DCP ด้วยเทคนิค DI-SPME ตามวิธีการทดลองในข้อ 2.3.3 ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที โดยศึกษา SPME fiber ทั้งหมด 3 ชนิด ได้แก่ 85 $\mu$ m Carboxane/polydimethylsiloxane (CAR/PDMS), 50/30 $\mu$ m divinylbenzene/Carboxen on polydimethylsiloxane (DVB/CAR/PDMS) และ 65 $\mu$ m polydimethylsiloxane/divinylbenzene (PDMS/DVB)

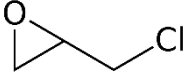
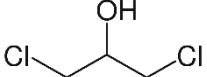
#### 2.3.4.2 อุณหภูมิในการสกัด

สกัดสารละลายมาตรฐานผสมของ ECH และ DCP ด้วยเทคนิค DI-SPME ตามวิธีการทดลองในข้อ 2.3.3 โดยทำการสกัดที่อุณหภูมิต่างๆ ได้แก่ อุณหภูมิห้อง, 40 และ 50 องศาเซลเซียส

บทที่ 3

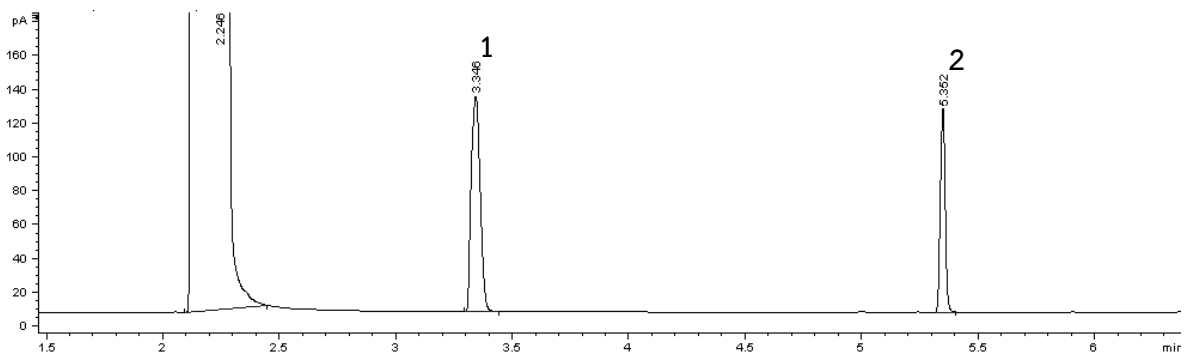
ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

ตารางที่ 3.1 คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของ ECH และ DCP <sup>[22-23]</sup>

	ECH	DCP
สูตรโครงสร้าง		
จุดเดือด (°C)	116.0	175.0
จุดหลอมเหลว (°C)	-57.2	-4.0
มวลโมเลกุล (g/mol)	92.52	128.98
ความหนาแน่น	1.18 g/mL ที่ 20 °C	1.36 g/mL ที่ 20 °C
การละลายในน้ำ	60 g/L ที่อุณหภูมิ 20 °C	110 g/L ที่อุณหภูมิ 20 °C
ค่าความดันไอ	16.5 hPa ที่อุณหภูมิ 20 °C	0.72 hPa ที่อุณหภูมิ 20 °C



### 3.1 การวิเคราะห์ ECH และ DCP ด้วยเทคนิค GC-FID

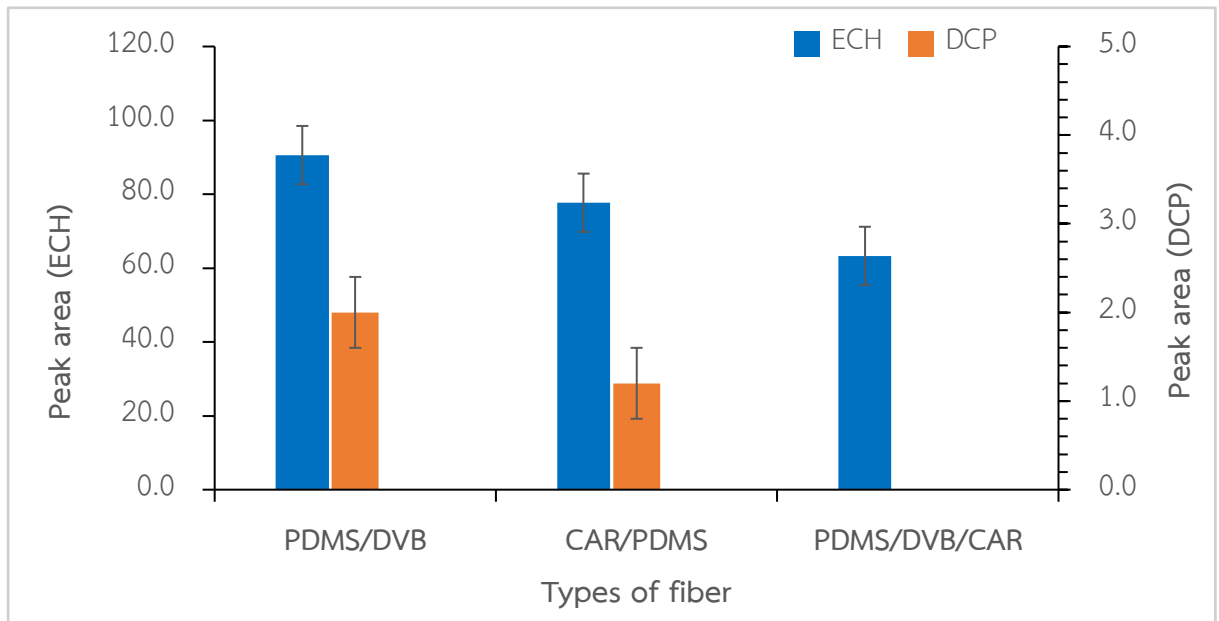


รูปที่ 3.1 โครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐาน ECH และ DCP 500 มิลลิกรัมต่อลิตร (พีคในโครมาโทแกรม (1) ECH , (2) DCP)

จากการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานผสมของ ECH และ DCP ความเข้มข้น 500 มิลลิกรัมต่อลิตร ด้วยเทคนิค GC-FID โดยใช้ภาวะในการวิเคราะห์ดังตารางที่ 2.2 ได้โครมาโทแกรมดังรูปที่ 3.1 โดยใช้เวลาในการวิเคราะห์ 11 นาที เวลาของสารที่แยกออกมา (retention time) คือ ECH ที่เวลา 3.35 นาที และ DCP ที่เวลา 5.35 นาที เนื่องจากการวิเคราะห์ใช้เทคนิค GC-FID และใช้คอลัมน์ชนิด DB-5 (5% phenyl, 95% methyl polysiloxane) ซึ่งเป็นเฟสคงที่ (stationary phase) ที่ไม่มีขั้ว<sup>[24]</sup> โดยจะเกิดอันตรกิริยา (interaction) กับสารด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ (Van der Waals force) จากสมบัติทางเคมี ECH สามารถเกิดอันตรกิริยากับเฟสคงที่ได้น้อยกว่า DCH ดังนั้น ECH จึงเคลื่อนที่ออกจากคอลัมน์ก่อน ตามด้วย DCP

### 3.2 การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสกัดด้วยเทคนิค DI-SPME

#### 3.2.1 ชนิดของ SPME fiber

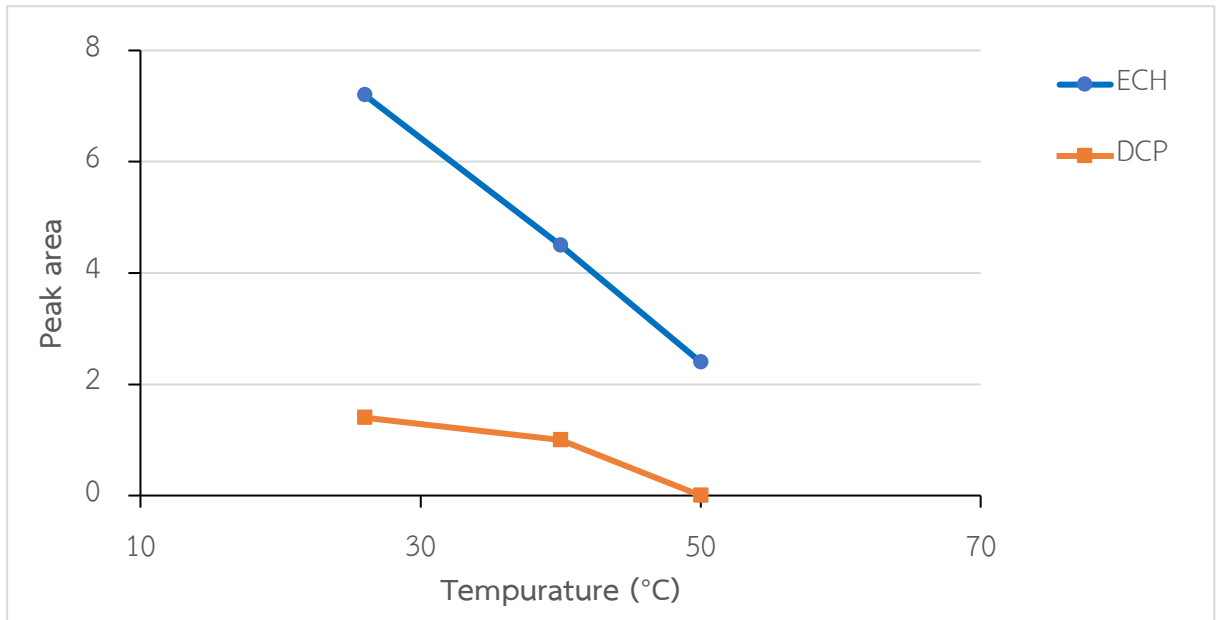


รูปที่ 3.2 ผลของชนิดของ SPME fiber ต่อประสิทธิภาพการสกัด ECH และ DCP ด้วยเทคนิค DI-SPME

ชนิดของ SPME fiber ที่ทำการศึกษา พิจารณาจากความมีขั้วของสารที่สนใจวิเคราะห์<sup>[25]</sup> ซึ่ง ECH และ DCP มีความเป็นขั้วเล็กน้อย จึงทำการศึกษา SPME fiber 3 ชนิดที่มีตัวดูดซับที่เหมาะสมกับการสกัดสารที่มีขั้วน้อย ได้แก่ PDMS/DVB, DVB/CAR/PDMS และ CAR/PDMS จากกราฟในรูปที่ 3.2 พบว่า SPME fiber ชนิด PDMS/DVB ให้ประสิทธิภาพในการสกัด ECH และ DCP ได้ดีที่สุด เนื่องจากความมีขั้วต่ำที่สุด ซึ่งเหมาะกับสภาพขั้วของ ECH และ DCP โดยความมีขั้วของ SPME fiber สามารถเรียงลำดับจากมากไปน้อย ได้ดังนี้ PDMS/DVB, DVB/CAR/PDMS และ CAR/PDMS<sup>[26-29]</sup> โดย SPME fiber ชนิด PDMS/DVB ความหนา 65 $\mu\text{m}$  ให้ประสิทธิภาพในการสกัดที่ดีที่สุด แต่เมื่อใช้ DVB/CAR/PDMS ที่เคลือบ DVB ด้วยความหนา 50 $\mu\text{m}$  และเคลือบ Carboxen หนา 30 $\mu\text{m}$  ทำให้ประสิทธิภาพการสกัด ECH และ DCP ลดลง นอกจากนี้จะเห็นว่า SPME fiber ทั้ง 3 ชนิด สกัด DCP ได้ปริมาณน้อย อาจเนื่องจาก DCP สามารถละลายอยู่ในเมทานอลซึ่งเป็นตัวทำละลายได้ดี ทำให้ SPME fiber สกัด DCP ออกจากสารละลายได้น้อย

ดังนั้นทำการเลือกใช้ SPME fiber ชนิด PDMS/DVB ในการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสกัดด้วยเทคนิค DI-SPME

### 3.2.2 อุณหภูมิในการสกัด



รูปที่ 3.3 ผลของอุณหภูมิต่อประสิทธิภาพการสกัด ECH และ DCP ด้วยเทคนิค DI-SPME

จากรูปที่ 3.3 เมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิของการสกัดจาก อุณหภูมิห้อง เป็น 40 องศาเซลเซียส และ 50 องศาเซลเซียส ตามลำดับ พบว่าประสิทธิภาพในการสกัด ECH และ DCP ด้วยเทคนิค DI-SPME ลดลง ซึ่งอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการสกัด ECH และ DCP ด้วยเทคนิค DI-SPME คือ อุณหภูมิห้อง เนื่องจากสารมีความดันไอสูง จึงสามารถเกิดการคายซับออกจาก SPME fiber ที่อุณหภูมิสูงขึ้นได้ ส่งผลให้สารที่ถูกดูดซับบน SPME fiber มีปริมาณน้อยกว่าเมื่อเทียบกับการสกัดสารที่อุณหภูมิต่ำ นอกจากนี้ลักษณะกราฟของ ECH มีความชันมากกว่ากราฟของ DCP เนื่องจาก ECH มีความดันไอมากกว่า DCP ทำให้เมื่อเพิ่มอุณหภูมิ ECH จะเกิดการคายซับออกจาก SPME fiber ได้มากกว่า

ดังนั้นเลือกสกัด ECH และ DCP ด้วยเทคนิค DI-SPME ที่อุณหภูมิห้อง

## บทที่ 4

### สรุปผลการทดลอง

จากการวิเคราะห์หาปริมาณ ECH และ DCP ใน QUAB 188 โดยการสกัดด้วยเทคนิค DI-SPME และวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC-FID ผลการศึกษาพบว่าภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสกัดสาร ECH และ DCP ด้วยเทคนิค DI-SPME คือ การใช้ SPME fiber ชนิด PDMS/DVB ที่มีความเป็นขี้ผึ้งใกล้เคียงกับ ECH และ DCP และทำการสกัดที่อุณหภูมิห้อง เนื่องจาก ECH และ DCP จะเกิดการคายซับออกจาก SPME fiber เมื่อสารละลายมีอุณหภูมิสูงขึ้น

เนื่องด้วยระยะเวลาในการทำวิจัยที่จำกัด รวมถึงปัญหาต่างๆ ที่เกิดขึ้นระหว่างการทดลอง ทำให้ผู้วิจัยไม่สามารถศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพในการสกัดแบบ DI-SPME ได้ครบถ้วน ดังนั้นเพื่อให้วิธีวิเคราะห์มีประสิทธิภาพดีขึ้น อาจมีการปรับเปลี่ยนตัวทำละลาย เพื่อให้สามารถสกัด DCP ได้ดีขึ้น ทำการศึกษาเวลาที่ใช้ในการสกัด เวลาในการคายซับ และการเติมเกลือ เพื่อให้ได้ภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสกัด ECH และ DCP ด้วยเทคนิค DI-SPME นอกจากนี้ควรมีการนำสถานะที่ได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณของ ECH และ DCP ที่มีอยู่ใน QUAB 188 เพื่อทดสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์และนำไปใช้งานได้จริง

## เอกสารอ้างอิง

- [1.] Y. F. Chen, L. Kaur, J. Singh, *Chemical Modification of Starch*, in: S. Malin, N. Lars (Eds.), *Starch in Food*, Woodhead Publishing, Cambridge, 2018, pp. 283-321.
- [2.] W. J. Lim, Y. T. Liang, P. A. Seib, Cationic Oat Starch: Preparation and effect on paper strength, *Cereal Chemistry*, 1992, 69(3), 237-239.
- [3.] W. Nachtergaele, The benefits of cationic starches for the paper industry, *Starch*, 1989, 41, 27-31.
- [4.] กล้าณรงค์ ศรีรอด และ เกื้อกุล ปิยะจอมขวัญ, เทคโนโลยีแป้ง, สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, กรุงเทพมหานคร, 2546.
- [5.] N. Shah, R. K. Mewada, T. Mehta, Crosslinking of starch and its effect on viscosity behavior, *Reviews in Chemical Engineering*, 2016, 32(2), 265-270.
- [6.] H.Y. Kim, S.B. Lee, K.T. Lim, M.K. Kim, J.C. Kim, Subchronic inhalation toxicity study of 1, 3-dichloro-2-propanol in rats, *Annals of Occupational Hygiene*, 2007, 51, 633-643.
- [7.] M. Lasa, R. Garcia, E. Millán, A convenient method for epichlorohydrin determination in water using headspace-solid-phase microextraction and gas chromatography, *Journal of Chromatographic Science*, 2006, 44, 438-443.
- [8.] L. Boden, M. Lundgren, K. E. Stensiö, M. Gorzynski, Determination of 1,3-dichloro-2-propanol and 3-chloro-1,2-propanediol in papers treated with polyamidoamine-epichlorohydrin wet-strength resins by gas chromatography-mass spectrometry using selective ion monitoring, *Journal of Chromatography A*, 1997, 788, 195-203.
- [9.] R. L. Pesselman and M. J. Feit, Determination of residual epichlorohydrin and 3-chloropropanediol in water by gas chromatography with electron-capture detection, *Journal of Chromatography*, 1988, 439, 448-452.
- [10.] M.R. Lee, T.C. Chiu, J. Dou, Determination of 1,3-dichloro-2-propanol and 3-chloro-1,2-propandiol in soy sauce by headspace derivatization solid-phase microextraction combined with gas chromatography-mass spectrometry, *Analytica Chimica Acta*, 2007, 591, 167-172.
- [11.] Z.Y. Tao, X.S. Chai, S.B. Wu, Determination of epichlorohydrin and 1,3-dichloro-2-propanol in synthesis of cationic etherifying reagent by headspace gas chromatography, *Journal of Chromatography A*, 2011, 1218, 6518-6521.

- [12.] J. Gaca and G. Wejnerowska, Determination of epichlorohydrin in water and sewage samples, *Talanta*, 2006, 70(5), 1044-1050.
- [13.] N. Yan, X. F. Wan, X. S. Chai, R. Q. Chen, Determination of chlorinated volatile organic compounds in polyamine epichlorohydrin solution by headspace gas chromatography, *Journal of Chromatography A*, 2017, 1496, 163-166.
- [14.] QUAB Chemicals, QUAB 188, [https://www.quab.com/products\\_quab188\\_general.html](https://www.quab.com/products_quab188_general.html) (accessed January 30, 2020).
- [15.] G. Ouyang, R. Jiang, *Solid Phase Microextraction Recent Developments and Applications*, Springer, Berlin, Germany, 2017.
- [16.] Z. Zhang, M. J. Yang, J. Pawliszyn, Solid-Phase Microextraction: A solvent-free alternative for sample preparation, *Analytical Chemistry*, 1994, 66(17), 847A.
- [17.] S. A. Wercinski, *Solid Phase Microextraction: A Practical Guide*, CRC Press, New York, USA, 1999.
- [18.] M. Ormsby, Analysis of laminated documents using solid phase microextraction, *Journal of the American Institute for Conservation*, 2013, 44, 13-26.
- [19.] ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, เทคนิคการสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็ง ปริมาณน้อย, <http://u8.psu.ac.th/blog/sci-discus/17227> (accessed February 10, 2020).
- [20.] G. Vas, K. Vekey, Solid-phase microextraction: a powerful sample preparation tool prior to mass spectrometric analysis, *Journal of Mass Spectrometry*, 2004, 39, 233-254.
- [21.] Merck, SPME for GC Analysis, [https://www.sigmaaldrich.com/content/dam/sigma-aldrich/docs/Sigma-Aldrich/General\\_Information/1/spme-gc-brochure.pdf](https://www.sigmaaldrich.com/content/dam/sigma-aldrich/docs/Sigma-Aldrich/General_Information/1/spme-gc-brochure.pdf) (accessed April 4, 2020).
- [22.] ฐานความรู้เรื่องความปลอดภัยด้านสารเคมี, Epichlorohydrin, <http://www.chemtrack.org/MSDSSG/Merck/msdse/8032/803296.htm> (accessed April 15, 2020).
- [23.] Merck, 1,3-Dichloro-2-propanol, [https://www.merckmillipore.com/TH/en/product/msds/MDA\\_CHEM-803030](https://www.merckmillipore.com/TH/en/product/msds/MDA_CHEM-803030) (accessed April 15, 2020).
- [24.] Agilent, DB-5 Columns, <https://www.agilent.com/en/product/gc-columns/standard-polydimethylsiloxane-gc-columns/db-5-columns> (accessed May 20, 2020).
- [25.] Merck, Selecting the appropriate SPME fiber coating—effect of analyte molecular weight and polarity, <https://www.sigmaaldrich.com/technical-documents/article/reporter-eu/selecting-the-appropriate.html> (accessed April 3, 2020).

- [26.] Merck, SPME for GC Analysis, [https://www.sigmaaldrich.com/content/dam/sigmaaldrich/docs/Sigma-Aldrich/General\\_Information/1/spme-gc-brochure.pdf](https://www.sigmaaldrich.com/content/dam/sigmaaldrich/docs/Sigma-Aldrich/General_Information/1/spme-gc-brochure.pdf) (accessed April 4, 2020).
- [27.] S. Moldoveanu and V. David, Solid phase microextraction, in: *Modern Sample Preparation for Chromatography*, Elsevier, New York, 2015, pp. 271.
- [28.] W. Mani, Applications of Solid Phase Microextraction, in: J. Pawliszyn (Eds.), *Applications of solid phase microextraction*, Royal Society of Chemistry, Cambridge, 1999, pp. 57-72.
- [29.] G. C. Slack, N. H. Snow, D. Kou, Extraction of volatile organic compounds from solids and liquids, in: S. Mitra (Eds.), *Sample Preparation Techniques in Analytical Chemistry*, John Wiley & Sons, New Jersey, 2003, pp. 183-226.

## ภาคผนวก

ตารางที่ ก.1 ผลการสกัดแบบ DI-SPME โดย SPME fiber ที่แตกต่างกัน 3 ชนิด

ชนิดของ SPME fiber	Peak area							
	ECH				DCP			
	1	2	3	เฉลี่ย	1	2	3	เฉลี่ย
CAR/PDMS	67.0	83.8	82.2	77.7	1.1	1.2	1.4	2.0
PDMS/DVB	92.2	87.5	92.0	90.6	2.3	2.0	1.7	1.2
DVB/CAR/PDMS	58.4	56.6	74.9	63.3	-	-	-	-

## หมายเหตุ

ภาวะการสกัด DI-SPME : ปริมาตรสารละลายตัวอย่าง 1.5 มิลลิลิตร โดยมี ECH ที่ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร และ DCP 20 มิลลิกรัมต่อลิตร เวลาที่ใช้สกัด 30 นาที ที่อุณหภูมิห้อง และเวลาในการคายซับ 1 นาที

ตารางที่ ก.2 ผลการสกัดแบบ DI-SPME ที่อุณหภูมิในการสกัดแตกต่างกัน

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	Peak area							
	ECH				DCP			
	1	2	3	เฉลี่ย	1	2	3	เฉลี่ย
26.5 (อุณหภูมิห้อง)	6.7	6.4	8.4	7.2	1.5	1.3	1.5	1.4
40	3.3	3.1	7.1	4.5	1	1	1.1	1.0
50	3.3	2.3	1.7	2.4	-	-	-	-

## หมายเหตุ

ภาวะการสกัด DI-SPME : ปริมาตรสารละลายตัวอย่าง 1.5 มิลลิลิตร โดยมี ECH ที่ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร และ DCP 20 มิลลิกรัมต่อลิตร SPME fiber ชนิด PDMS/DVB เวลาที่ใช้สกัด 30 นาที และเวลาในการคายซับ 1 นาที



### ประวัติผู้วิจัย

นางสาวสุนันชัญญา สารไชย เกิดเมื่อวันที่ 15 เดือนพฤศจิกายน พ.ศ. 2540 ที่จังหวัดยโสธร สำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมศึกษาตอนปลายจากโรงเรียนจุฬารัตนราชวิทยาลัย จังหวัดมุกดาหาร เมื่อปีการศึกษา 2558 เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2559 ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้ บ้านเลขที่ 6 หมู่ที่ 6 ตำบลกกแดง อำเภอนิคมน้ำอ้อย จังหวัดมุกดาหารรหัสไปรษณีย์ 49130 อีเมล sunutiyasarachai@gmail.com