

บทที่ 4

ผลการทดลอง

ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์สารประกอบออร์กาโนคลอรีน

1. หาสภาวะเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี-อิเล็กตรอนแคปเจอร์ (GC-ECD) ผลการศึกษาเมื่อนิโคตติลอะลาไนด์ออร์กาโนคลอรีนผสมความเข้มข้น 10 ppb และ 2,4,5,6-tetrachloro-*m*-xylene ความเข้มข้น 100 ppb ที่สภาวะของเครื่องดังต่อไปนี้

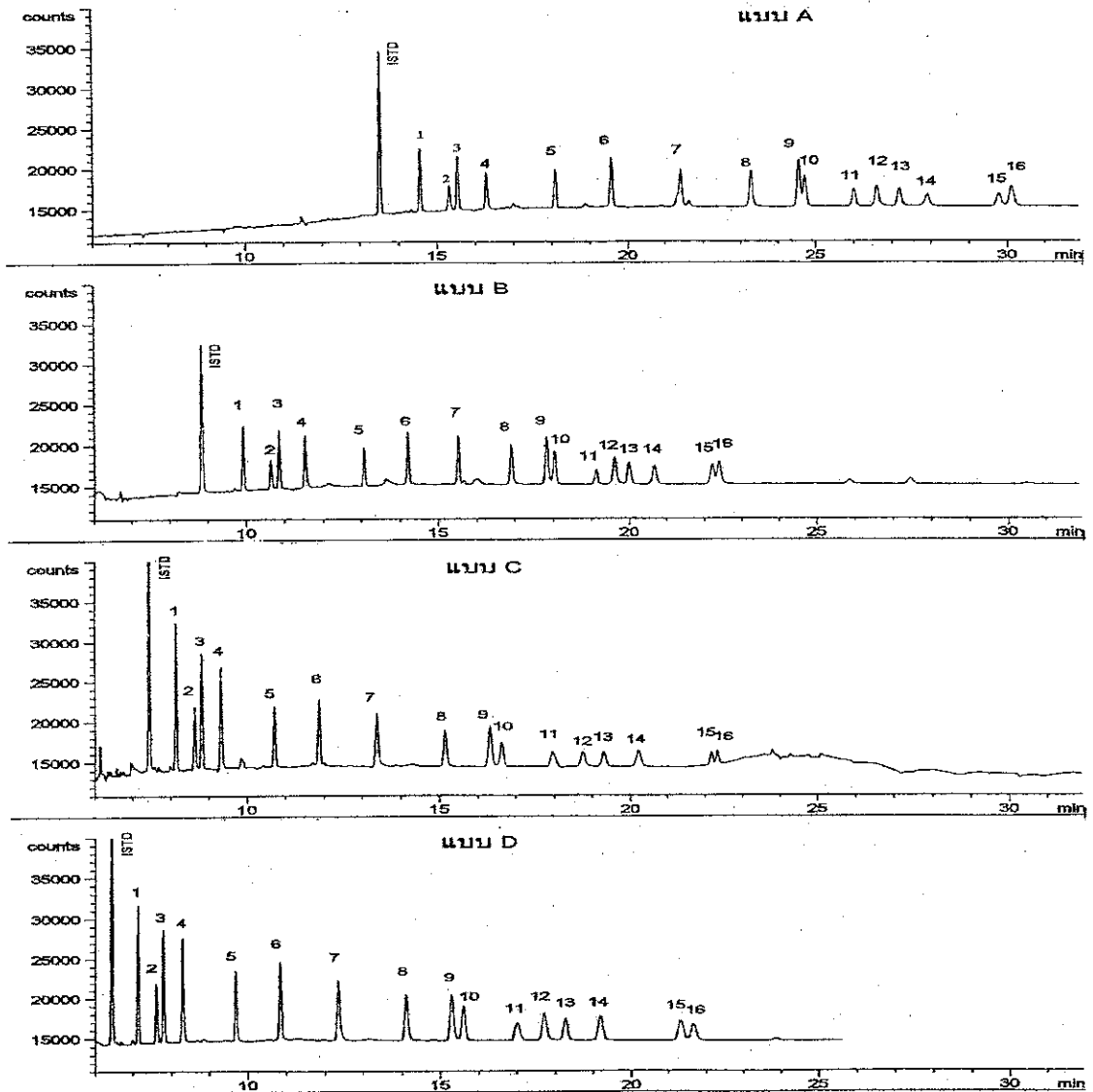
คอลัมน์	Ultra 2 (ความยาว 25 เมตร เส้นผ่าศูนย์กลาง 0.32 มิลลิเมตร เคลือบด้วย 5% phenyl methyl silicone หน้า 0.52 ไมโครเมตร)
แก๊สพา	แก๊สฮีเลียมที่อัตราการไหล 1.5 มิลลิลิตรต่อนาที
make up gas	แก๊สไนโตรเจนที่ความดัน 40 psi
เทคนิคการฉีด	splitless 1 ไมโครลิตร purge time 0.5 นาที
อุณหภูมิของนิกซ์	200 องศาเซลเซียส
อุณหภูมิของดีเทคเตอร์	300 องศาเซลเซียส

แสดงผลการทดลองในภาพ 6 และแสดงค่าการแยก (resolution) ในตาราง 2 พบว่าโครมาโตแกรมแบบ D เป็นสภาวะที่เหมาะสมที่เลือกในการทดลอง เนื่องจากให้ค่าการแยกดีที่สุด โดยโปรแกรมอุณหภูมิที่ใช้คือ อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 85 °C เพิ่มขึ้น 35 °C ต่อนาที ถึง 210 °C คงที่ 2 นาที เพิ่มขึ้น 2 °C ต่อนาที จนถึง 220 °C คงที่ 15 นาที

2. หาสภาวะเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี-แมสสเปกโตรเมตรี (GC-MS)

ผลการศึกษาโดยนิโคตติลอะลาไนด์ออร์กาโนคลอรีนความเข้มข้น 0.5 ppm ที่มี 2,4,5,6-tetrachloro-*m*-xylene ความเข้มข้น 5 ppm ที่สภาวะของเครื่องดังต่อไปนี้

คอลัมน์	HP-5 MS (ความยาว 30 เมตร เส้นผ่าศูนย์กลาง 0.25 มิลลิเมตร เคลือบด้วย 5% phenyl methyl siloxane หน้า 0.25 ไมโครเมตร)
แก๊สพา	แก๊สฮีเลียมที่อัตราการไหล 1.2 มิลลิลิตรต่อนาที
ปริมาตรที่ฉีด	splitless 1 ไมโครลิตร purge time 0.5 นาที



ภาพที่ 6 โครมาโตแกรมการศึกษาสภาวะการแยกของสารออร์กาโนคลอรีนทั้ง 16 ชนิดที่ความเข้มข้น 10 ppb ที่มี internal standard 100 ppb ตามโปรแกรมอุณหภูมิดังต่อไปนี้

แบบ A อุณหภูมิเริ่มต้น 85 °C คงที่ 2 นาที เพิ่มขึ้น 15 °C ต่อนาที จนถึง 155 °C เพิ่มขึ้น 10 °C ต่อนาที จนถึง 205 °C คงที่ 5 นาที เพิ่มขึ้น 2 °C ต่อนาที จนถึง 225 °C คงที่ 5 นาที

แบบ B อุณหภูมิเริ่มต้น 110 °C คงที่ 0.5 นาที เพิ่มขึ้น 20 °C ต่อนาที จนถึง 180 °C เพิ่มขึ้น 2 °C ต่อนาที จนถึง 220 °C คงที่ 30 นาที

แบบ C อุณหภูมิเริ่มต้น 85 °C คงที่ 1 นาที เพิ่มขึ้น 35 °C ต่อนาที จนถึง 210 °C เพิ่มขึ้น 2 °C ต่อนาที จนถึง 220 °C คงที่ 2 นาที เพิ่มขึ้น 35 °C ต่อนาที จนถึง 270 °C คงที่ 10 นาที

แบบ D อุณหภูมิเริ่มต้น 110 °C เพิ่มขึ้น 35 °C ต่อนาที จนถึง 210 °C คงที่ 2 นาที เพิ่มขึ้น 2 °C ต่อนาที จนถึง 220 °C คงที่ 15 นาที

หมายเหตุ 1. แอลฟา-บีเอชซี 2. เบตา-บีเอชซี 3. แกมมา-บีเอชซี 4. เดลตา-บีเอชซี 5. เฮปตาคลออร์ 6. อีลด์ริน 7. เฮปตาคลออร์ อีพอกไซด์ 8. เอนโดซัลฟาน I 9. พาราพารา-ดีดีอี 10. ดีลด์ริน 11. เอนดริน 12. เอนโดซัลฟาน II 13. พาราพารา-ดีดีดี 14. เอนดริน เอนดีไซด์ 15. เอนโดซัลฟาน ซัลไฟด์ 16. พาราพารา-ดีดีที

ตารางที่ 2 ค่าการแยก (R_s) ของสารออร์กาโนคลอรีนความเข้มข้น 10 ppb ที่มี internal standard 100 ppb ด้วยเครื่อง GC-ECD (n=3)

สาร	R_s แบบ A	R_s แบบ B	R_s แบบ C	R_s แบบ D
alpha - BHC	12.20	12.50	9.72	9.38
beta - BHC	7.75	7.83	6.05	5.84
gamma - BHC	2.13	2.28	2.17	2.08
delta - BHC	6.99	7.00	5.73	5.40
heptachlor	15.94	15.80	14.65	13.88
aldrin	12.18	11.75	11.27	10.93
heptachlor epoxide	13.34	12.68	12.54	12.25
endosulfan I	12.38	11.91	12.23	11.96
p,p' - DDE	8.66	6.96	7.16	6.98
dieldrin	1.22	1.59	1.80	1.66
endrin	8.69	7.65	7.56	7.54
endosulfan II	3.29	3.04	3.10	3.05
p,p' - DDD	3.02	2.28	2.55	2.50
endrin aldehyde	3.55	3.85	4.03	3.69
endosulfan sulfate	8.52	8.80	8.65	8.36
p,p' - DDT	1.50	1.13	0.98	1.40

R_s = resolution

แบบ A อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 85 °C คงที่ 2 นาที เพิ่มขึ้น 15 °C ต่อนาที จนถึง 155 °C เพิ่มขึ้น 10 °C ต่อนาที จนถึง 205 °C คงที่ 5 นาที เพิ่มขึ้น 2 °C ต่อนาที จนถึง 225 °C คงที่ 5 นาที

แบบ B อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 110 °C คงที่ 0.5 นาที เพิ่มขึ้น 20 °C ต่อนาที จนถึง 180 °C เพิ่มขึ้น 2 °C ต่อนาที จนถึง 220 °C คงที่ 30 นาที

แบบ C อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 85 °C คงที่ 1 นาที เพิ่มขึ้น 35 °C ต่อนาที จนถึง 210 °C เพิ่มขึ้น 2 °C ต่อนาที จนถึง 220 °C คงที่ 2 นาที เพิ่มขึ้น 35 °C ต่อนาที จนถึง 270 °C คงที่ 10 นาที

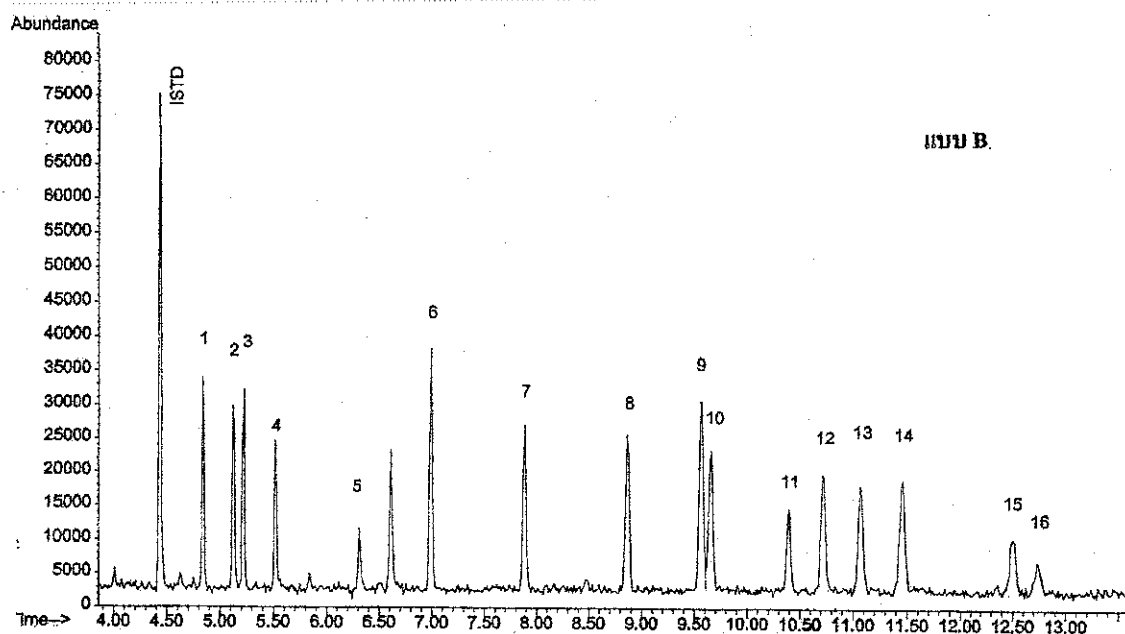
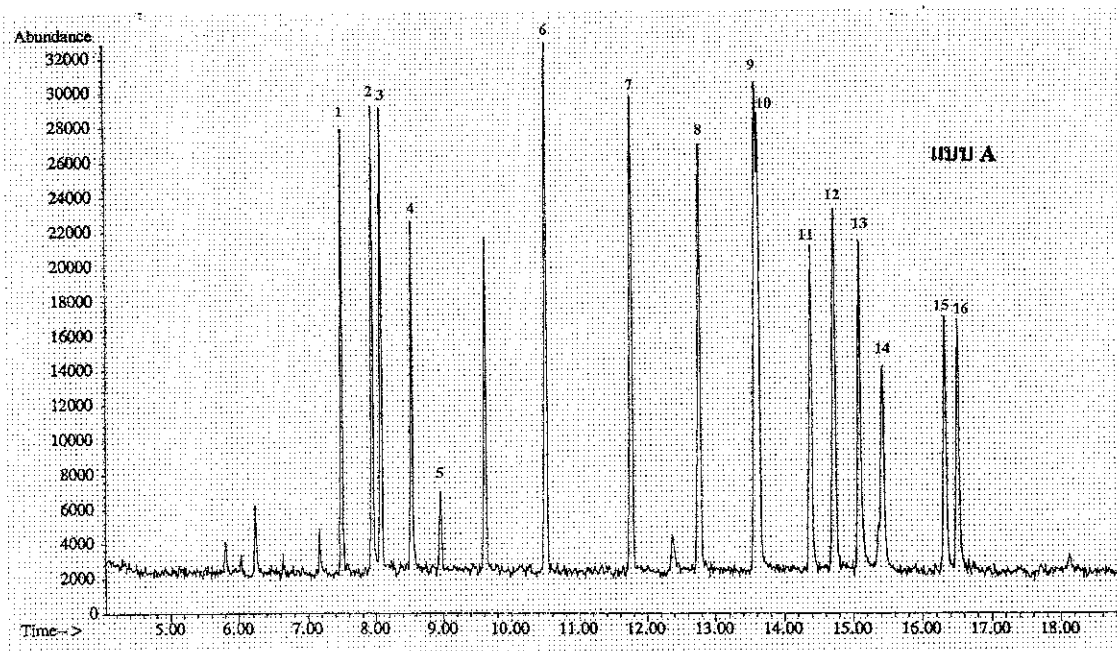
แบบ D อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 85 °C เพิ่มขึ้น 35 °C ต่อนาที จนถึง 210 °C คงที่ 2 นาที เพิ่มขึ้น 2 °C ต่อนาที จนถึง 220 °C คงที่ 15 นาที

อุณหภูมิของฉีดยา	200 องศาเซลเซียส
อุณหภูมิอินเทอร์เฟส	300 องศาเซลเซียส
ช่วงมวล	50-650
อัตราการสแกนต่อวินาที	1.53
อิเล็กตรอนมัลติฟายเออร์	70 eV

ผลการทดลองดังแสดงโครมาโตแกรมในภาพ 7 พบว่าสภาวะการแยกที่เหมาะสมที่เลือกในการทดลองคือแบบ B เนื่องจากสามารถแยกสารได้ดีกว่าสภาวะในแบบ A โดยโปรแกรมอุณหภูมิที่ใช้คือ อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 85 °C เพิ่มขึ้น 35 °C ต่อนาทีถึง 210 °C คงที่ 2 นาที เพิ่มขึ้น 2 °C ต่อนาที จนถึง 220 °C คงที่ 10 นาที

ศึกษาความถูกต้องของวิธีการวิเคราะห์ (method validation)

1. ความจำเพาะของสาร ผลการศึกษาจากการฉีดสารละลายออร์กาโนคลอรีนผสมความเข้มข้น 10 ppb และ 2,4,5,6-tetrachloro-*m*-xylene ความเข้มข้น 100 ppb นำไปวิเคราะห์ที่สภาวะที่เหมาะสมในข้อ 4.1.1 คือโปรแกรมอุณหภูมิแบบ D พิจารณาจากค่าการแยก (resolution) และ %RSD ของรีเทนชันไทม์ของสารแต่ละชนิดดังแสดงในตาราง 3
2. ความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถวัดได้ (LOD) และความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถหาปริมาณวิเคราะห์ได้ (LOQ) ผลการศึกษาโดยใช้ความเข้มข้นสารประกอบออร์กาโนคลอรีนความเข้มข้น 1, 2, 4 ppb ที่มี 2,4,5,6-tetrachloro-*m*-xylene ความเข้มข้น 100 ppb สร้างกราฟเพื่อหาจุดตัดแกน Y เพื่อจะได้ค่า SD_0 ซึ่งแสดงในภาพที่ และหาค่า LOD และ LOQ โดยใช้การคำนวณในข้อ 5.2 แสดงผลในตาราง 4
3. กราฟมาตรฐาน จากการสร้างกราฟมาตรฐานสารประกอบออร์กาโนคลอรีนความเข้มข้น 1, 10, 25, 50, 100, 120 ppb ที่มี 2,4,5,6-tetrachloro-*m*-xylene ความเข้มข้น 100 ppb ที่แสดงในตาราง 25 ในภาคผนวก ได้สมการ $y = mx + b$ ค่าพารามิเตอร์ต่างๆของกราฟมาตรฐานออร์กาโนคลอรีน 16 ชนิด แสดงดังตาราง 5 และคำนวณหาค่าเปอร์เซ็นต์ความเข้มข้นที่จุดตัดแกน Y โดยคิดเทียบกับความเข้มข้นเป้าหมายคือ 50 ppb แสดงดังตาราง 6



ภาพที่ 7 โครมาโตแกรมการศึกษาสภาวะการแยกสารออร์กาโนคลอรีนทั้ง 16 ชนิดด้วย GC-MS ที่ความเข้มข้นสาร 0.5 ppm มี internal standard 5 ppm ตามโปรแกรมอุณหภูมิดังต่อไปนี้

แบบ A อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 85 °C คงที่ 1.5 นาที เพิ่มขึ้น 30 °C ต่อนาที ถึง 190 °C คงที่ 2 นาที เพิ่มขึ้น 3.6 °C ต่อนาที จนถึง 240 °C คงที่ 10 นาที

แบบ B อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 85 °C เพิ่มขึ้น 35 °C ต่อนาที ถึง 210 °C คงที่ 2 นาที เพิ่มขึ้น 2 °C ต่อนาที จนถึง 220 °C คงที่ 10 นาที

ตารางที่ 3 ค่าการแยก (R_s) ของสารออร์กาโนคลอรีนที่ความเข้มข้น 10 ppb ที่มี internal standard 100 ppb โปรแกรมอุณหภูมิที่ใช้คือ อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 85 °C เพิ่มขึ้น 35 °C ต่อนาที ถึง 210 °C คงที่ 2 นาที เพิ่มขึ้น 2 °C ต่อนาที จนถึง 220 °C คงที่ 15 นาที ($n=3$)

สาร	t_R นาที	%RSD ของ t_R	R_s
alpha - BHC	7.38	0.03	9.38
beta - BHC	7.89	0.01	5.84
gamma - BHC	8.08	0.02	2.08
delta - BHC	8.61	0.01	5.40
heptachlor	10.07	0.04	13.88
aldrin	11.29	0.03	10.93
heptachlor epoxide	12.89	0.03	12.25
endosulfan I	14.78	0.01	11.96
p,p' - DDE	16.05	0.03	6.98
dieldrin	16.37	0.03	1.66
endrin	17.93	0.01	7.54
endosulfan II	18.63	0.02	3.05
p,p' - DDD	19.24	0.02	2.50
endrin aldehyde	20.21	0.01	3.69
endosulfan sulfate	22.51	0.02	8.36
p,p' - DDT	22.88	1.13	1.40

กำหนดให้ R_s = resolution

t_R = retention time

ตารางที่ 4 ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถวัดได้ (LOD) และความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถหาปริมาณวิเคราะห์ได้ (LOQ) (n = 7)

สาร	จุดตัดแกน y ของสาร	LOD (ppb)	LOQ (ppb)
alpha – BHC	0.01	0.03	0.10
beta – BHC	0.04	0.13	0.43
gamma – BHC	0.03	0.09	0.29
delta – BHC	0.01	0.04	0.12
heptachlor	0.03	0.10	0.32
aldrin	0.03	0.08	0.28
heptachlor epoxide	0.04	0.11	0.36
endosulfan I	0.03	0.08	0.26
p,p' – DDE	0.07	0.22	0.74
dieldrin	0.05	0.16	0.53
endrin	0.09	0.29	0.96
endosulfan II	0.01	0.03	0.10
p,p' – DDD	0.03	0.10	0.34
endrin aldehyde	0.06	0.18	0.61
endosulfan sulfate	0.06	0.17	0.55
p,p' – DDT	0.10	0.31	1.04

กำหนดให้ $LOD = 3 \text{ } SD_0$

$LOQ = 10 \text{ } SD_0$

ตารางที่ 5 ค่าพารามิเตอร์ต่างๆ ของกราฟมาตรฐานออร์กาโนคลอรีน 16 ชนิด ที่ความเข้มข้น 1, 10, 25, 50, 100, 120 ppb ที่มี internal standard ความเข้มข้น 100 ppb (n=3)

สาร	m	b	r^2	residual standard deviation
alpha- BHC	2.288	0.018	0.9998	0.02
beta-BHC	1.996	0.022	0.9999	0.02
gamma-BHC	0.982	0.009	0.9991	0.02
delta-BHC	1.987	0.050	0.9994	0.04
heptachor	1.615	0.027	0.9996	0.03
aldrin	2.278	0.018	0.9994	0.04
heptachor epoxide	1.958	0.032	0.9995	0.03
endosulfan I	2.179	0.005	0.9995	0.04
p,p'-DDE	1.709	0.022	0.9994	0.03
dieldrin	1.673	0.032	0.9994	0.03
endrin	1.439	0.016	0.9994	0.03
endosulfan II	1.857	0.039	0.9992	0.04
p,p'-DDD	1.269	0.017	0.9992	0.03
endrin endehyde	1.649	0.050	0.9991	0.04
endosulfan sulfate	1.488	0.002	0.9992	0.03
p,p'-DDT	1.514	0.035	0.9996	0.23

m = ความชันของกราฟ

b = จุดตัดแกน Y ของกราฟมาตรฐาน

r^2 = correlation coefficient

ตารางที่ 6 ค่าเปอร์เซ็นต์ความเข้มข้นสารที่จุดตัดแกน Y ที่ได้จากกราฟมาตรฐานของสาร
ออร์กาโรคลอรีน 16 ชนิด ที่ความเข้มข้น 1, 10, 25, 50, 100, 120 ppb ที่มี
internal standard ความเข้มข้น 100 ppb (n=3)

สาร	จุดตัดแกน Y	Area สาร/Area ISTD ที่ 50 ppb	%ความเข้มข้นสาร
alpha- BHC	0.018	1.149	1.57
beta-BHC	0.022	1.015	2.17
gamma-BHC	0.009	0.486	1.94
delta-BHC	0.050	1.013	4.96
heptachor	0.027	0.842	3.17
aldrin	0.018	1.109	1.65
heptachor epoxide	0.032	1.011	3.21
endosulfan I	0.005	1.028	0.50
p,p'-DDE	0.022	0.851	2.56
dieldrin	0.032	0.861	3.76
endrin	0.016	0.698	2.32
endosulfan II	0.040	0.955	4.18
p,p'-DDD	0.017	0.672	2.48
endrin endehyde	0.050	0.884	5.69
endosulfan sulfate	0.002	0.771	0.21
p,p'-DDT	0.035	0.787	4.44

ตัวอย่างการคำนวณสารแอลฟา-บีเอชซี โดยพิจารณาจากค่าที่ได้จากกราฟมาตรฐานที่
แสดงในตาราง 25

$$\text{Area สาร / Area ISTD ที่ความเข้มข้นเป้าหมาย} = 7.619 \times 10^4 / 6.632 \times 10^4 = 1.149$$

$$\text{Area สาร / Area ISTD ที่อ่านได้จากจุดตัดแกน Y} = 0.018$$

$$\text{เปอร์เซ็นต์ความเข้มข้นสารที่จุดตัดแกน Y} = (0.018 \times 100) / 1.149 = 1.57$$

2.4 ศึกษาความเข้มข้นที่เป็นเชิงเส้น (LDR) ผลการศึกษาโดยสร้างกราฟมาตรฐานสารประกอบออร์กาโนคลอรีนความเข้มข้น 1, 10, 25, 50, 100, 500, 1000 ppb ที่มีสารละลาย internal standard ความเข้มข้น 100 ppb ได้สมการ $y = mx + b$ ค่าพารามิเตอร์ต่าง ๆ ของการศึกษาช่วงความเข้มข้นที่เป็นเชิงเส้นของสารมาตรฐานออร์กาโนคลอรีน 16 ชนิด แสดงในตาราง 7

ตารางที่ 7 ค่าพารามิเตอร์ต่าง ๆ ของการศึกษาช่วงความเข้มข้นที่เป็นเชิงเส้นของสารออร์กาโนคลอรีน 16 ชนิดความเข้มข้น 1, 10, 25, 50, 100, 120 ppb ที่มี 2,4,5,6-tetrachloro- m-xylene ความเข้มข้น 100 ppb (n = 3)

สาร	m	b	r^2	Residual Standard Deviation
alpha- BHC	1.738	0.029	0.9956	0.64
beta-BHC	0.851	0.070	0.9990	0.15
gamma-BHC	1.422	0.028	0.9955	0.52
delta-BHC	1.361	0.379	0.9938	0.59
heptachor	1.327	0.162	0.9984	0.29
aldrin	2.039	0.063	0.9999	0.13
heptachor epoxide	1.418	0.029	0.9953	0.54
endosulfan I	1.431	0.331	0.9938	0.62
p,p'-DDE	1.283	0.201	0.9982	0.30
dieldrin	1.387	0.159	0.9990	0.24
endrin	1.307	0.068	0.9998	0.09
endosulfan II	1.428	0.289	0.9933	0.65
p,p'-DDD	1.131	0.083	0.9993	0.16
endrin endehyde	1.316	0.229	0.9966	0.43
endosulfan sulfate	1.274	0.181	0.9968	0.39
p,p'-DDT	1.224	0.137	0.9984	0.27

m = ความชันของกราฟ

b = จุดตัดแกน Y ของกราฟมาตรฐาน

r^2 = correlation coefficient

2.5 ความเที่ยง ระดับที่ 1 ผลการศึกษาสารละลายมาตรฐานออร์กาโนคลอรีนผสมที่ความเข้มข้น 50 ppb ที่มี 2,4,5,6-tetrachloro-*m*-xylene ความเข้มข้น 100 ppb โดยฉีดสารทั้งหมด 10 ครั้ง คำนวณค่า %RSD ของความเข้มข้นสารแต่ละชนิด ดังแสดงในตาราง 8

ตารางที่ 8 ค่าความเที่ยง ระดับที่ 1 ของสารมาตรฐานออร์กาโนคลอรีน 16 ชนิดที่ความเข้มข้น 50 ppb ที่มี internal standard 100 ppb (n=10)

สาร	ความเข้มข้นเฉลี่ย (ppb) (ppb $\pm$ SD)	%RSD
alpha- BHC	48.59 $\pm$ 0.63	1.29
beta-BHC	51.26 $\pm$ 1.39	2.71
gamma-BHC	50.01 $\pm$ 1.47	2.94
delta-BHC	47.34 $\pm$ 1.68	3.55
heptachor	50.65 $\pm$ 0.88	1.73
aldrin	46.83 $\pm$ 0.64	1.36
heptachor epoxide	48.07 $\pm$ 0.63	1.31
endosulfan I	45.57 $\pm$ 0.96	2.09
p,p'-DDE	50.42 $\pm$ 0.75	1.48
dieldrin	50.18 $\pm$ 0.79	1.58
endrin	48.59 $\pm$ 1.75	3.61
endosulfan II	48.16 $\pm$ 0.97	2.02
p,p'-DDD	51.03 $\pm$ 0.85	1.66
endrin endehyde	47.67 $\pm$ 0.86	1.80
endosulfan sulfate	49.64 $\pm$ 1.26	2.53
p,p'-DDT	49.73 $\pm$ 0.73	1.46

2.6 ความเที่ยง ระดับที่ 2 ผลการศึกษาสารละลายออร์กาโนคลอรีนความเข้มข้น 10, 50, 100 ppb ที่มี 2,4,5,6-tetrachloro-*m*-xylene ความเข้มข้น 100 ppb โดยฉีดสารความเข้มข้นละ 5 ครั้ง คำนวณค่า %RSD ของความเข้มข้นสารแต่ละชนิด ดังแสดงในตาราง 9

ตารางที่ 9 ค่าความเที่ยงระดับที่ 2 ของสารออร์กาโนคลอรีนมาตรฐาน 16 ชนิด ที่ความเข้มข้น 10, 50, 100 ppb ที่มี internal standard 100 ppb (n=5)

สาร	ความเข้มข้น 10 ppb		ความเข้มข้น 50 ppb		ความเข้มข้น 100 ppb	
	ความเข้มข้นเฉลี่ย	%RSD	ความเข้มข้นเฉลี่ย	%RSD	ความเข้มข้นเฉลี่ย	%RSD
	(ppb $\pm$ sd)		(ppb $\pm$ sd)		(ppb $\pm$ sd)	
alpha- BHC	10.66 $\pm$ 0.06	0.54	47.74 $\pm$ 0.97	2.03	97.37 $\pm$ 1.76	1.81
beta-BHC	11.84 $\pm$ 0.67	5.63	50.50 $\pm$ 1.73	3.42	98.72 $\pm$ 1.11	1.13
gamma-BHC	10.79 $\pm$ 0.35	3.27	49.76 $\pm$ 0.70	1.41	98.31 $\pm$ 1.71	1.74
delta-BHC	10.51 $\pm$ 0.24	2.25	47.85 $\pm$ 1.88	3.93	97.55 $\pm$ 2.59	2.66
heptachor	11.79 $\pm$ 0.34	2.89	50.60 $\pm$ 0.73	1.43	100.18 $\pm$ 1.20	1.19
aldrin	11.15 $\pm$ 0.32	2.87	46.98 $\pm$ 0.68	1.45	96.41 $\pm$ 1.89	1.96
heptachor epoxide	10.75 $\pm$ 0.14	1.32	48.60 $\pm$ 0.62	1.28	97.81 $\pm$ 2.55	2.60
endosulfan I	11.29 $\pm$ 0.13	1.19	44.94 $\pm$ 0.99	2.20	94.71 $\pm$ 2.57	2.71
p,p'-DDE	11.45 $\pm$ 0.39	3.38	48.66 $\pm$ 1.29	2.65	102.12 $\pm$ 2.97	2.91
dieldrin	11.70 $\pm$ 0.09	0.76	49.59 $\pm$ 0.85	1.72	98.48 $\pm$ 1.78	1.80
endrin	11.42 $\pm$ 0.30	2.60	47.97 $\pm$ 0.93	1.93	99.62 $\pm$ 2.53	2.54
endosulfan II	10.64 $\pm$ 0.46	4.28	46.87 $\pm$ 1.40	2.98	94.55 $\pm$ 1.08	1.15
p,p'-DDD	11.89 $\pm$ 0.49	4.08	51.02 $\pm$ 0.84	1.64	99.36 $\pm$ 1.83	1.84
endrin aldehyde	10.14 $\pm$ 0.46	4.49	47.32 $\pm$ 0.99	2.09	94.75 $\pm$ 1.85	1.95
endosulfan sulfate	11.08 $\pm$ 0.50	4.49	50.67 $\pm$ 2.50	4.93	101.88 $\pm$ 2.02	1.98
p,p'-DDT	9.22 $\pm$ 0.45	4.85	50.25 $\pm$ 1.32	2.64	113.52 $\pm$ 1.85	1.63

2.7 ความแม่นยำ ผลการศึกษาสารละลายออร์กาโนคลอรีนความเข้มข้น 10 , 50 100 ppb ที่มี 2,4,5,6-tetrachloro-*m*- xylene ความเข้มข้น 100 ppb โดยฉีดสารความเข้มข้น ละ 5 ครั้ง คำนวณค่าร้อยละการกลับคืนเทียบกับกราฟมาตรฐาน ดังแสดงในตาราง 10

ตารางที่ 10 ค่าความแม่นยำในการวิเคราะห์ของสารออร์กาโนคลอรีน 16 ชนิด ที่ความเข้มข้น 10 , 50 , 100 ppb ที่มี internal standard ความเข้มข้น 100 ppb (n=5)

สาร	ความเข้มข้นสาร 10 ppb		ความเข้มข้นสาร 50 ppb		ความเข้มข้นสาร 100 ppb	
	% recovery	%RSD	% recovery	%RSD	% recovery	%RSD
alpha- BHC	108.76	2.77	97.01	1.49	97.46	1.39
beta-BHC	111.67	4.82	101.41	2.10	99.14	2.47
gamma-BHC	107.63	2.72	99.02	1.53	100.81	0.81
delta-BHC	109.53	5.48	97.10	3.18	97.66	1.24
heptachlor	117.64	2.33	100.72	1.00	98.30	1.26
aldrin	114.45	2.40	95.98	1.72	97.14	1.39
heptachor epoxide	109.21	2.35	98.65	3.21	99.28	2.92
endosulfan I	115.58	2.11	91.72	0.67	95.68	2.72
p,p'-DDE	113.89	2.94	100.01	1.77	102.64	2.36
dieldrin	116.42	1.29	98.73	2.48	101.85	3.36
endrin	115.94	4.20	93.98	3.64	99.43	3.12
endosulfan II	108.20	3.52	93.99	4.05	98.38	1.55
p,p'-DDD	112.57	4.68	104.24	2.73	100.82	2.27
endrin aldehyde	103.27	8.78	93.96	6.28	93.72	2.02
endosulfan sulfate	117.98	7.28	94.75	5.46	100.14	1.36
p,p'-DDT	96.68	1.46	101.52	3.95	112.49	3.91

ศึกษาภาวะในการเตรียมตัวอย่าง

1. ศึกษาประสิทธิภาพของตัวทำละลายที่ใช้ในการแยกส่วน ผลการศึกษาประสิทธิภาพของตัวทำละลายที่ใช้ในการแยกส่วน โดยนำสารละลายมาตรฐานออร์กาโนคลอรีนผสมความเข้มข้น 100 ppb ปริมาตร 0.25 มิลลิลิตร ใส่ลงในคอลัมน์ที่บรรจุฟลอริซิล 5 กรัม ที่ชะด้วยตัวทำละลายเฮกเซนจนอิ่มตัวแล้ว แล้วชะด้วยตัวทำละลายที่ต้องการศึกษาในการทดลองข้อ 6.1 นำไปลดปริมาตร เติม internal standard นำไปวิเคราะห์โดย GC-ECD ผลการศึกษาดังแสดงใน ตาราง 11 และภาพ 8-9 พบว่าตัวทำละลายแบบ B ได้การย่อยและการกลับคืนมากที่สุด

2. ศึกษาปริมาตรตัวทำละลายที่พอเหมาะในการแยกส่วน ผลการศึกษปริมาตรตัวทำละลายที่พอเหมาะในการแยกส่วน โดยนำสารละลายมาตรฐานออร์กาโนคลอรีนที่ความเข้มข้น 1 ppm ปริมาตร 0.1 มิลลิลิตร ใส่ลงในคอลัมน์ที่บรรจุฟลอริซิล 5 กรัม แล้วชะด้วย 6 % ไดเอทิลอีเทอร์ในเฮกเซนปริมาตร 100 มิลลิลิตร โดยแบ่งเก็บปริมาตร 40 มิลลิลิตร และ 10 มิลลิลิตรอีก 6 ครั้งตามลำดับ และชะต่อด้วย 50 % ไดเอทิลอีเทอร์ในเฮกเซนปริมาตร 100 มิลลิลิตร โดยแบ่งเก็บปริมาตร 60 มิลลิลิตรและ 10 มิลลิลิตรอีก 4 ครั้ง เพื่อว่าต้องใช้ปริมาตรตัวทำละลายเท่าใดจึงจะสามารถชะสารได้หมด แสดงโครมาโตแกรมในภาพ 10-11 พบว่าต้องใช้ตัวทำละลาย 6 % ไดเอทิลอีเทอร์ในเฮกเซนปริมาตร 60 มิลลิลิตร และตัวทำละลาย 50 % ไดเอทิลอีเทอร์ในเฮกเซนปริมาตร 80 มิลลิลิตร

3. ศึกษาการย่อยและการกลับคืนจากตัวทำละลายที่ใช้ในการแยกส่วน ผลการศึกษด้วยการนำสารละลายมาตรฐานออร์กาโนคลอรีนความเข้มข้น 1 ppm ปริมาตร 0.1 มิลลิลิตร ใส่ลงในคอลัมน์ที่บรรจุฟลอริซิล 5 กรัม แล้วชะด้วย 6 % ไดเอทิลอีเทอร์ในเฮกเซนปริมาตร 60 มิลลิลิตร และชะต่อด้วย 50 % ไดเอทิลอีเทอร์ในเฮกเซนปริมาตร 80 มิลลิลิตร วิเคราะห์ด้วย GC-ECD จำนวนการย่อยและการกลับคืนโดยเทียบกับกราฟมาตรฐาน ค่าที่ได้แสดงดังตาราง 12

4. ศึกษาจำนวนฟลอริซิลที่ใช้ในการกำจัดสิ่งเจือปน ผลการศึกษขั้นตอนการกำจัดสิ่งเจือปนโดยวิธีการสกัดแบบ soxhlet ในการทดลองข้อ 6.4.1 นำมาผ่านการกำจัดสิ่งเจือปนด้วยน้ำหนัฟลอริซิล 3, 4, 5 และ 6 กรัม และชะด้วยตัวทำละลาย 6 % ไดเอทิลอีเทอร์ในเฮกเซน 60 มิลลิลิตร และ 50 % ไดเอทิลอีเทอร์ในเฮกเซน 80 มิลลิลิตร นำไปลดปริมาตร เติม internal standard ผลการทดลองแสดงดังโครมาโตแกรมในภาพ 12 พบว่าต้องใช้ฟลอริซิล 5 กรัม ในการกำจัดสิ่งเจือปนในตัวอย่างปลา

ตารางที่ 11 การย่อยและการกลับคืนของสารออร์กาโนคลอรีน 16 ชนิด ที่ชะด้วยตัวทำละลาย
แบบต่าง ๆ (n=3)

สาร	% Recovery		
	ระบบการชะ		
	แบบ A1	แบบ A2	แบบ A3
alpha – BHC	88 ± 1	90 ± 1	88 ± 1
beta – BHC	103 ± 2	100 ± 1	90 ± 3
gamma – BHC	99 ± 1	99 ± 1	99 ± 1
delta – BHC	86 ± 4	87 ± 1	75 ± 1
heptachlor	101 ± 2	107 ± 1	95 ± 1
aldrin	83 ± 2	87 ± 2	74 ± 1
hetachlor epoxide	98 ± 10	97 ± 4	93 ± 2
endosulfan I	97 ± 4	101 ± 2	95 ± 2
p,p' – DDE	100 ± 3	102 ± 2	93 ± 1
dieldrin	98 ± 12	103 ± 1	100 ± 2
endrin	103 ± 7	97 ± 9	100 ± 8
endosulfan II	44 ± 1	95 ± 2	71 ± 1
p,p' – DDD	95 ± 4	102 ± 4	101 ± 3
endrin aldehyde	32 ± 3	105 ± 3	92 ± 2
endosulfan sulfate	10 ± 1	101 ± 1	83 ± 1
p,p' – DDT	100 ± 1	105 ± 4	102 ± 1

แบบ A1 คือ ชะด้วย 6%(v/v) ไดเอทิลอีเทอร์ในเฮกเซน แล้วชะด้วย 15% (v/v)
ไดเอทิลอีเทอร์ในเฮกเซน

แบบ A2 คือ ชะด้วย 6%(v/v) ไดเอทิลอีเทอร์ในเฮกเซน แล้วชะด้วย 50% (v/v)
ไดเอทิลอีเทอร์ในเฮกเซน

แบบ A3 คือ ชะด้วย 6%(v/v) ไดเอทิลอีเทอร์ในเฮกเซน แล้วชะด้วย 15% (v/v)
ไดเอทิลอีเทอร์ในเฮกเซนชะด้วย 50%(v/v) ไดเอทิลอีเทอร์ในเฮกเซน

ตารางที่ 11 (ต่อ)

สาร	% Recovery			
	ระบบการชะ			
	แบบ B1	แบบ B2	แบบ B3	แบบ C
alpha – BHC	81 ± 2	75 ± 3	75 ± 1	72 ± 2
beta – BHC	97 ± 1	83 ± 2	82 ± 2	73 ± 3
gamma – BHC	90 ± 2	79 ± 1	79 ± 1	76 ± 4
delta – BHC	86 ± 4	80 ± 1	78 ± 2	68 ± 2
heptachlor	88 ± 1	81 ± 2	81 ± 2	77 ± 2
aldrin	67 ± 1	61 ± 1	61 ± 3	59 ± 5
heptachlor epoxide	97 ± 2	78 ± 7	80 ± 8	71 ± 1
endosulfan I	93 ± 3	76 ± 1	76 ± 3	70 ± 2
p,p' – DDE	91 ± 1	78 ± 1	78 ± 3	67 ± 2
dieldrin	98 ± 4	83 ± 2	82 ± 2	76 ± 4
endrin	69 ± 1	46 ± 2	45 ± 1	63 ± 6
endosulfan II	89 ± 3	89 ± 2	102 ± 2	75 ± 1
p,p' – DDD	98 ± 1	83 ± 2	82 ± 1	72 ± 4
endrin aldehyde	84 ± 4	99 ± 2	103 ± 2	82 ± 2
endosulfan sulfate	93 ± 3	105 ± 4	104 ± 2	87 ± 1
p,p' – DDT	115 ± 4	103 ± 5	104 ± 5	102 ± 4

แบบ B1 ชะด้วยเฮกเซน ชะต่อด้วย 50%(v/v) ไคลลอโรมีเทนในเฮกเซน

แบบ B2 ชะด้วย 20:80(v/v) ไคลลอโรมีเทนในเฮกเซน ชะต่อด้วย 50%(v/v)

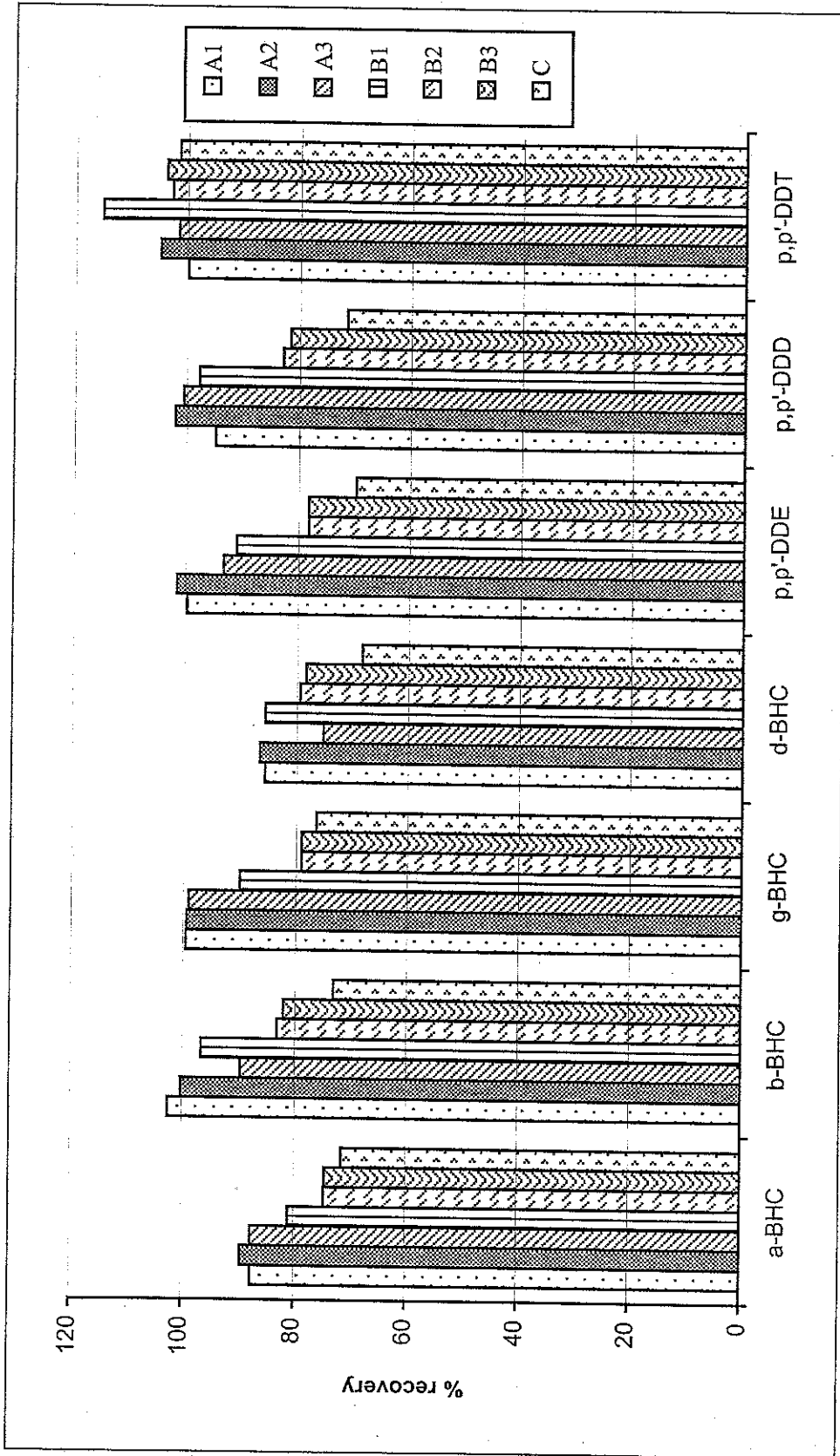
ไคลลอโรมีเทน ในเฮกเซน

แบบ B3 ชะด้วย 20:80 (v/v) ไคลลอโรมีเทนในเฮกเซน ชะต่อด้วย 50%(v/v)

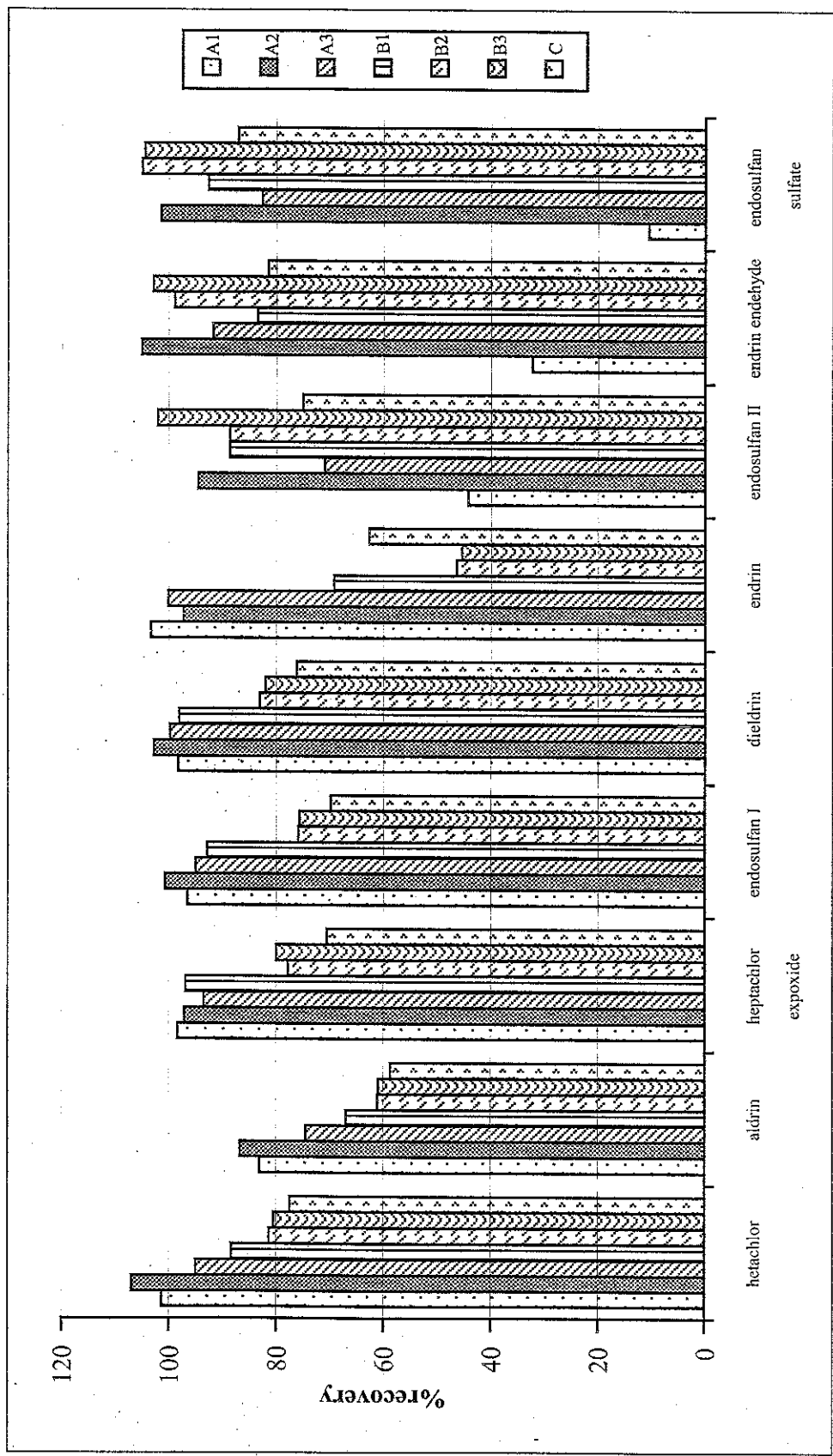
ไคลลอโรมีเทน และ 0.35%(v/v) อะซิโตนไคลในเฮกเซน ชะต่อด้วย 50%(v/v) ไคลลอโรมีเทน และ 1.5% (v/v) อะซิโตนไคล ในเฮกเซน

แบบ C ชะด้วย 6% (v/v) ไดเอทิลอีเทอร์ในปิโตรเลียมอีเทอร์ ชะต่อด้วย 15%(v/v)

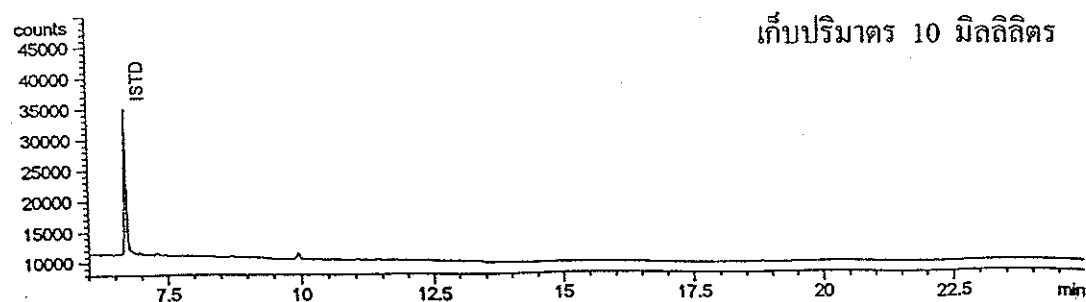
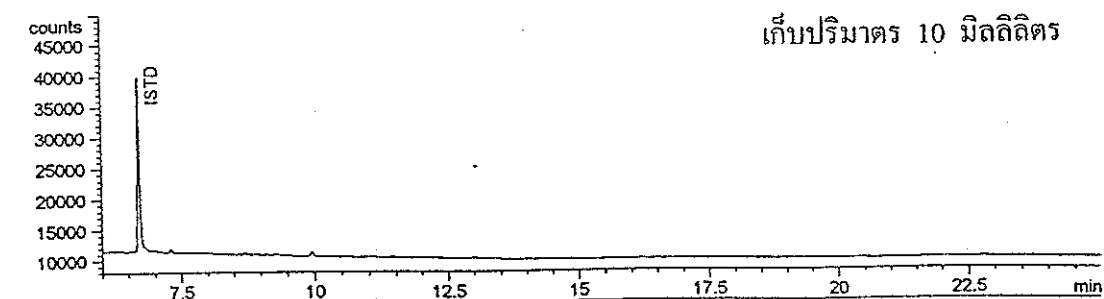
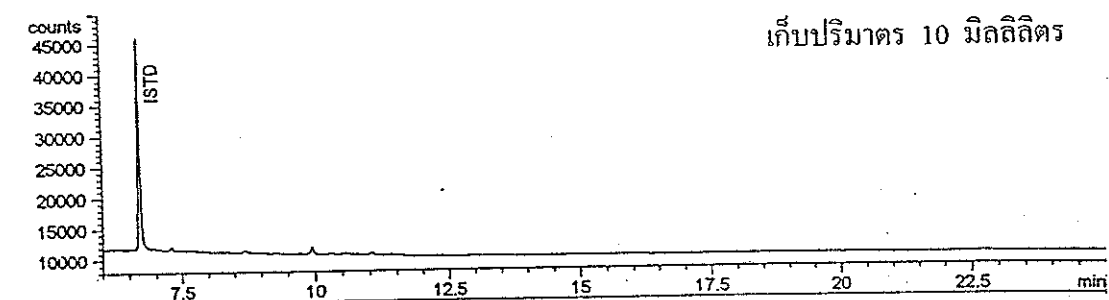
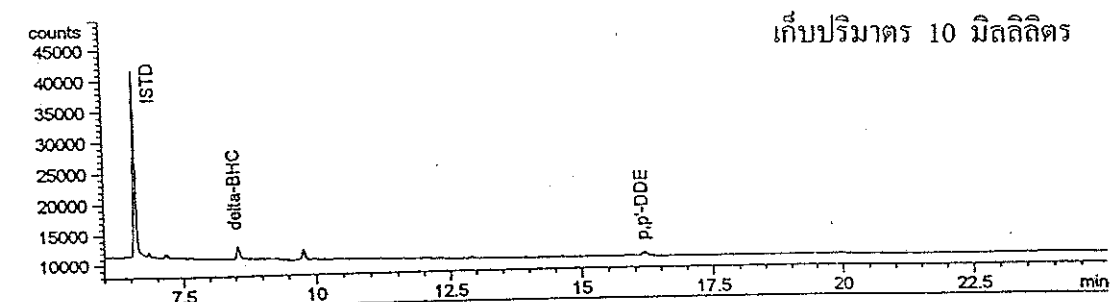
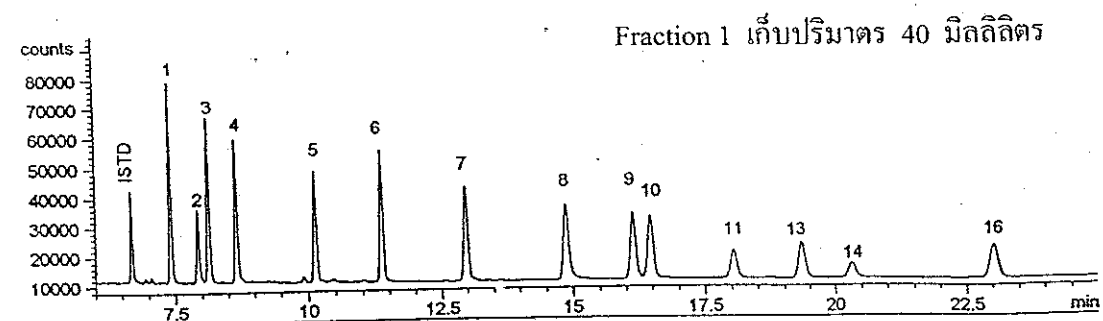
ไดเอทิล อีเทอร์ในปิโตรเลียมอีเทอร์ชะต่อด้วย 50%(v/v) ไดเอทิลอีเทอร์ในปิโตรเลียมอีเทอร์



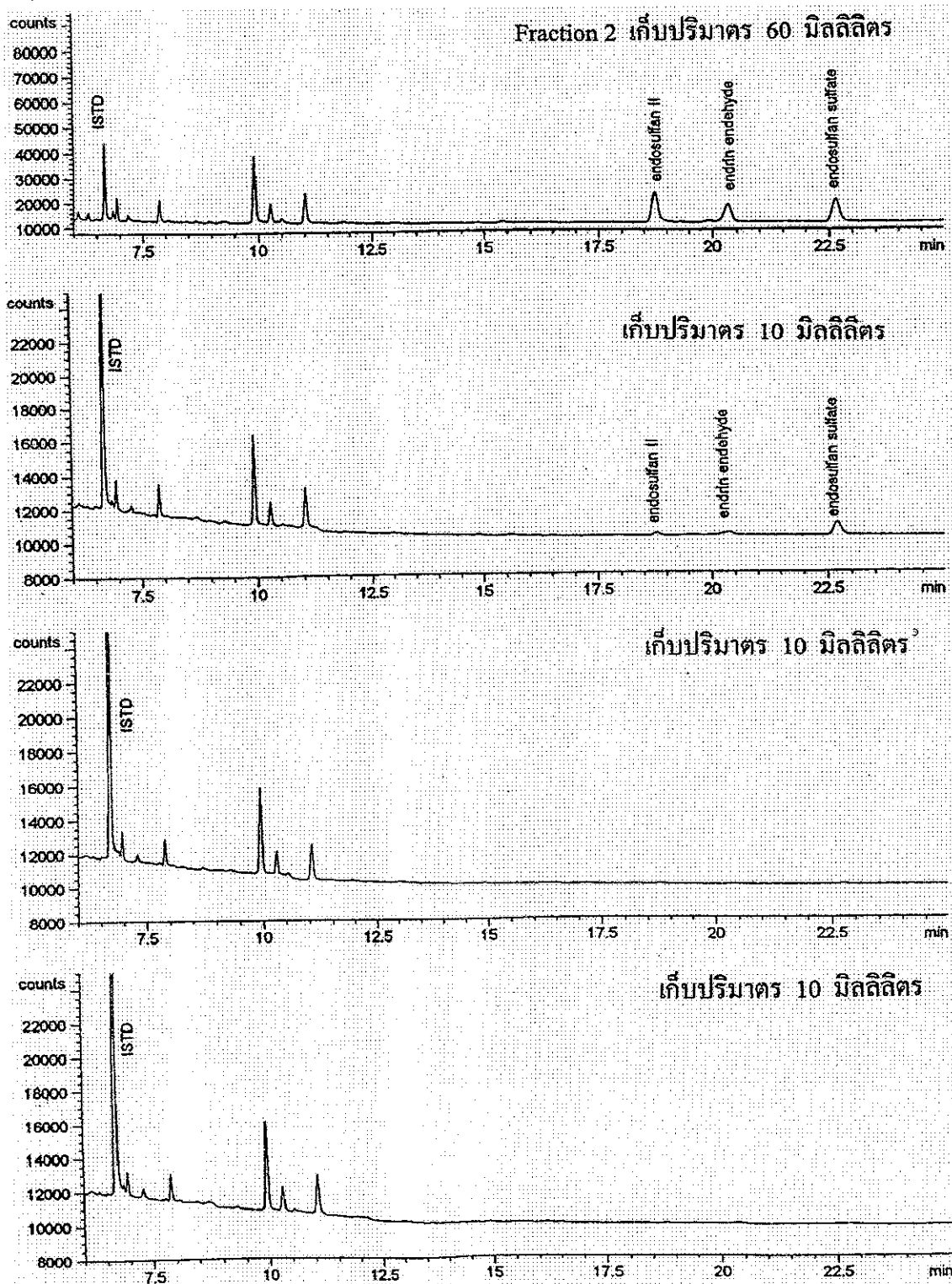
ภาพที่ 8 ร้อยละการกลับคืนของสารออร์กาโนคลอรีนกลุ่มเฮกซะคลอโรไซไซโคลเฮกเซนและกลุ่มไดคลอโรและอนุพันธ์ เมื่อจะคว่ำตัวทำลายแบบต่าง ๆ



ภาพที่ 9 ร้อยละการก่กลับดินของสารออร์กาโนคลอรีนกลุ่มไซโคลไดรีน เมื่อจะด้วยตัวทำลายแบบต่าง ๆ



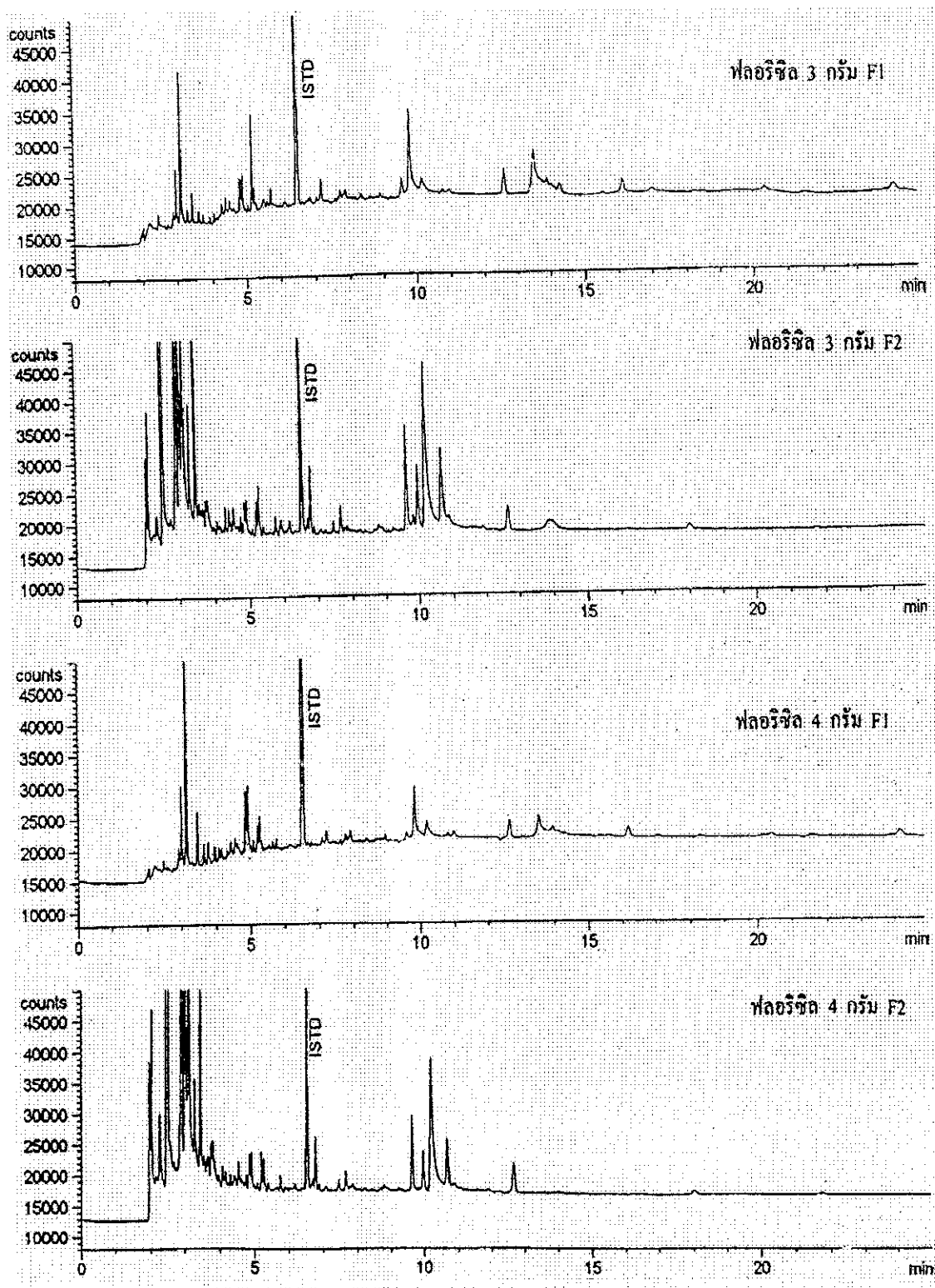
ภาพที่ 10 โครมาโตแกรมการศึกษาปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้ในการแยกส่วนเมื่อชะด้วย
6% ไดเอทิลอีเทอร์ในเฮกเซน (F1)



ภาพที่ 11 โครมาโตแกรมการศึกษาปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้ในการแยกส่วนเมื่อชะด้วย 50 % ไดเอทิลอีเทอร์ในเฮกเซน(F2)

ตารางที่ 12 ร้อยละการกลับคืนของสารประกอบออร์กาโนคลอรีน 16 ชนิด ที่ใช้สาร
 มาตรฐานออร์กาโนคลอรีนความเข้มข้น 1 ppm ปริมาตร 0.1 มิลลิลิตร และชะด้วย
 ตัวทำละลาย 6 % ไดเอทิลอีเทอร์ในเฮกเซน 60 มิลลิลิตร และชะต่อด้วย 50 %
 ไดเอทิลอีเทอร์ในเฮกเซน 80 มิลลิลิตร (n=3)

สาร	% recovery (ppb $\pm$ SD)
alpha- BHC	102 $\pm$ 2
beta-BHC	98 $\pm$ 2
gamma-BHC	100 $\pm$ 2
delta-BHC	102 $\pm$ 3
heptachor	104 $\pm$ 4
aldrin	95 $\pm$ 1
heptachor epoxide	99 $\pm$ 2
endosulfan I	99 $\pm$ 3
p,p'-DDE	99 $\pm$ 1
dieldrin	99 $\pm$ 1
endrin	101 $\pm$ 2
endosulfan II	82 $\pm$ 1
p,p'-DDD	101 $\pm$ 2
endrin endehyde	97 $\pm$ 4
endosulfan sulfate	88 $\pm$ 1
p,p'-DDT	97 $\pm$ 2



ภาพที่ 12 โครมาโตแกรมศึกษาการกำจัดสิ่งเจือปนโดยใช้ฟลอร์ซิลจำนวน 3, 4, 5 และ 6 กรัม
 F1 คือชะด้วย 6% ไดเอทิลอีเทอร์ในเฮกเซน
 F2 คือชะด้วย 50% ไดเอทิลอีเทอร์ในเฮกเซน