

**DETERMINATION OF POLYCYCLIC AROMATIC HYDROCARBONS
IN WATER SAMPLES BY DERIVATIVE SYNCHRONOUS
SPECTROFLUORIMETRY**

DUANGDUEAN HINSIN



**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENTS FOR
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE
(APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)
FACULTY OF GRADUATE STUDIES
MAHIDOL UNIVERSITY**

2000

ISBN 974-664-347-9

COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY

44990 e 1

44990 e 1

4036371 SCAI/M : MAJOR: APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY;

M. Sc. (APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)

KEY WORDS : POLYCYCLIC AROMATIC HYDROCARBON / SYNCHRONOUS SPECTROFLUORIMETRY / DERIVATIVE / MULTICOMPONENT CALIBRATION

DUANGDUEAN HINSIN: DETERMINATION OF POLYCYCLIC AROMATIC HYDROCARBONS IN WATER SAMPLES BY DERIVATIVE SYNCHRONOUS SPECTROFLUORIMETRY. THESIS ADVISORS: JUWADEE SHIOWATANA, Ph.D., WARET VEERASAI, Dr rer. nat. 104 p. ISBN 974-664-347-9

A derivative synchronous spectrofluorimetric method was developed for determination of six polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) designated as indicators of water quality, namely fluoranthene (flu), benzo[b]fluoranthene (bbf), benzo[k]fluoranthene (bkf), benzo[a]pyrene (bap), benzo[ghi]perylene (bgp) and indeno[1,2,3-cd]pyrene (ind). Derivative synchronous method can solve the problem of overlapping of the broad-band fluorescence spectra of the ternary mixtures of bgp, bap and bkf. Scanning with wavelength interval ($\Delta\lambda$) 110 nm and measurement at 300.5, 304.0 and 314.0 nm for the above PAHs, respectively was found to be optimal for simultaneous determination with minimal interference effect. Applicability of this derivative synchronous method in more complicated mixtures appeared unsuccessful. Multicomponent calibration method was employed for mathematical manipulation of fluorescence data to determine the six individual PAHs in their mixtures. Simultaneous determination of flu, bap, bbf and bkf in the presence of bgp and ind was achieved by second-derivative synchronous spectrofluorimetric measurement at $\Delta\lambda$ of 155 nm. Wavelengths for quantitative determination were 288.0, 297.0, 302.0 and 308.0 nm. The method detection limits of the above compounds were 0.15, 0.07, 0.10 and 0.03 ng ml⁻¹, respectively. Preconcentration was required for the analysis of the water samples with low levels of PAHs. Solid phase extraction (SPE) was used, to obtain 160-fold enrichment. The analytical results obtained by derivative synchronous spectrofluorimetry agree well with the results obtained by HPLC, which were used as a comparative method.

4036371 SCAI/M· สาขาวิชา: เคมีวิเคราะห์และเคมีอินทรีย์ประยุกต์; วท.ม. (เคมีวิเคราะห์และเคมีอินทรีย์ประยุกต์)

ดวงเดือน หินสิน· การวิเคราะห์สารประกอบโพลีไซคลิก อะโรมาติก ไฮโดรคาร์บอน ในน้ำ ตัวอย่างโดยใช้สเปกตรัมอนุพันธ์ของเทคนิคซินโครนัส สเปกโตรฟลูออริเมตรี (DETERMINATION OF POLYCYCLIC AROMATIC HYDROCARBONS IN WATER SAMPLES BY DERIVATIVE SYNCHRONOUS SPECTROFLUORIMETRY). คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์· ชูวดี เชี่ยววัฒนา, Ph. D., วรศวีระสัย, Dr. rer nat. 104 หน้า. ISBN 974-664-347-9

งานวิจัยนี้ได้พัฒนาวิธีวิเคราะห์ปริมาณของสารประกอบโพลีไซคลิก อะโรมาติก ไฮโดรคาร์บอน 6 ชนิดที่เป็นตัวบ่งชี้ถึงคุณภาพของน้ำ คือ fluoranthene (flu) bezo[b]fluoranthene (bbf) benzo[k]fluoranthene (bkf) benzo[a]pyrene (bap) benzo[ghi]perylene (bpg) และ indeno[1,2,3-cd]pyrene (ind) ด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์ สเปกโตรเมตรี ซึ่งเป็นเทคนิคที่ง่าย สามารถทำได้อย่างรวดเร็ว การแก้ปัญหาการซ้อนทับกันของสเปกตรัมที่เกิดจากสารผสมของ bpg bap และ bkf ทำได้โดยการเปลี่ยนความยาวคลื่นของรังสีกระตุ้น (λ_{ex}) ให้ได้จังหวะพอดีกับความยาวคลื่นของรังสีฟลูออเรสเซนซ์ (λ_{em}) โดยกำหนดให้ผลต่างของความยาวคลื่น ($\Delta\lambda$) มีค่าคงที่เท่ากับ 110 นาโนเมตร และวัดสัญญาณของสเปกตรัมอนุพันธ์อันดับสองของ bpg bap และ bkf ที่ความยาวคลื่น 300.5 304.0 และ 314.0 นาโนเมตร ตามลำดับ ในกรณีของสารผสมที่มีจำนวนองค์ประกอบมากขึ้น ได้ใช้วิธีทางคณิตศาสตร์แบบ multicomponent calibration ในการจัดการข้อมูล ทำให้สามารถวิเคราะห์ flu bap bbf และ bkf ได้พร้อมกันจากสัญญาณซินโครนัส ของสเปกตรัมอนุพันธ์อันดับสอง โดย $\Delta\lambda$ เท่ากับ 155 นาโนเมตร และตรวจวัดสัญญาณที่ 288.0 297.0 302.0 และ 308.0 นาโนเมตร พบว่าเทคนิคนี้มีความแม่นยำสูง และสามารถตรวจวัดสาร flu bap bbf และ bkf ได้ถึงความเข้มข้นต่ำสุดระดับ 0.15 0.07 0.10 และ 0.03 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

การใช้การสกัดด้วยวิธีโซลิดเฟส เพื่อทำให้ตัวอย่างมีความเข้มข้นขึ้น 160 เท่า ร่วมกับเทคนิคการวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้น พบว่าผลการวิเคราะห์สารประกอบโพลีไซคลิก อะโรมาติก ไฮโดรคาร์บอน ในน้ำตัวอย่าง สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ที่ได้จากเทคนิคไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ ลิกวิด โครมาโทกราฟี