

## บทที่ 4

### ผลการทดลอง

#### การเตรียมอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์

โดยชั่งไตร โพรพิลทินคลอไรด์ 100 มิลลิกรัม ใน Vial ขนาด 20 มิลลิลิตร เติมเฮกเซน 10 มิลลิลิตร เติมกรีนกซ์คาร์ตรีเอเจนต์คือ เพนทิลแมกนีเซียมโบรไมด์ 1 มิลลิลิตร นำไปไว้ในอ่างน้ำร้อนอุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 40 นาที ทำลายกรีนกซ์คาร์ตรีเอเจนต์ส่วนเกินด้วยกรดซัลฟิวริก 2 โมลาร์ ปริมาตร 5 มิลลิลิตร ลดปริมาตร นำไปผ่านคอลัมน์ที่บรรจุด้วยอะลูมินา 6 กรัม ชะด้วยเฮน-เฮกเซน ปริมาตร 12 มิลลิลิตรตามด้วย เฮน-เฮกเซน/ไดเอทิลอีเธอร์ อัตราส่วน 9:1 ปริมาตร 35 มิลลิลิตร โดยเก็บ Fraction ละ 2 มิลลิลิตร วิเคราะห์ด้วย GC/MSD/SCAN โดยพิจารณาจากโครมาโตแกรมแล้วเลือก Fraction ที่บริสุทธิ์นำไปรวมกัน ลดปริมาตร นำไปซึ่งจนกระทั่งน้ำหนักคงที่ วิเคราะห์ซ้ำโดยเปลี่ยนสารประกอบดีบุกอินทรีย์คลอไรด์เป็น บิวทิลทิน ไตรคลอไรด์ ไดบิวทิลทินไดคลอไรด์ ไตรบิวทิลทินคลอไรด์ ฟีนิลทินไตรคลอไรด์ ไดฟีนิลทินไดคลอไรด์ และไตรฟีนิลทินคลอไรด์ ตามลำดับ ผลการคำนวณเปอร์เซ็นต์ Yield แสดงดังตารางที่ 3 ผลของภาพสเปกตรัม  $^1\text{H-NMR}$   $^{13}\text{C-NMR}$  และแมสสเปกตรัม แสดงในภาคผนวก ภาพที่ 16-22, 23-29 และ 30-36 ตามลำดับ

#### ศึกษาสถานะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์อนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์

ผลการศึกษาโดยนิตสารละลายอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ ความเข้มข้น 50 ppb (น้ำหนักดีบุก) มี Internal Standard ไตร โพรพิลเพนทิลทิน ความเข้มข้น 150 ppb (น้ำหนักดีบุก) ที่สถานะของเครื่องดังต่อไปนี้

##### สถานะที่เริ่มต้นที่ใช้ในการทดลอง

คอลัมน์	Capillary Column ยาว 30 เมตร เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.25 มิลลิเมตร เคลือบด้วย 5% Phenyl Methyl Siloxane หน้า 0.25 ไมโครเมตร (HP-5MS)
ปริมาตรที่ฉีด	1 ไมโครลิตร
แก๊สพา	ฮีเลียม อัตราการไหล 1.0 มิลลิลิตรต่อนาที

เทคนิคการฉีด	Splitless
EM Voltage	2106
อิเล็กตรอนมัลติไฟเออร์	70eV
ช่วงมวล	50-450
Dwell Time	100
Cycle/Sec	2.86

1. ผลการศึกษาโปรแกรมอุณหภูมิ แบบ A, B และ C ผลของโครมาโตแกรมแสดง  
ดังภาพที่ 6

2. ผลการศึกษาอัตราเร็วของโปรแกรมอุณหภูมิ

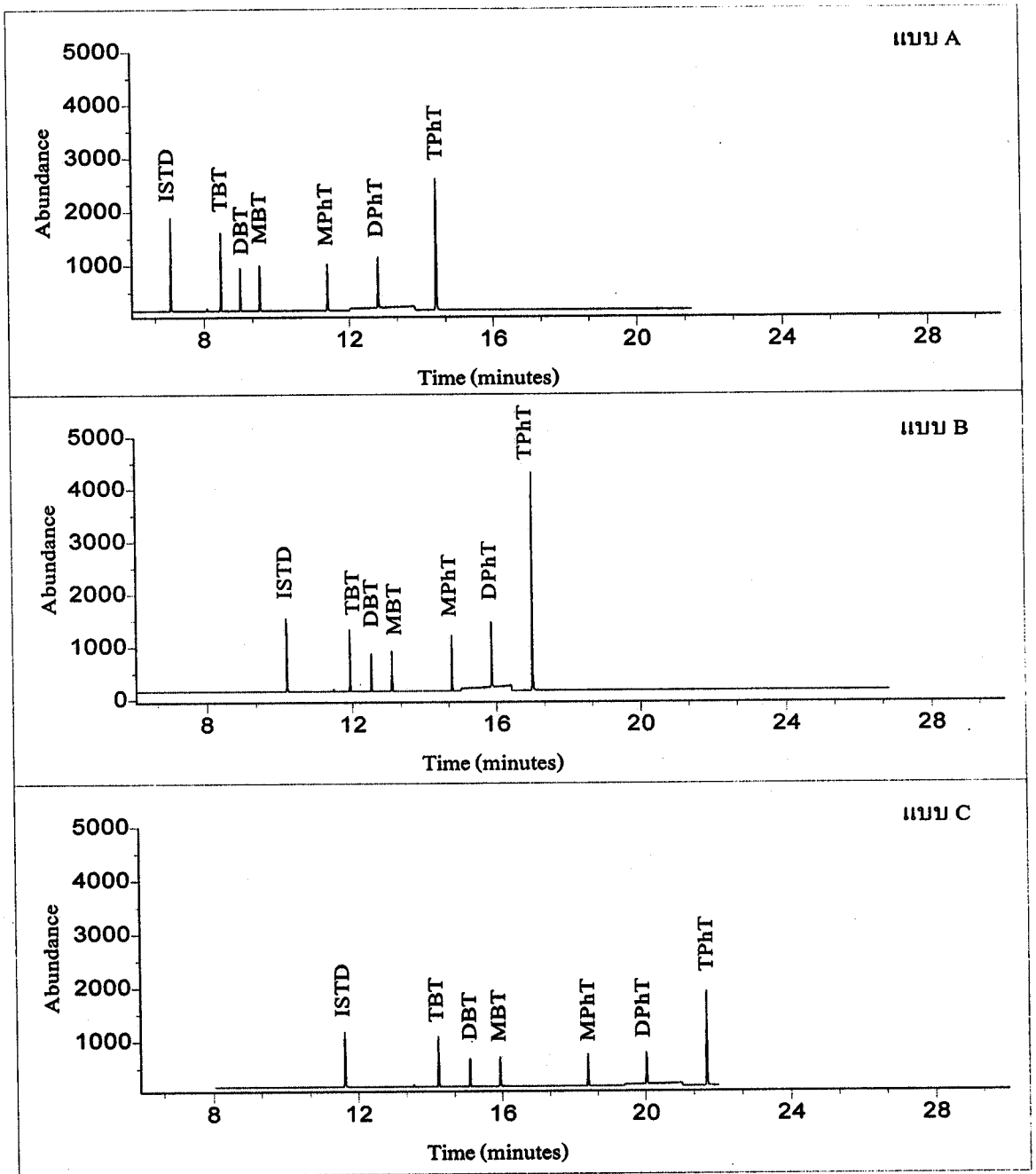
เลือกโปรแกรมอุณหภูมิแบบ B มาศึกษาอัตราเร็วของโปรแกรมอุณหภูมิที่ 12, 15, 17,  
20 และ 22 องศาเซลเซียสต่อนาที ผลของโครมาโตแกรมแสดงดังภาพที่ 7

ตารางที่ 3 เปอร์เซ็นต์ Yield ของอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบคีนุกอินทรีย์

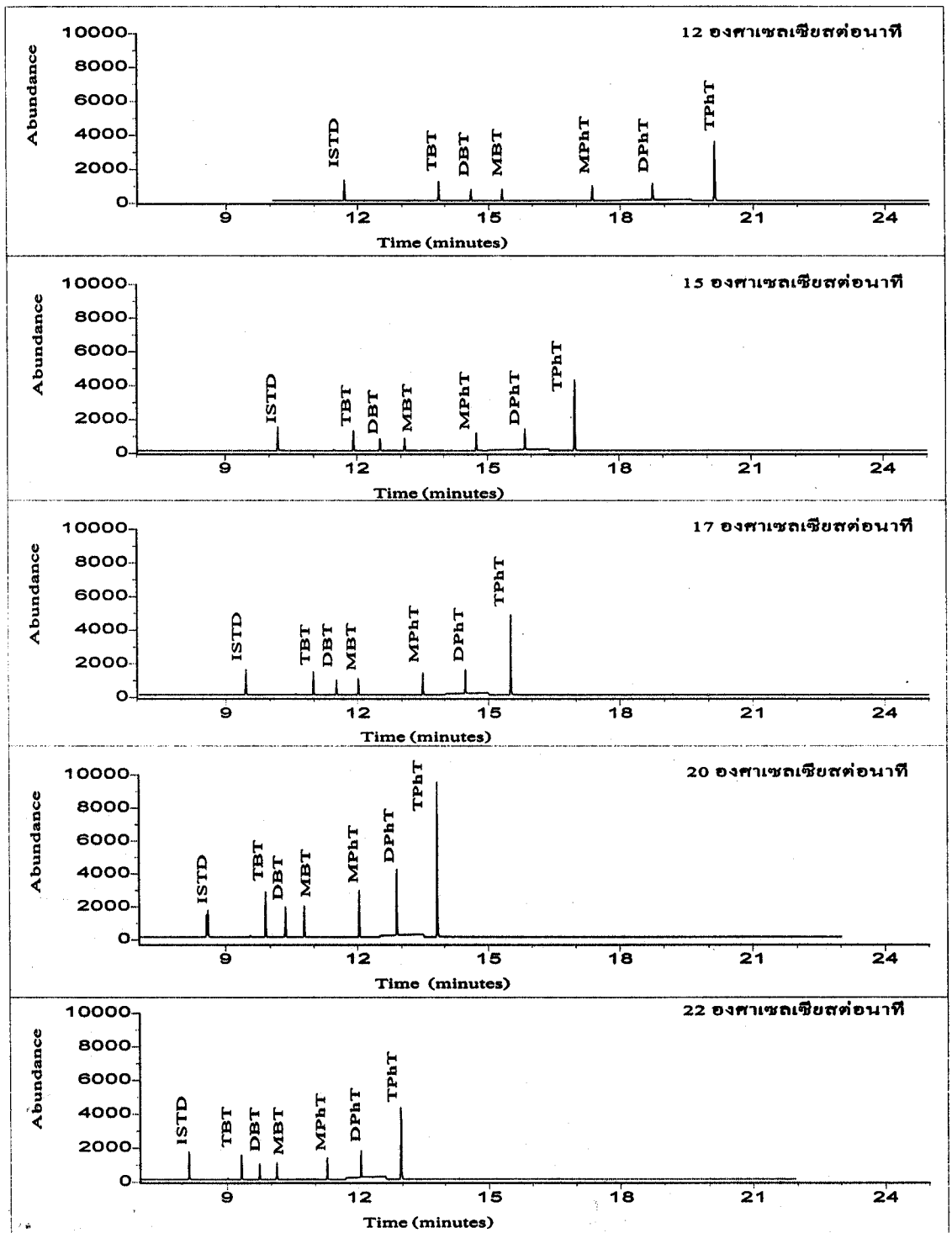
สาร	ตัวชะ	Fraction ที่เริ่มเก็บ-Fraction สุดท้าย	%Yield
TPrT (Internal Standard)	A	2-4	70
MBT	A	2-4	77
DBT	A	2-4	75
TBT	A	2-4	75
MPhT	A	3-7	70
DPhT	B	5-10	71
TPhT	B	8-11	67

A ชะด้วย เอ็น-เฮกเซน ปริมาตร 12 มิลลิลิตร

B ชะด้วย เอ็น-เฮกเซน ปริมาตร 12 มิลลิลิตร ตามด้วย เฮกเซน / ไดเอทิลอีเทอร์  
อัตราส่วน 9 : 1 ปริมาตร 35 มิลลิลิตร



ภาพที่ 6 โครมาโตแกรมการศึกษาโปรแกรมอุณหภูมิ ของอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุก อินทรีย์ ความเข้มข้น 50 ppb (น้ำหนัคดีบุก) มี Internal Standard ไตร โพรพิลเพนทิลทิน ความเข้มข้น 150 ppb (น้ำหนัคดีบุก)



ภาพที่ 7 โครมาโตแกรมการศึกษาอัตราเร็วของโปรแกรมอุณหภูมิของอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบไดบุกอินทรีย์ ความเข้มข้น 50 ppb (น้ำหนักดีบุก) มี Internal Standard ไตรโพรพิลเพนทิลทิน ความเข้มข้น 150 ppb (น้ำหนักดีบุก) ที่อัตราเร็ว 12, 15, 17, 20 และ 22 องศาเซลเซียสต่อนาที

## ศึกษาความถูกต้องของวิธีการวิเคราะห์ (Method Validation)

โดยใช้สถานะ โปรแกรมอุณหภูมิ และอัตราเร็วที่เหมาะสมจากผลการศึกษาสถานะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์อนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ คือ อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 60 องศาเซลเซียส คงที่ 1.5 นาที เพิ่มขึ้น 20 องศาเซลเซียสต่อนาที ถึง 290 องศาเซลเซียส คงที่ 10 นาที อุณหภูมิช่องฉีดสาร 280 องศาเซลเซียส อุณหภูมิดีเทคเตอร์ 290 องศาเซลเซียส

1. ความจำเพาะของสาร ผลการศึกษาจากการฉีดสารละลายของอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ ความเข้มข้น 50 ppb (น้ำหนัคดีบุก) มี Internal Standard ไตรโพรพิลเพนทิลทิน ความเข้มข้น 150 ppb (น้ำหนัคดีบุก) นำไปวิเคราะห์ด้วย GC/MSD/SIM วิเคราะห์โดยฉีดทั้งหมด 3 ครั้งพิจารณาจากค่าการแยก ( $R_f$ ) ของสารแต่ละชนิด แสดงดังตารางที่ 4

2. ขีดจำกัดการตรวจวัด (LOD) และขีดจำกัดการวิเคราะห์ปริมาณ (LOQ) ผลการศึกษาจากการฉีดสารละลายของอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ ความเข้มข้น 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 1.0, 2.0, 4.0 และ 6.0 ppb (น้ำหนัคดีบุก) มี Internal Standard ไตรโพรพิลเพนทิลทิน ความเข้มข้น 150 ppb (น้ำหนัคดีบุก) นำไปวิเคราะห์ด้วย GC/MSD/SIM วิเคราะห์โดยฉีดความเข้มข้นละ 7 ครั้ง แสดงดังในตารางที่ 5 ภาพโครมาโตแกรม LOD และ LOQ แสดงในภาคผนวกภาพที่ 37-40 และ 41-45 ตามลำดับ

3. กราฟมาตรฐาน จากการสร้างกราฟมาตรฐานอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ในช่วงความเข้มข้น 2, 25, 50, 120 และ 150 ppb (น้ำหนัคดีบุก) มี Internal Standard ไตรโพรพิลเพนทิลทิน ความเข้มข้น 150 ppb (น้ำหนัคดีบุก) นำไปวิเคราะห์ด้วย GC/MSD/SIM วิเคราะห์โดยฉีดความเข้มข้นละ 3 ครั้ง แสดงในภาคผนวกดังตารางที่ 23-28 และภาพที่ 46-51 ได้สมการ  $y = mx + c$  ค่าพารามิเตอร์ต่าง ๆ ของกราฟมาตรฐาน แสดงดังตารางที่ 6 และคำนวณหาค่าเปอร์เซ็นต์ความเข้มข้นที่จุดตัดแกน Y โดยคิดเทียบกับความเข้มข้นเป้าหมาย คือ 50 ppb (น้ำหนัคดีบุก) แสดงดังตารางที่ 7

4. ศึกษาความเข้มข้นที่เป็นเชิงเส้น (LDR) ผลการศึกษาโดยสร้างกราฟมาตรฐานอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ผสมในช่วงความเข้มข้น 2, 25, 50, 120, 150, 200 และ 800 ppb (น้ำหนัคดีบุก) มี Internal Standard ไตรโพรพิลเพนทิลทิน ความเข้มข้น 150 ppb (น้ำหนัคดีบุก) นำไปวิเคราะห์ด้วย GC/MSD/SIM วิเคราะห์โดยฉีดความเข้มข้นละ 3 ครั้ง ได้สมการ  $y = mx + b$  ค่าพารามิเตอร์ต่าง ๆ ของการศึกษาช่วงความเข้มข้นที่เป็นเชิงเส้นของอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ แสดงดังตารางที่ 8

5. ความเที่ยง ระดับที่ 1 ผลการศึกษาอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ ผสมความเข้มข้น 50 ppb (น้ำหนัคดีบุก) มี Internal Standard ไตรโพรพิลเพนทิลทิน ความเข้มข้น

150 ppb (น้ำหนักรีดน้ำ) นำไปวิเคราะห์ด้วย GC/MSD/SIM วิเคราะห์โดยฉีดทั้งหมด 10 ครั้ง  
คำนวณค่า %RSD ของความเข้มข้นแต่ละชนิด แสดงดังตารางที่ 9

ตารางที่ 4 ค่าการแยก ( $R_s$ ) ของอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ผสม ความเข้มข้น 50 ppb (น้ำหนักรีดน้ำ) มี Internal Standard ไตรโพรพิลเพนทิลทิน ความเข้มข้น 150 ppb (น้ำหนักรีดน้ำ) โปรแกรมอุณหภูมิที่ใช้คือ อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 60 องศาเซลเซียส คงที่ 1.5 นาที เพิ่มขึ้น 20 องศาเซลเซียสต่อนาที ถึง 290 องศาเซลเซียส คงที่ 10 นาที อุณหภูมิช่องฉีดสาร 280 องศาเซลเซียส อัตราการไหลแก๊สพา 1.0 มิลลิลิตรต่อนาที อุณหภูมิดีเทกเตอร์ 290 องศาเซลเซียส ( $n = 3$ )

สาร	$t_R$ นาที	$R_s$
TPrT (Internal Standard)	8.59	-
MBT	10.77	27.74
DBT	10.34	29.67
TBT	9.89	84.78
MPhT	12.03	78.75
DPhT	12.89	50.59
TPhT	13.99	53.29

กำหนดให้  $R_s$  = ค่าการแยก

$t_R$  = รีเทนชันไทม์

ตารางที่ 5 ขีดจำกัดการตรวจวัด (LOD) และขีดจำกัดการวิเคราะห์ปริมาณ (LOQ) ที่ความเข้มข้น 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 1.0, 2.0, 4.0 และ 6.0 ppb (น้ำหนักรีดน้ำ) ( $n = 7$ )

สาร	LOD (ppb)	LOQ (ppb)
MBT	0.3	2.0
DBT	0.2	2.0
TBT	0.2	1.0
MPhT	0.3	1.0
DPhT	1.0	6.0
TPhT	0.1	0.5

ตารางที่ 6 ค่าพารามิเตอร์ของกราฟมาตรฐานอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ผสมที่ ช่วงความเข้มข้น 2, 25, 50, 120 และ 150 ppb (น้ำหนักดีบุก) มี Internal Standard ไตรโพรพิลเพนทิลทิน ความเข้มข้น 150 ppb (น้ำหนักดีบุก) ( $n = 3$ )

สาร	m	b	$r^2$
MBT	0.0045	-0.0095	0.9995
DBT	0.0028	-0.0068	0.9991
TBT	0.0043	-0.0066	0.9994
MPhT	0.0069	-0.0042	0.9999
DPhT	0.0108	-0.0120	0.9999
TPhT	0.0237	-0.0337	0.9997

กำหนดให้ m = ความชันของกราฟ

b = จุดตัดแกน Y ของกราฟมาตรฐาน

$r^2$  = ค่าประสิทธิ์สหสัมพันธ์

ตารางที่ 7 ค่าเปอร์เซ็นต์ความเข้มข้นสารที่จุดตัดแกน y ที่ได้จากกราฟมาตรฐานอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ผสม

สาร	จุดตัดแกน y	Area สาร/Area ISTD ที่ 50 ppb	%ความเข้มข้นสาร
MBT	0.0095	0.2051	4.6319
DBT	0.0068	0.1258	5.4054
TBT	0.0066	0.1607	4.1070
MPhT	0.0042	0.3453	1.2163
DPhT	0.0120	0.5212	2.3024
TPhT	0.0337	1.1221	3.0033

ตัวอย่าง การคำนวณ เช่น MBT โดยพิจารณา ค่าที่ได้จากกราฟมาตรฐานที่แสดงในตาราง

Area สาร/Area ISTD ที่ 50 ppb = 0.2051

Area สาร/Area ISTD ที่อ่านได้จากจุดตัดแกน y = 0.0095

เปอร์เซ็นต์ความเข้มข้นสารที่จุดตัดแกน y =  $(0.0095 \times 100) / 0.2051 = 4.6319$

ตารางที่ 8 ค่าพารามิเตอร์ต่าง ๆ ของการศึกษาช่วงความเข้มข้นที่เป็นเชิงเส้นของอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ผสมที่ช่วงความเข้มข้น 2, 25, 50, 120, 150, 200 และ 800 ppb (น้ำหนัคดีบุก) มี Internal Standard ไตร โพรพิลเพนทิลทิน ความเข้มข้น 150 ppb (น้ำหนัคดีบุก) ( $n = 3$ )

สาร	m	b	$r^2$
MBT	0.0060	-0.1319	0.9961
DBT	0.0036	-0.0767	0.9965
TBT	0.0054	-0.0771	0.9976
MPhT	0.0099	-0.2455	0.9943
DPhT	0.0147	-0.3288	0.9956
TPhT	0.0306	-0.6011	0.9967

กำหนดให้ m = ความชันของกราฟ

b = จุดตัดแกน Y ของกราฟมาตรฐาน

$r^2$  = ค่าประสิทธิภาพสัมพัทธ์

ตารางที่ 9 ความเที่ยง ระดับที่ 1 ในการวิเคราะห์สารละลายอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ผสมความเข้มข้น 50 ppb (น้ำหนัคดีบุก) มี Internal Standard ไตร โพรพิลเพนทิลทิน ความเข้มข้น 150 ppb (น้ำหนัคดีบุก) ( $n = 10$ )

สาร	ความเข้มข้นเฉลี่ย (ppb)±SD	%RSD
MBT	53.72±0.97	1.81
DBT	52.25±1.17	2.24
TBT	42.70±1.23	2.87
MPhT	57.45±2.20	3.83
DPhT	54.75±1.60	2.91
TPhT	53.85±1.27	2.36



6. ความเที่ยง ระดับที่ 2 ผลการศึกษาสารละลายอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ผสมความเข้มข้น 25, 50 และ 75 ppb (น้ำหนักดีบุก) มี Internal Standard ไตร โพรพิลเพนทิลทิน ความเข้มข้น 150 ppb (น้ำหนักดีบุก) นำไปวิเคราะห์ด้วย GC/MSD/SIM วิเคราะห์โดยฉีดความเข้มข้นละ 5 ครั้ง คำนวณค่า % RSD ของความเข้มข้น แต่ละชนิดแสดงดังตารางที่ 10

ตารางที่ 10 ความเที่ยง ระดับที่ 2 ในการวิเคราะห์สารละลายอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ ผสมความเข้มข้น 25, 50 และ 75 ppb (น้ำหนักดีบุก) มี Internal Standard ไตร โพรพิลเพนทิลทิน ความเข้มข้น 150 ppb (น้ำหนักดีบุก) ( $n = 5$ )

สาร	ความเข้มข้น 25 ppb		ความเข้มข้น 50 ppb		ความเข้มข้น 75 ppb	
	ความเข้มข้นเฉลี่ย (ppb $\pm$ SD)	%RSD	ความเข้มข้นเฉลี่ย (ppb $\pm$ SD)	%RSD	ความเข้มข้นเฉลี่ย (ppb $\pm$ SD)	%RSD
MBT	23.73 $\pm$ 1.26	5.31	53.05 $\pm$ 0.87	1.64	80.63 $\pm$ 1.26	1.56
DBT	23.93 $\pm$ 0.97	4.06	51.39 $\pm$ 0.52	1.01	80.59 $\pm$ 0.79	0.98
TBT	19.59 $\pm$ 0.88	4.48	42.06 $\pm$ 0.71	1.68	65.88 $\pm$ 0.77	1.17
MPhT	22.72 $\pm$ 1.41	6.19	55.71 $\pm$ 0.97	1.75	86.32 $\pm$ 2.73	3.17
DPhT	22.40 $\pm$ 1.19	5.31	53.52 $\pm$ 1.00	1.87	83.65 $\pm$ 2.42	2.89
TPhT	23.16 $\pm$ 1.24	5.37	52.71 $\pm$ 0.49	0.93	82.40 $\pm$ 1.10	1.33

7. ความแม่นยำ ผลการศึกษาสารละลายอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ผสมความเข้มข้น 25, 50 และ 75 ppb (น้ำหนักดีบุก) มี Internal Standard ไตร โพรพิลเพนทิลทิน ความเข้มข้น 150 ppb (น้ำหนักดีบุก) นำไปวิเคราะห์ด้วย GC/MSD/SIM วิเคราะห์โดยฉีดความเข้มข้นละ 5 ครั้ง คำนวณค่าร้อยละการกลับคืนอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์เทียบกับกราฟมาตรฐานแสดงดังตารางที่ 11

ตารางที่ 11 ความแม่นยำในการวิเคราะห์สารละลายอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ ความเข้มข้น 25, 50 และ 75 ppb (น้ำหนักดีบุก) มี Internal Standard ไตรโพรพิลเพน ทิลทิน ความเข้มข้น 150 ppb (น้ำหนักดีบุก) ( $n = 5$ )

สาร	ความเข้มข้น 25 ppb		ความเข้มข้น 50 ppb		ความเข้มข้น 75 ppb	
	ความเข้มข้นเฉลี่ย (ppb $\pm$ SD)	%RSD	ความเข้มข้นเฉลี่ย (ppb $\pm$ SD)	%RSD	ความเข้มข้นเฉลี่ย (ppb $\pm$ SD)	%RSD
MBT	94.93	5.83	106.10	1.71	100.13	1.61
DBT	95.71	4.52	102.78	1.06	99.91	1.01
TBT	96.49	4.86	103.61	1.75	100.52	1.21
MPhT	90.87	6.36	111.43	1.77	107.42	3.19
DPhT	89.61	5.59	107.03	1.91	103.67	2.93
TPhT	92.65	5.72	105.42	0.95	101.89	1.35

### ศึกษาสภาวะในการเตรียมตัวอย่าง

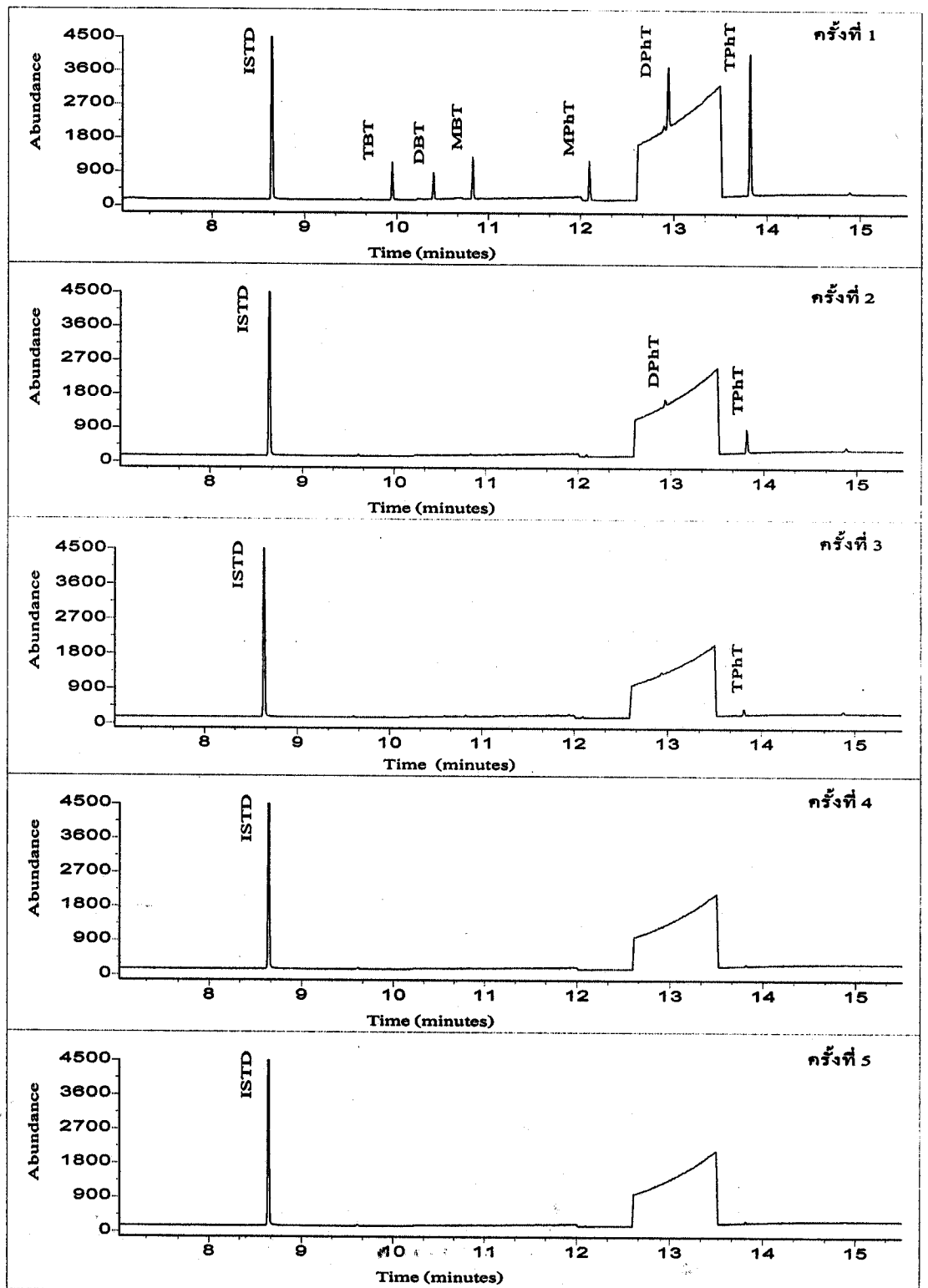
1. ศึกษาประสิทธิภาพของตัวทำละลายที่ใช้ในการแยกส่วน ผลการศึกษาประสิทธิภาพของตัวทำละลายที่ใช้ในการแยกส่วน โดยนำสารละลายอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ความเข้มข้น 1 ppm (น้ำหนักดีบุก) ปริมาตร 25 ไมโครลิตร ในคอลัมน์ที่บรรจุด้วยซิลิกาเจล 3 กรัม และอะลูมินา 3 กรัม ที่ชะด้วยตัวทำละลายเฮกเซนจนอิ่มตัว ชะด้วย 80:20, 60:40 และ 40:60 (v/v) เฮกเซน : ไดเอทิลอีเธอร์ ปริมาตร 25 มิลลิตร วิเคราะห์ด้วย GC/MSD/SIM ผลการศึกษาร้อยละการกลับคืนอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ แสดงดังตารางที่ 12

2. ศึกษาปริมาณตัวทำละลายที่เหมาะสมในการแยกส่วน ผลการศึกษาปริมาณตัวทำละลายที่พอเหมาะในการแยกส่วน โดยนำสารละลายอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ความเข้มข้น 1 ppm (น้ำหนักดีบุก) ปริมาตร 25 ไมโครลิตร ในคอลัมน์บรรจุซิลิกาเจล 3 กรัม และอะลูมินา 3 กรัม ที่ชะด้วยตัวทำละลายเฮกเซนจนอิ่มตัว ชะด้วย 80:20 (v/v) เฮกเซน : ไดเอทิลอีเธอร์ ครั้งละ 8 มิลลิตร จำนวน 5 ครั้ง วิเคราะห์ด้วย GC/MSD/SIM เพื่อคว่าต้องใช้ปริมาณตัวทำละลายเท่าใด จึงสามารถชะสารได้หมด โครมาโตแกรมแสดงดังภาพที่ 8

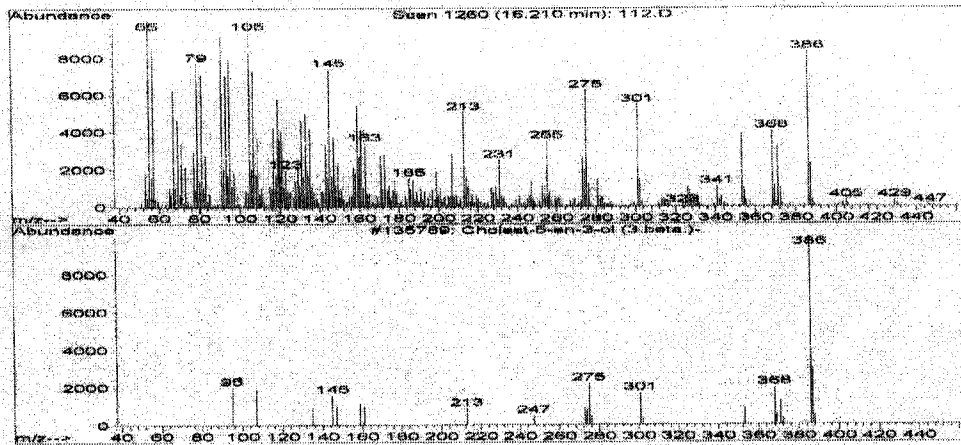
ตารางที่ 12 ค่าร้อยละการกลับคืนของอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ที่ชะด้วย  
ตัวทำละลายแบบต่าง ๆ ( $n = 3$ )

สาร	% Recovery ( $\pm$ SD)		
	อัตราส่วนตัวชะเฮกเซน : ไดเอทิลอีเธอร์ (v/v)		
	80:20	60:40	40:60
MBT	90.19 $\pm$ 3.88	89.42 $\pm$ 2.66	88.80 $\pm$ 1.77
DBT	89.94 $\pm$ 2.53	90.15 $\pm$ 2.80	89.41 $\pm$ 1.98
TBT	92.91 $\pm$ 2.93	92.67 $\pm$ 2.53	91.77 $\pm$ 1.12
MPhT	84.31 $\pm$ 6.54	85.23 $\pm$ 8.12	84.21 $\pm$ 6.37
DPhT	87.86 $\pm$ 7.25	86.45 $\pm$ 5.76	87.25 $\pm$ 6.53
TPhT	90.92 $\pm$ 7.20	89.43 $\pm$ 6.48	90.72 $\pm$ 7.06

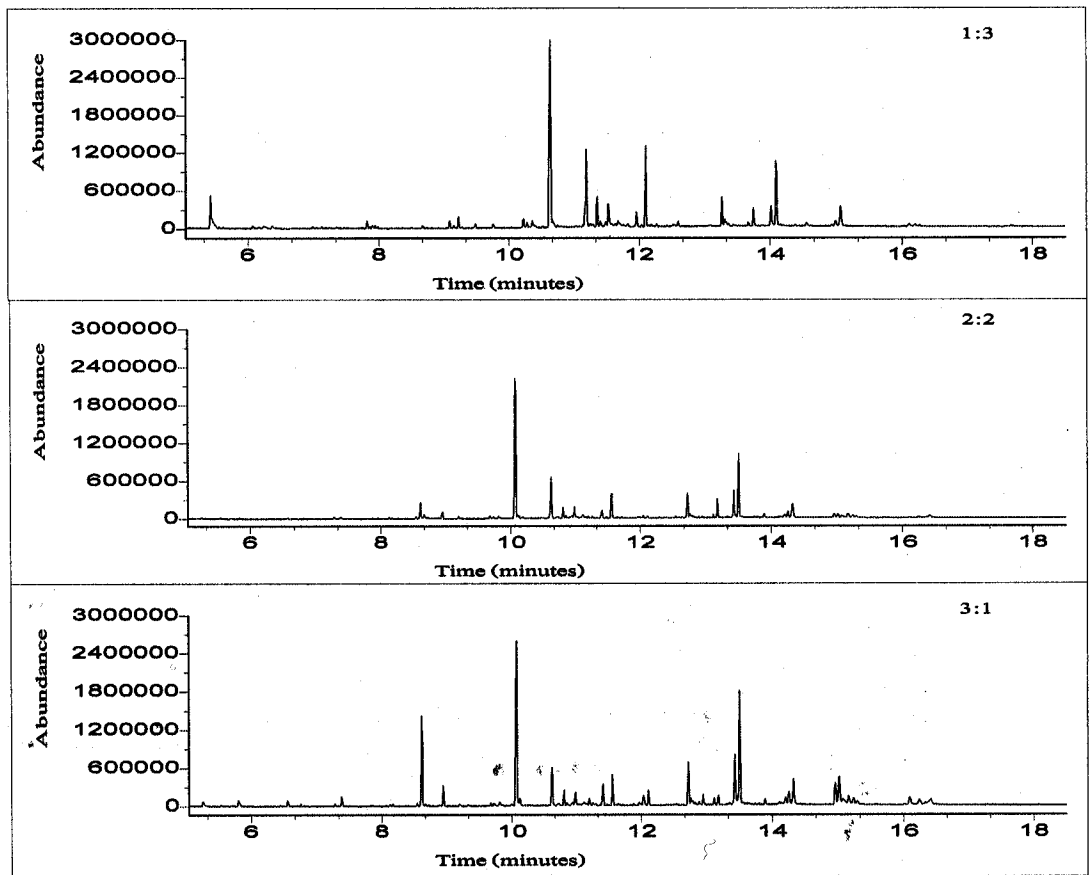
3. ศึกษาการกำจัดสิ่งเจือปน โดยศึกษาอัตราส่วนของซิลิกาเจล และอะลูมินาที่เหมาะสมในการกำจัดสิ่งเจือปน โดยชั่งเนื้อหอยประมาณ 2 กรัม ใน Centrifuge Tube กำจัดไขมันด้วยวิธี Saponification ในอ่างน้ำร้อนที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 นาที ปรับพีเอช เป็น 1.5-2.2 ด้วยกรดไฮโดรคลอริกเติมโซเดียมคลอไรด์ และตัวทำละลายไดเอทิลอีเธอร์/เพนเทน/โทรโปโลน อัตราส่วน 80:20:0.1 (v/v/w) สกัดด้วยวิธี Sonication เป็นเวลา 5 นาที สกัดด้วยตัวทำละลาย ไดเอทิลอีเธอร์/เพนเทน/โทรโปโลน อัตราส่วน 80:20:0.1 (v/v/w) อีกครั้งหนึ่ง เติมกรีนคาร์บริเอเจนต์ คือ เพนทิลแมกนีเซียมโบรไมด์ ในอ่างน้ำร้อนที่ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที ทำลายกรีนคาร์บริเอเจนต์ส่วนเกินด้วยแอมโมเนียมคลอไรด์ ลดปริมาณนำสารที่สกัดได้ นำมาผ่านการกำจัดสิ่งเจือปนปริมาตร 0.1 มิลลิลิตร ด้วยคอลัมน์ที่บรรจุซิลิกาเจล 1 กรัม ชะด้วย 80:20 (v/v) เฮกเซน/ไดเอทิลอีเธอร์ ปริมาตร 25 มิลลิลิตร วิเคราะห์ด้วย GC/MSD/SCAN นำแมสสเปกตรัมเทียบกับฐานข้อมูล Wiley พบ โกลสเตอรอล แสดงดังภาพที่ 9 หลังจากนั้นเปลี่ยนการบรรจุซิลิกาเจล และอะลูมินา เพื่อกำจัดกรดไขมัน เป็น 1:3, 2:2 และ 3:1 กรัม/กรัม โครมาโตรแกรมแสดงดังภาพที่ 10



ภาพที่ 8 โครมาโตแกรมการศึกษาปริมาณตัวทำละลายที่ใช้ในการแยกส่วนเมื่อชะด้วย 80:20 (v/v) เฮกเซน / ไดเอทิลอีเทอร์ปริมาตร 40 มิลลิลิตร โดยชะครั้งละ 8 มิลลิลิตร



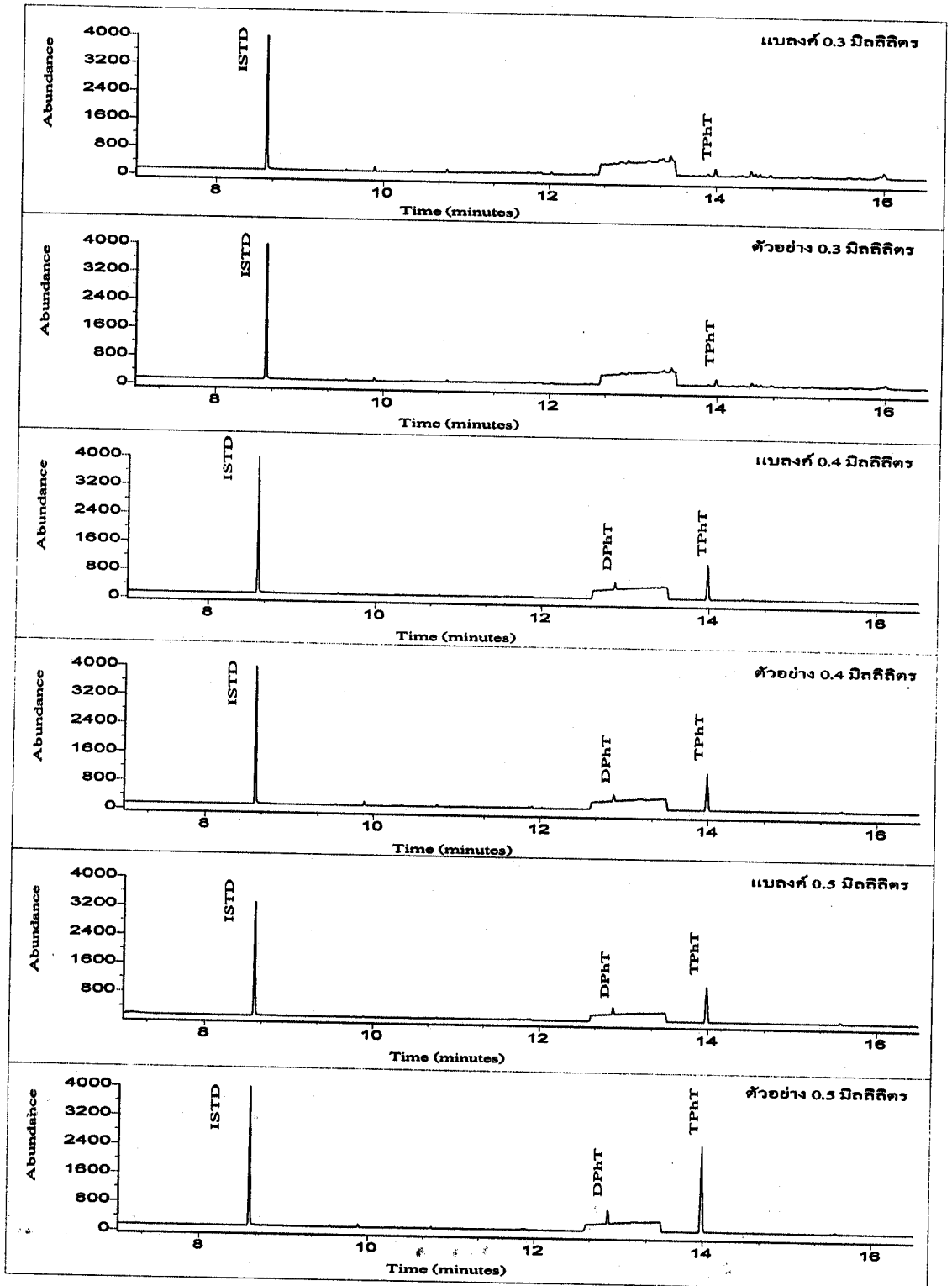
ภาพที่ 9 แมสสเปกตรัมของโคเลสเตอรอลในตัวอย่างริเทนชันไทม์ที่ 16.21 (ภาพบน) เทียบกับฐานข้อมูล Wiley (ภาพล่าง) เมื่อผ่านการกำจัดสิ่งเจือปน และการแยกส่วนเมื่อใช้ซิลิกาเจล 1 กรัม



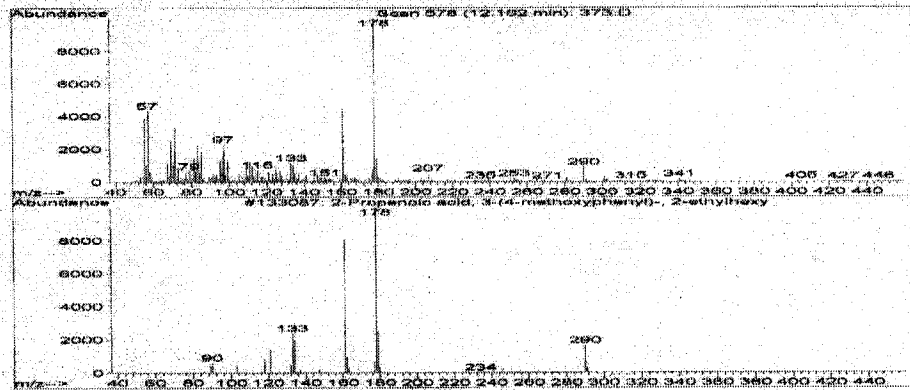
ภาพที่ 10 โครมาโตแกรมการศึกษาอัตราส่วน ซิลิกาเจล และอะลูมินา 1:3, 2:2 และ 3:1 กรัม/กรัม ในการแยกส่วนเมื่อชะด้วย 80:20 (v/v) เฮกเซน/ไดเอทิลอีเทอร์ ปริมาตร 25 มิลลิลิตร

4. ศึกษาปริมาณของตัวอย่างที่นำไปกำจัดสิ่งเจือปน และแยกส่วน โดยชั่งเนื้อหอย ประมาณ 2 กรัม ใน Centrifuge Tube แล้วกำจัดไขมันด้วยวิธี Saponification สกัดด้วยวิธี Sonication ด้วยตัวทำละลาย ไดเอทิลอีเธอร์/เพนเทน/โทรโพลีน อัตราส่วน 80:20:0.1 (v/v/w) ทำอนุพันธ์ด้วย ปฏิกิริยากรีนิกซ์คาร์ตรีเอเจนต์ คือ เพนทิลแมกนิเซียมโบรไมด์ ทำลายกรีนิกซ์คาร์ตรีเอเจนต์ส่วนเกิน ด้วยแอมโมเนียมคลอไรด์ ตามขั้นตอนข้อ 3 หลังจากนั้นลดปริมาณสารที่สกัดได้ และแบลงค์ (สกัดตามขั้นตอนข้อ 3 โดยไม่เติมตัวอย่าง) นำมาผ่านการกำจัดสิ่งเจือปนด้วยคอลัมน์ที่บรรจุ ซิลิกาเจล 3 กรัม และอะลูมินา 3 กรัม ะด้วย 80:20 (v/v) เฮกเซน/ไดเอทิลอีเธอร์ ปริมาตร 25 มิลลิลิตร ในการศึกษาโดยใช้ปริมาณตัวอย่างที่สกัดได้ และแบลงค์ที่นำไปกำจัดสิ่งเจือปน 0.3, 0.4 และ 0.5 มิลลิลิตร วิเคราะห์ด้วย GC/MSD/SIM และ SCAN เมื่อเติมปริมาณสารที่นำไปกำจัดสิ่งเจือปน 0.6 และ 0.7 มิลลิลิตร วิเคราะห์ด้วย GC/MSD/SCAN ในโหมด SIM สารตัวอย่าง เทียบกับแบลงค์ พบไตรฟีนิลทิน ที่ปริมาณสารที่นำไปกำจัดสิ่งเจือปนปริมาณ 0.5 มิลลิลิตร เมื่อเปรียบเทียบกับแบลงค์ โครมาโตแกรมแสดงดังภาพที่ 11 ในโหมด SCAN พบเมสสเปกตรัม ของกรดไขมัน เมื่อเติมปริมาณสารที่นำไปกำจัดสิ่งเจือปน ที่ 0.7 มิลลิลิตร เทียบกับฐานข้อมูล Wiley ผลแสดงดังภาพที่ 12

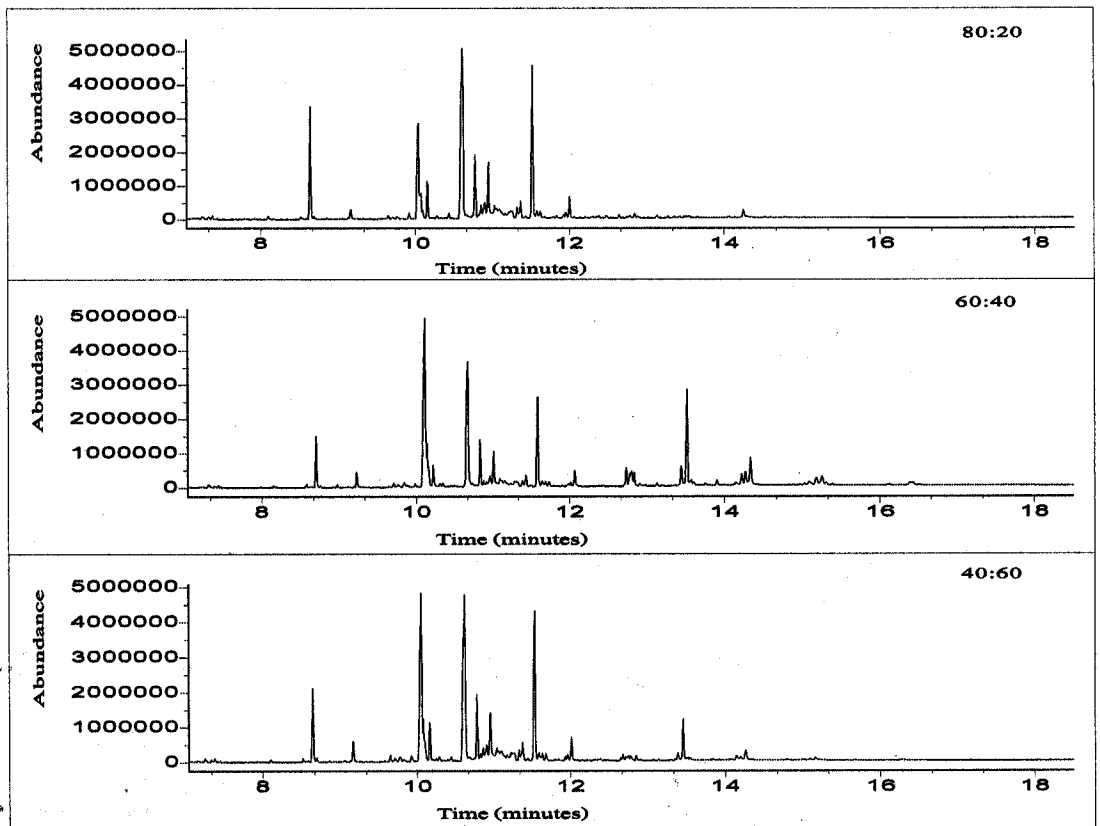
5. ศึกษาอัตราส่วนของตัวทำละลายที่เหมาะสม ในการกำจัดสิ่งเจือปน โดยชั่งเนื้อหอย ประมาณ 2 กรัม ใน Centrifuge Tube แล้วกำจัดไขมันด้วยวิธี สกัดด้วยวิธี Sonication ด้วย ตัวทำละลายไดเอทิลอีเธอร์/เพนเทน/โทรโพลีน อัตราส่วน 80:20:0.1 (v/v/w) ทำอนุพันธ์ด้วย ปฏิกิริยากรีนิกซ์คาร์ตรีเอเจนต์ คือ เพนทิลแมกนิเซียมโบรไมด์ ทำลายกรีนิกซ์คาร์ตรีเอเจนต์ส่วนเกิน ด้วยแอมโมเนียมคลอไรด์ ตามขั้นตอนข้อ 3 หลังจากนั้นลดปริมาณ สารที่สกัดได้ นำมาผ่าน การกำจัดสิ่งเจือปนด้วยคอลัมน์ที่บรรจุซิลิกาเจล 3 กรัม และอะลูมินา 3 กรัม ปริมาณที่นำไป กำจัดสิ่งเจือปนปริมาณ 0.5 มิลลิลิตร ในการศึกษาจะด้วย 80:20, 60:40 และ 40:60 (v/v) เฮกเซน/ไดเอทิลอีเธอร์ ปริมาตร 25 มิลลิลิตร วิเคราะห์ด้วย GC/MSD/SCAN เพื่อดูสิ่งเจือปน ของตัวอย่างที่มีตัวชะต่างกัน ซึ่งไม่สามารถตรวจพบอนุพันธ์เพนทิลของดีบุกอินทรีย์ผลการศึกษา ผลแสดงดังภาพที่ 13



ภาพที่ 11 โครมาโตแกรมของสารตัวอย่างปริมาตร 0.3, 0.4 และ 0.5 มิลลิลิตรที่นำไปกำจัดถึงเจือปน เมื่อเทียบกับแบบลงค์



ภาพที่ 12 แมสสเปกตรัมของ 2-Propenoic Acid รีเทนชันไทม์ที่ 12.16 (ภาพบน) เทียบกับ  
ฐานข้อมูล Wiley (ภาพล่าง) ที่ปริมาตรสารนำไปกำจัดสิ่งเจือปนเป็น 0.7 มิลลิลิตร



ภาพที่ 13 โครมาโตแกรมการกำจัดสิ่งเจือปนเมื่อชะด้วย 80:20, 60:40 และ 40:60 (v/v)  
เฮกเซน/ไดเอทิลอีเธอร์ ปริมาตร 25 มิลลิลิตร



### ศึกษาการสกัดด้วยวิธี Sonication

1. ศึกษาอัตราส่วนของตัวทำละลายที่เหมาะสมในการสกัดตัวอย่าง โดยชั่งเนื้อหอย น้ำหนักประมาณ 2 กรัม ใน Centrifuge Tube เติมสารประกอบดีบุกอินทรีย์คลอไรด์ ความเข้มข้น 50 ng/g น้ำหนักตัวอย่าง ตั้งทิ้งไว้ 30 นาที หลังจากนั้นทำตามขั้นตอนข้อ 3 ของการศึกษา สภาวะในการเตรียมตัวอย่างที่กำจัดไขมันด้วยวิธี Saponification ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 นาที สกัดด้วยวิธี Sonication เป็นเวลา 5 นาที ด้วยตัวทำละลาย ไดเอทิลอีเทอร์/เพนเทน/โทรโปโลน อัตราส่วน 80:20:0.1 (v/v/w) เติมกรีนกีย์คาร์ตรีเอเจนต์ คือ เพนทิลแมกนีเซียมโบรไมด์ ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที ทำลายกรีนกีย์คาร์ตรีเอเจนต์ ส่วนเกินด้วยแอมโมเนียมคลอไรด์ ลดปริมาตร นำสารที่สกัดได้นำมาผ่านการกำจัดสิ่งเจือปนด้วยคอลัมน์ที่บรรจุซิลิกาเจล 3 กรัม และอะลูมินา 3 กรัม ชะด้วย 80:20 (v/v) เฮกเซนในไดเอทิลอีเทอร์ ปริมาตร 25 มิลลิลิตร วิเคราะห์ด้วย GC/MSD/SIM วิเคราะห์ซ้ำโดยเปลี่ยนตัวสกัดเป็น ไดเอทิลอีเทอร์/เพนเทน/โทรโปโลน อัตราส่วน 100:0:0.1 (v/v/w) คำนวณร้อยละการกลับคืนอนุพันธ์ เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์เทียบกับกราฟมาตรฐาน แสดงดังตารางที่ 13

ตารางที่ 13 ร้อยละการกลับคืนของอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ ในการศึกษา อัตราส่วนตัวสกัดไดเอทิลอีเทอร์/เพนเทน/โทรโปโลน อัตราส่วน 80:20:0.1 และ 100:0:0.1 (v/v/w) เมื่อเติมสารประกอบดีบุกอินทรีย์คลอไรด์ ความเข้มข้น 50 ng/g น้ำหนักตัวอย่าง ( $n=3$ )

สาร	% Recovery ( $\pm$ SD)	
	อัตราส่วนตัวสกัด	
	ไดเอทิลอีเทอร์/เพนเทน/โทรโปโลน (v/v/w)	
	80:20:0.1	100:0:0.1
MBT	59.84 $\pm$ 11.36	65.87 $\pm$ 9.82
DBT	105.58 $\pm$ 6.36	100.83 $\pm$ 7.91
TBT	102.47 $\pm$ 14.79	98.65 $\pm$ 9.82
MPhT	77.69 $\pm$ 8.43	63.32 $\pm$ 10.61
DPhT	84.23 $\pm$ 9.60	79.66 $\pm$ 11.68
TPhT	106.23 $\pm$ 6.27	104.17 $\pm$ 11.58

2. ศึกษาปริมาณโทโรโปโลน ที่เหมาะสมในการสกัดตัวอย่าง โดยชั่งเนื้อหอย น้ำหนักประมาณ 2 กรัม ใน Centrifuge Tube เติมสารประกอบดีบุกอินทรีย์คลอไรด์ ความเข้มข้น 50 ng/g น้ำหนักตัวอย่าง ตั้งทิ้งไว้ 30 นาที หลังจากนั้นทำตามขั้นตอนข้อ 1 ที่เลือกใช้อัตราส่วนตัวทำละลายที่ใช้สกัดเป็น ไดเอทิลอีเธอร์/เพนเทน/โทโรโปโลน อัตราส่วน 80:20:0.1 (v/v/w) ในการศึกษาใช้ปริมาณโทโรโปโลนที่ใช้เป็น ไดเอทิลอีเธอร์/เพนเทน/โทโรโปโลน อัตราส่วน 80:20:0.1 และ 80:20:0.2 (v/v/w) วิเคราะห์ด้วย GC/MSD/SIM กำหนดร้อยละการกลับคืนอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์โดยเทียบกับกราฟมาตรฐาน เพื่อหาปริมาณโทโรโปโลนที่เหมาะสม ผลแสดงดังตารางที่ 14

3. เปรียบเทียบการสกัดด้วย วิธี sonication ที่เวลาต่าง ๆ กัน โดยชั่งเนื้อหอย น้ำหนักประมาณ 2 กรัม ใน Centrifuge Tube เติมสารประกอบดีบุกอินทรีย์คลอไรด์ ความเข้มข้น 50 ng/g น้ำหนักตัวอย่าง ตั้งทิ้งไว้ 30 นาที ทำตามขั้นตอนตามข้อ 2 ที่เลือกใช้ปริมาณโทโรโปโลนเป็น ไดเอทิลอีเธอร์/เพนเทน/โทโรโปโลน อัตราส่วน 80:20:0.1 (v/v/w) ในการศึกษาใช้เวลาที่ใช้ในการ Sonication เป็น 5 และ 10 นาที วิเคราะห์ด้วย GC/MSD/SIM กำหนดร้อยละการกลับคืนอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์โดยเทียบกับกราฟมาตรฐาน เพื่อศึกษาเวลาที่เหมาะสมในการสกัดตัวอย่างผลแสดงดังตารางที่ 15

ตารางที่ 14 ร้อยละการกลับคืนอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ ปริมาณโทโรโปโลนที่ใช้ตัวทำละลายไดเอทิลอีเธอร์/เพนเทน/โทโรโปโลน อัตราส่วน 80:20:0.1 และ 80:20:0.2 (v/v/w) เมื่อเติมสารประกอบดีบุกอินทรีย์คลอไรด์ ความเข้มข้น 50 ng/g น้ำหนักตัวอย่าง ( $n = 3$ )

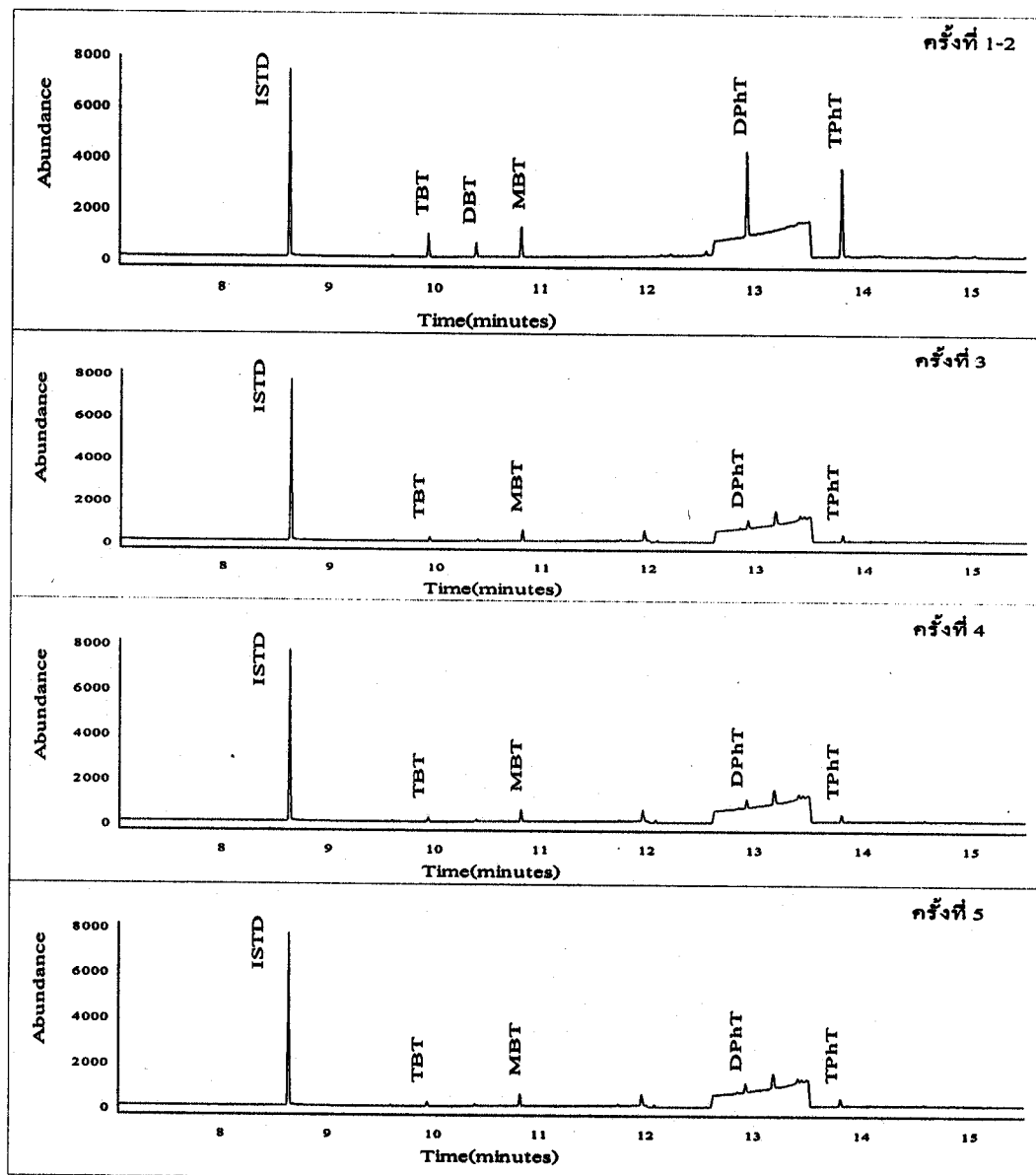
สาร	% Recovery ( $\pm$ SD)	
	อัตราส่วนตัวทำละลาย	
	ไดเอทิลอีเธอร์/เพนเทน/โทโรโปโลน (v/v/w)	
	80:20:0.1	80:20:0.2
MBT	59.84 $\pm$ 11.36	54.43 $\pm$ 11.69
DBT	105.58 $\pm$ 6.36	101.14 $\pm$ 8.52
TBT	102.47 $\pm$ 14.79	90.76 $\pm$ 11.00
MPhT	77.69 $\pm$ 8.43	77.75 $\pm$ 3.89
DPhT	84.23 $\pm$ 9.60	82.09 $\pm$ 12.24
TPhT	106.23 $\pm$ 6.27	113.89 $\pm$ 8.06

ตารางที่ 15 ร้อยละการกลับคืนอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ เมื่อสกัดตัวอย่างหอย ด้วย วิธี Sonication ที่เวลา 5 และ 10 นาที เมื่อเติมสารประกอบดีบุกอินทรีย์คลอไรด์ ความเข้มข้น 50 ng/g น้ำหนักตัวอย่าง ( $n = 3$ )

สาร	% Recovery ( $\pm$ SD)	
	เวลาที่สกัดด้วยวิธี sonication	
	5 นาที	10 นาที
MBT	59.84 $\pm$ 11.36	89.00 $\pm$ 6.11
DBT	105.58 $\pm$ 6.36	105.19 $\pm$ 6.12
TBT	102.47 $\pm$ 14.79	109.42 $\pm$ 5.20
MPhT	77.69 $\pm$ 8.43	85.22 $\pm$ 9.27
DPhT	84.23 $\pm$ 9.60	89.88 $\pm$ 5.08
TPhT	106.23 $\pm$ 6.27	111.60 $\pm$ 4.94

4. ศึกษาจำนวนครั้ง ของ การสกัดด้วยวิธี Sonication โดยชั่งเนื้อหอย น้ำหนัก ประมาณ 2 กรัม ใน Centrifuge Tube เติมสารประกอบดีบุกอินทรีย์คลอไรด์ ความเข้มข้น 25 ng/g น้ำหนักตัวอย่าง ตั้งทิ้งไว้ 30 นาที โดยทำตามขั้นตอนข้อ 3 ที่เลือกใช้การสกัดตัวอย่างเป็นเวลา 10 นาที ทำการสกัดซ้ำตัวอย่างเดิมต่ออีก 1 ครั้ง จำนวน 3 ครั้ง แล้วผ่านการขั้นตอน การกำจัด สิ่งเจือปน และการแยกส่วน วิเคราะห์ด้วย GC/MSD/SIM โครมาโตแกรมแสดงดังภาพที่ 14

5. ศึกษาชนิดของตัวทำลายกรีนกีย์คาร์บริเอเจนต์ส่วนเกิน โดยชั่งเนื้อหอย น้ำหนัก ประมาณ 2 กรัม ใน Centrifuge Tube เติมสารประกอบดีบุกอินทรีย์คลอไรด์ ความเข้มข้น 25 ng/g น้ำหนักตัวอย่าง ตั้งทิ้งไว้ 30 นาที โดยทำตามขั้นตอนข้อ 4 ที่เลือกใช้สกัดด้วยวิธี Sonication เป็นเวลา 10 นาที จำนวน 2 ครั้ง ในการศึกษาใช้ตัวทำลายกรีนกีย์คาร์บริเอเจนต์ส่วนเกินเป็น แอมโมเนียมคลอไรด์ และกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 1 โมลาร์ ปริมาตร 6 มิลลิลิตร วิเคราะห์ ด้วย GC/MSD/SIM จำนวนร้อยละการกลับคืนอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ โดยเทียบกับกราฟมาตรฐาน เพื่อศึกษาชนิดของตัวทำลายกรีนกีย์คาร์บริเอเจนต์ส่วนเกิน ผลแสดง ดังตารางที่ 16



ภาพที่ 14 โครมาโตแกรมอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบคีนูอินทรีย์ แสดงจำนวนครั้งของการสกัดด้วยวิธี Sonication โดยทำการสกัดด้วยเป็นเวลา 10 นาที

6. ศึกษาเวลาในการกำจัดไขมันด้วยวิธี Saponification โดยชั่งเนื้อหอย น้ำหนักประมาณ 2 กรัม ใน Centrifuge Tube เติมสารประกอบคีนูอินทรีย์คลอไรด์ ความเข้มข้น 25 ng/g น้ำหนักตัวอย่าง ตั้งทิ้งไว้ 30 นาที โดยทำตามขั้นตอนข้อ 5 ที่เลือกใช้ตัวทำละลายกรีนกัรคาร์ตรีเอเจนต์ ส่วนเกินเป็นแอมโมเนียมคลอไรด์ 1 โมลาร์ ปริมาตร 6 มิลลิลิตร ในการศึกษาใช้เวลาที่ใช้ในการ Saponification เป็น 20 และ 10 นาที วิเคราะห์ด้วย GC/MSD/SIM คำนวณร้อยละการกลับคืนอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบคีนูอินทรีย์โดยเทียบกับกราฟมาตรฐาน เพื่อศึกษาเวลาในการกำจัดไขมัน โดยวิธี Saponification ผลแสดงดังตารางที่ 17

ตารางที่ 16 ร้อยละการกลับคืนของอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบคีนูอินทรีย์เมื่อใช้ ตัวทำลาย กรีนกีย์คาร์ตรีเอเจนต์ ที่ความเข้มข้น 1 โมลาร์ ปริมาตร 6 มิลลิลิตร เมื่อเติมสารประกอบคีนูอินทรีย์คลอไรด์ ความเข้มข้น 25 ng/g น้ำหนักตัวอย่าง ( $n = 3$ )

สาร	% Recovery ( $\pm$ SD)	
	ชนิดตัวทำลายกรีนกีย์คาร์ตรีเอเจนต์ ที่ความเข้มข้น 1 โมลาร์ ปริมาตร 6 มิลลิลิตร	
	แอมโมเนียมคลอไรด์	กรดไฮโดรคลอริก
MBT	86.51 $\pm$ 10.72	89.91 $\pm$ 16.02
DBT	115.21 $\pm$ 4.66	115.84 $\pm$ 9.79
TBT	93.34 $\pm$ 7.31	92.66 $\pm$ 6.34
MPhT	83.36 $\pm$ 5.66	62.70 $\pm$ 4.43
DPhT	106.99 $\pm$ 18.52	100.90 $\pm$ 7.46
TPhT	82.14 $\pm$ 11.10	118.85 $\pm$ 7.70

7. ศึกษาอุณหภูมิในการทำอนุพันธ์ด้วยกรีนกีย์คาร์ตรีเอเจนต์ โดยชั่งเนื้อหอย น้ำหนักประมาณ 2 กรัม ใน Centrifuge Tube เติมสารประกอบคีนูอินทรีย์คลอไรด์ ความเข้มข้น 25 ng/g น้ำหนักตัวอย่าง ตั้งทิ้งไว้ 30 นาที โดยทำตามขั้นตอนข้อ 6 ที่เลือกใช้เวลาในการกำจัดไขมันเป็น 20 นาที ในการศึกษาใช้อุณหภูมิในการทำอนุพันธ์ด้วยกรีนกีย์คาร์ตรีเอเจนต์คือ 40 และ 32 องศาเซลเซียส วิเคราะห์ด้วย GC/MSD/SIM คำนวณร้อยละการกลับคืนอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบคีนูอินทรีย์โดยเทียบกับกราฟมาตรฐาน เพื่อศึกษาอุณหภูมิในการทำอนุพันธ์ด้วยกรีนกีย์คาร์ตรีเอเจนต์ ผลแสดงดังตารางที่ 18

8. ศึกษาร้อยละการกลับคืนอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบคีนูอินทรีย์ที่ความเข้มข้น 75 ng/g น้ำหนักตัวอย่าง โดยชั่งเนื้อหอย น้ำหนักประมาณ 2 กรัม ใน Centrifuge Tube เติมสารประกอบคีนูอินทรีย์คลอไรด์ ความเข้มข้น 75 ng/g น้ำหนักตัวอย่าง ตั้งทิ้งไว้ 30 นาที ทำตามขั้นตอนข้อ 7 เลือกใช้อุณหภูมิในการทำอนุพันธ์ด้วยกรีนกีย์คาร์ตรีเอเจนต์ที่ 40 องศาเซลเซียส สรุปลักษณะที่ 5 ในบทที่ 3 คำนวณร้อยละการกลับคืนอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบคีนูอินทรีย์ โดยเทียบกับกราฟมาตรฐาน ผลแสดงดังตารางที่ 19

ตารางที่ 17 ร้อยละการกลับคืนของอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ เมื่อทำการกำจัดไขมัน โดยวิธี Saponification เป็นเวลา 10 และ 20 นาที เมื่อเติมสารประกอบดีบุกอินทรีย์คลอไรด์ ความเข้มข้น 25 ng/g น้ำหนักตัวอย่าง ( $n = 3$ )

สาร	% Recovery ( $\pm$ SD)	
	เวลา ในการกำจัดไขมัน	
	10 นาที	20 นาที
MBT	40.72 $\pm$ 3.78	86.51 $\pm$ 10.72
DBT	74.46 $\pm$ 11.48	115.21 $\pm$ 4.66
TBT	39.42 $\pm$ 16.50	93.34 $\pm$ 7.31
MPhT	52.16 $\pm$ 3.45	83.36 $\pm$ 5.66
DPhT	105.46 $\pm$ 11.18	106.99 $\pm$ 18.52
TPhT	69.26 $\pm$ 13.88	82.14 $\pm$ 11.10

ตารางที่ 18 ร้อยละการกลับคืนอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ ที่ใช้อุณหภูมิในการทำอนุพันธ์ด้วยกรีนกัซาร์ครีเอเจนต์ 32 และ 40 องศาเซลเซียส เมื่อเติมสารประกอบดีบุกอินทรีย์คลอไรด์ ความเข้มข้น 25 ng/g น้ำหนักตัวอย่าง ( $n = 3$ )

สาร	% Recovery ( $\pm$ SD)	
	อุณหภูมิในการทำอนุพันธ์ด้วยกรีนกัซาร์ครีเอเจนต์	
	40 °C	32 °C
MBT	86.51 $\pm$ 10.72	16.54 $\pm$ 4.93
DBT	115.21 $\pm$ 4.66	66.32 $\pm$ 9.71
TBT	93.34 $\pm$ 7.31	71.11 $\pm$ 14.85
MPhT	83.36 $\pm$ 5.66	40.09 $\pm$ 11.89
DPhT	106.99 $\pm$ 18.52	80.50 $\pm$ 3.47
TPhT	82.14 $\pm$ 11.10	97.26 $\pm$ 6.30

ตารางที่ 19 ร้อยละการกลับคืนของอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์เมื่อเติมสารประกอบดีบุกอินทรีย์คลอไรด์ ความเข้มข้น 25, 50 และ 75 ng/g น้ำหนักตัวอย่าง ( $n = 3$ )

สาร	% Recovery ( $\pm$ SD)		
	ความเข้มข้นที่เติม (ng/g น้ำหนักตัวอย่าง)		
	25	50	75
MBT	86.51 $\pm$ 10.72	89.00 $\pm$ 6.11	86.73 $\pm$ 4.92
DBT	115.21 $\pm$ 4.66	105.19 $\pm$ 6.12	107.48 $\pm$ 6.09
TBT	93.34 $\pm$ 7.31	109.42 $\pm$ 5.20	112.88 $\pm$ 4.92
MPhT	83.36 $\pm$ 5.66	85.22 $\pm$ 9.27	97.02 $\pm$ 12.03
DPhT	106.99 $\pm$ 18.52	89.88 $\pm$ 5.08	105.91 $\pm$ 5.69
TPhT	82.14 $\pm$ 11.10	111.60 $\pm$ 4.94	111.46 $\pm$ 6.00

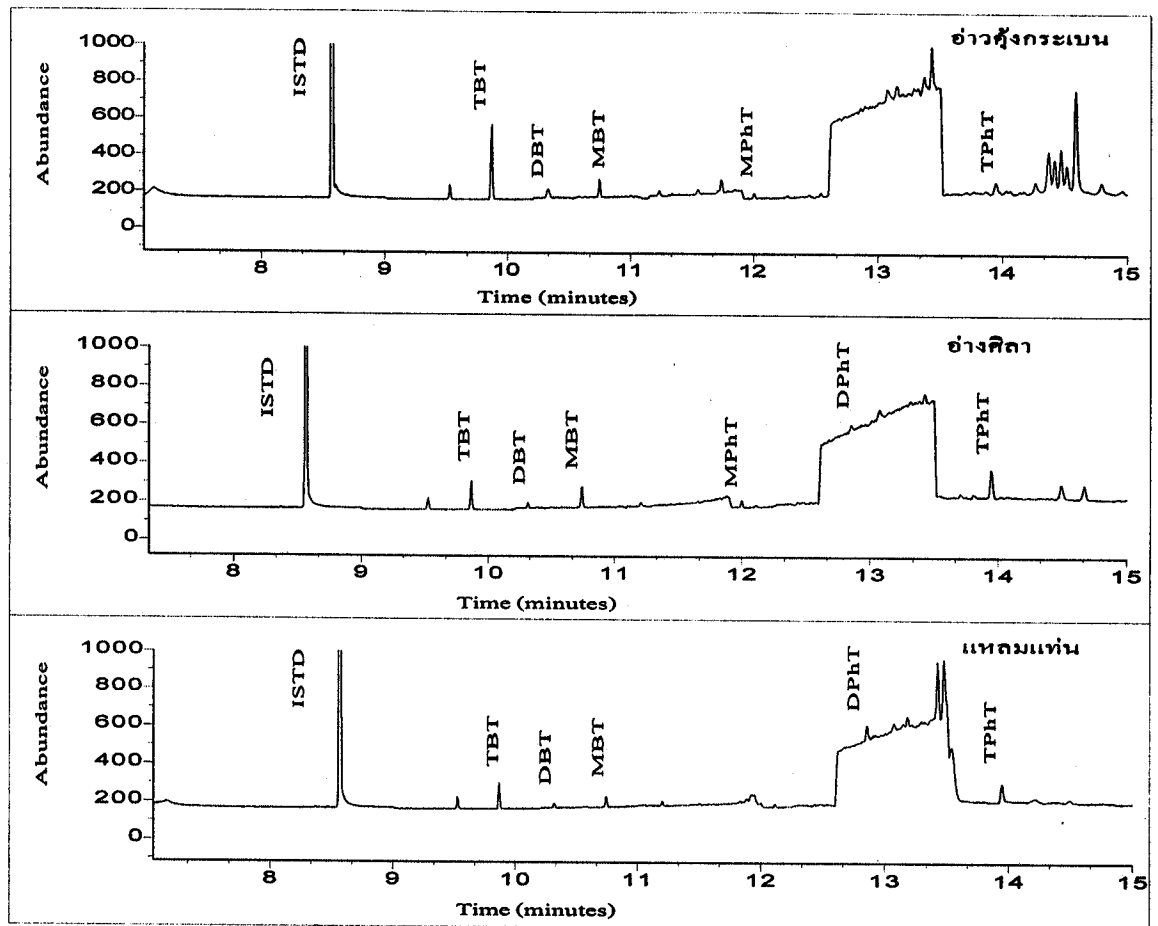
#### การวิเคราะห์ตัวอย่าง

นำตัวอย่างเนื้อหอยแมลงภู่งจากอ่าวคุ้งกระเบน อ่างศิลา และแหลมแท่น โดยชั่งเนื้อหอยน้ำหนักประมาณ 2 กรัม ใน Centrifuge Tube ทำตามขั้นตอนข้อ 8 ของการศึกษาศักดิ์ด้วยวิธี Sonication สรุปดังภาพที่ 5 ในบทที่ 3 ผลของความเข้มข้นที่คำนวณได้ แสดงดังตารางที่ 20

ตารางที่ 20 ความเข้มข้นอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบดีบุก (ng/g น้ำหนักตัวอย่าง) ที่พบในตัวอย่างหอยแมลงภู่ง จากสถานี อ่าวคุ้งกระเบน อ่างศิลา และแหลมแท่น ( $n = 3$ )

สาร	ความเข้มข้น (ng/g น้ำหนักตัวอย่าง)		
	อ่าวคุ้งกระเบน	อ่างศิลา	แหลมแท่น
MBT	5.01 $\pm$ 1.42	10.31 $\pm$ 0.34	9.68 $\pm$ 3.20
DBT	6.96 $\pm$ 2.29	10.21 $\pm$ 0.68	5.87 $\pm$ 1.44
TBT	62.31 $\pm$ 8.54	27.18 $\pm$ 0.99	18.12 $\pm$ 1.68
MPhT	1.08 $\pm$ 3.06	6.76 $\pm$ 0.31	nd
DPhT	nd	3.46 $\pm$ 0.07	2.81 $\pm$ 1.97
TPhT	0.24 $\pm$ 0.38	9.28 $\pm$ 0.45	0.63 $\pm$ 1.10

nd : non detected



ภาพที่ 15 โครมาโตแกรมของอนุพันธ์เพนทิลของสารประกอบคีนุกอินทรีย์ ในตัวอย่าง หอยแมลงภู่ จากสถานีอ่าวคู้งกระเบน อ่างศิลา และแหลมแท่น

### การหาปริมาณไขมันในตัวอย่างหอย

โดย ชั่งเนื้อหอย (Freeze Dried) 2 กรัม ใส่ลงใน Extraction Thimble เติมน้ำทำละลาย ไดคลอโรมีเทน : เพนเทน อัตราส่วน 1 : 1 (v/v) ปริมาตร 150 มิลลิลิตร ทำการสกัดด้วย วิธี ซอกซ์เลต ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ลดปริมาตรด้วยเครื่องสูญญากาศ ชนิดหมุน แล้วนำไปชั่งจนน้ำหนักคงที่ คำนวณเปอร์เซ็นต์ไขมัน ผลแสดงดังตารางที่ 21



ตารางที่ 21 แสดงเปอร์เซ็นต์ไขมันในตัวอย่างหอยแมลงภูที่ใช้ในการทดลอง ( $n = 3$ )

สถานี	เปอร์เซ็นต์ไขมัน
อ่าวคู้กระเบน	6.55
อ่างศิลา	9.84
แหลมแท่น	13.18

### การหาเปอร์เซ็นต์น้ำหนักแห้ง

โดยการชั่งเนื้อหอย (น้ำหนักเปียก) ประมาณ 2 กรัม ใส่ในขวดแก้ว อบที่อุณหภูมิ  $110^{\circ}\text{C}$  จนนำไปชั่ง อบจนกระทั่งน้ำหนักคงที่ คำนวณเปอร์เซ็นต์น้ำหนักแห้ง ผลแสดงดังตารางที่ 22

ตารางที่ 22 แสดงเปอร์เซ็นต์น้ำหนักแห้ง ในตัวอย่างหอยแมลงภูที่ใช้ในการทดลอง ( $n = 3$ )

สถานี	เปอร์เซ็นต์น้ำหนักแห้ง
อ่าวคู้กระเบน	14.41
อ่างศิลา	12.67
แหลมแท่น	15.67