

การหาปริมาณสารประกอบกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในน้ำมันโค โดยใช้เทคนิค
Liquid – Liquid phase extraction ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี
อีเล็กตรอนแคปเจอร์ดีเทคเตอร์ (GC-ECD)

ประเสริฐ หิรัญณรงค์ชัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาโทวิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต

สาขาวิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยบูรพา

พฤศจิกายน 2548

ISBN 974-502-674-3

ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยบูรพา

อาจารย์ผู้ควบคุมวิทยานิพนธ์และคณะกรรมการสอบปากเปล่าวิทยานิพนธ์ ได้พิจารณา
วิทยานิพนธ์ของ ประเสริฐ หิรัญณรงค์ชัย ฉบับนี้แล้ว เห็นสมควรรับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี ของมหาวิทยาลัยบูรพาได้

อาจารย์ผู้ควบคุมวิทยานิพนธ์

..... *o/s* ✓ ประธาน
(รองศาสตราจารย์ ดร. อรุณี เทอดเทพพิทักษ์)
..... *สุวิทย์ พจนานวล* กรรมการ
(ดร. สุวิทย์ พจนานวล)
..... *สมศักดิ์ ศิริไชย* กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สมศักดิ์ ศิริไชย)

คณะกรรมการสอบปากเปล่า

..... *o/s* ✓ ประธาน
(รองศาสตราจารย์ ดร. อรุณี เทอดเทพพิทักษ์)
..... *สุวิทย์ พจนานวล* กรรมการ
(ดร. สุวิทย์ พจนานวล)
..... *สมศักดิ์ ศิริไชย* กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สมศักดิ์ ศิริไชย)
..... *นาย รัชชานนท์* กรรมการ
(ดร. นวศิษฎ์ รัชชานนท์)
..... *วรวิทย์ ชีวาพร* กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร. วรวิทย์ ชีวาพร)

บัณฑิตวิทยาลัยอนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี ของมหาวิทยาลัยบูรพา

..... *สมศักดิ์ ศิริไชย* คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย
(รองศาสตราจารย์ ดร. ประทุม ม่วงมี)

วันที่ 15 เดือน พฤษภาคม พ.ศ. 2548

ประกาศคุณูปการ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จได้ด้วยดี เนื่องจากได้รับคำปรึกษาและความช่วยเหลือในด้านต่าง ๆ เป็นอย่างดี พร้อมคำแนะนำแนวทางในการศึกษาค้นคว้า ตลอดจนแนวทางในการแก้ปัญหาต่าง ๆ จาก รองศาสตราจารย์ ดร.อรุณี เทอดเทพพิทักษ์ ซึ่งเป็นประธานกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สมศักดิ์ สิริไชย และ ดร.ชุลีพร พุฒนวล กรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์ ซึ่งให้คำปรึกษาแก่ผู้เขียนเป็นอย่างดี ผู้เขียนขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงไว้ ณ โอกาสนี้

ขอกราบขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.วรวิทย์ ชีวาพร และ ดร.นวิศย์ รักษ์บำรุง ที่กรุณาให้ข้อเสนอแนะในการปรับปรุงแก้ไข จนทำให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอกราบขอบพระคุณนายสมเกียรติ บุญญะบัญชา และกรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข ที่สนับสนุน และอนุญาตให้ผู้เขียนมาศึกษาต่อ ณ สถาบันแห่งนี้

ขอกราบขอบพระคุณบิดา-มารดา พี่ชายและน้องสาวที่ให้อำลังใจ กำลังทรัพย์เป็นอย่างดี แก่ผู้เขียนตลอดมา

ขอขอบคุณเพื่อน ๆ และน้อง ๆ ในภาควิชาที่ให้ความช่วยเหลือ และเป็นกำลังใจที่ดีแก่ผู้เขียนเสมอมา

ขอยกความดีให้กับผู้มีพระคุณทุกท่าน หากวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นประโยชน์ต่อผู้อื่นที่ทำการศึกษารื่องนี้

ประเสริฐ หิรัญณรงค์ชัย

43910612: สาขาวิชา: เคมี; วท.ม. (เคมี)

คำสำคัญ: ออร์กาโนคลอรีน/ แก๊สโครมาโตกราฟี

ประเสริฐ หิรัญณรงค์ชัย: การหาปริมาณสารประกอบกลุ่มออร์กาโนคลอรีนในน้ำนมโค โดยใช้เทคนิค Liquid-Liquid phase extraction ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี อิเล็กตรอนแคปเจอร์-ดีเทคเตอร์(GC-ECD). (DETERMINATION OF ORGANOCHLORINE COMPOUND IN COW MILK BY LIQUID-LIQUID PHASE EXTRACTION TECHNIQUE USING GAS CHROMATOGRAPHY ELECTRON CAPTURE DETECTOR(GC-ECD).) อาจารย์ผู้ควบคุม วิทยานิพนธ์: รศ.ดร.อรุณี เทอดเทพพิทักษ์, Ph.D. (เคมีไฟฟ้า), ผศ.ดร.สมศักดิ์ สิริไชย, Ph.D., ดร.ชุลีพร พุฒนवल, Ph.D. 95 หน้า. ปี พ.ศ.2548, ISBN 974-502-674-3

การหาปริมาณสารกำจัดแมลงกลุ่มออร์กาโนคลอรีน ได้แก่ แอลฟา-บีเอซซี, แกมมา-บีเอซซี, เฮปตาคลอ, อัลดริน, อัลฟา-เอน โดซัลฟาน, ดีดีอี, เบต้า-เอน โดซัลฟาน, ดีดีดี, เอน โดซัลฟาน ซัลเฟต และ คีดีที โดยใช้ตัวอย่างน้ำนมโคในเขตจังหวัดราชบุรี เตรียมตัวอย่างด้วยการกำจัด Total solid non fat ออกจากตัวอย่างโดยการตกตะกอนด้วย อะซีโตน และสกัดสารละลายที่ได้ด้วยเฮกเซน นำไปผ่านคอลัมน์ ดีแอกติเวตอะลูมินัมออกไซด์ (25% กรดซัลฟูริก) ซะคอลัมน์ ด้วยเฮกเซน 50 มิลลิลิตร นำสารละลายไประเหยจนเกือบแห้งด้วย Kuderna-Danish และ นำไปตรวจวัดด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี อิเล็กตรอนแคปเจอร์ดีเทคเตอร์ (GC-ECD) โดยใช้คอลัมน์ 5% phenyl methyl silicone (HP5) ศึกษาค่าพารามิเตอร์ต่าง ๆ ได้แก่ ค่าต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ (LOD) ค่าต่ำสุดที่สามารถรายงานได้ (LOQ) ค่าความเป็นเส้นตรง และค่าร้อยละการกลับคืน ค่า LOD และ LOQ อยู่ในช่วงระหว่าง 0.19–0.83 และ 0.57-2.50 ไมโครกรัมต่อลิตร ค่าความเป็นเส้นตรง (r^2) มากกว่า 0.99820 และค่าร้อยละการกลับคืนสารกลุ่มออร์กาโนคลอรีน ที่ความเข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร อยู่ในช่วงระหว่าง 97.48 – 106.83 จากการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำนมโค 36 ตัวอย่างไม่พบสารประกอบกลุ่มออร์กาโนคลอรีนทั้ง 10 ชนิด

43910612: MAJOR: CHEMISTRY; M.Sc. (CHEMISTRY)

KEYWORDS: ORGANOCHLORINE/ GAS CHROMATOGRAPHY

PRASERT HIRUNNARONGCHAI : DETERMINATION OF ORGANOCHLORINE
COMPOUNDS IN COW MILK BY LIQUID-LIQUID PHASE EXTRACTION TECHNIQUE
USING GAS CHROMATOGRAPHY ELECTRON CAPTURE DETECTOR(GC-ECD). THESIS
ADVISORS: ARUNEE THERDTEPPITAK, Ph.D.(ELECTROCHEMISTRY), SOMSAK
SIRICHAI, Ph.D., CHUREEPORN PUTNAUW, Ph.D. 95 P. 2005. ISBN 974-502-674-3

Quantitative determination of organochlorine pesticides namely: alpha-BHC, gamma-BHC, Heptachlor, Aldrin, alpha-Endosulfan, DDE, beta-Endosulfan, DDD, Endosulfan sulfate and DDT was investigated. The sample used was cow's milk from Ratchaburi province. Sample preparation was carried out by precipitating out some total solid non fat using acetone. The sample was then extracted with hexane, filtered through 25% sulfuric acid on deactivated aluminum oxide column and eluted with hexane. The elute was concentrated by Kuderna Danish, and determined by gas chromatography electron capture detector (GC-ECD). The column used was 5% Phenyl methyl silicone column(HP5). The validated parameters studied were LOD, LOQ, Linearity and %Recovery. The LOD and LOQ were 0.19-0.83 and 0.57-2.50, respectively, with linearity (r^2) of > 0.99820 . The %Recovery of organochlorine pesticides at 100 ppb was in the range of 97.48-106.83. By using the developed method for analysis of 36 cow's milk samples, none of the organochlorines was found.

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญภาพ.....	ญ
บทที่	
1 บทนำ.....	1
วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	4
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากการวิจัย.....	4
ขอบเขตของการวิจัย.....	4
สถานที่ทำการวิจัย.....	4
2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	5
ชนิดของสารกำจัดศัตรูพืช.....	5
สารกลุ่มออร์กาโนคลอรีน.....	6
การกำหนดค่าความเป็นพิษของสารเคมีกำจัดศัตรูพืช.....	8
3 อุปกรณ์และวิธีการดำเนินการ.....	18
เครื่องมือและอุปกรณ์.....	18
วิธีดำเนินการ.....	19
4 ผลการทดลอง.....	36
ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์สารประกอบออร์กาโนคลอรีน.....	36
ศึกษาความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์.....	42
ศึกษาการเตรียมตัวอย่าง.....	51
ศึกษาการใช้ solid phase สำหรับกรองตะกอนนม และหาตัวชะคอลัมน์ที่ เหมาะสม.....	52
ศึกษาไขมันในนํ้านม มีผลต่อค่าร้อยละการกลับคืนในนํ้านมโค.....	55
ศึกษาการดีแอกติเวตอะลูมิเนียมออกไซด์ด้วยกรดซัลฟูริก.....	57

สารบัญ (ต่อ)

บทที่	หน้า
ศึกษาการจัดสิ่งรบกวนด้วยดีแอกติเวตฟลอริซิลและหาตัวหะคอสมันท์ เหมาะสม.....	59
การเปรียบเทียบระหว่างแอกติเวตฟลอริซิลและดีแอกติเวตฟลอริซิล.....	62
ผลการวิเคราะห์ตัวอย่าง.....	63
5 สรุปและอภิปรายผลการทดลอง.....	66
บรรณานุกรม.....	72
ภาคผนวก	
ภาคผนวก ก. ข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์สารออร์กาโนคลอรีน.....	75
ภาคผนวก ข. ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับสารออร์กาโนคลอรีน.....	82
ประวัติของผู้วิจัย.....	95

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
1 แสดงค่า SD ของสารมาตรฐานออร์กาโนคลอรีน 10 ชนิด ที่ความเข้มข้น 10, 25, 50, 100 และ 250 ppb ที่มี Internal Standard 100 ppb (n=5)	43
2 แสดงค่าพารามิเตอร์ต่าง ๆ ของกราฟมาตรฐานออร์กาโนคลอรีน 10 ชนิด ที่ความเข้มข้น 10, 25, 50, 100 และ 250 ppb ที่มี Internal Standard 100 ppb (n=5).....	44
3 แสดงค่าพารามิเตอร์ต่าง ๆ ของกราฟมาตรฐานออร์กาโนคลอรีน 10 ชนิด ที่ความเข้มข้น 1.0, 2.5, 5.0 และ 10.0 ppb ที่มี Internal Standard 5.0 ppb (n=5).....	45
4 แสดงค่า %RSD ของสารมาตรฐานออร์กาโนคลอรีน 10 ชนิด ที่ความเข้มข้น 1.0, 2.5, 5.0 และ 10.0 ppb ที่มี Internal Standard 5.0 ppb (n=5).....	46
5 แสดงค่า SD ของสารมาตรฐานออร์กาโนคลอรีน 10 ชนิด ที่ความเข้มข้น 1.0, 2.5, 5.0 และ 10.0 ppb ที่มี Internal Standard 5.0 ppb (n=5).....	47
6 แสดงค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถวัดได้ (LOD) และความเข้มข้นต่ำสุด ที่สามารถรายงานได้ (LOQ) (n=5).....	48
7 แสดงผลการคำนวณค่า LOD และ LOQ จากกราฟมาตรฐานความเข้มข้น 1.0 ถึง 10 ppb.....	49
8 แสดงค่าความถูกต้อง ผลการศึกษาร้อยละการกักเก็บของสารละลายมาตรฐานออร์กาโนคลอรีน 10 ชนิดที่ความเข้มข้น 50, 100 และ 250 ppb ที่มี Internal Standard เข้มข้น 100 ppb (n=8).....	50
9 แสดงค่าความถูกต้องในรูปความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานออร์กาโนคลอรีน 10 ชนิดที่ความเข้มข้น 50, 100 และ 250 ppb ที่มี Internal Standard เข้มข้น 100 ppb (n=8).....	51
10 แสดงค่าร้อยละการกักเก็บของสารมาตรฐานออร์กาโนคลอรีน 10 ชนิด ความเข้มข้น 100 ppb ที่มี Internal Standard 100 ppb เปรียบเทียบ solid phase ระหว่าง Aluminum oxide และ Celite 545 (n=4).....	52
11 แสดงค่าร้อยละการกักเก็บของสารมาตรฐานออร์กาโนคลอรีน 10 ชนิด ความเข้มข้น 100 ppb ที่มี Internal Standard 100 ppb เปรียบเทียบระหว่างน้ำมันและน้ำมันที่มีการเติมน้ำมันพืช 0.2 มิลลิลิตร (n=4).....	55

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
12 แสดงค่าร้อยละการกลับคืนของสารมาตรฐานออร์กาโนคลอรีน 10 ชนิด ความเข้มข้น 100 ppb ที่มี Internal Standard 100 ppb โดยใช้กรดซัลฟูริกใน อะลูมิเนียมออกไซด์ 7 กรัม ที่ความเข้มข้นกรดร้อยละ 0, 10, 25 และ 50 (n=4).....	57
13 แสดงค่าร้อยละการกลับคืนของสารมาตรฐานออร์กาโนคลอรีน 10 ชนิด ความเข้มข้น 100 ppb ที่มี Internal Standard 100 ppb เปรียบเทียบระหว่าง ฟลอริซิด และดีแอกติเวตฟลอริซิด โดยใช้ตัวระเหยเป็นเฮกเซน และ 15% ไดเอทิลอีเทอร์ในเฮกเซน (n=2).....	62
14 แสดง การเปรียบเทียบปริมาณการใช้ตัวทำลายในวิธีต่าง ๆ	65

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
1 แสดงอุณหภูมิของ Oven ในสภาวะแบบ A และ B.....	23
2 แสดงแผนผัง ศึกษาการใช้ Solid Phase สำหรับกรองตะกอนนม และหาตัวชะที่ เหมาะสม.....	30
3 แสดงแผนผัง ศึกษาการเติมน้ำมันพืช มีผลต่อค่าร้อยละการกลับคืนในน้ำมันโค.....	31
4 แสดงแผนผัง ศึกษาการ ดีแอกติเวตตะกอนนมออกไซค์ ด้วยกรดซัลฟูริก.....	32
5 แสดงแผนผัง ศึกษาการจัดตั้งรบกวนด้วยแอกติเวตฟลอริซิล และหาตัวชะคอลลัมน์ ที่เหมาะสม.....	33
6 แสดงแผนผัง ศึกษาการใช้แอกติเวตฟลอริซิล และดีแอกติเวตฟลอริซิล.....	34
7 แสดงแผนผัง ขั้นตอนการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำมันโค.....	35
8 แสดงการเปรียบเทียบ โครมาโตแกรมระหว่างสภาวะ A และ B.....	37
9 แสดงสภาวะ C และ D ที่อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 85 และ 95°C.....	39
10 แสดง โครมาโตแกรมสภาวะ E และ F เวลาคงที่ ที่ 5 และ 8 นาที.....	40
11 แสดง โครมาโตแกรมสภาวะ G, H และ I อุณหภูมิคงที่ 130, 150 และ 160°C.....	41
12 แสดง โครมาโตแกรมของ สารมาตรฐานออร์กาโนคลอรีนเข้มข้น 10 ppb.....	42
13 แสดง กราฟมาตรฐาน และ ค่าพารามิเตอร์ต่าง ๆ ของ alpha-BHC ในตารางที่ 2.....	43
14 แสดง กราฟมาตรฐาน ของ alpha-BHC ที่ความเข้มข้น 1.0, 2.5, 5.0 และ 10 ppb.....	44
15 แสดง โครมาโตแกรมเปรียบเทียบระหว่าง Aluminium Oxide และ Celite 545.....	53
16 แสดง โครมาโตแกรมหลังการชะคอลลัมน์อะลูมิเนียมออกไซค์ ด้วยอะซีโตน 40 มิลลิลิตร และซ้ำอีก 5 ครั้ง ๆ ละ 20 มิลลิลิตร.....	54
17 แสดง โครมาโตแกรมเปรียบเทียบระหว่างน้ำมันและน้ำมันที่มีการเติม น้ำมันพืช 0.2 มิลลิลิตร.....	56
18 แสดง การผลการ Deactivate อะลูมิเนียมออกไซค์ด้วย 50, 25 และ 10% กรดซัลฟูริก.....	58
19 แสดง โครมาโตแกรมที่ผ่านการชะแอกติเวตฟลอริซิลด้วย เฮกเซน 50 มิลลิลิตร.....	59
20 แสดง โครมาโตแกรมที่ผ่านการชะแอกติเวตฟลอริซิลซ้ำ ด้วย 9% สารละลาย ไดเอทิลอีเทอร์:เฮกเซน (v/v) 30 มิลลิลิตร หลังผ่านการชะด้วยเฮกเซน 50 มิลลิลิตร..	59

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า
21 แสดงโครมาโตแกรมที่ผ่านการชะแอกติเวตฟลอร์ซิลซ้ำ ด้วย 9% สารละลาย ไดเอทิลอีเทอร์:เฮกเซน (v/v) 10 มิลลิลิตร ซ้ำสองครั้ง.....	60
22 แสดงโครมาโตแกรมที่ผ่านการชะแอกติเวตฟลอร์ซิลซ้ำ ด้วย 15% สารละลายไดเอทิลอีเทอร์:เฮกเซน (v/v) 30 มิลลิลิตร หลังผ่านการชะด้วย เฮกเซน 50 มิลลิลิตร.....	60
23 แสดงโครมาโตแกรมที่ผ่านการชะแอกติเวตฟลอร์ซิลซ้ำ ด้วย 15% สารละลาย ไดเอทิลอีเทอร์:เฮกเซน (v/v) 10 มิลลิลิตร ซ้ำสองครั้ง.....	61
24 แสดงโครมาโตแกรมตัวอย่างน้ำมันที่ผ่านแอกติเวตฟลอร์ซิล และ ดีแอกติเวตฟลอร์ซิล.....	63
25 แสดงโครมาโตแกรมระหว่างตัวอย่างที่ผ่านการขจัดสิ่งรบกวนด้วย ดีแอกติเวตเตทอะลูมิเนียมออกไซด์(25% กรดซัลฟูริก) และไม่ได้ผ่านการขจัด สิ่งรบกวน.....	64
26 แสดงข้อมูลของกราฟมาตรฐานสารประกอบออร์กาโนคลอรีน 10 ชนิด ที่ ความเข้มข้น 10, 25, 50, 100 และ 250 ppb ที่มี 2,4,5,6-tetrachloro-m-xylene เข้มข้น 100 ppb เป็น Internal Standard.....	76
27 แสดงข้อมูลของกราฟมาตรฐานสารประกอบออร์กาโนคลอรีน 10 ชนิด ที่ ความเข้มข้น 1.0, 2.5, 5.0 และ 10 ppb ที่มี 2,4,5,6-tetrachloro-m-xylene เข้มข้น 100 ppb เป็น Internal Standard.....	79