การแยกพทาเลทเอสเทอร์ในผลิตภัณฑ์นมบางชนิดโดยใช้เยื่อตัวดูดชนิดวัฏภาคแข็ง

นางสาวกาญจนาวดี อำไพศรี

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

ภาควิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ. 2539

ISBN 974-634-251-7

ISOLATION OF PHTHALATE ESTERS IN CERTAIN DAIRY PRODUCTS USING SOLID PHASE SORBENT MEMBRANE

Miss Kanchanavadee Amphaisri

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science
Department of Chemistry
Graduate School
Chulalongkorn University
1996

ISBN 974-634-251-7

Thesis Title	Isolation of Phthalate Esters in Certain Dairy Products Using Solid Phase Sorbent Membrane
By	Miss Kanchanavadee Amphaisri
Department	Chemistry
Thesis Advisor	Dr.Varaporn Leepipatpiboon, Dr.rer.nat

Accepted by the Graduate School , Chulalongkorn University in Partial Fulfillment of the Requirement for the Master's Degree

Santi Thoongsuwan

..... Dean of Graduate School

(Associate Professor Santi Thoongsuwan, Ph.D)

Thesis Committee

Siri Varothai

..... Chairman

(Associate Professor Siri Varothai, Ph.D.)

Varaporn Leepipatpiboon

..... Thesis Advisor

(Varaporn Leepipatpiboon, Dr.rer.nat.)

Pipat Karntiang

..... Member

(Associate Professor Pipat Karntiang, Ph.D.)

Kanyarat Kalampakorn

..... Member

(Assistant Professor Kanyarat Kalampakorn)

พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสีเขียวนี้เพียงแผ่นเดียว

กาญจนาวดี อำไพศรี : การแยกพทาเลทเอสเทอร์ในผลิตภัณฑ์นมบางชนิดโดยใช้เยื่อตัวดูดชนิดวัฏภาคแข็ง (ISOLATION OF PHTHALATE ESTERS IN CERTAIN DAIRY PRODUCTS USING SOLID PHASE SORBENT MEMBRANE) อาจารย์ที่ปรึกษา : ดร.วราภรณ์ ลีพิพัฒน์ไพบูลย์ , 210 หน้า ISBN 974-634-251-7

ในการศึกษานี้ได้ทำการพัฒนาวิธีวิเคราะห์สารไดเมททิลพทาเลท ไดเอททิลพทาเลท ไดนอร์มัลบิวทิลพทาเลท บิวทิลเบนซิลพทาเลท ไดทูเอททิลเฮกซิลพทาเลท และ ไดนอร์มัลออกทิล-พทาเลทในตัวอย่างผลิตภัณฑ์นม โดยใช้วิธีการศึกษา 8 วิธี คือการใช้กับเยื่อตัวดูดชนิดวัฏภาคแข็งโดยตรง เจือจางตัวอย่างก่อนผ่านเยื่อตัวดูดชนิดวัฏภาคแข็ง ใช้เยื่อตัวดูดชนิดวัฏภาคแข็งกับตัวช่วยกรอง เจือจางตัวอย่างก่อนที่จะผ่านเยื่อตัวดูดชนิดวัฏภาคแข็งและตัวช่วยกรอง สกัดตัวอย่างด้วยตัวทำละลายก่อนผ่านเยื่อตัวดูดชนิดวัฏภาคแข็ง ปรับความเป็นกรด-เบสที่ค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ2.10 ก่อนผ่านเยื่อตัวดูดชนิดวัฏภาคแข็ง ผ่านการหมุนเหวี่ยงก่อนผ่านเยื่อตัวดูดชนิดวัฏภาคแข็ง และ ตกตะกอนตัวอย่างที่ความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 4.2 ก่อนผ่านเยื่อตัวดูดชนิดวัฏภาคแข็ง ผลการศึกษาพบว่าวิธีปรับค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 2.10 ก่อนผ่านเยื่อตัวดูดชนิดวัฏภาคแข็งจะให้ผลดีที่สุด โดยให้ค่าประสิทธิภาพการสกัดอยู่ในช่วงร้อยละ 78.74-129.65 สำหรับการตรวจวัดด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-เฟลมไอออไนเซชัน ดีเทคเตอร์ และ 63.95-117.95 สำหรับการตรวจวัดด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-อิเล็คตรอนแคปเจอร์ ดีเทคเตอร์ ร้อยละของค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ อยู่ในช่วง 1.34-5.63 สำหรับการตรวจวัดด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-เฟลมไอออไนเซชัน ดีเทคเตอร์ และ 1.18-12.08 สำหรับการตรวจวัดด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-อิเล็คตรอนแคปเจอร์ ดีเทคเตอร์ ขีดจำกัดต่ำสุดของวิธีการตรวจวัดสารเหล่านี้อยู่ที่ระดับ 5.25-17.76 ส่วนในพันล้านส่วน สำหรับการตรวจวัดด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-เฟลมไอออไนเซชัน ดีเทคเตอร์ และ 1.31-17.76 ส่วนในพันล้านส่วน สำหรับการตรวจวัดด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-อิเล็ค-ตรอนแคปเจอร์ ดีเทคเตอร์ นอกจากนี้ยังได้นำวิธีการเตรียมตัวอย่างที่ใช้ได้ผลดีที่สุด ไปทดลองศึกษาสารตัวอย่างนม 6 ชนิด พบว่า ตรวจพบไดทูเอททิลเฮกซิลพทาเลท ปริมาณน้อยในทุกตัวอย่าง ในช่วงระดับความเข้มข้น 10-30 ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม

ภาควิชา เคมี ลายมือชื่อนิสิต กาญจนาวดี อำไพศรี

สาขาวิชา เคมี ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา วราภรณ์ ลีพิพัฒน์ไพบูลย์

ปีการศึกษา 2538 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม .....

C625061 : MAJOR CHEMISTRY
KEY WORD: EXTRACTION DISK, SORBENT MEMBRANE, PHTHALATE ESTERS
KANCHANAVADEE AMPHAISRI : ISOLATION OF
PHTHALATE ESTERS IN CERTAIN DAIRY PRODUCTS
USING SOLID PHASE SORBENT MEMBRANE.THESIS
ADVISOR : VARAPORN LEEPIPATPIBOON, Dr.rer.nat.
210 pp. ISBN 974-634-251-7

This study makes an attempt to develope an analytical method to determine dimethyl phthalate, diethyl phthalate, dibutyl phthalate, butylbenzyl phthalate, di(2-ethylhexyl)phthalate and di-n-octyl phthalate in milk samples. Eight methods were utilized: namely direct application of solid phase sorbent membrane, dilution of the sample before passing through solid phase sorbent membrane, using the filter aid together with the solid phase sorbent membrane, dilution of the sample prior to the filter aid and solid phase sorbent membrane, extraction sample with solvent before passing through solid phase sorbent membrane, pH adjustment to 2.10 before passing through the solid phase sorbent membrane, centrifugation before passing through the solid phase sorbent membrane, precipitation the sample at pH 4.2 before using solid phase sorbent membrane. The results of the study revealed that the pH adjustment to 2.10 before passing through the solid phase sorbent membrane was the optimum method with percent recoveries ranging from 78.74-129.65 for GC-FID, and 63.95-117.95 for GC-ECD. Percent relative standard deviation (RSD) for GC-FID is in the range of 1.34-5.63, and for GC-ECD 1.18-12.08. The method detection limit (MDL) for GC-FID ranges from 5.25-17.76 μg/kg, and 1.31-17.76 μg/kg for GC-ECD. Best method proposed in this study was applied to the study of six milk samples. Trace amounts of DEHP was found in every sample in a range of 10 - 30 μg/kg.

ภาควิชา เคมี ลายมือชื่อนิสิต Kanchanavadee Amphaisri
สาขาวิชา เคมี ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา Varaporn Leepipatpiboon
ปีการศึกษา 2538 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

ACKNOWLEDGEMENTS

The auther wishes to express her gratitude to her advisor, Dr. Varaporn Leepipatpiboon, for her kindness, guidance and assistance. She also wishes to thank the thesis committee for their comments.

She is also deeply grateful to Miss Supanee Hirunthanakijjakul and Miss Pranom Kawmek for their warm suggestions and encouragement.

Dr. Roderick Bates is greatly acknowledged for editing this thesis.

She appreciate to the staffs of the Milk Center at The Royal Chidlada Project for providing standard milk. Furthermore, she would like to thank Mr. Lam of J.T. Baker Company, Singapore for supporting experimental materials.

She is also grateful to The National Science and Technology Development Agency for the financial support.

Finally, she wishes to record her greatest indebtedness to her mother and her three elder sisters for their encouragement and understanding throughout the entire course of study.

CONTENT

LIST OF TABLES

LIST OF FIGURES