

สารบัญ

	หน้า
คำขอบคุณ	ค
บทคัดย่อ	ง
Abstract	ฉ
รายการตารางประกอบ	๓
รายการรูปประกอบ	๕
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ชนิดของสารหวานเทียม	1
1.1.1 แซคคาริน	2
1.1.2 ไซคลาเมท	2
1.1.3 คัลซีน	4
1.2 แนวทางในการศึกษาการวิเคราะห์หาปริมาณสารหวานเทียม	5
1.3 หลักการของทินเลเยอร์โครมาโทกราฟี	7
1.4 หลักการของโครมาโทกราฟีก๊าซ-ของเหลว	9
1.4.1 ประสิทธิภาพของคอลัมน์	11
1.4.2 เรโซลูชัน	11
1.4.3 ก๊าซพา	12
1.4.4 ซองสำหรับฉีดสาร	13
1.4.5 คอลัมน์	13
1.4.6 สารแข็งรองรับ	14

	หน้า
1.4.7 เฟสคงที่ซึ่งเป็นของเหลว	15
1.4.8 ระบบตรวจวัด	16
1.5 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	21
1.6 ขั้นตอนการวิจัย	21
บทที่ 2 การทดลอง	23
2.1 ตัวอย่างอาหารที่นำมาวิเคราะห์หาปริมาณสารหวานเทียม	23
2.2 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพโดยวิธี ที่ แอล ซี	24
2.2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	24
2.2.2 สารเคมี	24
2.2.3 การเตรียมสารละลาย	26
2.2.4 การเตรียมแผ่นกระจก ที่ แอล ซี และแท่งค้แยก	27
2.2.5 การเตรียมสารตัวอย่างและการสกัดแยกสารหวานเทียม	27
2.2.6 การตรวจสอบโดยวิธี ที่ แอล ซี	28
2.3 การหาปริมาณสารหวานเทียมโดยวิธีโครมาโทกราฟีก๊าซ-ของเหลว	28
2.3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	29
2.3.2 สารเคมี	29
2.3.3 การเตรียมสารละลาย	31
2.3.4 การปรับสภาพคอลัมน์	32
2.3.5 การหาอัตราส่วนที่เหมาะสมของอากาศและไฮโดรเจนที่ทำให้ ให้เกิดเปลวไฟที่ใช้ในการวิเคราะห์	32
2.3.6 การหาประสิทธิภาพของคอลัมน์	33
2.3.7 การหาลิเนียร์ทีของเครื่องตรวจวัด	37

	หน้า
2.3.8 การเตรียมเอ็น-เมทิลด์แซคคาริน	38
2.3.9 การเตรียมกราฟมาทรฐาน	39
2.3.10 การสกัดแซคคารินออกจากสารตัวอย่าง	40
2.3.11 การหาปริมาณคัลซินโดยวิธีโครมาโตกราฟีก๊าซ	42
2.3.12 การหาปริมาณไซคลาเมทโดยวิธีโครมาโตกราฟีก๊าซ	42
2.3.13 การหาความแม่นยำของการวิเคราะห์	43
2.3.14 การหาความถูกต้อง	44
2.3.15 การหาพื้นที่ใต้พีค	46
บทที่ 3 ผลการทดลอง	47
3.1 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพโดย ที แอล ซี	47
3.2 ผลการพิสูจน์โครงสร้างของเอ็น-เมทิลด์แซคคาริน โดยวิธี ไออาร์สเปคโตรโฟโตเมทรี และเอ็นเอ็มอาร์	49
3.3 ผลการหาสถานะที่เหมาะสมที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ก๊าซโครมาโตกราฟ	53
3.4 ผลการหาปริมาณแซคคารินโดยวิธีโครมาโตกราฟีก๊าซ	58
บทที่ 4 วิจารณ์และสรุปผลการทดลอง	88
บทที่ 5 บทสรุปทั่วไป	99
เอกสารอ้างอิง	100
ประวัติการศึกษา	105

รายการตารางประกอบ

<u>ตารางที่</u>	<u>หน้า</u>	
3.1	ค่าอาร์เอฟ (R_F) ของสารหวานเทียมบางชนิด	47
3.2	ผลการหาชนิดของสารหวานเทียมในสารตัวอย่าง	49
3.3	ค่าความสูงของพีคเมื่อให้ความดันภายในของอากาศคงที่ และความดันภายในของไฮโครเจนเปลี่ยนไป	53
3.4	ค่าความสูงของพีคเมื่อให้ความดันภายในของไฮโครเจน คงที่ และความดันภายในของอากาศเปลี่ยนแปลง	54
3.5	ผลการหาอัตราเร็วของก๊าซพาที่เหมาะสม	58
3.6	ผลการเปลี่ยนแปลงเวลาในการทำเมทิลเดชัน	59
3.7	แสดงผลการเปลี่ยนแปลงจำนวนครั้งของการสกัด	60
3.8	ผลการวิเคราะห์หาปริมาณเอ็น-เมทิลแซคคาริน เพื่อศึกษาความแม่นยำของเครื่องมือ	62
3.9	ผลการวิเคราะห์หาปริมาณแซคคารินในสารตัวอย่าง เพื่อหาความแม่นยำของเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์	63
3.10	ผลการหา linearity cut-off ของเอ็น-เมทิล แซคคาริน	64
3.11	ค่าเวลารีเทนชัน (retention time) ของสาร หวานเทียมบางชนิด และสารมาตรฐานภายใน (internal standard)	69

3.12	อัตราส่วนพื้นที่ที่ไ้ฟ้คของเอ็น-เมทธิลแซคคารินต่อเมทธิลพาล์มมีเตทที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ของแซคคาริน	70
3.13	แสดงปริมาณแซคคารินที่ตรวจพบในสารตัวอย่าง	74
3.14	การหาปริมาณแซคคารินในสารตัวอย่างโดยวิธี standard addition method และร้อยละของการกลับคืนโดยใช้ น้ำลือกทอ 5 ซม ³ เป็นสารตัวอย่าง	75
3.15	การหาปริมาณแซคคารินในสารตัวอย่างโดยวิธี standard addition method และร้อยละของการกลับคืนโดยใช้ น้ำกระทอน 10 ซม ³ เป็นสารตัวอย่าง	77
3.16	การหาปริมาณแซคคารินในสารตัวอย่างโดยวิธี standard addition method และร้อยละของการกลับคืนโดยใช้ น้ำมะนาว 25 ซม ³ เป็นสารตัวอย่าง	79
3.17	การหาปริมาณแซคคารินในสารตัวอย่างโดยวิธี standard addition method และร้อยละของการกลับคืนโดยใช้ น้ำบวย 25 ซม ³ เป็นสารตัวอย่าง	81
3.18	การหาปริมาณแซคคารินในสารตัวอย่างโดยวิธี standard addition method และร้อยละของการกลับคืนโดยใช้ น้ำกระเทียมคอง 5 ซม ³ เป็นสารตัวอย่าง	83
3.19	แสดงการ เปรียบเทียบปริมาณแซคคารินที่หาโดยวิธี conventional method และ standard addition method	85
4.1	ชนิดและปริมาณของสารหวานเทียมที่พบในอาหารต่าง ๆ ในเขตจังหวัดเชียงใหม่	94

รายการรูปประกอบ

<u>รูปที่</u>		<u>หน้า</u>
1.1	thin-layer chromatographic plate	8
1.2	การแยกสารภายในคอลัมน์และการทำงานของเครื่อง ก๊าซโครมาโตกราฟีอย่างง่าย	10
1.3	การหาค่าเรโซลูชัน (resolution)	11
1.4	ส่วนประกอบของเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟีอย่างง่าย	12
1.5	integral chromatogram	18
1.6	differential chromatogram	19
1.7	แผนผังวงจรของ flame ionization detector	20
2.1	เครื่องมือที่ใช้ในการทำเมทิลเลชัน	40
3.1	ทีแอลซี โครมาโตแกรมของสารหวานเทียมมาตรฐาน และที่สกัดได้จากสารตัวอย่าง	48
3.2	ไออาร์สเปกตรัม (IR spectrum) ของแซคคาริน	50
3.3	ไออาร์สเปกตรัม (IR spectrum) ของเอ็น-เมทิล แซคคาริน	50
3.4	เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (NMR spectrum) ของแซคคาริน	51
3.5	เอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม (NMR spectrum) ของเอ็น- เมทิลแซคคาริน	52

รูปที่		หน้า
3.6	ผลการเปลี่ยนแปลงความดันของอากาศต่อการตอบสนองของ FID	55
3.7	ผลการเปลี่ยนแปลงความดันของไฮโดรเจนต่อการตอบสนองของ FID	55
3.8	โครมาโตแกรมของเอ็น-เมทิลแซคคาริน แสดงวิธีคำนวณจำนวนแผ่นทางทฤษฎี (numbers of theoretical plates, N)	56
3.9	กราฟแสดงการเปลี่ยนแปลงอัตราการไหลของก๊าซกับความสูงเทียบเท่าแผ่นทางทฤษฎี (height equivalent to theoretical plate, HETP)	57
3.10	กราฟแสดงเวลาที่ทำเมทิลเดชันกับอัตราส่วนระหว่างพื้นที่ใต้พีคของเอ็น-เมทิลแซคคารินต่อเมทิลพาล์มมิเตท	61
3.11	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างจำนวนครั้งของการสีกกับอัตราส่วนระหว่างพื้นที่ใต้พีคของเมทิลแซคคารินต่อเมทิลพาล์มมิเตท	61
3.12	linearity curve ของเอ็น-เมทิลแซคคารินในระบบตรวจวัดเป็นแบบเฟลมไอออนไนซ์เซชันดีเทคเตอร์ (FID detector)	65
3.13	โครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐานเอ็น-เมทิลแซคคาริน	66

รูปที่		หน้า
3.14	โครมาโตแกรมของเอ็น-เมทิลแซคคารินและเมทิลพาล์มมิเทท ซึ่งเป็น internal standard	67
3.15	โครมาโตแกรมของคัลซิน, เอ็น-เมทิลแซคคาริน และเมทิล พาล์มมิเทท	68
3.16	กราฟมาตรฐาน (calibration curve) ของสารละลาย มาตรฐานเอ็น-เมทิลแซคคารินที่ความเข้มข้นต่าง ๆ	71
3.17	โครมาโตแกรมของแซคคารินที่สกัดได้จากน้ำกระเทียมคอง	72
3.18	โครมาโตแกรมของแซคคารินที่สกัดได้จากน้ำมะนาว	73
3.19	standard addition curve ของการวิเคราะห์แซคคาริน ในน้ำลูกท้อ	76
3.20	standard addition curve ของการวิเคราะห์แซคคาริน ในน้ำกระเทียม	78
3.21	standard addition curve ของการวิเคราะห์แซคคาริน ในน้ำมะนาว	80
3.22	standard addition curve ของการวิเคราะห์แซคคาริน ในน้ำบัว	82
3.23	standard addition curve ของการวิเคราะห์แซคคาริน ในน้ำกระเทียมคอง	84
3.24	โครมาโตแกรมของคัลซิน	86
3.25	โครมาโตแกรมของไซโคลเฮกซีน (cyclohexene)	87

รูปที่

หน้า

4.1	โครมาโตแกรมของเอ็น-เมทิลแซคคารินและเมทิลพาล์มิเตท ใช้ 4 % SE 30 + 6 % OV 210 เป็นเฟสของเหลว	96
4.2	โครมาโตแกรมของเอ็น-เมทิลแซคคารินและ เมทิลพาล์มิเตท ใช้ 3 % OV 1 เป็นเฟสของเหลว	96
4.3	โครมาโตแกรมของเอ็น-เมทิลแซคคารินและเมทิลพาล์มิเตท ใช้ 10 % DC 200 เป็นเฟสของเหลว	97