

ชื่อวิทยานิพนธ์	การพัฒนาเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีสำหรับการตรวจความสดของอาหารทะเล (โคเมธิลามีนและไตรเมธิลามีน)
ผู้เขียน	นางสาวพรพิมล บุญชัย
สาขาวิชา	เคมีวิเคราะห์
ปีการศึกษา	2550

### บทคัดย่อ

ตรวจวัดความสดของอาหารทะเลโดยการวิเคราะห์ปริมาณสารโคเมธิลามีนและไตรเมธิลามีนด้วยเทคนิคเฮดสเปซแก๊สโครมาโทกราฟีร่วมกับตัวตรวจวัดชนิดไนโตรเจนฟอสฟอรัส และใช้คาปิลารีคอลัมน์ชนิดเอชพี เอฟเอฟเอพี (HP-FFAP) ความยาว 25 เมตร ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.32 มิลลิเมตร และความหนาของฟิล์ม 0.52 ไมโครเมตร สภาวะที่เหมาะสมของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีเป็นดังนี้ อัตราการไหลของแก๊สพา (ฮีเลียม) 3 มิลลิลิตรต่อนาที อุณหภูมิหัวฉีด 120 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิตัวตรวจวัด 220 องศาเซลเซียส โปรแกรมอุณหภูมิคอลัมน์ อุณหภูมิเริ่มต้น 120 องศาเซลเซียส จนถึง 160 องศาเซลเซียส ด้วยอัตรา 30 องศาเซลเซียสต่อนาที และคงอุณหภูมิสุดท้ายไว้ 1 นาที และสภาวะที่เหมาะสมของเทคนิคเฮดสเปซคือ อุณหภูมิที่ทำให้ตัวอย่างเข้าสู่สมดุล 70 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลาที่เข้าสู่สมดุลเป็นเวลา 20 นาที และอัตราส่วนเฟส 2 โดยใช้ ขวดแก้วขนาด 10 มิลลิลิตร และเพิ่มสัญญาณให้สูงขึ้นโดยการเติมเกลือโซเดียมคาร์บอเนต 1.5 กรัม

สภาวะที่เหมาะสมของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีและเทคนิคเฮดสเปซให้ขีดจำกัดการตรวจวัดความสดของอาหารทะเลสารโคเมธิลามีนและไตรเมธิลามีนที่ 2.7 และ 0.30 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตรตามลำดับ โดยมีช่วงความเป็นเส้นตรงของโคเมธิลามีน  $2.7 \times 10^{-3}$  ถึง 250 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร สำหรับไตรเมธิลามีน อยู่ในช่วง  $0.30 \times 10^{-3}$  ถึง 50 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ด้วยค่าสหสัมพันธ์เชิงปริมาณ (coefficient of determination,  $R^2$ ) มากกว่า 0.99 ความแม่นยำดีมากโดยให้ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์น้อยกว่า 4 เปอร์เซ็นต์

วิธีการวิเคราะห์ในงานวิจัยนี้นำไปใช้ตรวจวัดความสดของอาหารทะเล (โคเมธิลามีนและไตรเมธิลามีน) ในตัวอย่าง ปลาหู ปลากระพง กุ้งกุลาดำและกุ้งขาว พบว่าให้ค่าเปอร์เซ็นต์การได้กลับคืนสำหรับสารโคเมธิลามีนและไตรเมธิลามีนในช่วง 53 ถึง 70 เปอร์เซ็นต์โดยมีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์น้อยกว่า 11.8 เปอร์เซ็นต์ จากการศึกษาพบว่าความเข้มข้นของโคเมธิลามีนและไตรเมธิลามีนในตัวอย่างปลาหู ปลากระพง กุ้งกุลาดำและกุ้งขาว อยู่ในช่วงไม่สามารถ

ตรวจวัดได้ถึง 7.69 มิลลิกรัมต่อหนึ่งร้อยกรัมของตัวอย่าง ซึ่งพบว่าต่ำกว่าข้อกำหนดของ EU ที่กำหนดให้อาหารทะเลสดมีไทรเมธิลามีนไม่เกิน 12 มิลลิกรัมต่อหนึ่งร้อยกรัมของตัวอย่าง

ข้อดีของวิธีวิเคราะห์ไอโคเมธิลามีนและไทรเมธิลามีนในงานวิจัยนี้เป็นวิธีที่ง่ายและทำได้รวดเร็ว ใช้ปริมาณตัวอย่างน้อย ปราศจากการใช้ตัวทำละลายอินทรีย์และค่าใช้จ่ายน้อย สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการตรวจวัดความสดของอาหารทะเล

<b>Thesis Title</b>	Development of the Gas Chromatographic Techniques for Seafood Freshness Determination (Dimethylamine and Trimethylamine)
<b>Author</b>	Miss Pornpimol Boonchai
<b>Major Program</b>	Analytical Chemistry
<b>Academic Year</b>	2007

### Abstract

Headspace gas chromatographic technique with nitrogen phosphorous detector (HS-GC-NPD) and HP-FFAP capillary column, were investigated for freshness determination in fish and shrimp samples by analyzing dimethylamine (DMA) and trimethylamine (TMA). A capillary column (a 25 m × 0.32 mm i.d. × 0.52 μm film thickness) was used for separation. The optimum GC-NPD conditions were investigated and are as follows: flow rate of carrier gas (helium gas) 3 mL min<sup>-1</sup>, injector and detector temperature 120°C and 220°C, respectively, column temperature programming 120°C increasing to 160°C with the temperature ramp rate of 30°C min<sup>-1</sup> and kept at final temperature for 1 min. The optimum conditions for headspace technique are equilibration times 20 min, equilibration temperature 70°C, phase ratio 2, vial size 10 mL and 1.5 g of Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> was added in sample for increasing sensitivity of the analytes.

At optimum HS-GC-NPD conditions the limit of detection were 2.7, 0.30 ng mL<sup>-1</sup> for DMA and TMA, respectively. The linear dynamic range were 2.7×10<sup>-3</sup>-250 μg mL<sup>-1</sup> for DMA and 0.30×10<sup>-3</sup>-50 μg mL<sup>-1</sup> for TMA with a coefficient of determination (R<sup>2</sup>) greater than 0.99. Excellent precision was obtained with relative standard deviation (%RSD) less than 4%.

The proposed method was applied to test DMA and TMA in Indian mackerel, Sea bass, Giant tiger shrimp and White shrimp samples. The recoveries ranged from 53 to 70% for both analytes with %RSD less than 11.8% (n=5). The concentrations of DMA and TMA in these samples were in the range ND-7.69 mg per

100 g by matrix match calibration curve. These are acceptable since they are less than the EU acceptable quality and safety limit (TMA, 12 mg per 100 g).

The proposed method showed advantages over the conventional method *i.e.*, rapid and simple, small sample size, solvent free and cost effective for freshness (DMA and TMA) analysis in seafood and can be applied for freshness determination.