

การพัฒนาอุปกรณ์แก๊สดีฟิวชันแบบใหม่สำหรับใช้ร่วมกับระบบโพลีอินเจคชันเพื่อวิเคราะห์หา
ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในตัวอย่างไวน์ภายในคราวเดียวกัน



เสนอต่อบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา

ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี

สิงหาคม 2558

การพัฒนาอุปกรณ์แก๊สดีฟิวชันแบบใหม่สำหรับใช้ร่วมกับระบบโพลีอินเจคชันเพื่อวิเคราะห์หา
ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในตัวอย่างไวน์ภายในคราวเดียวกัน



เสนอต่อบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี

สิงหาคม 2558

ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

การพัฒนาอุปกรณ์แก๊สดีฟิวชันแบบใหม่สำหรับใช้ร่วมกับระบบโพลีอินเจคชันเพื่อวิเคราะห์หา
ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในตัวอย่างไวน์ภายในคราวเดียวกัน



เสนอต่อบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยราชภัฏนครราชสีมา เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี
สิงหาคม 2558

ภาณุวัฒน์ จันทรขาว. (2558). การพัฒนาอุปกรณ์แก๊สดีฟฟิวชันแบบใหม่สำหรับใช้ร่วมกับระบบ โพลีอินเจคชันเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในตัวอย่างไวน์ภายใน คราวเดียวกัน. ปริญญาโท วท.ม. (เคมี). กรุงเทพฯ: บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัย ศรีนครินทรวิโรฒ. อาจารย์ที่ปรึกษาปริญญาโท: ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. นवलละอ อรัณนิมานวงศ์.

งานวิจัยนี้สนใจการพัฒนาแก๊สดีฟฟิวชันชนิดแบบใหม่ร่วมกับระบบโพลีอินเจคชันสำหรับ วิเคราะห์ปริมาณเอทานอล และ ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ภายในคราวเดียวกัน หลักการของการวิเคราะห์เอ ทานอลอาศัย การเปลี่ยนสีของเมทิลออเรนจ์ในสารละลายเอทานอลที่ความเข้มข้นต่างๆ สำหรับการ ตรวจวัดซัลเฟอร์ไดออกไซด์ จะใช้ปฏิกิริยารีดักชันของไอโอดีนกับซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ทำการติดตาม การดูดกลืนแสงที่ 530 และ 350 นาโนเมตร สำหรับการตรวจวัดเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ตามลำดับ ในการตรวจวัด เริ่มโดยการบ่มสารละลายมาตรฐานหรือตัวอย่างที่มีเอทานอล และซัลเฟอร์ ไดออกไซด์ เข้าสู่ระบบในช่องของกระแสตัวให้ และทำการควบคุมปริมาตรของสารละลายที่ใช้โดยการ จับเวลา เอทานอลจะแพร่ผ่านเยื่อเลือกผ่านแบบไม่ชอบน้ำ เข้าสู่กระแสตัวรับที่บรรจุสารละลายเมทิล ออเรนจ์ในอะซิเตทบัฟเฟอร์ พีเอช 3.4 สารละลายมาตรฐานหรือตัวอย่างที่ไหลผ่านแก๊สดีฟฟิวชันยูนิ ตออกมาจะรวมกับสารละลายกรดซัลฟิวริกเพื่อสร้างแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ขึ้น ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่ เกิดขึ้นนี้จะแพร่ผ่านเยื่อเลือกผ่านแบบไม่ชอบน้ำ เข้าสู่กระแสตัวรับอีกด้านหนึ่งซึ่งบรรจุโพแทสเซียมไอ โอดेटไว้ เมื่อทำการฉีดก่อนสารละลายโพแทสเซียมไอโอดेटในกรดลงไปบนกระแสตัวรับนี้ จะทำให้เกิด ไอโอดีนขึ้น ไอโอดีนที่เกิดขึ้นนี้จะทำปฏิกิริยากับแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่ละลายอยู่ในสารละลาย ตัวรับ ภายใต้สภาวะการทดลองที่เหมาะสม ได้ผลการเส้นตรงในช่วงความเข้มข้นของเอทานอล 5 ถึง 40 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร และความเข้มข้นของซัลเฟอร์ไดออกไซด์ 10 ถึง 250 มิลลิกรัมต่อลิตร การใช้สารเคมีที่ลดความเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมและปฏิกิริยาเกิดได้อย่างรวดเร็วทำให้งานวิจัยนี้น่าสนใจ และยังพบว่าวิธีการที่พัฒนาขึ้นมีความเป็นไปได้ในการวิเคราะห์ปริมาณเอทานอล และ ซัลเฟอร์ได ออกไซด์ภายในคราวเดียวกันในตัวอย่างสังเคราะห์ อย่างไรก็ตาม พบว่าองค์ประกอบไวน์รบกวนการ วิเคราะห์ ดังนั้นในการวิเคราะห์ตัวอย่างไวน์นั้นต้องการการพัฒนาขั้นตอนการเตรียมไวน์ที่เหมาะสม ก่อนการวิเคราะห์

DEVELOPMENT OF A NEW GAS – DIFFUSION UNIT INCORPORATION WITH FLOW INJECTION SYSTEM
FOR SIMULTANEOUS DETERMINATION OF ETHANOL AND SULFUR DIOXIDE IN WINE




Presented in Partial Fulfillment of the Requirement for the
Master of Science Degree in Chemistry
at Srinakharinwirot University

August 2015

Panuwat Chankaw. (2015). *development of a new gas – diffusion unit incorporation with flow injection system for simultaneous determination of ethanol and sulfur dioxide in wine*. Master thesis. M.Sc. (Chemistry). Bangkok: Graduate School, Srinakharinwirot University. Advisor Committee. Assistant Professor Dr. Nuanlaor Ratanawimarnwong.

This work is interested in development of new gas-diffusion unit incorporation with flow injection system for simultaneous determination of ethanol and sulfur dioxide (SO₂). Detection principle of ethanol based on changing color of methyl orange in the presence of different ethanol composition was employed. For SO₂ detection, reduction of iodine with SO₂ was employed. Absorbance measurement was carried out at 530 nm and 350 nm for ethanol and sulfur dioxide determination, respectively. By means of this system, standard/sample solution containing ethanol and sulfite was introduced into the flow system using time based injection as a donor stream of the GD unit. Ethanol diffused through the hydrophobic membrane into a channel of a static acceptor stream containing methyl orange in acetate buffer pH 3.4. The standard/sample solution stream was then merged with a stream of H₂SO₄ to generate gaseous SO₂. The generated SO₂ diffused through the membrane into another acceptor stream of KI. Injection of KIO₃ in acidic solution was carried out at this acceptor solution to generate iodine at which followed by reacting with re-dissolved SO₂. Under investigated conditions, a linear calibration of 5% (v/v) to 40% (v/v) for ethanol and 10 mg/l to 250 mg/l of SO₂ were obtained. The use of less toxic reagents and the fast kinetics make the present method attractive. The method has good potential for simultaneous determination of ethanol and sulfur dioxide in synthetic sample. However, it was found that matrix of red and white wine affected on both ethanol and SO₂ signals. For such samples, pretreatment step must be developed accordingly.



งานวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากเงินงบประมาณแผ่นดินประจำปีงบประมาณ 2557

ปริญญาานิพนธ์

เรื่อง

การพัฒนาอุปกรณ์แก๊สดีฟิวชันแบบใหม่สำหรับใช้ร่วมกับระบบโพลีอินเจคชันเพื่อวิเคราะห์หา

ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในตัวอย่างไวน์ภายในคราวเดียวกัน

ของ

ภาณุวัฒน์ จันทร์ขาว

ได้รับอนุมัติจากบัณฑิตวิทยาลัยให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี

ของมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

.....คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

(รองศาสตราจารย์ ดร.สมชาย สันติวัฒนกุล)

วันที่..... เดือน.....พ.ศ. 2558

อาจารย์ที่ปรึกษาปริญญาานิพนธ์

คณะกรรมการสอบปากเปล่า

.....ที่ปรึกษา

.....ประธาน

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นวลละออ รัตนวิมานวงศ์)(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ณัฐวุฒิ เชิงชั้น)

.....กรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. พรพิมล ประยงค์พันธ์)

.....กรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. นวลละออ รัตนวิมานวงศ์)

ประกาศคุณูปการ

ปริญญาานิพนธ์นี้เสร็จสมบูรณ์ได้ด้วยดี เนื่องจากผู้วิจัยได้รับความกรุณาอย่างยิ่งจาก ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นวลละออ รัตนวิมานวงศ์ อาจารย์ที่ปรึกษาปริญญาานิพนธ์ ที่ให้คำปรึกษา คำแนะนำ ชี้แนะข้อบกพร่องต่างๆ ช่วยแก้ไขปัญหาในการทำงานวิจัย ให้ความช่วยเหลือในการ ดำเนินงานวิจัยและการเขียนปริญญาานิพนธ์นี้แก่ผู้วิจัยเป็นอย่างดี อีกทั้งทำให้ผู้วิจัยได้รับประสบการณ์ ได้เรียนรู้และเห็นคุณค่าของงานวิจัย ผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้ง และขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงไว้ ณ โอกาสนี้

ขอขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ณัฐวุฒิ เขิงชั้น ประธานกรรมการในการสอบปาก เป่าปริญญาานิพนธ์ และ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พรพิมล ประยงค์พันธ์กรรมการควบคุมการสอบปาก เป่าปริญญาานิพนธ์ ที่กรุณาให้คำแนะนำและชี้แนะข้อบกพร่อง เพื่อให้ปริญญาานิพนธ์นี้มีความ สมบูรณ์มากยิ่งขึ้น และขอขอบพระคุณคณาจารย์ภาควิชาเคมีทุกท่านที่ได้ถ่ายทอดความรู้ ให้ความ เมตตา เอาใจใส่และให้ความช่วยเหลือแก่ผู้วิจัยด้วยดีเสมอมา

ขอขอบพระคุณ บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ที่ให้ทุนสนับสนุนการทำ ปริญญาานิพนธ์ในครั้งนี้ และขอขอบคุณภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ที่คอยให้การสนับสนุนทางด้านอุปกรณ์ เครื่องมือ และสถานที่ ตลอดจนเจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการเคมี ที่ให้ความช่วยเหลือ ให้แนะนำ และอำนวยความสะดวกแก่ผู้วิจัยตลอดการศึกษาและการทำวิจัย ผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้งในความกรุณาและขอขอบพระคุณทุกท่านไว้ ณ โอกาสนี้

คุณค่าของปริญญาานิพนธ์ฉบับนี้ ขอมอบเป็นเครื่องบูชาพระคุณต่อครอบครัวของผู้วิจัย ที่ มอบความรัก ความเอาใจใส่ และสนับสนุนในทุกๆด้าน ทำให้ผู้วิจัยประสบความสำเร็จในครั้งนี้

ภาณุวัฒน์ จันทร์ขาว

สารบัญ

บทที่		หน้า
1	บทนำ.....	1
	ภูมิหลัง.....	1
	ความมุ่งหมายของการวิจัย.....	3
	ความสำคัญของงานวิจัย.....	4
	ขอบเขตของโครงการวิจัย.....	4
	ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	5
2	เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	6
	เทคนิคโพลินเจคชันอะนาไลซิส.....	6
	อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์สารระเหยร่วมกับระบบ FIA	10
	ตัวอย่างไวน์.....	13
	เอทานอลและการวิเคราะห์ปริมาณเอทานอล.....	14
	ซัลเฟอร์ไดออกไซด์และการวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์.....	17
3	วิธีดำเนินการวิจัย.....	20
	อุปกรณ์ เครื่องมือ และสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย.....	20
	สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย.....	21
	วิธีเตรียมสารเคมี.....	22
	การออกแบบและสร้างอุปกรณ์ GD สำหรับการวิเคราะห์สารระเหยในระบบ FIA	24
	ศึกษาปฏิกิริยาที่ใช้ในการวัดปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์	24
	ที่ลดความเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม.....	26
	การวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลโดยใช้ปฏิกิริยาเมทิลออกเรนจ์ในระบบ GD-FIA....	27

สารบัญ (ต่อ)

บทที่	หน้า
3 (ต่อ)	
การวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์โดยใช้ปฏิกิริยารีดอกซ์ระหว่าง ซัลเฟอร์ไดออกไซด์กับไอโอดีนในระบบ GD – FIA.....	28
ออกแบบระบบ FIA ที่ใช้ร่วมกับ GD ที่สร้างขึ้นเพื่อวิเคราะห์ปริมาณเอทานอล และซัลเฟอร์ไดออกไซด์ได้พร้อมกัน.....	31
4 ผลการทดลอง	
ตอนที่ 1 ออกแบบและสร้างอุปกรณ์ GD อุปกรณ์ GD ที่สร้างขึ้น.....	34 34
ตอนที่ 2 ศึกษาปฏิกิริยาที่ใช้ในการวัดปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ที่ลดความเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม การวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลโดยใช้ปฏิกิริยาเมทิลออกเซนจ์ในระบบ GD - FIA.....	36 36
การวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์โดยใช้ปฏิกิริยารีดอกซ์ระหว่าง ซัลเฟอร์ไดออกไซด์กับไอโอดีนในระบบ GD – FIA.....	37
ตอนที่ 3 ระบบ GD – FIA ในการวิเคราะห์ปริมาณเอทานอล การศึกษาสภาวะการทดลองที่เหมาะสม.....	38 38
ประสิทธิภาพของระบบ GD- FIA สำหรับวิเคราะห์เอทานอล.....	42
การวิเคราะห์เอทานอลในตัวอย่างเหลวและเปรียบเทียบกับการวิเคราะห์ ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี.....	45
ตอนที่ 4 ระบบ GD – FIA ในการวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์ การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์....	45 46
ศึกษาขีดจำกัดของการตรวจวัด (Limit of detection, LOD) และขีดจำกัด การศึกษาประสิทธิภาพของวิธีวิเคราะห์ที่ได้พัฒนาขึ้น.....	50
การวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในตัวอย่างไวน์และเปรียบเทียบผล วิเคราะห์กับเทคนิคไทเทรชัน.....	52

สารบัญ (ต่อ)

บทที่	หน้า
4 (ต่อ)	
ตอนที่ 5 ระบบ GD – FIA สำหรับวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ได้ในคราวเดียวกัน	54
การศึกษาประสิทธิภาพของระบบ GD-FI ที่พัฒนาขึ้น.....	54
การวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในตัวอย่างไม่.....	56
5 สรุปผล อภิปรายผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ.....	59
บรรณานุกรม.....	62
ภาคผนวก.....	65
ประวัติย่อผู้วิจัย.....	76



บัญชีตาราง

ตาราง	หน้า
1 กำหนดค่ามาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมไวน์ มาตรฐานเลขที่ มอก. 2089-2544	1
2 วัตถุประสงค์ปนอาหาร มีชนิดและปริมาณ ไม่เกินเกณฑ์ที่กำหนด.....	2
3 ขั้นตอนในการวิเคราะห์ปริมาณเอทานอล.....	27
4 ขั้นตอนในการวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์.....	29
5 ขั้นตอนในการวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ได้พร้อมกัน.....	31
6 รูปแบบของแผ่นซีลีโคเนตวรับและตัวให้สำหรับอุปกรณ์ GD แบบกระแสดวรับ 1 และ 2 ช่องทาง.....	35
7 พารามิเตอร์ที่เหมาะสมในระบบ GD – FIA สำหรับวิเคราะห์ปริมาณเอทานอล.....	42
8 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายเมทิลอลเรนจ์ที่ความเข้มข้นของเอทานอล 20% (v/v).....	43
9 ปริมาณแอลกอฮอล์ในตัวอย่างเครื่องดีมีวิเคราะห์โดยระบบโฟลอินเจคชันที่พัฒนาขึ้นเปรียบเทียบกับแก๊สโครมาโทกราฟี.....	45
10 พารามิเตอร์ที่เหมาะสมในระบบ GD – FIA.....	51
11 ศึกษาความเที่ยงตรงของระบบในการวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์.....	52
12 ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในตัวอย่างไวน์ที่วิเคราะห์ด้วยวิธี GD-FI และการไทเทรต	53
13 ศึกษาความเที่ยงตรงของระบบในการวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์.....	55
14 ปริมาณเอทานอลในตัวอย่างไวน์กระชายดำด้วยด้วยเทคนิค GD - FIA	57
15 ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในตัวอย่างไวน์กระชายดำด้วยด้วยเทคนิค GD – FIA.....	57
16 ร้อยละการได้กลับคืนของการวิเคราะห์เอทานอลในตัวอย่างไวน์กระชายดำ 3 ชนิดด้วยเทคนิค GD – FIA.....	58
17 ร้อยละการได้กลับคืน (%recovery \pm SD) ของเอทานอลในตัวอย่างไวน์ด้วยเทคนิค GD – FIA.....	68

บัญชีภาพประกอบ

ภาพประกอบ	หน้า
1 ระบบโฟลอินเจคชันอะนาไลซิส	6
2 ภาพแบบต่างๆของการกระจายที่เกิดขึ้นของสารตัวอย่างในท่อ.....	8
3 บีบแบบรีดผ่านสายยาง (peristaltic pump).....	9
4 ระบบ GD-FIA อย่างง่าย.....	10
5 อุปกรณ์แก๊สดีฟิวชันยูนิต (GD).....	11
6 อุปกรณ์ GD ที่มีจำหน่ายในท้องตลาด.....	12
7 อุปกรณ์เพอร์เวปเปอเรชันยูนิต.....	12
8 ตัวอย่างอุปกรณ์ GD ที่สร้างขึ้นสำหรับแบบใช้วิเคราะห์ตัวอย่างพร้อมกันสองชนิด...	25
9 ระบบการวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลโดยใช้สารละลายเมทิลออเรนจ์เป็นรีเอเจนต์....	27
10 ระบบ GD-FI สำหรับวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์.....	29
11 ระบบ FIA ที่ใช้ร่วมกับ GD เพื่อวัดปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ได้พร้อมกัน.....	31
12 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของปฏิกิริยาเมทิลออเรนจ์ที่มีเอทานอล.....	36
13 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของปฏิกิริยารีดอกซ์ระหว่างซัลเฟอร์ไดออกไซด์กับ ไอโอดีน.....	32
14 กราฟแสดงค่าผลของความเข้มข้นอะซิเตทบัฟเฟอร์ที่ pH = 3.4.....	39
15 กราฟแสดงค่าผลของความเข้มข้นเมทิลออเรนจ์ที่มีต่อขนาดสัญญาณการดูดกลืน แสง.....	40
16 กราฟแสดงค่าผลของอัตราการไหลของสารละลายในระบบ GD – FIA.....	41
17 กราฟแสดงค่าผลของปริมาตรสารละลายเอทานอลที่มีผลต่อขนาดสัญญาณความ เข้มข้นของเอทานอล 10 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร.....	41
18 กราฟมาตรฐานและสัญญาณของสารละลายมาตรฐานเอทานอลที่ความเข้มข้น ต่างๆ.....	42
19 กราฟมาตรฐานที่ได้จากการใช้อุปกรณ์ GD ที่สร้างขึ้นและอุปกรณ์ GD ที่ผลิตโดย Methrom.....	44
20 ผลของความเข้มข้นโพแทสเซียมไอโอไดด์ที่มีผลต่อขนาดสัญญาณ.....	46

บัญชีภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ	หน้า
21 ผลของความเข้มข้นโพแทสเซียมไอโอเดตที่มีต่อขนาดสัญญาณ.....	47
22 ผลของความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก ที่ใช้เป็นตัวทำละลายของ KIO_3 ที่มีผลต่อขนาดสัญญาณ.....	48
23 ผลของความเข้มข้นกรดซัลฟิวริกในกระแสตัวให้ที่มีผลต่อขนาดของสัญญาณ.....	49
24 ผลของความยาวของท่อปฏิกิริยา 'A' ที่มีผลต่อขนาดสัญญาณ.....	50
25 กราฟมาตรฐานและสัญญาณของสารละลายมาตรฐานซัลไฟด์ที่ความเข้มข้นต่างๆ.....	51
26 กราฟมาตรฐานและสัญญาณของสารละลายมาตรฐานเอทานอล (ภาพบน) และซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (ภาพล่าง) ที่ความเข้มข้นต่างๆ.....	54
27 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นเอทานอลกับความสูงของสัญญาณในระบบวัดซัลเฟอร์ไดออกไซด์.....	67
28 ผลการเปรียบเทียบขนาดความกว้างของแผ่นซิลิคอนของระบบวัดปริมาณเอทานอล.....	67
29 อุปกรณ์สร้างแก๊สดีฟิวชันชนิด.....	70
30 ภาพจริงของระบบ GD – FIA วัดปริมาณเอทานอลที่พัฒนาขึ้น.....	70
31 ภาพจริงของระบบ GD – FIA วัดปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่พัฒนาขึ้น.....	71
32 เครื่องวัดการดูดกลืนแสง (UV – VIS Spectrophotometer) รุ่น V - 1200.....	71
33 เครื่องวัดการดูดกลืนแสง (UV – VIS Spectrophotometer) รุ่น V – 1000.....	72
34 การประกวดผลงานสิ่งประดิษฐ์ระดับบัณฑิตศึกษา.....	74
35 การนำเสนอผลงาน Pure and Applied Chemistry International Conference 2014.....	74

บทที่ 1

บทนำ

ภูมิหลัง

อุตสาหกรรมการผลิตไวน์ในปัจจุบันมีความสำคัญต่อภาคเกษตรกรรมของประเทศไทย เนื่องจากเป็นการเปลี่ยนผลผลิตทางการเกษตรให้เป็นผลิตภัณฑ์ที่มีคุณค่าและราคาสูงขึ้น อีกทั้งยังสามารถพัฒนาเป็นสินค้าส่งออกไปขายต่างประเทศได้ แต่ยังมีปัญหาต่างๆ ที่ต้องการแก้ไขและควบคุมเป็นพิเศษ เช่น คุณภาพของผลผลิต การทำผลิตภัณฑ์ให้ได้มาตรฐานและการคำนึงถึงความปลอดภัยของผู้บริโภค ในประเทศไทยสำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม (สมอ.) ได้ออกประกาศกำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมไวน์ (มาตรฐาน – เลขที่ มอก. 2089-2544) โดยมีข้อกำหนดปริมาณสารเคมีต่างๆ ในไวน์หลายชนิด เช่น เอสเทอร์ แอลดีไฮด์ เอทิลคาร์บาเมต ดังแสดงในตาราง 1 รวมไปถึงสารเจือปนต่างๆ เช่น ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ กรดเบนโซอิก กรดซอร์บิก และสารปรุงแต่งสีต่างๆ ดังแสดงดังตาราง 2

ตาราง 1 กำหนดค่ามาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมไวน์ มาตรฐานเลขที่ มอก. 2089-2544

คุณลักษณะทางเคมี	ค่ามาตรฐาน
ฟูเซลอยล์	ไม่เกิน 2500 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร
เอสเทอร์	ไม่เกิน 1200 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร
แอลดีไฮด์	ไม่เกิน 160 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร
เมทิลแอลกอฮอล์	ไม่เกิน 420 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร
เอทิลคาร์บาเมต	ไม่เกิน 200 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

ตาราง 2 วัตถุเจือปนอาหาร มีชนิดและปริมาณ ไม่เกินเกณฑ์ที่กำหนด ดังนี้

คุณลักษณะทางเคมี	ค่ามาตรฐาน
ซัลเฟอร์ไดออกไซด์	ไม่เกิน 300 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร
กรดเบนโซอิกหรือเกลือของกรดนี้	ไม่เกิน 250 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร
กรดซอร์บิกหรือเกลือของกรดนี้	ไม่เกิน 200 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

ที่มา: สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม. (2545) ฉบับที่ 327 กันยายน.

การวิเคราะห์ปริมาณสารสำคัญต่างๆในไวน์มีความสำคัญ ในด้านต่างๆ เช่น ปริมาณเอทานอล จะต้องวิเคราะห์ให้ได้ถูกต้องแม่นยำ เนื่องจากปริมาณเอทานอลมีความสัมพันธ์กับการคิดภาษีสรรพสามิต ซึ่งคิดตามอัตราส่วนของแอลกอฮอล์ที่มีในเครื่องดื่ม โดยกรมสรรพสามิตกำหนดปริมาณเอทานอลให้เป็นไปตามฉลาก มีเกณฑ์ความคลาดเคลื่อนได้ไม่เกิน 1 ดีกรี (ร้อยละโดยปริมาตร) การวิเคราะห์สารเจือปนต่างๆ เช่น ซัลเฟอร์ไดออกไซด์และเกลือซัลไฟต์ก็มีความสำคัญ เนื่องจากมีผลต่อสุขภาพของผู้บริโภค หากได้รับเป็นประจำแล้วสะสมในร่างกายในปริมาณมากจะทำให้ มีอาการหายใจติดขัด ปวดท้อง ท้องร่วง เวียนศีรษะ อาเจียนและถึงขั้นหมดสติได้ องค์การอนามัยโลก (WHO) ได้กำหนดค่าความปลอดภัยของปริมาณซัลไฟต์ที่ได้รับไม่เกิน 0.7 มิลลิกรัม/คน/วัน (ADI : Acceptable Daily Intake) อย่างไรก็ตาม ซัลเฟอร์ไดออกไซด์และเกลือซัลไฟต์มีความจำเป็นที่จะต้องใช้ในขั้นตอนการผลิตไวน์ เพราะจะช่วยในการยับยั้งการเจริญเติบโตและทำลายจุลินทรีย์ที่ปนเปื้อนมากับเครื่องมือและน้ำผลไม้ที่ใช้ในการผลิตไวน์ซึ่งส่งผลต่อสีและกลิ่นของไวน์ จึงจะเห็นได้ว่าการตรวจวัดปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์ เป็นปัจจัยหนึ่งที่สำคัญในการควบคุมคุณภาพของผลิตภัณฑ์ไวน์ และต้องควบคุมให้มีในปริมาณที่เหมาะสมตามมาตรฐานที่กำหนด (ไพบูลย์ ด่านวิรุฑย์. 2549: 163-164).

เทคนิคในการวิเคราะห์เอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ในตัวอย่างไวน์สามารถทำได้หลายวิธี แต่ที่ได้รับความนิยมมากที่สุดคือ เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟซึ่งให้ค่าการวิเคราะห์ที่ถูกต้องและแม่นยำ แต่เครื่องมือมีขนาดใหญ่ น้ำหนักมาก ใช้เวลาในการวิเคราะห์นาน อีกทั้งยังมีราคาค่อนข้างแพง ทำให้ผู้ผลิตไวน์รายย่อยไม่สามารถทำการวิเคราะห์ตัวอย่างได้อย่างสม่ำเสมอ จึงไม่มีระบบการควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์ที่มีประสิทธิภาพ การใช้เทคนิคการไหลแบบ Flow Injection Analysis

(FIA) ร่วมกับอุปกรณ์ไอระเหยแบบ Gas diffusion unit (GD) ก็เป็นอีกเทคนิคหนึ่งที่มีความสนใจและถูกนำมาพัฒนาเพื่อใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณสารระเหย เนื่องจากเป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพดี ให้ผลวิเคราะห์ที่มีความถูกต้องแม่นยำ เครื่องมือมีขนาดกะทัดรัดและราคาไม่แพงที่สำคัญ คือ วิเคราะห์ได้รวดเร็ว อีกทั้งมีแนวโน้มที่จะสามารถประยุกต์และพัฒนาต่อยอดโดยใช้วัสดุที่มีอยู่ภายในประเทศได้ เป็นการลดต้นทุนการวิเคราะห์ และลดการนำเข้าสินค้าจากต่างประเทศอีกทางหนึ่ง

แก๊สดีฟิวชันยูนิต เป็นอุปกรณ์เสริมอย่างหนึ่งในระบบโพลอินเจคชัน ทำหน้าที่แยกสารที่สนใจให้อยู่ในสถานะแก๊ส โดยสารที่ต้องการวิเคราะห์ไหลเข้ายูนิตในช่องสารละลายตัวให้ (donor channel) แล้วถูกเปลี่ยนให้อยู่ในสถานะแก๊สซึ่งสามารถแพร่ผ่านเยื่อเลือกผ่าน (membrane) ที่กั้นอยู่ระหว่างช่องสารละลายตัวให้กับช่องสารละลายตัวรับ (acceptor channel) เมื่อแก๊สตัวอย่างละลายในสารละลายตัวรับ (acceptor solution) โดยสารละลายตัวรับจะทำหน้าที่พาแก๊สหรือสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ไหลออกจากยูนิตไปทำปฏิกิริยากับสารอื่นหรือไหลเข้าสู่เครื่องตรวจวัดต่อไป

งานวิจัยนี้จึงมีความสนใจที่จะศึกษาและพัฒนาวิธีการวิเคราะห์ปริมาณสารระเหยในตัวอย่างไวน์โดยใช้เทคนิค FIA ร่วมกับอุปกรณ์ไอระเหยแบบ GD unit โดยมุ่งเน้นการพัฒนาและออกแบบอุปกรณ์ GD แบบใหม่ที่สร้างได้เองในห้องปฏิบัติการ สามารถปรับเปลี่ยนแนวการไหลได้ ที่สร้างได้เองในห้องปฏิบัติการและสามารถใช้ตรวจวัดไอระเหย 2 ชนิดภายใต้อุปกรณ์ชุดเดียว โดยผู้วิจัยเลือกที่จะวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในไวน์ เพื่อแสดงประสิทธิภาพของอุปกรณ์ที่สร้างขึ้นสำหรับการนำไปใช้ในการควบคุมคุณภาพการผลิตไวน์ เพราะสารทั้งสองชนิดนี้เป็นสารที่มีความสำคัญที่ต้องทราบความเข้มข้นที่แน่นอน และส่งผลโดยตรงต่อคุณภาพไวน์ที่ผลิตได้

ความมุ่งหมายของงานวิจัย

1. ออกแบบอุปกรณ์ GD แบบใหม่ที่สร้างขึ้นได้เองในห้องปฏิบัติการ สามารถปรับเปลี่ยนแนวการไหลได้ตามความต้องการ เพื่อเพิ่มความสะดวกในการวิเคราะห์อย่างหลากหลาย และสามารถใช้ในการวิเคราะห์สารสองชนิดได้ภายในอุปกรณ์เดียว

2. ประยุกต์ใช้อุปกรณ์ GD ที่พัฒนาขึ้นร่วมกับระบบ FIA เพื่อวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์พร้อมกัน โดยปฏิกิริยาเคมีที่เลือกใช้ จะเป็นสารเคมีที่มีความเป็นพิษน้อยกว่าสารเคมีที่ใช้วิเคราะห์เอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์โดยทั่วไป

3. ประยุกต์ใช้ระบบ GD-FIA ที่พัฒนาขึ้น สำหรับวัดปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ในตัวอย่างไวน์ชนิดต่างๆ

4. ศึกษาคุณลักษณะของระบบวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นและเปรียบเทียบคุณลักษณะทางการวิเคราะห์ที่ได้กับวิธีมาตรฐานที่เป็นที่ยอมรับ

ความสำคัญของงานวิจัย

1. งานวิจัยนี้เป็นงานวิจัยเชิงประยุกต์มุ่งศึกษาการพัฒนาวิธีการตรวจวัดปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในไวน์ที่มีประสิทธิภาพ สามารถวิเคราะห์ทั้งเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ได้พร้อมกัน ใช้งานได้สะดวกราคาไม่แพงและเหมาะสมสำหรับใช้งานด้านควบคุมคุณภาพ

2. การพัฒนาอุปกรณ์วิเคราะห์ GD แบบใหม่ ที่สามารถสร้างขึ้นได้เองในห้องปฏิบัติการและสามารถปรับเปลี่ยนแนวการไหลได้ง่าย โดยใช้วัสดุที่มีอยู่ในประเทศเป็นการลดต้นทุนการวิเคราะห์และลดการนำเข้าสินค้าจากต่างประเทศ

3. ปฏิบัติการเคมีที่เลือกใช้คำนึงถึงการใช้สารเคมีที่ลดความเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมเพื่อให้สะดวกในการนำไปใช้จริงได้และเป็นการรักษาสิ่งแวดล้อม

ขอบเขตของงานวิจัย

ในงานวิจัยนี้จะทำการออกแบบและสร้างอุปกรณ์ GD ภายในห้องปฏิบัติการเพื่อใช้งานร่วมกับระบบ FIA สำหรับวิเคราะห์ปริมาณเพื่อให้เหมาะกับงานด้านการควบคุมคุณภาพทั้งในขั้นตอนการผลิตและการติดตามคุณภาพตัวอย่างไวน์หลังบรรจุขวดและวางขายในท้องตลาดโดยขอบเขตของงานวิจัยนี้จะแบ่งออกเป็น 6 หัวข้อ ดังต่อไปนี้

1. ออกแบบและสร้างอุปกรณ์ GD สำหรับการวิเคราะห์สารระเหยในระบบ FIA
2. ศึกษาปฏิกิริยาที่ใช้ในการวัดปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่ลดความเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม
3. ออกแบบระบบ FIA ที่ใช้ร่วมกับ GD ที่สร้างขึ้นเพื่อวัดปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์

4. ศึกษาสภาวะการทดลองที่เหมาะสมของระบบวิเคราะห์สำหรับการวัดปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์

5. นำระบบที่พัฒนาขึ้นไปประยุกต์ใช้กับตัวอย่างไวน์เพื่อการประเมินคุณภาพของวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นโดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ที่กับวิธีมาตรฐานที่ได้รับการยอมรับ เช่น เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีและแอมเพอโรเมตริกไทเทรชัน

6. ศึกษาประสิทธิภาพของวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นในด้านต่างๆ ได้แก่

6.1 ช่วงความเป็นเส้นตรง (linearity range)

6.2 ค่าขีดจำกัดต่ำสุดที่ตรวจวัดได้ (limit of detection; LOD) และค่าขีดจำกัดต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์ได้ (limit of quantitation; LOQ)

6.3 ความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ (precision; %RSD)

6.4 ร้อยละของการคืนกลับ (%recovery)

ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

การพัฒนาวิธีการวัดปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในไวน์โดยออกแบบอุปกรณ์ GD แบบใหม่ที่สามารถปรับเปลี่ยนแนวการไหลได้ง่ายตามความต้องการเฉพาะของงานนั้นๆ โดยอุปกรณ์สำหรับการวิเคราะห์สาร 2 ชนิดภายในอุปกรณ์เดียว สำหรับขั้นตอนการดำเนินงานวิจัยจะแบ่งออกเป็น 6 หัวข้อ ดังต่อไปนี้

1. ออกแบบและสร้างอุปกรณ์ GD สำหรับการวิเคราะห์สารระเหยในระบบ FIA โดยกำหนดขนาดและความหนาของแผ่น silicone ตัดแต่งแปะบนแผ่นอะคริลิกเพื่อสร้างร่องให้สารละลายไหลผ่าน แทนการใช้เทคโนโลยีการเจาะร่องบนผิวอะคริลิก

2. ศึกษาปฏิกิริยาที่ใช้ในการวัดปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่ลดความเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม โดยปฏิกิริยาที่ใช้ในการตรวจวัดได้แก่ การเปลี่ยนสีของเมทิลลอสเรนจ์สำหรับเอทานอล เพื่อใช้แทนปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารละลายโพแทสเซียมไดโครเมตที่ใช้กันอยู่เดิม เพื่อลดการใช้โครเมียม (VI) ซึ่งมีความเป็นพิษสูง และสำหรับปฏิกิริยาการตรวจวัดซัลเฟอร์ไดออกไซด์ จะเลือกใช้คุณสมบัติการเป็นตัวรีดิวซ์ของสารซัลเฟอร์ไดออกไซด์ เมื่อทำปฏิกิริยากับไอโอดีน แทนการใช้ Hantz reaction ซึ่งต้องใช้ฟอर्मัลดีไฮด์ และพาราโรซานิลีนที่มีความเป็นพิษเช่นกัน

3. ออกแบบระบบ FIA ที่ใช้ร่วมกับอุปกรณ์ GD ที่สร้างขึ้นเพื่อวัดปริมาณเอทานอล และซัลเฟอร์ไดออกไซด์ โดยสามารถปรับเปลี่ยนแนวการไหลได้ง่าย สร้างใช้ได้เองและสามารถใช้ในการตรวจวัดไอระเหย 2 ชนิดภายใต้อุปกรณ์ชุดเดียว

4. ศึกษาสภาวะการทดลองที่เหมาะสมของระบบวิเคราะห์สำหรับการวัดปริมาณเอทานอล และซัลเฟอร์ไดออกไซด์ เช่น ความยาวคลื่นที่ใช้ตรวจวัด ความเข้มข้นของสารเคมีต่างๆ ปริมาตรสารที่ใช้ อัตราการไหลและอื่นๆ ที่มีผลต่อสัญญาณที่ได้

5. นำระบบที่พัฒนาขึ้นไปประยุกต์ใช้หาปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในตัวอย่างไวน์เพื่อการประเมินคุณภาพของวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นและเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ที่ได้รับผลวิเคราะห์ที่มาจากวิธีมาตรฐานที่ได้รับการยอมรับ เช่น เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีและแอมเพอโรเมตริกไทเทรชัน

6. ศึกษาคุณลักษณะของระบบวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นในด้านต่างๆ ได้แก่

6.1 ช่วงความเป็นเส้นตรง

6.2 ค่าขีดจำกัดต่ำสุดที่ตรวจวัดได้และค่าขีดจำกัดต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์ได้

6.3 ความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์

6.4 ร้อยละของการคืนกลับ

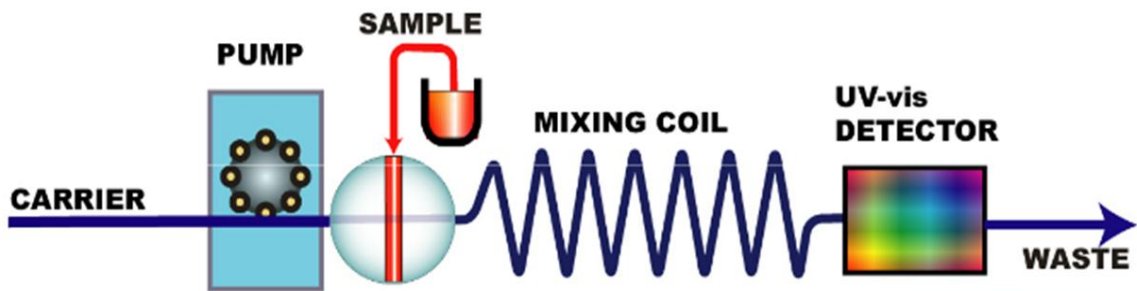
บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในงานวิจัยนี้จะทำการพัฒนาวิธีการวัดปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในไวน์ซึ่งผู้วิจัยได้ทบทวนวรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้องตามหัวข้อต่าง ๆ ดังนี้

1. เทคนิคโฟลอินเจคชันอะนาไลซิส (Flow Injection Analysis, FIA)
2. อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์สารระเหยร่วมกับระบบ FIA
3. ตัวอย่างไวน์
4. เอทานอลและการวิเคราะห์ปริมาณเอทานอล
5. ซัลเฟอร์ไดออกไซด์และการวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์
6. การแตกตัวของเมทิลออเรนจิ้นสารละลายเอทานอลที่ความเข้มข้นต่างๆ

1. เทคนิคโฟลอินเจคชันอะนาไลซิส (Flow Injection Analysis, FIA)



ภาพประกอบ 1 ระบบโฟลอินเจคชันอะนาไลซิส

ที่มา: Flow Injection System. (ม.ป.ป.): ออนไลน์.

เทคนิคโฟลอินเจคชันอะนาไลซิส (Flow Injection Analysis) ได้รับการพัฒนาโดย J. Ruzicka และ E.H. Hansen เพื่อประยุกต์ระบบโฟลอินเจคชันในรูปแบบต่างๆให้เหมาะแก่การวิเคราะห์ ซึ่งอาศัยหลักการฉีดสารละลายตัวอย่างปริมาณน้อยๆในระดับไมโครลิตรเข้าสู่กระแสตัวพา อาจเป็นรีเอเจนต์

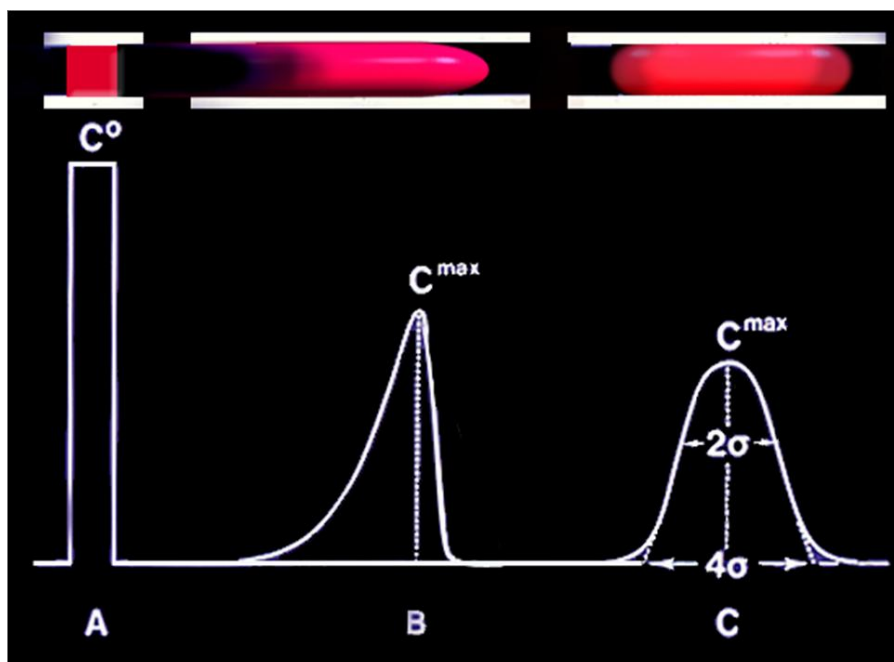
หรือตัวทำละลายหรือสารละลายบัฟเฟอร์ จะไหลอย่างต่อเนื่องในระบบท่อที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดเล็ก มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายในท่อในระดับมิลลิเมตร ด้วยอัตราการไหลที่เหมาะสมและคงที่ โดยสารตัวอย่างจะถูกฉีดเข้าไปในระบบผ่านวาล์ว เมื่อทำการหมุนวาล์วในตำแหน่ง “ฉีด” ท่อนของสารตัวอย่างจะแทรกเข้าไปในกระแสตัวพา ก่อนจะไปผสมกับกระแสของรีเอเจนต์ภายในระบบ สารตัวอย่างกับรีเอเจนต์จะทำปฏิกิริยาเคมีกันภายในท่อที่ขดเป็นเกลียว (mixing coil) เกิดเป็นผลิตภัณฑ์ขึ้น ก่อนไหลเข้าสู่เครื่องตรวจวัดชนิดต่างๆ ซึ่งเป็นเครื่องมือพื้นฐานที่มีอยู่ในห้องปฏิบัติการ ซึ่งในงานวิจัยส่วนใหญ่จะใช้เครื่องตรวจวัดแสงหรือสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (spectrophotometer) ในการทดลอง จะต้องมีการควบคุมสภาวะของการทดลองของสารมาตรฐานและสารตัวอย่างให้เหมือนกัน ซึ่งในระบบ FIA จะอาศัยหลักการพื้นฐาน 3 ประการ คือ

1. การฉีดสารตัวอย่างผ่านวาล์ว ที่มีปริมาตรของสารตัวอย่างที่เท่ากันทุกครั้ง เนื่องจากปริมาตรของสารตัวอย่างที่เข้าไปในกระแสตัวพาที่ไหลอย่างต่อเนื่อง จะเกิดการเจือจางเนื่องจากการแพร่ การเจือจางนี้จะเกิดได้ไม่เท่ากันเมื่อปริมาตรของสารตัวอย่างที่ฉีดไม่เท่ากัน ซึ่งจะส่งผลโดยตรงต่อขนาดสัญญาณ

2. เวลาที่ใช้ตั้งแต่สลับวาล์วเพื่อให้สารตัวอย่างเข้าสู่ระบบจนถึงตัวตรวจวัด ต้องเท่ากันทุกครั้ง เพราะสารที่อยู่ในระบบนานจะเกิดการแพร่ที่มากกว่าสารที่ใช้เวลาอยู่ในระบบน้อยกว่า มีผลทำให้สัญญาณที่ได้ต่ำลงไปด้วย (ที่ความเข้มข้นของสารที่ฉีดเท่ากัน)

3. การแพร่ของท่อนโซนของสารตัวอย่างที่ถูกควบคุมให้เท่ากันในทุกครั้งของการวัด ทั้งในสารละลายมาตรฐานและสารละลายตัวอย่างสามารถทำได้โดยควบคุมลักษณะทางกายภาพของระบบให้เหมือนเดิมทุกครั้ง เช่น ขนาดท่อ ลักษณะการวางตัวของท่อ และความยาวท่อ

ภาพ 2 แสดงลักษณะของสัญญาณที่มีการแพร่ในขนาดที่แตกต่างกัน



ภาพประกอบ 2 ภาพแบบต่างๆของการกระจายที่เกิดขึ้นของสารตัวอย่างในท่อ

- A) เมื่อเริ่มการฉีดตัวอย่าง
- B) เกิดการแพร่กระจายเนื่องจากการพา
- C) เกิดผลิตภัณฑ์จากการผสมกันระหว่างรีเอเจนต์กับสารตัวอย่างไหลผ่านส่วนตรวจวัด

ที่มา: Tutorial; & News on Flow Based micro Analytical Techniques 2015

ระบบโฟลอินเจคชันอะนาไลซิสประกอบด้วย

1. ปั๊ม (pump) ใช้ในการควบคุมอัตราการไหลของรีเอเจนต์และตัวทำละลายให้คงที่ นิยมใช้ชนิดเพอร์ริสตาติคปั๊ม (peristaltic pump) การใช้เครื่องสูบชนิดนี้จะต้องใช้ท่อที่มีความยืดหยุ่นสูง ซึ่งจะถูกบีบ (squeeze) โดยใช้ชุดลูกกลิ้ง (set of roller) จะทำให้เกิดการไหลของกระแสตัวพามาภายในท่อ



ภาพประกอบ 3 ป้อนหลอดรีดผ่านสายยาง (peristaltic pump)

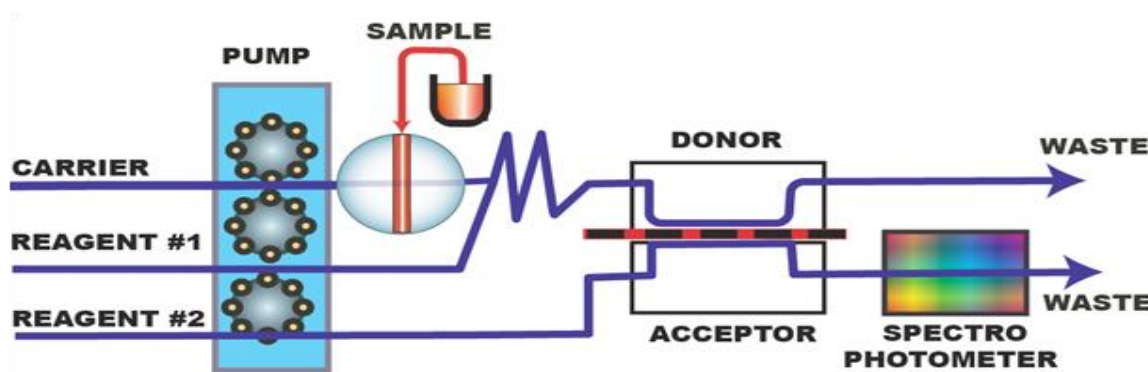
ที่มา: Ismatec. (online)

2. อินเจคชันวาล์ว (injection valve) ทำหน้าที่เป็นตัวกลางในการแทรกสารตัวอย่างเข้าสู่กระแสตัวพาในระบบ ด้วยปริมาตรแน่นอนและสามารถควบคุมปริมาตรได้
3. ท่อขนาดเล็ก (tube) ทำหน้าที่เป็นทางเดินของสาร ซึ่งอาจมีการดัดแปลงให้เหมาะสมกับปฏิกิริยาของระบบที่ต้องการวิเคราะห์ โดยทั่วไปใช้ท่อที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 0.5 ถึง 2.0 มิลลิเมตร
4. ท่อปฏิกิริยา (reaction coil) ทำหน้าที่ผสมสารในท่อให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างการลำเลียงสารก่อนเข้าสู่การตรวจวัด
5. เครื่องตรวจวัดสัญญาณ (detector) ทำหน้าที่เป็นเครื่องตรวจวัดค่าการเปลี่ยนแปลงทางเคมีที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาเคมีภายในระบบ
6. เครื่องบันทึกสัญญาณ (recorder) ทำหน้าที่เป็นเครื่องบันทึกสัญญาณที่ได้จากเครื่องตรวจวัด ซึ่งปัจจุบันนิยมใช้เครื่องคอมพิวเตอร์เป็นเครื่องบันทึกสัญญาณ

2. อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์สารระเหยร่วมกับระบบ FIA

2.1 แก๊สดีฟฟิวชันยูนิต (Gas Diffusion Unit , GD)

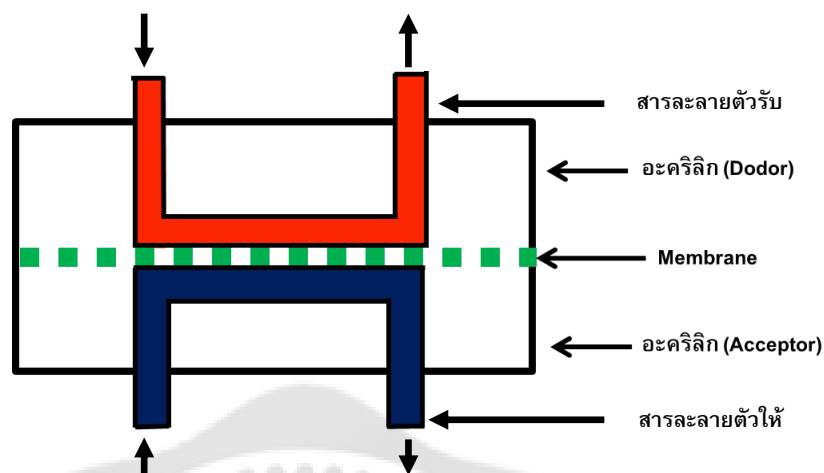
อุปกรณ์แก๊สดีฟฟิวชันยูนิตเมื่อต่อเข้ากับระบบ FIA จะช่วยให้สามารถตรวจวัดสารระเหยได้โดยตรงโดยไม่ต้องทำการสกัดแยกจากภายนอกก่อนฉีดเข้าระบบ ระบบ FIA ที่ใช้ร่วมกับ GD แสดงดังภาพประกอบ 4



ภาพประกอบ 4 ระบบ GD-FIA อย่างง่าย

ที่มา: (Flow Injection System. (ม.ป.ป.): ออนไลน์)

อุปกรณ์ GD (ภาพประกอบ 5) โดยทั่วไปประกอบด้วยช่องทางลำเลียงสารละลายตัวให้ (donor stream) และสารละลายตัวรับ (acceptor stream) แยกออกจากกันด้วยเยื่อเลือกผ่าน (permeate membrane) ซึ่งมีคุณสมบัติเป็นแบบไม่ชอบน้ำ (non hydrophobic membrane) คือมีคุณสมบัติในการที่จะกั้นไม่ให้สารละลายไหลผ่านเช่นเยื่อเลือกผ่านชนิด (Polytetrafluoroethylene : PTFE)



ภาพประกอบ 5 อุปกรณ์แก๊สดีฟิวชันยูนิต

สารตัวอย่างจะไหลเข้ายูนิตในช่องทางลำเลียงสารละลายตัวให้ (donor channel) เฉพาะสารที่ระเหยเป็นแก๊สได้ที่อุณหภูมิห้องเท่านั้นที่สามารถผ่านเยื่อเลือกผ่านชนิดไม่มีขั้ว ไปสู่กระแสของสารละลายตัวรับได้ ก่อนที่จะเคลื่อนที่ไปยังตัวตรวจวัดต่อไป จะเห็นได้ว่าการที่สารในสถานะแก๊สเท่านั้นที่จะเข้าสู่ตัวตรวจวัดได้ เป็นการเพิ่มความจำเพาะเจาะจงในการวิเคราะห์ เพราะสารน้อยชนิดที่สามารถระเหยเป็นไอที่อุณหภูมิห้องและยังเป็นการช่วยลดผลทางการรบกวนจากองค์ประกอบของตัวอย่าง เช่น สีของตัวอย่างได้เป็นอย่างดี

อุปกรณ์ GD มีจำหน่ายโดยบริษัทที่ผลิตอุปกรณ์และเครื่องมือทางวิทยาศาสตร์ ซึ่งเป็นบริษัทต่างชาติทั้งหมด ดังนั้นในการใช้อุปกรณ์ชนิดที่ต้องนำเข้าจากต่างประเทศทำให้มีราคาแพง (ประมาณ 30,000 ดอลลาร์) ลักษณะของทิศทางและรูปแบบของการไหลของสารละลายมีจำกัด โดยทั่วไปมักจะประกอบด้วย 1 ช่องทางเข้า - ออกของสารละลายตัวให้และ 1 ช่องทางเข้า - ออกของสารละลายตัวรับเท่านั้น



ก.



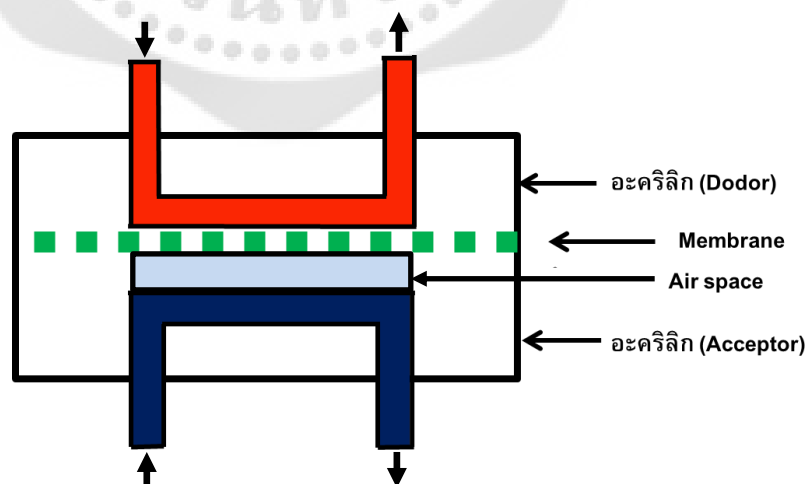
ข.

ภาพประกอบ 6 อุปกรณ์ GD ที่มีจำหน่ายในท้องตลาด

(ก. อุปกรณ์แก๊สตีฟิวชันแบบก้นหอย, ข. อุปกรณ์แก๊สตีฟิวชันแบบท่อ)

2.2 อุปกรณ์เพอร์แวกพอเรชัน (pervaporation unit: PV)

อุปกรณ์เพอร์แวกพอเรชัน เป็นอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์สารระเหยแบบใช้เยื่อเลือกผ่าน เช่นเดียวกับ GD รูปแบบที่แตกต่างกันคือ มีช่องว่างระหว่างสารละลายตัวให้กับเยื่อเลือกผ่าน ภาพประกอบ 7 ทำให้สารละลายตัวให้ไม่สัมผัสกับเยื่อเลือกผ่านโดยตรง โดยเมื่อสารถูกเปลี่ยนอยู่ในสถานะแก๊สแล้วก็จะแพร่ผ่านช่องอากาศนี้ก่อนที่จะแพร่ผ่านเยื่อเลือกผ่านไปทำปฏิกิริยากับสารละลายตัวรับด้านบนของเยื่อเลือกผ่านก่อนไหลออกจากยูนิตเข้าสู่เครื่องตรวจวัดต่อไป ซึ่งจะเห็นได้ว่าเทคนิค PV สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีสารแขวนลอยเป็นตะกอนขนาดเล็กหรือเป็นของเหลวหนืดได้โดยไม่มี การอุดตันที่ผิวของเยื่อเลือกผ่าน



ภาพประกอบ 7 อุปกรณ์เพอร์แวกพอเรชันยูนิต

การต่ออุปกรณ์ PV เข้ากับระบบ FIA ทำในลักษณะเดียวกันกับระบบ GD-FIA แต่พบว่าระบบ PV-FIA จะให้ความไวในการวิเคราะห์ที่ต่ำกว่าในระบบ GD-FIA เนื่องจากไอของสารตัวอย่างจะถูกเจือจางในช่องอากาศด้านบนสารละลายตัวให้ก่อนที่แพร่ผ่านเยื่อเลือกผ่านอีกทั้งในระบบ PV-FIA มักจะพบปัญหาการรบกวนจากการวิเคราะห์ในตัวอย่งที่ติดกัน (memory effect) ได้มากกว่าเนื่องจากไอของสารที่ตกค้างในช่องอากาศที่จะกำจัดออกได้ยากกว่าและใช้เวลาในการแพร่นานกว่าในระบบ GD-FIA นั้นเอง

อุปกรณ์ PV ไม่มีขายทั่วไปในท้องตลาดต้องสั่งทำจากห้องปฏิบัติการที่มีเครื่องมือในการผลิตซึ่งปัจจุบันหาได้ยาก จึงยังมีงานวิจัยที่ใช้อุปกรณ์ชิ้นนี้ออกมาในจำนวนที่ไม่มากนักเมื่อเทียบกับการใช้ GD

3. ตัวอย่างไวน์

ไวน์สามารถแบ่งได้เป็น 4 ชนิด ตามปริมาณของแอลกอฮอล์ ความหวาน คาร์บอนไดออกไซด์ สี และการปรุงแต่ง (ข้อมูลโครงการ หนึ่งตำบล หนึ่งผลิตภัณฑ์. ม.ป.ป.: ออนไลน์) คือ

- 1) ไวน์โต๊ะ (Table Wines)
- 2) ไวน์แรง (Fortified Wines)
- 3) ไวน์อัดลม (Sparkling Wines)
- 4) ไวน์ปรุงแต่ง (Flavored Wines)

1) ไวน์โต๊ะ (Table Wines, Still Wines หรือ Natural Wines) ทำจากน้ำองุ่นคั้นแล้วหมักตามธรรมชาติ บางครั้งอาจเติมน้ำตาลหรือยีสต์ สามารถแบ่งตามสีของไวน์ได้เป็น 3 ชนิด คือ ไวน์ขาว (สีเหลืองถึงสีทอง), ไวน์แดง (สีแดงเข้มถึงม่วง) และไวน์ชมพู (สีชมพูอ่อน) มีรสชาติหลากหลายตั้งแต่หวานมากจนถึงไม่หวาน ปริมาณแอลกอฮอล์ในไวน์โต๊ะมีตั้งแต่ร้อยละ 7 ถึงร้อยละ 15 ตัวอย่างไวน์โต๊ะที่ผลิตในประเทศไทยที่ได้รับความนิยมได้แก่ ไวน์ชาโต เดอ เลย (Chateau De Loei) นับได้ว่าเป็นไวน์แบรนด์ไทยเจ้าแรกที่ส่งออกไปขายในยุโรป และญี่ปุ่น ก่อตั้งโดยนายแพทย์ชัยยุทธ กรวรรณสุต ผลิตไวน์จำหน่ายครั้งแรกในปี 1995

2) ไวน์แรง (Fortified Wines, Dessert Wines หรือ Aperitif Wines) เป็นเหล้าอุ่นปริมาณ แอลกอฮอล์ร้อยละ 16 ถึงร้อยละ 23 โดยมีการเติมแอลกอฮอล์เพิ่มเข้าไปในระหว่างการผลิต ไวน์ชนิดนี้ นิยมดื่มก่อนหรือหลังรับประทานอาหาร

3) ไวน์อัดลม (Sparkling Wines) ที่รู้จักกันมากที่สุดคือ แชมเปญ ซึ่งตั้งชื่อตามแคว้นของฝรั่งเศสที่เป็นแหล่งกำเนิดของแชมเปญในศตวรรษที่ 18 ไวน์อัดลมมักเป็นเหล้าอุ่นขาวแต่ก็มีเหล้าอุ่นแดง หรือชมพูด้วย มีปริมาณแอลกอฮอล์ใกล้เคียงกับไวน์โต๊ะ ความซ่าเกิดจากคาร์บอนไดออกไซด์

ไวน์คูลเลอร์ (Wine Cooler) เป็นเหล้าอุ่นชนิดใหม่ผลิตในแคลิฟอร์เนียในช่วงต้นทศวรรษ 1970 เป็นเหล้าอุ่นขาวผสมกับน้ำผลไม้ที่มีรสเปรี้ยว และอัดคาร์บอนไดออกไซด์เล็กน้อย มีปริมาณแอลกอฮอล์ต่ำคือประมาณร้อยละ 6

4) ไวน์ปรุงแต่ง (Flavored Wines) มีหลายชนิด บางชนิดผสมโดยผู้บริโภคนและบางชนิดผสมโดยผู้ผลิต เช่น เวอร์มูท (Vermouth) เป็นไวน์มีสีแดงที่เติมสมุนไพรทำจากรากไม้และเครื่องเทศ มีกลิ่นและรสชาติ แตกต่างกันไป รสชาติของเวอร์มูทคล้ายกับยาบำรุงเลือดของไทย

4. เอทานอลและการวิเคราะห์ปริมาณเอทานอล

เนื่องจากปริมาณเอทานอลทั้งในตัวอยางไวน์ถูกควบคุมให้เป็นไปตามประกาศของกระทรวงอุตสาหกรรมและกระทรวงพาณิชย์ หากปริมาณไม่เป็นไปตามที่กำหนดจะถือว่าผู้ผลิตละเมิดกฎหมาย ดังนั้นวิธีที่จะใช้วิเคราะห์หาระดับความเข้มข้นของเอทานอลในตัวอยางนี้จะต้องมีความถูกต้อง น่าเชื่อถือ และมีความจำเพาะเจาะจงสูง เพื่อรับรองได้ว่าวิธีวิเคราะห์นั้นให้ผลที่มีความแม่นยำ วิธีที่แม่นยำและจำเพาะเจาะจงที่นิยมใช้ คือ แก๊สโครมาโทกราฟีซึ่งเป็นวิธีมาตรฐานของ Association of Analytical Communities (AOAC) มีข้อดี คือ ให้ผลแม่นยำ มีความน่าเชื่อถือสูง แต่ข้อเสียที่สำคัญ คือ ใช้เวลาในการวิเคราะห์นานกว่าจะรู้ผล (AOAC, 1990: 133)

การหาปริมาณเอทานอลในสุราโดยวิธีแก๊สโครมาโทกราฟี

เทคนิคโครมาโทกราฟีเป็นเทคนิคที่ใช้สำหรับแยกสารผสมที่สามารถเปลี่ยนให้เป็นแก๊สได้ทีละอนุภาคหนึ่ง โดยเมื่อสารถูกเปลี่ยนให้อยู่ในเฟสของแก๊สแล้วก็จะผ่านเข้าไปยังคอลัมน์ที่บรรจุด้วยเฟสคงที่โดยอาศัยการพาไปของเฟสเคลื่อนที่หรือแก๊สตัวพา สารผสมเหล่านี้จะเกิดการแยกเกิดขึ้น ดังนั้นในการวิเคราะห์สารในกลุ่มต่างๆ สิ่งที่สำคัญคือการเลือกเฟสคงที่ที่เหมาะสมกับสารที่ต้องการจะแยก

เนื่องจากเทคนิคทางโครมาโทกราฟีอาศัยหลัก “like dissolves like” ดังนั้นเฟสคงที่ ที่เลือกใช้ควรมีโครงสร้างทางเคมีคล้ายกับสารที่ต้องการจะแยก

การวิเคราะห์เชิงปริมาณ ทำได้โดยนำสารละลายตัวอย่าง ฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ให้เกิดการแยกของสาร ก่อนการตรวจวัดที่ตัวตรวจวัด ผลที่ได้จะเรียกว่าโครมาโทแกรม เป็นกราฟที่พล็อตระหว่างค่าสัญญาณ (โดยทั่วไปใช้เป็นค่าการดูดกลืนแสง) กับเวลา ตำแหน่งที่มีสารออกคอลลัมน์เข้าสู่ตัวตรวจวัดจะเห็นสัญญาณเป็นพีค เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีมักจะมีโปรแกรมในการหาพื้นที่ใต้พีคในโครมาโทแกรม ผู้ทำการทดลองสามารถนำพื้นที่ใต้พีคของสารละลายมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นไปสร้างกราฟมาตรฐาน ระหว่างพื้นที่ใต้พีคของสารละลายมาตรฐานและความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานคำนวณหาร้อยละของแอลกอฮอล์ในสุราตัวอย่าง โดยนำพื้นที่ใต้พีคของโครมาโทแกรมของสารละลายตัวอย่างไปหาความเข้มข้นจากสมการเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน

ปี ค.ศ. 1998 Fan และคณะ ได้ศึกษาถึงผลของความเข้มข้นแอลกอฮอล์ชนิดต่างๆ คือ methanol, ethanol, iso-propanol และ tert-butanol ที่มีต่อค่าคงที่การแตกตัวของ methyl orange ทำการศึกษาที่อุณหภูมิ 25 °C และสารละลายที่มีค่า ionic strength เท่ากับ 0.1 mol/L ด้วยวิธีทางสเปกโทรสโกปี พบว่า สารละลายที่มีความเข้มข้นแอลกอฮอล์ต่างกัน ส่งผลต่อสเปกตรัมการดูดกลืนแสง และค่าคงที่การแตกตัวของ methyl orange ค่า pK_a จะลดลงเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของแอลกอฮอล์ โดยเรียงลำดับชนิดของแอลกอฮอล์ที่มีผลความแตกต่างจากมากไปน้อย เป็นดังนี้ tert-butanol > iso-propanol > ethanol > methanol > water

ปี ค.ศ. 2005 Boily และคณะ ได้เสนอการอธิบายเพิ่มเติมถึงสาเหตุของค่าคงที่การแตกตัวของ methyl orange ที่เปลี่ยนแปลงไปตามความเข้มข้นของแอลกอฮอล์ โดยอาศัยการเกิด intramolecular dihydrogen bonding ซึ่ง methyl orange จะแตกตัวในสารละลายแอลกอฮอล์ซึ่งมีน้ำเป็นตัวทำละลาย การแตกตัวของเมทิลออเรนจ์สามารถเกิดขึ้นได้ในสารละลายแอลกอฮอล์ความเข้มข้น 0 – 70% โดยน้ำหนัก ซึ่งค่าคงที่การแตกตัวจะแสดงอยู่ในรูปของ pK_a

ปี ค.ศ. 2000 A.M. Salgado และคณะ (Salgado; et al. 2000: 327–330) เสนอระบบโพลีอินเจคชันที่วิเคราะห์ปริมาณแอลกอฮอล์โดยวิธีการวัดสีของสารละลายในกระบวนการหมัก (alcohol oxidase AOD และ peroxidase) ผลการทดลองพบว่าได้ช่วงความเป็นเส้นตรงที่ความเข้มข้นของเอ

ทานอล 0.05 ถึง 5.2 กรัมต่อลิตร สามารถทำการวิเคราะห์ตัวอย่างได้ 15 ตัวอย่างต่อ 1 ชั่วโมงและพบว่าผลการวิเคราะห์ที่ได้ของระบบที่เสนอ มีค่าใกล้เคียงกันกับวิธีแก๊สโครมาโทกราฟี

ปี ค.ศ. 2003 J. Gonzalez-Rodriguez และคณะ (Gonzalez-Rodriguez; et al.2003: 691-696) ทำการวิเคราะห์หาปริมาณแอลกอฮอล์ในเครื่องดื่มชนิดต่างๆโดยใช้วิธีวัดค่าความหนาแน่น (density) ของสารละลายแอลกอฮอล์ หลังจากทำการแยกแอลกอฮอล์ออกจากตัวอย่างโดยใช้เทคนิคเพอร์เวพอร์ชันโฟลอินเจกชัน ในการวิเคราะห์จะใช้สารละลายน้ำเป็นตัวรับ ค่าความหนาแน่น (density) ของสารละลายแอลกอฮอล์สามารถวัดโดยใช้เทคนิค oscillating U-tube ซึ่งมีความถูกต้องและแม่นยำสูง ช่วงความเป็นเส้นตรงระหว่าง 0 และ 40 เปอร์เซ็นต์ ปริมาณต่ำสุดที่ตรวจพบ 0.11 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ความเร็วในการวิเคราะห์อยู่ที่ 15 ตัวอย่างต่อชั่วโมง

ปี ค.ศ. 2003 P. J. Fletcher และคณะ (Fletcher; et al.2003: 123–128) ใช้สารละลายโพแทสเซียมไดโครเมตในกรดซัลฟิวริกในการวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลในเครื่องดื่ม ด้วยระบบที่อาศัยการไหลที่เรียกว่าซีควอนเชียลอินเจกชันอะนาลิซิส หรือ SIA ติดตามการปริมาณ Cr(III) ที่เกิดขึ้นที่ความยาวคลื่น 590 นาโนเมตรพบว่าปริมาณแอลกอฮอล์ต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์ได้เท่ากับ 0.09 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรความเร็วในการวิเคราะห์อยู่ที่ 19 ตัวอย่างต่อ 1 ชั่วโมง

ปี ค.ศ. 2006 N. Choengchan และคณะ (Choengchan; et al. 2006: 33–37) ได้ออกแบบตัวแก๊สดีฟฟิวชันยูนิต (Gas Diffusion Unit ,GD) แบบใหม่ที่ไม่ใช้เยื่อเลือกผ่าน แล้วเรียกชื่ออุปกรณ์ที่ออกแบบขึ้นใหม่นี้ membraneless gas diffusion (MGD) เพื่อทำการวิเคราะห์ปริมาณแอลกอฮอล์ในเครื่องดื่ม โดยใช้สารละลายโพแทสเซียมไดโครเมตในกรดซัลฟิวริกร่วมกับระบบ ในโฟลอินเจกชันอะนาลิซิส เพื่อการวิเคราะห์ที่มีถูกต้องในราคาที่เหมาะสมพบว่าการตรวจวัดสัญญาณแอลกอฮอล์ต่ำสุดที่ความเข้มข้น 0.27 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร

ปี ค.ศ. 2013 Nuanlaor Ratanawimarnwong และคณะ (Ratanawimarnwong; et al.2013: 61-67) ได้ออกแบบ membraneless vaporization (MBL-VP) unit ในการวิเคราะห์เอทานอลในตัวอย่างยาและไวน์ โดยใช้การออกซิเดชันของปฏิกิริยาโพแทสเซียมไดโครเมต พบว่า ให้ผลวิเคราะห์ที่รวดเร็ว ใช้ปริมาตรสารตัวอย่างและรีเอเจนต์ที่น้อย สามารถวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลได้ 5 ถึง 50 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร โดยมีเปอร์เซ็นต์ recovery อยู่ในช่วง 96 - 109

5. ซัลเฟอร์ไดออกไซด์และการวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์

ซัลเฟอร์ไดออกไซด์เป็นก๊าซไม่มีสี ไร้กลิ่น ไร้รส เป็นสารที่ปลอดภัย ที่สามารถใช้ในอุตสาหกรรมอาหารได้ ใช้เป็นสารต้านอนุมูลอิสระ เพื่อป้องกันการเหม็นหืนจากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ยับยั้งปฏิกิริยาในอาหารประเภทไขมันและสีน้ำตาลในผักและผลไม้ ที่สำคัญยังใช้เป็นสารกันบูด เพื่อป้องกันการเจริญเติบโตของจุลินทรีย์ในไวน์ ซึ่งในขั้นตอนการผลิต จะทำการฉีดพ่นองุ่นด้วยซัลเฟอร์ไดออกไซด์เพื่อฆ่าจุลินทรีย์ที่เหลืออยู่บนผลองุ่น เพราะเชื้อเหล่านี้ จะมีผลต่อรสชาติของไวน์ที่ผลิตได้และจะทำการเติมสารเคมีประเภทซัลไฟต์ เช่น Potassium meta bisulfite (KMS) หรือ sodium meta bisulfite (NaMS) เมื่อ KMS หรือ NaMS อีกครั้ง เมื่อต้องการให้ขบวนการหมักยุติโดยสารเหล่านี้เมื่อจะให้ยับยั้งฤทธิ์ยีสที่เหลือจากการหมักได้

การวิเคราะห์ปริมาณซัลไฟต์

การหาปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์โดยวิธี Aeration – Oxidation

ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่อยู่ในรูปอิสระ และที่รวมกับสารประกอบอื่นจะถูกทำให้อยู่ในสภาวะเป็นกรด จากนั้นนำมากลั่นเพื่อแยกแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ออกมาจากสารตัวอย่างโดยใช้แก๊สไนโตรเจนเป็นตัวพา แก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่ได้จะถูกออกซิไดซ์ด้วยสารไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ได้เป็นกรดซัลฟิวริกตามสมการที่ 1.2

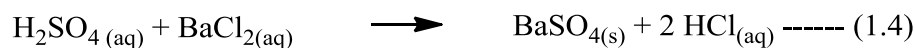


วิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์จากปริมาณของกรดซัลฟิวริกที่เกิดขึ้นดังนี้

การไทเทรตหาปริมาณกรดซัลฟิวริกด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนโดยใช้ pH – indicator ผสมระหว่าง เมทิลีนบลู (methylene blue) และเมทิลเรด (methyl red) บอกจุดยุติของปฏิกิริยา



เทคนิคการวัดความขุ่น โดยให้กรดซัลฟิวริกทำปฏิกิริยากับแบเรียมคลอไรด์เกิดเป็นตะกอนแบเรียมซัลเฟต ซึ่งสามารถนำไปวัดความขุ่นที่เกิดขึ้นด้วยเครื่อง spectrophotometer ความเข้มข้นของซัลเฟอร์ไดออกไซด์คำนวณได้จากกราฟมาตรฐาน



ไอโอดิเมทรี (Iodimetry) การวิเคราะห์หาปริมาณซัลไฟต์โดยวิธีไอโอดิเมทรี หรือเรียกว่าการไทเทรตวิธีริปเปอร์ (Ripper titration method) เป็นการไทเทรตแบบตรง โดยให้สารละลายมาตรฐานไอโอดีนทำปฏิกิริยากับซัลไฟต์ไอออนโดยตรง ใช้น้ำแบ่งเป็นอินดิเคเตอร์ ดังแสดงในสมการ ที่ 1.5



วิธีการปรับปรุงวิธีของริปเปอร์ โดยการไทเทรตแบบย้อนกลับ ทำได้โดยใส่สารละลายมาตรฐานไอโอดีนที่ทราบปริมาณแน่นอนให้มากเกินพอ แล้วไทเทรตหาปริมาณไอโอดีนที่เหลืออยู่หลังจากทำปฏิกิริยากับสารตัวอย่าง อย่างไรก็ตามเทคนิคนี้ถูกจำกัดด้วยความเสถียรของไอโอดีน และการดูสีของน้ำแบ่งที่ใช้เป็นอินดิเคเตอร์เพื่อหาจุดยุติทำให้เกิดความคลาดเคลื่อนได้ง่าย

ปี ค.ศ.1997 L.G. Decnop-Weever และ J.C.Kraak (Decnop-Weever; & Kraak 1997: 125-131) ใช้สารละลาย Bromocresol green มาใช้กับระบบ GD-FIA เพื่อทำการวิเคราะห์ปริมาณซัลไฟต์ในไวน์ ใช้ตรวจวัดด้วยเครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ พบว่าระบบมีความไวที่ดี สามารถวิเคราะห์ปริมาณซัลไฟต์ต่ำสุดได้เท่ากับ 0.1 mg/l

ปี ค.ศ. 1998 E. Mataxi และ M.D. Luque de Castro (Mataxi; & Luque de Castro 1998: 1547-1549) ได้นำ PV มาใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณซัลไฟต์ในไวน์ในระบบโฟลอินเจกชัน โดยใช้ปฏิกิริยาการเกิดสีสารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง p-roaniline กับ formaldehyde ตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์พบว่าปริมาณซัลไฟต์ต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์ได้เท่ากับ 1.2 µg/ml

ปี ค.ศ. 1999 M. R. Milani และคณะ (Milani; et al. 1999: 273-281) ใช้สารละลาย Malachite green ซึ่งเป็นสารที่ไวต่อการเปลี่ยนแปลง pH เป็นสารละลายดักจับแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในอากาศในการทดลองประกอบไปด้วยเส้นใยแสง (optical fibers) ที่วางไว้ตรงข้ามกันโดยมีสารละลาย Malachite green หยดลงบนเส้นใยทั้งสองหลังจากที่ให้แสงผ่านไปยังหยดของสารทำการตรวจวัดที่ความยาวคลื่น 625 นาโนเมตร โดยสามารถตรวจวัดการเปลี่ยนแปลงสีได้ดีสัญญาณจะขึ้นอยู่กับอัตราการไหลของตัวอย่างงานวิจัยนี้เป็นเทคนิคที่ง่าย ราคาถูก รวดเร็วและใช้สารเคมีน้อย

ปี ค.ศ. 2000 Terence J. Cardwell และคณะ (Cardwell. 2000: 105-110) เสนอระบบโพลีอินเจกชันที่วิเคราะห์กรดแอสคอร์บิกและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ได้พร้อมๆ กัน ในตัวอย่างไวน์แดง ไวน์ขาว และน้ำผลไม้หลายชนิด ใช้การตรวจวัดแบบแอมโพรอเมตริก และมี GD ทำหน้าที่แยกแก๊สในระบบโพลีอินเจกชัน จากผลการทดลองพบว่าจำเป็นต้องสกัดสารที่ต้องการวิเคราะห์ด้วย solid phase extraction บน quaternary amine (SAX) ก่อน ถึงจะให้ผลการทดลองที่ถูกต้อง ในการวิเคราะห์ ascorbic จะใช้ขั้วใช้งานแบบ glassy carbonelectrode ส่วนการวิเคราะห์ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ จะใช้ขั้วใช้งานเป็น platinum electrode และอิเล็กโทรดอ้างอิงเป็น Ag/AgCl ได้ค่าความเป็นเส้นตรงของกรดแอสคอร์บิกอยู่ในช่วง 3 ถึง 50 mg/l และขีดจำกัดการวิเคราะห์ได้เท่ากับ 1.5 mg/l ความถี่ในการวิเคราะห์ 30 ตัวอย่างต่อชั่วโมง

ปี ค.ศ. 2001 Marcela A. Segundo และ Antonio O.S.S. Rangel (Segundo; & Rangel. 2001: 279-286) เสนอระบบ FIA ร่วมกับ GD กับการวัดด้วยเครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ระบบได้ถูกพัฒนาขึ้น สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์อิสระ และแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ทั้งหมดในไวน์ ตรวจวัดการเกิดสีของผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาของซัลเฟอร์ไดออกไซด์และ p-rosaniline สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์อิสระ ตัวอย่างจะผ่านเข้าไปในระบบได้โดยตรงแต่สำหรับการวิเคราะห์หาแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ทั้งหมดนั้น ตัวอย่างจะต้องผสมกับ NaOH เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเปลี่ยน bound-s ให้อยู่ในรูปซัลไฟต์อิสระก่อนเข้าสู่ระบบวิเคราะห์สามารถวิเคราะห์แก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์อิสระได้ในช่วง 2 ถึง 40 mg/l ปริมาณแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ทั้งหมด 25-250 mg/l ค่าร้อยละของส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานต่ำกว่า 1.2% (n=10) ความถี่ในการวิเคราะห์ได้ 16 ตัวอย่างต่อชั่วโมง

ปี ค.ศ. 2006 Saad S.M. Hassan และคณะ (Hassan; et al. 2006: 232-239) ได้วิเคราะห์ปริมาณซัลไฟต์ในเครื่องดื่มในระบบแบบแท็บเล็ต และระบบ FIA โดยใช้ diaquacobester ใน acetate buffer ที่ pH 3 และเกิดปฏิกิริยากับซัลไฟต์เกิดเป็นสารเชิงซ้อนมีค่าการดูดกลืนแสง ที่ความยาวคลื่นเท่ากับ 349 นาโนเมตร จากผลการทดลองพบว่าช่วงความเป็นเส้นตรงอยู่ระหว่างซัลไฟต์เข้มข้น 0.05 ถึง 25 µg/ml และปริมาณซัลไฟต์ต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์ได้เท่ากับ 0.01 ถึง 0.2 µg/ml

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

วิธีดำเนินการวิจัยแบ่งออกเป็น

1. อุปกรณ์เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

2. วิธีดำเนินการวิจัย ประกอบด้วย

ตอนที่ 2.1 ออกแบบและสร้างอุปกรณ์ GD สำหรับการวิเคราะห์สารระเหยในระบบ FIA

ตอนที่ 2.2 ศึกษาปฏิกิริยาที่ใช้ในการวัดปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่เป็น

มิตรต่อสิ่งแวดล้อม

ตอนที่ 2.3 การวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลโดยใช้ปฏิกิริยาการแตกตัวของเมทิลอลเรนจ์ใน

ระบบ GD-FIA

ตอนที่ 2.4 การวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์โดยใช้ปฏิกิริยารีดอกซ์ระหว่างซัลเฟอร์

ไดออกไซด์กับไอโอดีนในระบบ GD – FIA

ตอนที่ 2.5 ออกแบบระบบ FIA ที่ใช้ร่วมกับ GD ที่สร้างขึ้นเพื่อวิเคราะห์ปริมาณเอทานอล

และซัลเฟอร์ไดออกไซด์ได้พร้อมกัน

1. อุปกรณ์ เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

1.1 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

- เครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ รุ่น UV-1000 จากบริษัท Thermo separation
- เครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์รุ่น V-1200 จากบริษัท MAPADA instruments
- เครื่องแปลงสัญญาณ รุ่น 8808A และซอร์ฟแวร์ จากบริษัท Fluke
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด 4 ตำแหน่ง จากบริษัท Mettler Toledo รุ่น AB104-S
- เครื่องผลิตน้ำปราศจากไอออน (deionized water) รุ่น Labostar จากบริษัท
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด 4 ตำแหน่ง จากบริษัท Mettler Toledo รุ่น AB104-S

- เครื่องวัดพีเอช (pH meter) รุ่น 827 pH Lab จากบริษัท MetrohmAutolab
- เพอริสตาลติกปั๊ม จากบริษัท Ismatec
- วาล์วสำหรับเชื่อมต่อระบบแบบ 6 ทาง จากบริษัท Upchurch scientific
- ท่อพลาสติก ชนิดไทกอน (Tygon) ขนาด 0.95 mm จากบริษัท ISMATEC
- ท่อพลาสติก ชนิดเทฟลอน (Teflon) หรือ PTFE (Polytetrafluoroethylene) ขนาด 1.0 mm จากบริษัท VICI

- fittings, connectors
- cassettes with pressure lever (Ismatec, Switzerland)
- flow cell ขนาด 10 μ L (บริษัท Hellma จากประเทศเยอรมัน)
- Gas diffusion unit ที่สร้างขึ้นเอง
- พลาสติกอะครีลิกอย่างบาง
- แผ่น silicone ตัดแต่ง
- (Polytetrafluoroethylene : PTFE)
- ด้ายยึดแต่ละชิ้นส่วนเข้าด้วยกัน ทำจากแผ่นอลูมิเนียมบานพับประตู

1.2 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

- กรดกลacial acetic acid (Glacial acetic acid , AR grade) จากบริษัท Quality Reagent Chemical
- โซเดียมอะซิเตต (Sodium Acetate, AR grade) จากบริษัท CARLO ERBA
- เมทิลออเรนจ์ (Methyl orange, AR grade) จากบริษัท Merck, Germany
- เอทานอล (Ethanol, AR grade) จากบริษัท RCI Labscan
- โพแทสเซียมไอโอเดต (Potassium iodate, AR grade) จากบริษัท Ajexfinechem
- โพแทสเซียม ไอโอไดด์ (Potassium iodide, AR grade) จากบริษัท Ajexfinechem
- โซเดียมซัลไฟต์ (Sodium sulphite, AR grade) จากบริษัท Ajexfinechem
- กรดซัลฟิวริก (Sulfuric Acid, AR grade) จากบริษัท QRèC

1.3 ผลิตรหัสตัวอย่างที่ใช้วิเคราะห์

ตัวอย่างที่ใช้ในงานวิจัยนี้ได้แก่ตัวอย่างเหล้า ไวน์ขาว ไวน์แดงและไวน์กระชายดำ ที่วางจำหน่ายทั่วไปตามห้างสรรพสินค้าและที่วางจำหน่ายเองในชุมชนที่มีการผลิตไวน์

1.4 วิธีการเตรียมสารเคมี

การวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลโดยใช้สารละลายเมทิลออเรนจ์เป็นรีเอเจนต์จะใช้ระบบ GD-FIA

1. สารละลายเมทิลออเรนจ์ ความเข้มข้น 0.1% (w/v)

ชั่งเมทิลออเรนจ์หนัก 0.1 g ละลายด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออนปรับปริมาตรจนถึงขีดบอกปริมาตรในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL

2. สารละลายอะซิเตตบัฟเฟอร์ เข้มข้น 0.2 M pH 3.4

ตวงกรดอะซิติกปริมาตร 1.15 mL ผสมกับโซเดียมอะซิเตตหนัก 2.72 g ในบีกเกอร์ 250 mL เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออน 200 mL จากนั้นปรับ pH ของสารละลายให้เป็น 3.4 ด้วย 1 M NaOH หรือ 1M HCl

3. สารละลายเมทิลออเรนจ์เข้มข้น 0.008%

ปิเปตสารละลายบัฟเฟอร์อะซิติก/ อะซิเตต 15 mL ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL ตามด้วยสารละลายเมทิลออเรนจ์ปริมาตร 8 mL ปรับปริมาตรในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL ด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออน

4. สารละลายเมทิลออเรนจ์เข้มข้น 0.002% โดยปิเปตสารละลาย 0.008% เมทิลออเรนจ์มา 25 mL ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL

5. เตรียมสารละลายมาตรฐานเอทานอล

ในการเตรียมสารละลายเอทานอลเข้มข้น 5, 10, 20, 30 และ 40 % v/v ทำได้โดยตวงเอทานอล (99%) ปริมาตร 5, 10, 20, 30 และ 40 mL ใส่ในขวดมีฝาปิดผสมกับน้ำกลั่นปราศจากไอออน ปริมาตร 95, 90, 80, 70 และ 60 mL ตามลำดับ

6. สารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์เข้มข้น 0.006 M

ชั่งโพแทสเซียมไอโอไดด์หนัก 0.249 g ละลายปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 mL

7. สารละลายโพแทสเซียมไอโอเดตเข้มข้น 0.001 M ในกรดซัลฟิวริก 0.5 M

ชั่งโพแทสเซียมไอโอเดต 0.0214 g ละลายปรับปริมาตรด้วยกรดซัลฟิวริก 0.5 M ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL

8. สารละลายโพแทสเซียมไอโอเดตเข้มข้น 1.5×10^{-4} M ในกรดซัลฟิวริก 0.5 M

ปิเปต 15 ml โพแทสเซียมไอโอเดตเข้มข้น 0.001 M ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 mL ปรับปริมาตรด้วยกรดซัลฟิวริก 0.5 M

9. กรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 2 M และ 0.5 M

ปิเปตกรดซัลฟิวริก 28 และ 7 mL ลงในขวดปริมาตรขนาด 250 mL ตามลำดับ ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตรจะได้กรดซัลฟิวริกเข้มข้น 2 M และ 0.5 M ตามลำดับ

10. สารละลายมาตรฐานไซเตียมซัลไฟต์ความเข้มข้น 1000 ppm ใน 1% EDTA

ชั่งไซเตียมซัลไฟต์ 0.1575 g ผสมกับ EDTA 1 g ละลายและปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL

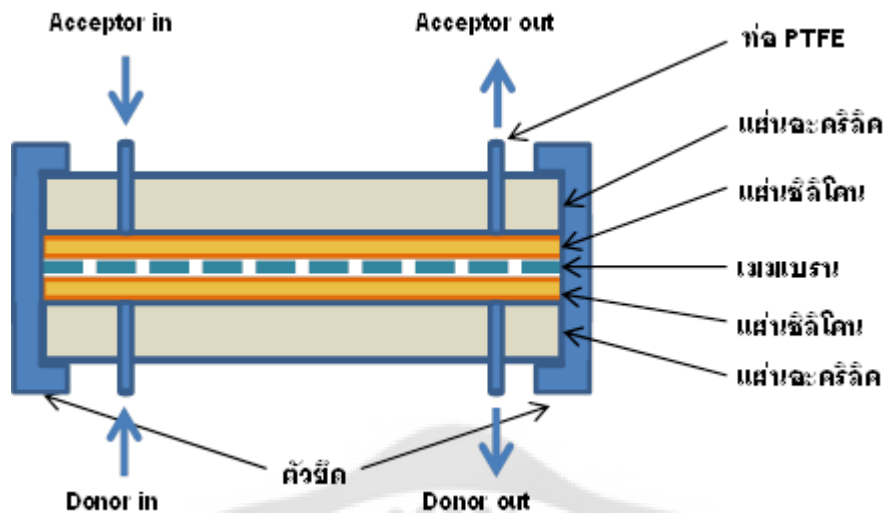
11. สารละลายมาตรฐานโซเดียมซัลไฟต์ความเข้มข้น 10 ถึง 250 มิลลิกรัมต่อลิตร
ในเอทานอล 10 %(v/v)

12. เตรียมโซเดียมซัลไฟต์ความเข้มข้น 10, 30, 50, 100, 150, 200, 250 ppm
โดยปิเปตสารละลาย 1000 ppm มา 1, 3, 5, 10, 15, 20, 25 mL เติมเอทานอล 10 mL และปรับ
ปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL

2. วิธีดำเนินการวิจัย

2.1 ออกแบบและสร้างอุปกรณ์ GD สำหรับการวิเคราะห์สารระเหยในระบบ FIA

อุปกรณ์แยกไอระเหยที่พัฒนาขึ้นนี้ต้องการให้เป็นอุปกรณ์ที่สามารถผลิตใช้ได้เองในห้องปฏิบัติการ เพื่อลดราคาค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์ และสามารถปรับเปลี่ยนลักษณะของร่องการไหลของสารละลายได้ง่าย เช่นสามารถเพิ่มจำนวนร่องการไหลของสารละลายได้ เพื่อให้ใช้กับงานวิเคราะห์สารระเหยมากกว่าหนึ่งชนิดขึ้นไป ด้วยอุปกรณ์แยกไอระเหยเพียงชุดเดียว ภาพประกอบ 8 แสดงรูปแบบตัวอย่างอุปกรณ์แยกสารระเหยแบบใช้วิเคราะห์ตัวอย่างพร้อมกันสองชนิดตัวอย่างประกอบด้วยช่องของสารละลายตัวอย่าง (donor stream) 1 ช่องและช่องสำหรับสารละลายตัวรับ (acceptor stream) 2 ช่องที่แยกจากกันโดยอิสระ สารละลายตัวรับและตัวให้นี้จะอยู่คนละด้านของเยื่อเลือกผ่านชนิดไม่มีขั้ว และจะไม่สัมผัสกันโดยตรง เยื่อเลือกผ่านนี้จะให้เฉพาะสารในสถานะแก๊สเท่านั้น ที่แพร่ผ่านได้สามารถใช้กับสารตัวรับที่จำเพาะกับสารระเหยที่ต้องการวัดแต่ละชนิดได้



ภาพประกอบ 8 ตัวอย่างอุปกรณ์ GD ที่สร้างขึ้นสำหรับแบบใช้วีเคราะห์ตัวอย่างพร้อมกันสองชนิด

ขั้นตอนการประดิษฐ์อุปกรณ์แยกไอระเหยที่พัฒนาขึ้น 1 ชุด ประกอบด้วย

- แผ่นซิลิโคนหนา 2 มิลลิเมตร 2 แผ่น สำหรับตัดเป็นช่อง ให้สารละลายตัวรับ (ด้านบน) และสารละลายตัวให้ (ด้านล่าง) ไหลผ่านตามลำดับ
- ชิ้นงานอะคริลิกทรงแปดเหลี่ยมผืนผ้าหนา 1 เซนติเมตร 2 ชิ้น สำหรับเป็นตัวพยุงด้านนอก เมื่อประกบเข้ากับแผ่นซิลิโคนแล้วจะเกิดเป็นร่องปิดให้สารละลายไหล
- เมมเบรนแบบไม่มีขี้ขั้ว (PTFE membrane) 1 แผ่นสำหรับกั้นระหว่างสารละลายตัวให้ และสารละลายตัวรับในการทดลองจะใช้เป็นเทปพันท่อน้ำทั่วไป
- ตัวยึดแต่ละชิ้นส่วนเข้าด้วยกัน ทำจากอลูมิเนียมบานพับประตูจะทำการยึดติดกันด้วยสกรูชนิดซึ่งจะสะดวกต่อการยึดและคลายเพื่อเปลี่ยนเมมเบรน

รูปแบบอุปกรณ์จะมีลักษณะเป็นชิ้นงานอะคริลิกสี่เหลี่ยมผืนผ้า ขนาด (4×12×2.2 cm) สองแผ่น เจาะรูขนาด 1.58 mm สำหรับเสียบท่อพลาสติกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 mm ประกบแผ่นซิลิโคนตัดแต่งและเมมเบรนเทปพันท่อ เรียงลำดับตามภาพประกอบ 8

2.2 ศึกษาปฏิกิริยาที่ใช้ในการวัดปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

ปฏิกิริยาการตรวจวัดเอทานอลที่เลือกใช้ในงานวิจัยนี้คือการเปลี่ยนสีของเมทิลลอรเรนจ์ ณ สภาวะที่อยู่ในสารละลายเอทานอลที่ความเข้มข้นต่างๆ โดยจะนำมาใช้ทดแทนปฏิกิริยาการแบบเดิมที่อาศัยปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารละลายโพแทสเซียมไดโครเมต เพื่อลดการใช้โครเมียม (VI) ซึ่งมีความเป็นพิษสูง

ในเบื้องต้นทำการศึกษาความเป็นไปได้ของการใช้เมทิลลอรเรนจ์จะทำการศึกษาในระบบแบบต์ โดยมีวิธีการทดลองดังนี้

1. ปิเปตสารละลายมาตรฐานเอทานอล 2.0 mL ในช่วงความเข้มข้น 5 ถึง 40 เปอร์เซ็นต์ลงใน cuvette ขนาดทางเดินแสง 1 cm
2. ปิเปตสารละลายเมทิลลอรเรนจ์เข้มข้น 0.002% ปริมาตร 1.0 mL ลงไปใน cuvette จากข้อ 1 ปิดฝาและเขย่าให้เข้ากัน
3. วัดค่าการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่น 200 ถึง 800 นาโนเมตร
4. เลือกความยาวคลื่นที่เหมาะสมมาสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นเอทานอล

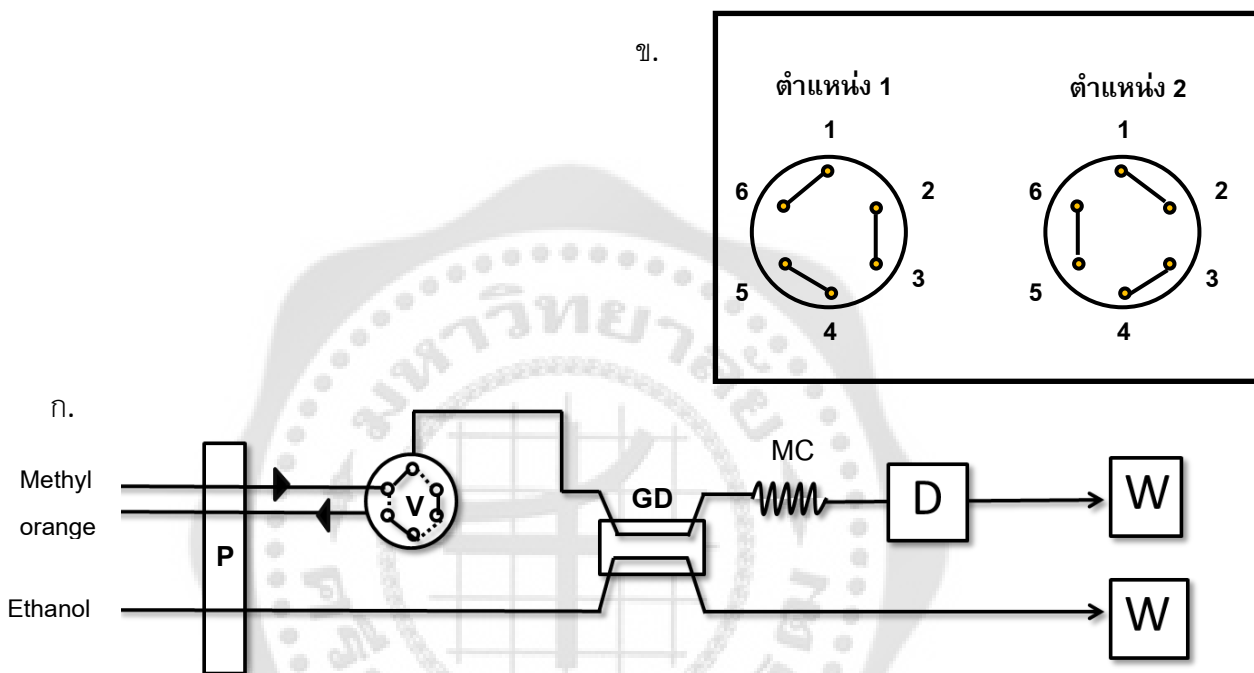
สำหรับปฏิกิริยาการตรวจวัดซัลเฟอร์ไดออกไซด์ จะเลือกใช้คุณสมบัติการเป็นตัวรีดิวซ์ของซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในการทำปฏิกิริยากับไตรไอโอดด์ (I_3) แทนการใช้ Hantz reaction ซึ่งต้องใช้ฟอร์มาลดีไฮด์ และพาราโรซานิลีนที่มีความเป็นพิษเช่นกัน ทำการศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้ปฏิกิริยาดังกล่าวในการวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์ โดยมีวิธีการทดลองดังนี้

1. ปิเปตสารละลายโซเดียมซัลไฟด์ 1.0 mL ในช่วงความเข้มข้น 10 ถึง 100 ppm ลงใน cuvette ขนาดทางเดินแสง 1 cm
2. ปิเปตสารละลายโพแทสเซียมไอโอดด์และกรดซัลฟิวริกอย่างละ 1.0 mL ลงไปใน cuvette ปิดฝาและเขย่าให้เข้ากัน
3. วัดค่าการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่น 200 ถึง 800 นาโนเมตร
4. เลือกความยาวคลื่นที่เหมาะสมมาสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์

2.3 การวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลโดยใช้ปฏิกิริยาการแตกตัวของเมทิลออเรนจ์ใน

ระบบ GD - FIA

ในการทดลองจะใช้ระบบ GD-FIA ดังแสดงในภาพประกอบที่ 10 และมีขั้นตอนการทดลองดังต่อไปนี้



ภาพประกอบ 9 ระบบการวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลโดยใช้สารละลายเมทิลออเรนจ์เป็นรีเอเจนต์

(P: peristaltic pump, V: injection valve, GD: gas diffusion unit, MC: mixing coil, D : detector, W: waste)

ตาราง 3 ขั้นตอนในการวิเคราะห์

ลำดับ	ขั้นตอนในการวิเคราะห์
1	ต่ออุปกรณ์การทดลองระบบโฟลอินเจคชันดังภาพประกอบ 9
2	เปิดเพอร์ริสแตลติกปั๊มให้น้ำไหลผ่านเข้าระบบเพื่อทำความสะอาดระบบทั้งหมดก่อนการทดลอง
3	ดูสัญญาณของน้ำปราศจากไอออนในเครื่องตรวจวัด ปรับค่าการดูดกลืนแสงให้เป็นศูนย์
4	ปั๊มสารละลายเมทิลออเรนจ์เข้าไปในระบบผ่าน injection valve (ตำแหน่ง 1) ไปตามแนวท่อจนถึงเครื่องตรวจวัด

ตาราง 3 (ต่อ)

ลำดับ	ขั้นตอนในการวิเคราะห์
5	สับวาล์วไปตำแหน่งที่ 2 เพื่อให้เมทิลออเรนจ์ในส่วนของ acceptor channel ของ GD หยุดไหล
6	ปั๊มเอทานอลเข้าสู่ระบบ เป็นเวลา 120 วินาทีจากนั้นทำการสับวาล์วไปตำแหน่งที่ 1 เพื่อให้เมทิลออเรนจ์ที่ค้างอยู่ใน GD เคลื่อนที่ไปยังเครื่องตรวจวัด
7	วัดสัญญาณที่เปลี่ยนแปลงด้วยเครื่องตรวจวัดที่มีความยาวคลื่น 530 นาโนเมตรและบันทึกสัญญาณด้วยเครื่องคอมพิวเตอร์

ในการศึกษาสภาวะการทดลองที่เหมาะสมสำหรับวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลจะทำการศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อขนาดสัญญาณซึ่งมาจากการเปลี่ยนแปลงค่าการดูดกลืนแสงของเมทิลออเรนจ์ในเอทานอลเข้มข้น 10% (v/v) และ 30% (v/v) เทียบกับค่าการดูดกลืนแสงของเมทิลออเรนจ์ในสารละลายอะซิเตทบัฟเฟอร์ pH 3.4 (baseline) โดยจะศึกษาถึงปัจจัยต่างๆต่อไปนี้

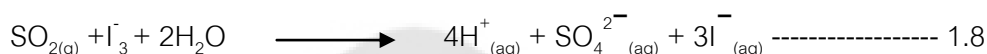
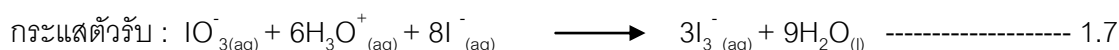
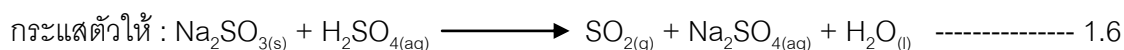
- ความเข้มข้นของสารละลายอะซิเตทบัฟเฟอร์ pH 3.4
- ความเข้มข้นของสารละลายเมทิลออเรนจ์
- อัตราการไหลของสารละลาย
- ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน / ตัวอย่างเอทานอล
- ความยาวคลื่นที่ใช้ตรวจวัดปริมาณเอทานอลโดยอาศัยปฏิกิริยาการแตกตัวของเมทิลออเรนจ์

2.4 การวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์โดยใช้ปฏิกิริยารีดอกซ์ระหว่างซัลเฟอร์ไดออกไซด์กับไอโอดีนในระบบ GD – FIA

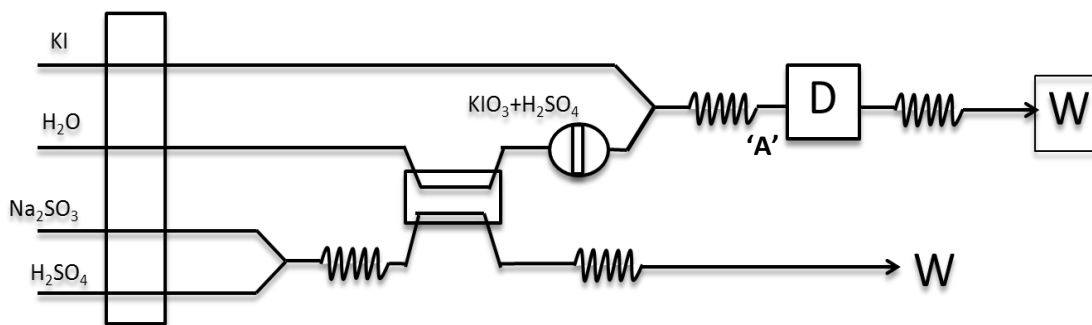
การวิเคราะห์หาปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในไวน์ด้วยระบบ FIA ร่วมกับ GD จะอาศัยหลักการการเปลี่ยนสารประกอบซัลไฟต์ให้อยู่ในรูปของแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์อิสระ โดยการทำปฏิกิริยากับกรด H_2SO_4 ในกระแสของตัวให้ (สมการ 1.6) จากนั้นแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นจะแพร่ผ่านเมมเบรนใน GD เข้าสู่กระแสของสารละลายกระแสตัวรับ เมื่อทำการฉีดท่อนสารละลายโพแทสเซียมไอโอดेटในกรดเข้าไป ท่อนของสารละลายไอโอดेटจะไปผสมกับกระแสของสารละลายไอ

ไอโอดีนที่ป้อนต่อเนื่อง เกิดปฏิกิริยาได้สารไตรไอโอดีน (สมการ 1.7) จากนั้นแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่ละลายอยู่ในกระแสตัวรับจะรีดิวซ์ไตรไอโอดีนได้ไอโอดีนกลับคืนมา (สมการ 1.8) บันทึกราคาการดูดกลืนแสงของไตรไอโอดีน ที่ลดลงที่ความยาวคลื่น 350 นาโนเมตร

สมการเคมีที่เกิดขึ้นในระบบ



ในการทดลองจะใช้ระบบ GD-FIA ดังแสดงในภาพประกอบ 10 และมีขั้นตอนการทดลองดังต่อไปนี้



ภาพประกอบ 10 ระบบ GD-FI สำหรับวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์

ตาราง 4 ขั้นตอนในการวิเคราะห์

ลำดับ	ขั้นตอนในการวิเคราะห์
1	ต่ออุปกรณ์การทดลองระบบโฟลอินเจกชันดังภาพประกอบ 10
2	เปิดเพอร์ริสแตตติกปั๊มให้น้ำไหลผ่านเข้าระบบเพื่อทำความสะอาดระบบทั้งหมดก่อนการทดลอง
3	ดูสัญญาณของน้ำปราศจากไอออนในเครื่องตรวจวัด ปรับสัญญาณให้เป็นศูนย์ด้วยการ auto zero

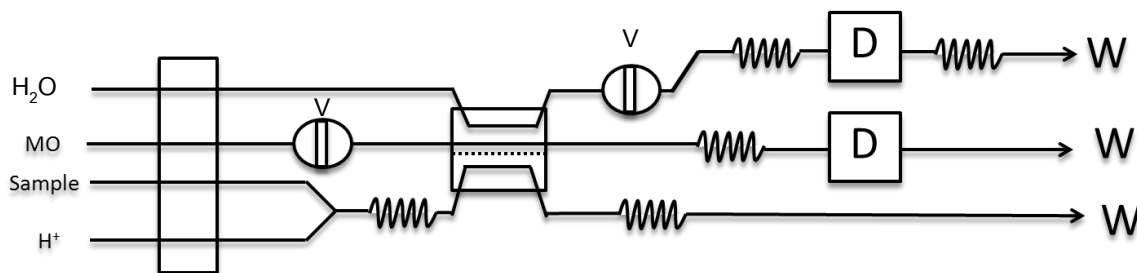
ตาราง 4 (ต่อ)

ลำดับ	ขั้นตอนในการวิเคราะห์
4	ทำการผ่านสารละลายตัวรับ และสารละลายตัวพา(carrier solution) เข้าไปแทนที่น้ำ ซึ่งสารละลายตัวรับที่ทดลองน้ำ และสารละลายตัวพา คือ กรดไฮโดรคลอริกทำปฏิกิริยากับโซเดียมซัลไฟด์
5	ตรวจสอบสัญญาณของเครื่องตรวจวัดให้ได้สัญญาณ baseline เรียบคงที่
6	ปรับตำแหน่งวาล์ว (injection valve) ให้อยู่ตำแหน่ง load แล้วฉีดสารละลายโพแทสเซียมไอโอเดต เข้าไปใน injection loop
7	หมุนวาล์วไปที่ตำแหน่ง injection เพื่อให้สารละลายโพแทสเซียมไอโอเดต หรือสารละลายตัวอย่างผ่านเข้าไปในสารละลายตัวพาแล้วทำปฏิกิริยากันที่ Mixing coil
8	วัดสัญญาณที่เปลี่ยนแปลงด้วยเครื่องตรวจวัดที่ความยาวคลื่น 350 นาโนเมตรและบันทึกสัญญาณด้วยเครื่องคอมพิวเตอร์

ในการศึกษาสภาวะการทดลองที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ด้วยปฏิกิริยารีดักชันของไอโอดีนนั้น จะทำการศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่ส่งผลต่อขนาดสัญญาณของไอโอดีนที่ความยาวคลื่น 350 นาโนเมตร เมื่อทำการฉีดสารละลายมาตรฐานโซเดียมซัลไฟด์ที่มีความเข้มข้น 30 มิลลิกรัมต่อลิตรและ 50 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยจะศึกษาปัจจัยต่างๆ ดังต่อไปนี้

- ความเข้มข้นของสารละลายโพแทสเซียมไอโอเดต
- ความเข้มข้นของสารละลายโพแทสเซียมไอโอเดต
- ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกในสารละลายโพแทสเซียมไอโอเดต
- ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกในกระแสของสารละลายตัวให้
- ความยาวของท่อ mixing coil

2.5 ออกแบบระบบFIA ที่ใช้ร่วมกับ GD ที่สร้างขึ้นเพื่อวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ได้พร้อมกัน



ภาพประกอบ 11 ระบบ FIA ที่ใช้ร่วมกับ GD เพื่อวัดปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ได้พร้อมกัน (V: injection valve, D: detector)

ตาราง 5 ขั้นตอนในการวิเคราะห์

ลำดับ	ขั้นตอนในการวิเคราะห์
1	ต่ออุปกรณ์การทดลองระบบโฟลอินเจคชันดังภาพประกอบ 11
2	เปิดเพอร์ริสแตตติกปั๊มให้น้ำไหลผ่านเข้าระบบเพื่อทำความสะอาดระบบทั้งหมดก่อนการทดลอง
3	ดูสัญญาณของน้ำปราศจากไอออนในเครื่องตรวจวัด ปรับสัญญาณให้เป็นศูนย์ด้วยการ auto zero
4	ปั๊มสารละลายเมทิลอลเรนจ์และน้ำเข้าไปในระบบผ่าน injection valve ไปตามแนวท่อจนถึงเครื่องตรวจวัด
5	สับวาล์วเพื่อให้เมทิลอลเรนจ์ในส่วนของ acceptor channel ของ GD หยุดไหล
6	ปั๊มเอทานอลเข้าสู่ระบบ เป็นเวลา 120 วินาที
7	ระหว่างรอเวลาของเอทานอลระเหยไปยังตัวรับทำจิตสารละลายโพแทสเซียมไฮโอเดต เข้าไปใน injection loop ของระบบซัลเฟอร์ไดออกไซด์
8	หมุนวาล์วไปตำแหน่ง injection เพื่อให้สารละลายโพแทสเซียมไฮโอเดต หรือสารละลายตัวอย่างผ่านเข้าไปในสารละลายตัวพาแล้วทำปฏิกิริยากันที่ Mixing coil
9	วัดสัญญาณที่เปลี่ยนแปลงด้วยเครื่องตรวจวัดที่ความยาวคลื่น 350 นาโนเมตรและ

ตาราง 5 (ต่อ)

ลำดับ	ขั้นตอนในการวิเคราะห์
	บันทึกสัญญาณด้วยเครื่องคอมพิวเตอร์
10	เมื่อปั๊มเอทานอลเข้าสู่ระบบครบ 120 วินาทีจากนั้นทำการสับวาล์ว เพื่อให้เมทิลอลเรนจ์ที่ค้างอยู่ใน GD เคลื่อนที่ไปยังเครื่องตรวจวัด
11	วัดสัญญาณที่เปลี่ยนแปลงด้วยเครื่องตรวจวัดที่มีความยาวคลื่น 530 นาโนเมตรและบันทึกสัญญาณด้วยเครื่องคอมพิวเตอร์

ในการทดลองนี้จัดระบบ GD - FIA ดังภาพประกอบ 11 ในการศึกษาประสิทธิภาพของวิเคราะห์ โดยจะใช้สภาวะการทดลองที่เหมาะสมที่ได้จากข้อ 2.3 และข้อ 2.4 มาใช้ศึกษาประสิทธิภาพของวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นในด้านต่างๆ ดังนี้

- ช่วงความเป็นเส้นตรง (linearity range)
- ค่าขีดจำกัดต่ำสุดที่ตรวจวัดได้และค่าขีดจำกัดต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์ได้
- ความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์
- ร้อยละของการคืนกลับ
- การวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในไวน์และเปรียบเทียบกับการวิเคราะห์ด้วยวิธีมาตรฐาน

- เปรียบเทียบปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ได้จากการใช้วิธีที่พัฒนาขึ้นโดยใช้วิธีทางสถิติ paired t-test

บทที่ 4

ผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ได้พัฒนาวิธีการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคโพลีอินเจชันอะนาไลซิสร่วมกับแก๊สโครมาโทกราฟี
ยูนิตสำหรับวัดปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในคราวเดียวกันเพื่อตรวจสอบคุณภาพของ
ไวน์ชนิดต่างๆ โดยผู้วิจัยได้แบ่งงานวิจัยออกเป็น 5 ตอน ดังหัวข้อต่อไปนี้

ตอนที่ 1 ออกแบบและสร้างอุปกรณ์ GD สำหรับการวิเคราะห์สารระเหยในระบบ FIA

ตอนที่ 2 ศึกษาปฏิกิริยาที่ใช้ในการวัดปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่ลดความ
เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม

2.1 การวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลโดยใช้ปฏิกิริยาการแตกตัวของเมทิลออเรนจ์ด้วย
ระบบแบตเตอรี่

2.2 การวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์โดยใช้ปฏิกิริยารีดอกซ์ระหว่างซัลเฟอร์ได
ออกไซด์กับไอโอดีนด้วยระบบแบตเตอรี่

ตอนที่ 3 ระบบ GD – FIA ในการวิเคราะห์ปริมาณเอทานอล

3.1 การศึกษาสภาวะการทดลองที่เหมาะสม

3.2 ประสิทธิภาพของวิธีวิเคราะห์ที่ได้พัฒนาขึ้น

3.3 การวิเคราะห์เอทานอลในตัวอย่างเหล้าโดยใช้ปฏิกิริยาการแตกตัวของเมทิลออเรนจ์
และเปรียบเทียบกับวิธีการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

ตอนที่ 4 ระบบ GD – FIA ในการวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์

4.1 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์

4.2 การศึกษาประสิทธิภาพของวิธีวิเคราะห์ที่ได้พัฒนาขึ้น

4.3 การวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในตัวอย่างไวน์และเปรียบเทียบผล
วิเคราะห์กับเทคนิคไทเทรชัน

ตอนที่ 5 ระบบ GD – FIA สำหรับวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ได้ในคราวเดียวกัน

5.1 การศึกษาประสิทธิภาพของวิธีวิเคราะห์ที่ได้พัฒนาขึ้น

5.2 การวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในตัวอย่างไม่

ตอนที่ 1 ออกแบบและสร้างอุปกรณ์ GD



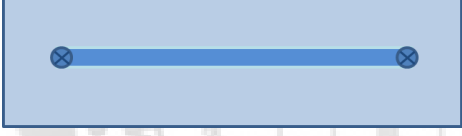
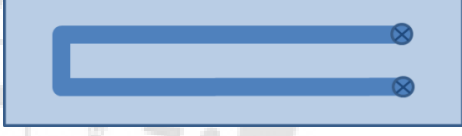
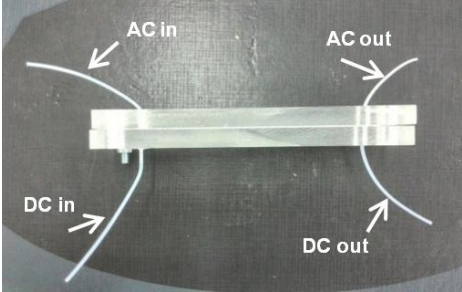
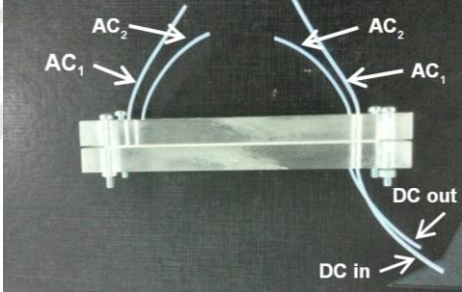
อุปกรณ์ GD ที่สร้างขึ้นจะมี 2 ลักษณะ คือ

1. แบบกระแสดำรับ 1 ช่องทาง สำหรับวิเคราะห์สารชนิดเดียว

2. แบบกระแสดำรับ 2 ช่องทาง สำหรับวิเคราะห์สาร 2 ชนิด

โดยอุปกรณ์ทั้ง 2 แบบจะมีองค์ประกอบหลักเหมือนกัน คือมีแผ่นอะคลิริก 2 แผ่นอยู่ชั้นนอกสุดเมื่อประกบเข้ากับแผ่นซิลิโคนเซาะร่องจะเกิดช่องสำหรับสารละลายที่จะไหลผ่านได้และระหว่างแผ่นซิลิโคน 2 แผ่นจะมีเมมเบรนไม่ชอบน้ำชนิด PTFE คั่นอยู่ (ดังแสดงในภาพประกอบ 9) ความแตกต่างระหว่าง GD ที่สร้างขึ้น 2 แบบนี้มีเพียงลักษณะการเซาะร่องบนซิลิโคนเท่านั้น ดังแสดงในตาราง 6

ตาราง 6 รูปแบบของแผ่นซิลิโคนตัวรับและตัวให้สำหรับอุปกรณ์ GD แบบกระแสตัวรับ 1 และ 2 ช่องทาง

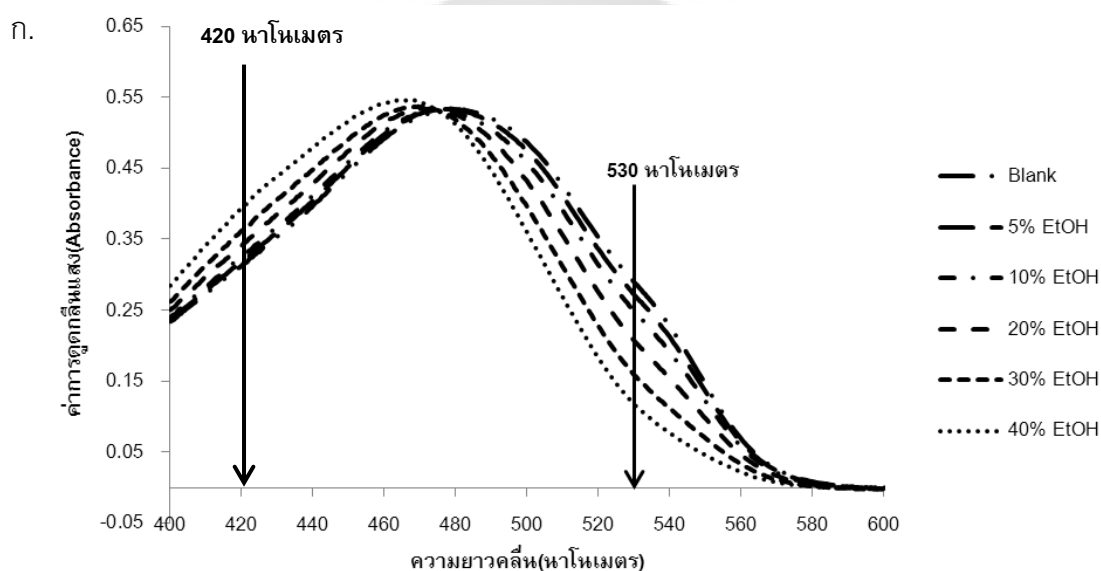
ชนิด	อุปกรณ์ GD แบบกระแสตัวรับ 1 ช่องทาง	อุปกรณ์ GD แบบกระแสตัวรับ 2 ช่องทาง
แผ่นซิลิโคนสำหรับกระแสตัวรับ		
แผ่นซิลิโคนสำหรับกระแสตัวให้		
ภาพถ่ายด้านข้าง		

พบว่าอุปกรณ์ที่สร้างขึ้นสามารถใช้งานได้ง่ายและสะดวก ในราคาที่ย่อมเยากว่าอุปกรณ์ GD ที่มีขายในท้องตลาด ในกรณีที่ต้องการเปลี่ยนเมมเบรนจะทำได้โดยการไขสกรูน็อตที่ยึดไว้กับอะคลิกริก ออก เพื่อแยกชิ้นส่วนต่างๆ การประกอบกลับเข้าไปใหม่ก็ทำได้ด้วยวิธีการเดียวกันซึ่งมีความสะดวกมาก

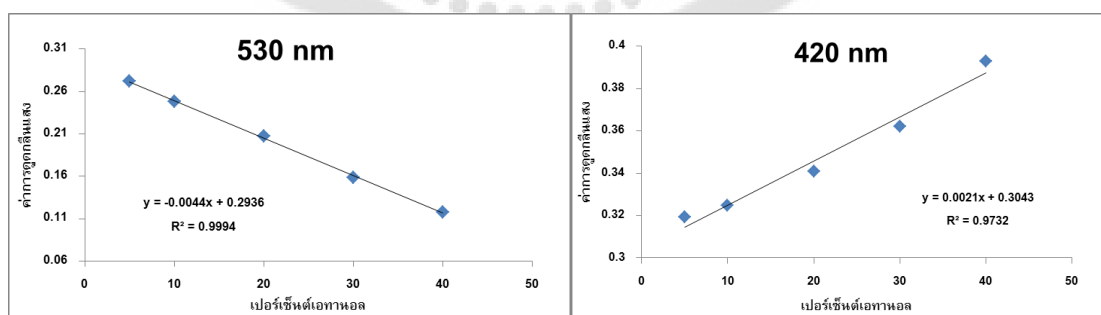
ตอนที่ 2 ศึกษาปฏิกิริยาที่ใช้ในการวัดปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่ลดความเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม

2.1 การวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลโดยใช้ปฏิกิริยาการแตกตัวของเมทิลออเรนจ์ด้วยระบบแบตเตอรี่

ในการศึกษาความเป็นไปได้ของการใช้ปฏิกิริยาการแตกตัวของเมทิลออเรนจ์เพื่อวิเคราะห์ปริมาณเอทานอล ทำการ auto zero ด้วยน้ำกลั่น จะทำการผสมสารละลายมาตรฐานเอทานอลความเข้มข้นต่างๆกับสารละลายเมทิลออเรนจ์ในอะซิเตทบัฟเฟอร์ pH 3.4 โดยตรงใน cuvette ก่อนทำการวัดสเปกตรัมในช่วงความยาวคลื่น 400 ถึง 600 นาโนเมตร ได้ผลดังแสดงในภาพประกอบ 12



ข.



ภาพประกอบ 12 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของปฏิกิริยาเมทิลออเรนจ์ที่มีเอทานอล

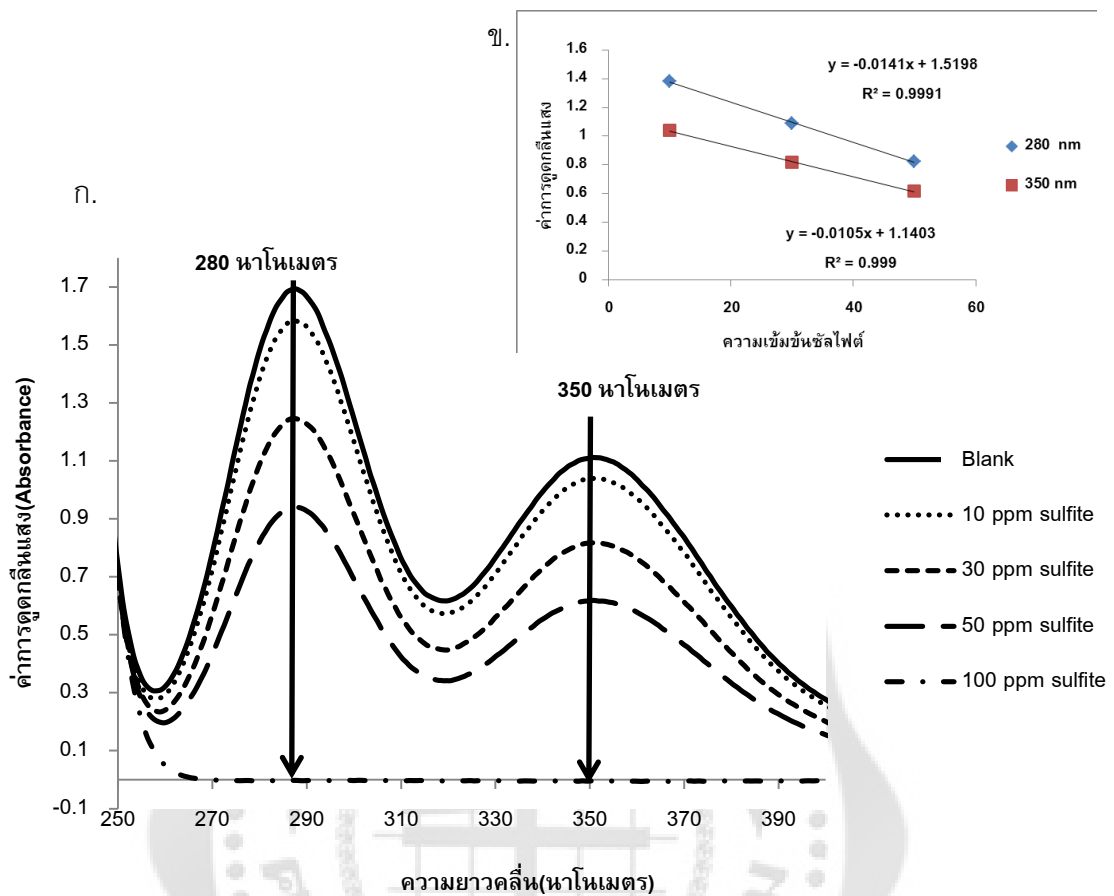
ทำการสร้างกราฟมาตรฐานจากค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 420 และ 530 นาโนเมตร พบว่ามีความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงกับความเข้มข้น แสดงว่าสามารถใช้ค่าการดูดกลืนแสงทั้ง 2 ความ

ยาวคลื่นในการวิเคราะห์ปริมาณเอทานอล ทั้งนี้จากงานวิจัยก่อนหน้านี้พบว่าเมื่อความเข้มข้นเอทานอลเพิ่มขึ้นจะส่งผลให้ค่าคงที่การแตกตัวของเมทิลออเรนจ์ลดลง เมื่อติดตามวัดค่าการดูดกลืนของเมทิลออเรนจ์ในรูปแบบที่ความยาวคลื่น 530 นาโนเมตรจึงมีค่าลดลงด้วยเช่นกัน (ความเข้มข้นเป็นลบ) ในทางตรงกันข้ามถ้าวัดค่าการดูดกลืนแสงของเมทิลออเรนจ์ในรูปแบบที่ความยาวคลื่น 420 นาโนเมตร ค่าการดูดกลืนแสงจะเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของเอทานอลที่เพิ่มขึ้น (ความเข้มข้นเป็นบวก) นั่นเอง

ผู้วิจัยเลือกใช้ความยาวคลื่น 530 นาโนเมตรในการวิเคราะห์เอทานอลในการทดลองต่อไป เนื่องจากมีความเข้มข้นที่สูงกว่าและช่วงความเป็นเส้นตรงที่ดีกว่า 420 นาโนเมตรเพื่อจะได้ระบบวิเคราะห์ที่มีความไวที่ดี

2.2 การวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์โดยใช้ปฏิกิริยารีดอกซ์ระหว่างซัลเฟอร์ไดออกไซด์กับไอโอดีนด้วยระบบแบตเตอรี่

ในการศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้ปฏิกิริยารีดอกซ์ของไอโอดีนในการวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์ทำในระบบแบตเตอรี่ โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่น 250 ถึง 400 นาโนเมตรทำการ auto zero ด้วยน้ำกลั่น พบว่าได้ผลการทดลองดังแสดงในภาพประกอบ 13



ภาพประกอบ 13 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของปฏิกริยารีดอกซ์ระหว่างซัลเฟอร์ไดออกไซด์กับไอโอดีน

เมื่อนำค่าการดูดกลืนที่ความยาวคลื่น 280 ถึง 350 นาโนเมตร มาสร้างกราฟมาตรฐานกับความเข้มข้นซัลเฟอร์ไดออกไซด์ พบว่ากราฟเส้นตรงโดยที่ 280 นาโนเมตรมีค่าการดูดกลืนแสงที่สูงกว่า (ความชันเท่ากัน) แต่เนื่องจากในการทดลองต่อไปจะเป็นการวัดการลดลงของไอโอดีน จึงเลือกใช้การวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ 350 นาโนเมตร เพื่อให้ใช้ความเข้มข้นไอโอดีนที่สูงกว่า ที่ค่าการดูดกลืนแสงที่ไม่สูงจนเกินไป

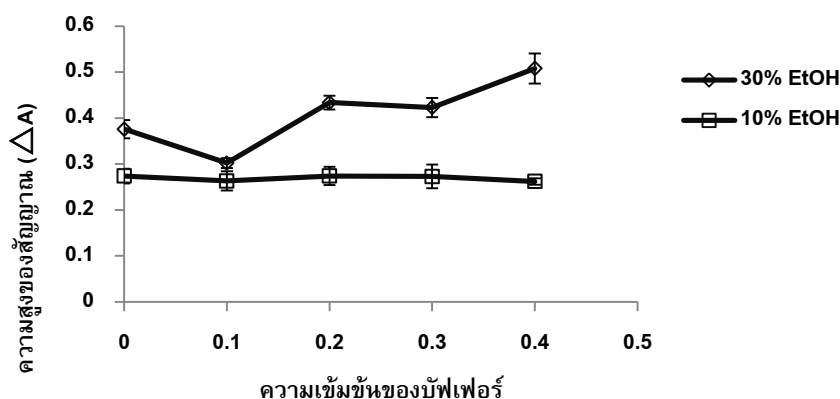
ตอนที่ 3 ระบบ GD – FIA ในการวิเคราะห์ปริมาณเอทานอล

3.1 การศึกษาสภาวะการทดลองที่เหมาะสม

ในการศึกษาสภาวะการทดลองที่เหมาะสมนี้จะใช้ระบบ GD – FIA ดังแสดงในภาพประกอบ 10 (บทที่ 2) โดยจะศึกษาปัจจัยต่างๆที่ส่งผลต่อขนาดของสัญญาณที่ได้

3.1.1 ความเข้มข้นของอะซิเตทบัฟเฟอร์ในปฏิกิริยาเมทิลออเรนจ์

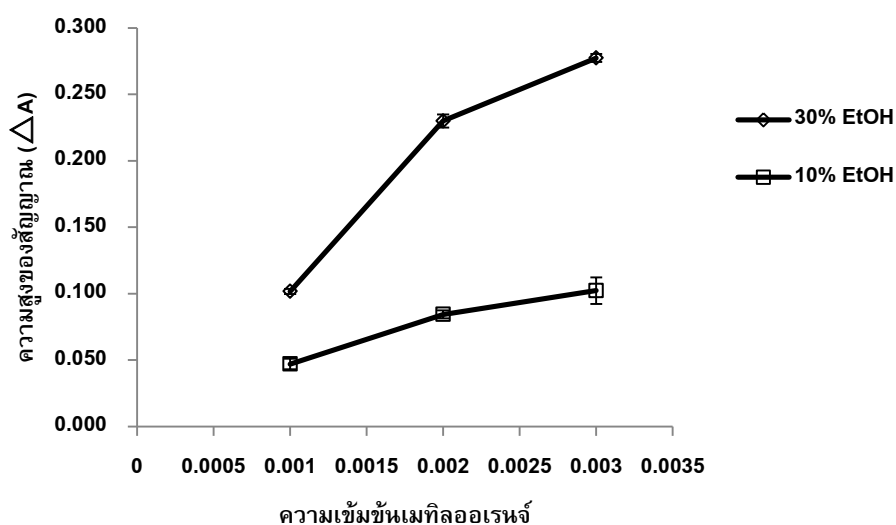
ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายอะซิเตทบัฟเฟอร์ในสารละลายเมทิลออเรนจ์โดยทำการควบคุม pH ที่ 3.4 ทำการศึกษาตั้งแต่ 0 ถึง 0.4 โมลต่อลิตร พบว่าขนาดของสัญญาณมีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยเฉพาะความเข้มข้นเอทานอล 10 เปอร์เซ็นต์ในช่วงความเข้มข้นอะซิเตทบัฟเฟอร์ที่ศึกษา ดังภาพประกอบ 14 ในการวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลเลือกใช้ที่ความเข้มข้น 0.2 โมลต่อลิตรเพื่อควบคุมผลวิเคราะห์ที่ไม่แตกต่างกันในแต่ละวัน



ภาพประกอบ 14 กราฟแสดงค่าผลของความเข้มข้นของบัฟเฟอร์ที่ pH = 3.4

3.1.2 ความเข้มข้นเมทิลออเรนจ์

ในการศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายเมทิลออเรนจ์ที่ใช้เป็นสารละลายตัวรับจะทำการศึกษาในช่วงความเข้มข้น 0.001 M ถึง 0.003 M แล้วบ่มสารละลายเอทานอลเข้มข้น 10% และ 30% เป็นเวลา 2 นาที ได้ผลการทดลองดังภาพประกอบ 15

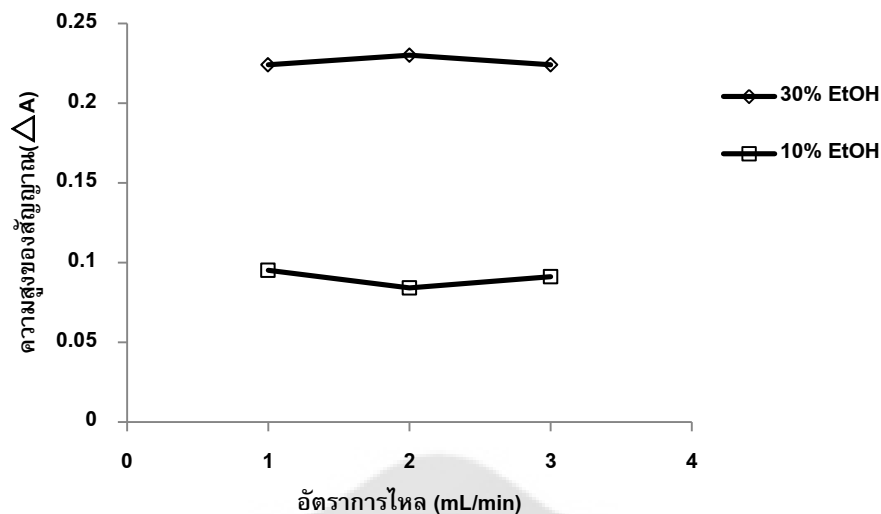


ภาพประกอบ 15 กราฟแสดงค่าผลของความเข้มข้นเมทิลออเรนจ์ที่มีต่อขนาดสัญญาณการดูดกลืนแสง

จากภาพประกอบ 15 แสดงค่าการดูดกลืนของสารละลายเมทิลออเรนจ์พบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายเมทิลออเรนจ์ในช่วง 0.001 ถึง 0.003 %w/v พบว่าขนาดสัญญาณที่ได้สูงขึ้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของเมทิลออเรนจ์ถึง 0.003 %w/v ดังภาพประกอบ 15 เลือกใช้ความเข้มข้นของเมทิลออเรนจ์ที่ความเข้มข้น 0.002 %w/v เนื่องจากที่ความเข้มข้น 0.003 %w/v ให้ค่าการดูดกลืนแสงที่สูงมาก (ประมาณ 1.8 Au) ซึ่งอยู่ในช่วงของความคลาดเคลื่อนในการอ่านค่าสูง อีกทั้งเป็นการประหยัดปริมาณเมทิลออเรนจ์ที่ใช้

3.1.3 อัตราการไหลของสารละลาย

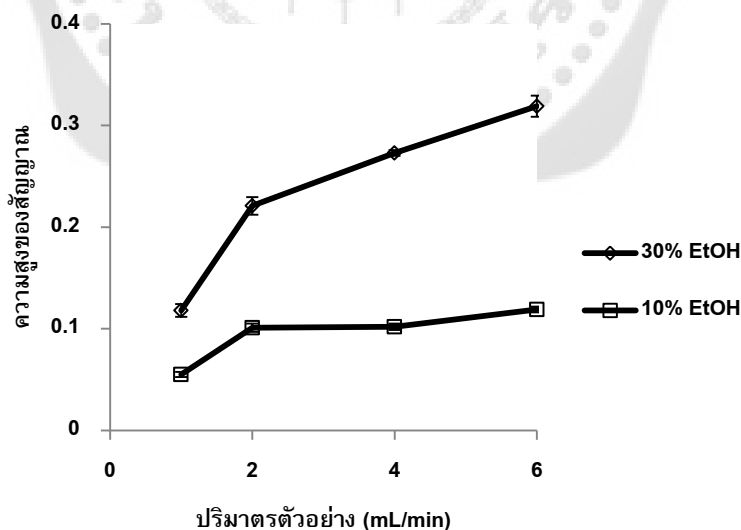
อัตราการไหลของสารในระบบ GD – FIA แบ่งได้เป็นสองส่วนคือ (1) อัตราการไหลของสารละลายตัวให้ (สารละลายมาตรฐานเอทานอล/ตัวอย่าง) และ (2) อัตราการไหลของสารละลายตัวรับ (สารละลายเมทิลออเรนจ์) ในการศึกษาครั้งนี้จะทำการศึกษ้อัตราการไหลของสารละลายตัวให้ในขณะที่ยุคสารละลายตัวรับไว้ด้วยเวลาคงที่ 2 นาที จากผลการทดลองในภาพประกอบ 16 พบว่าขนาดสัญญาณไม่เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอัตราการไหลที่ทำการศึกษา แต่ที่อัตราการไหล 1 มิลลิลิตรต่อนาที จะใช้เวลาในการวิเคราะห์ที่นานกว่า ส่วนที่อัตราการไหล 3 มิลลิลิตรต่อนาทีพบว่ามักเกิด back pressure ทำให้สายต่อท่อหลุดได้ง่าย จึงเลือกใช้อัตราการไหลที่ 2 มิลลิลิตรต่อนาที



ภาพประกอบ 16 กราฟแสดงค่าผลของอัตราการไหลของสารละลายในระบบ GD - FIA

3.1.4 ปริมาตรสารละลายตัวอย่าง

ทำการศึกษาปริมาณของสารตัวอย่างที่ใช้ ทำได้โดยวิธี time-based injection คือจะทำการป้อนสารละลายตัวอย่างต่อเนื่องที่อัตราการไหลคงที่เท่ากับ 2 mL/min ในระยะเวลาต่างๆ ที่กำหนดโดยหยุดสารละลายเมทิลอลเรนท์ด้านบนไว้กับที่



ภาพประกอบ 17 กราฟแสดงค่าผลของปริมาตรสารละลายเอทานอลที่มีผลต่อขนาดสัญญาณที่

ความเข้มข้นของเอทานอล 10 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร

จากการศึกษาที่ปริมาตรตัวอย่างเท่ากับ 1 ถึง 6 มิลลิลิตร พบว่า เมื่อปริมาตรสารตัวอย่างมากขึ้นจะทำให้สัญญาณสูงขึ้น ดังภาพประกอบ 18 ผู้วิจัยเลือกใช้ปริมาตรตัวอย่างเท่ากับ 4 mL (เวลา 120 วินาที) โดยใช้อัตราการไหลที่ 2 mL/min เนื่องจากใช้เวลาไม่นานจนเกินไปที่ความเร็วในการวิเคราะห์ของระบบเท่ากับ 20 ตัวอย่างต่อชั่วโมงและให้ความไวของสัญญาณในช่วงที่ยอมรับได้

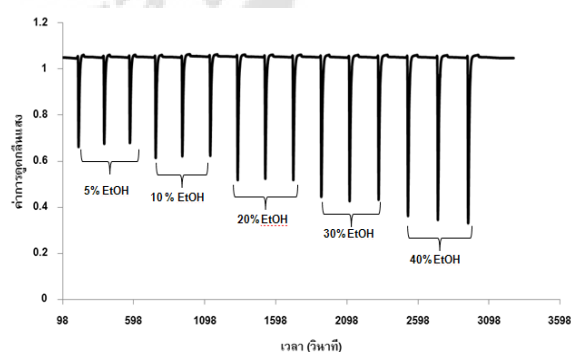
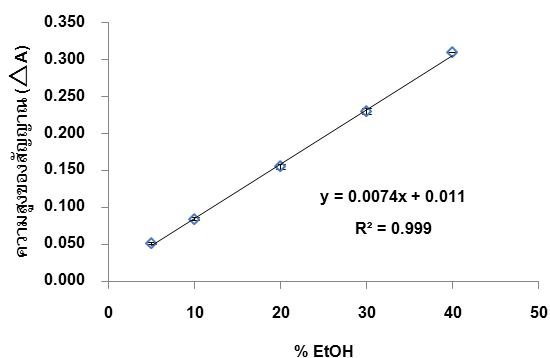
3.2 ประสิทธิภาพของระบบ GD- FIA สำหรับวิเคราะห์เอทานอล

3.2.1 ความเป็นเส้นตรง

จากการศึกษาพารามิเตอร์ในหัวข้อ 3.1.1 ถึง 3.1.4 เพื่อให้ได้สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลดังตารางสรุปที่ 7 และสามารถนำไปสร้างกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานเอทานอลดังภาพประกอบ 18

ตาราง 7 พารามิเตอร์ที่เหมาะสมในระบบ GD – FIA สำหรับวิเคราะห์ปริมาณเอทานอล

	สภาวะที่ทดลอง	สภาวะที่เหมาะสม
อะซิเตท บัฟเฟอร์ pH 3.4 (mol L^{-1})	0 – 0.4	0.2
เมทิลออเรนจ์ (%w/v)	0.001 – 0.003	0.002
อัตราการไหล (mL min^{-1})	1 – 3	2
ปริมาตรสารตัวอย่าง (mL)	1 - 6	4



ภาพประกอบ 18 กราฟมาตรฐานและสัญญาณของสารละลายมาตรฐานเอทานอลที่ความเข้มข้นต่างๆ

จากการทดลองที่สภาวะการทดลองที่เหมาะสมพบว่า ช่วงความเป็นเส้นตรงอยู่ในช่วงเข้มข้นของเอทานอลตั้งแต่ 5 ถึง 40 ร้อยละเปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรได้สมการเส้นตรง $\text{Abs}_{530\text{nm}} = 0.007$ [ethanol, %v/v] + 0.011 ให้ค่าความเป็นเส้นตรง (R^2) เท่ากับ 0.999

3.2.2 ความเที่ยงตรงของระบบ

การศึกษาความเที่ยงตรงของระบบที่ใช้ในการวิเคราะห์ เป็นการศึกษาคความคลาดเคลื่อนอันเนื่องมาจากการวิเคราะห์ ขั้นตอนการวิเคราะห์ ขั้นตอนหรือกระบวนการ ตลอดจนเครื่องมือที่ใช้ในการทดลองว่ามีความเที่ยงตรงเพียงใด ในการทดลองนี้ศึกษาความเที่ยงของการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานเอทานอลความเข้มข้น 20 % (v/v) ใช้ภาวะการทดลองที่ศึกษาแล้วดังตาราง 7 ได้ผลการทดลองดังตาราง 8

ตาราง 8 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายเมทิลออเรนจ์ที่ความเข้มข้นของเอทานอล 20% (v/v)

ครั้งที่	ค่าการดูดกลืนแสงของเมทิลออเรนจ์		
	Baseline	Top Peak	ขนาดสัญญาณ (ΔA)
1	1.148	0.493	0.655
2	1.146	0.487	0.659
3	1.143	0.484	0.659
4	1.140	0.472	0.668
5	1.138	0.506	0.632
6	1.135	0.494	0.641
7	1.133	0.504	0.629
8	1.130	0.489	0.641
9	1.126	0.491	0.635
10	1.122	0.478	0.644

จากการทดลองหาความเที่ยง ค่าร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (RSD, $n = 10$) มีค่าเท่ากับ 1.33 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งในการทดลองครั้งนี้ให้ผลความเที่ยงที่สูง

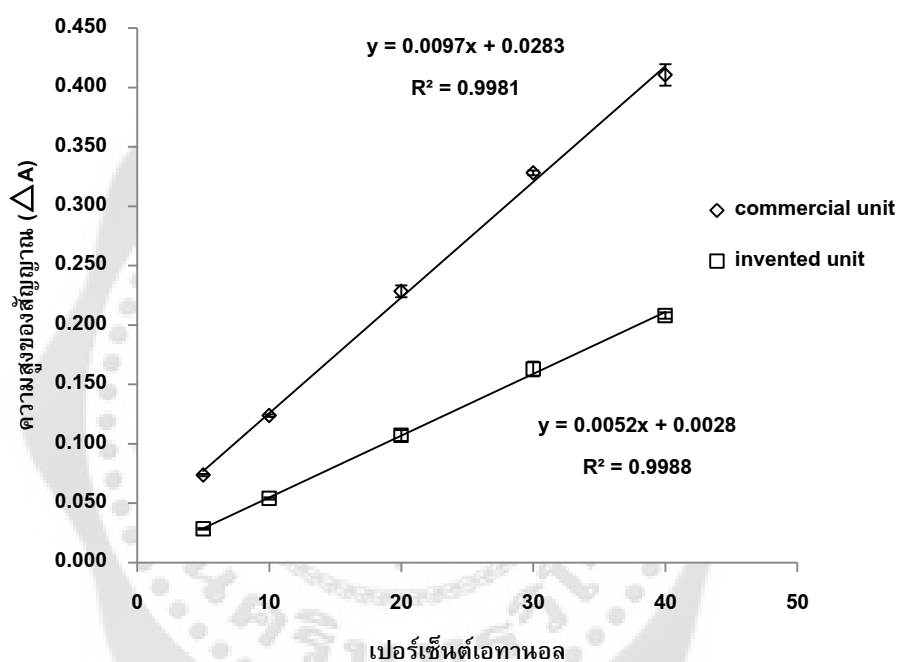
3.2.3 ขีดจำกัดของการตรวจวัด

การหาค่าขีดจำกัดต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ (LOD, $3S/N$) และค่าขีดจำกัดต่ำสุดที่สามารถตรวจวิเคราะห์ปริมาณได้อย่างถูกต้อง แม่นยำ สามารถรายงานค่าได้ (LOQ, $10S/N$) เป็นอีกตัวแปรที่มีความสำคัญในกระบวนการวิเคราะห์

จากผลการศึกษาหาประสิทธิภาพของระบบที่ทดลองพบว่า ให้ค่า LOD และ LOQ เท่ากับ 0.38 และ 3.25 %v/v ตามลำดับ

3.2.4 การเปรียบเทียบระหว่างอุปกรณ์แก๊สดีฟิวชันยูนิต

การเปรียบเทียบประสิทธิภาพอุปกรณ์ GD ที่สร้างขึ้นกับอุปกรณ์ GD ที่ผลิตโดย Methrom (ประเทศสหรัฐอเมริกา) โดยมีการออกแบบ GD เป็นการเจาะร่องอะคริลิกเป็นรูปก้นหอย ทำการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานเอทานอลในช่วงความเข้มข้น 5%(v/v) ถึง 40% (v/v) ที่สภาวะการทดลองที่เหมาะสม (ตาราง 7) ได้ผลการทดลองดังภาพประกอบ 19



ภาพประกอบ 19 กราฟมาตรฐานที่ได้จากการใช้อุปกรณ์ GD ที่สร้างขึ้นและอุปกรณ์ GD ที่ผลิตโดย Methrom

กราฟมาตรฐานที่ได้จากอุปกรณ์ GD ทั้งสองให้ความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้นของเอทานอล 5 ถึง 40% (v/v) เมื่อเปรียบเทียบความชันของกราฟมาตรฐานทั้งสองพบว่า อุปกรณ์ GD จากบริษัท Methrom จะให้ความชันที่สูงกว่า เนื่องจากมีความยาวของร่องสำหรับสารละลายไหลผ่านอุปกรณ์ที่ยาวกว่า ($GD_{\text{Meth}} = 36.0 \text{ cm}$, และ $GD_{\text{ที่สร้าง}} = 11.0 \text{ cm}$) ทำให้แก๊สแพร่ผ่านได้มีประสิทธิภาพที่ดีกว่า

3.3 การวิเคราะห์เอทานอลในตัวอย่างเหล้าและเปรียบเทียบกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

การประยุกต์ใช้ระบบ GD – FI ในการวิเคราะห์ปริมาณแอลกอฮอล์ในขั้นต้น จะทำการวิเคราะห์ในตัวอย่างเหล้า ซึ่งมีองค์ประกอบไม่ซับซ้อนมากนัก และมีความเข้มข้นของแอลกอฮอล์ที่สูง (มากกว่า 19 % ขึ้นไป) จำนวน 4 ตัวอย่าง ได้ผลการทดลองดังตาราง 9

ตาราง 9 ปริมาณแอลกอฮอล์ในตัวอย่างเครื่องดื่มวิเคราะห์โดยระบบโพลินเจคชันที่พัฒนาขึ้นเปรียบเทียบกับแก๊สโครมาโทกราฟี

ตัวอย่าง	ปริมาณเอทานอล (% v/v, mean \pm SD, n = 3)		
	ฉลากข้างขวด	ระบบโพลินเจคชันอะนาไลซิส	แก๊สโครมาโทกราฟี
S ₁ 40 ดีกรี (เหล้าขาว)	40	37.46 \pm 0.06	36.6 \pm 0.10
S ₂ แสงโสม (เหล้าสี)	40	36.00 \pm 0.01	39.2 \pm 0.39
S ₃ วอทก้า (ไม่มีสี)	40	40.46 \pm 0.01	37.9 \pm 0.22
S ₄ ไชจู (ไม่มีสี)	19	19.00 \pm 0.03	17.8 \pm 0.05

จากนั้นทำการเปรียบเทียบกับผลวิเคราะห์ที่ได้จากเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี พบว่ามีค่าใกล้เคียงกัน โดยมีผลจากการทดสอบทางสถิติ Paired *t*-test พบว่ามีค่าวิเคราะห์ที่ได้ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % ($t_{\text{stat}} = 1.12$, $t_{\text{crit}} = 3.18$, d.f = 3) และยังพบว่าค่าที่ได้ใกล้เคียงกับค่าที่ระบุไว้บนฉลากข้างขวด จึงจะเห็นได้ว่าระบบโพลินเจคชันที่พัฒนาขึ้นให้ผลการทดลองที่มีความถูกต้อง สามารถนำไปใช้วิเคราะห์ปริมาณแอลกอฮอล์ในเหล้าได้

ตอนที่ 4 ระบบ GD – FIA ในการวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์

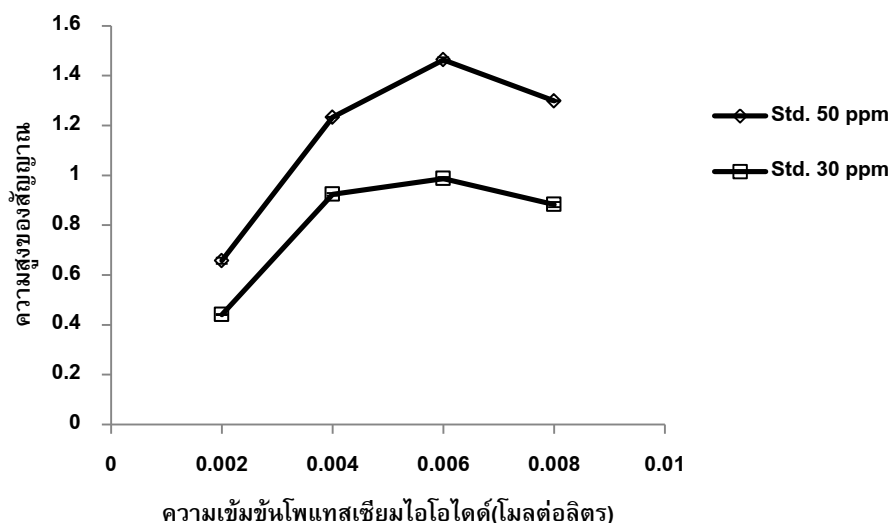
ในงานวิจัยนี้ได้ออกแบบ GD-FIA สำหรับวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์แบบใหม่ โดยใช้ปฏิกิริยารีดักชันของไอโอดีน เพื่อให้ได้ระบบที่ลดความเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม โดยมีรูปแบบของระบบ GD-FI ดังแสดงในภาพประกอบ 11 (บทที่ 3)

4.1 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์

4.1.1 ความเข้มข้นของสารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์

สารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) ในกระแสตัวรับจะเข้าทำปฏิกิริยากับพอนของสารละลายโพแทสเซียมไอโอเดต (KIO_3) ในกรดซัลฟิวริกที่ฉีดเข้าสู่ระบบ เกิดเป็นไอโอดีน (I_2) ในรูปของไตรไอโอไดด์ (I_3^-) ความเข้มข้นของ KI จึงเป็นปัจจัยที่สำคัญ เนื่องจากการทดลอง ต้องทำในสภาวะที่มี KI มากเกินพอ (เมื่อเทียบกับ KIO_3)

ในการศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของ KI ทำการศึกษาที่ 0.002, 0.004, 0.006 และ 0.008 โมลต่อลิตร ที่ความเข้มข้นของ KIO_3 เท่ากับ 1.5×10^{-4} โมลต่อลิตร และความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก 2 โมลต่อลิตร ได้ผลการทดลองดังภาพประกอบ 20



ภาพประกอบ 20 ผลของความเข้มข้นโพแทสเซียมไอโอไดด์ที่มีผลต่อขนาดสัญญาณ

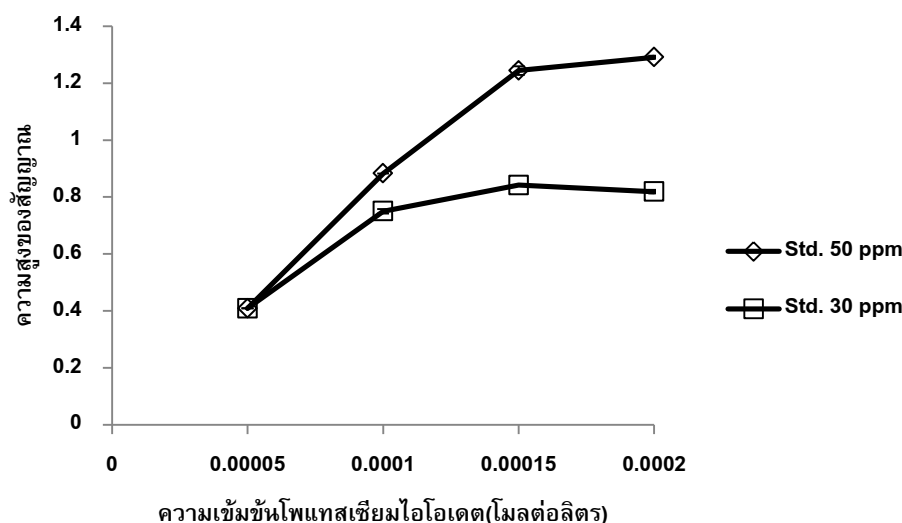
จากผลการทดลองที่ได้ พบว่าเมื่อความเข้มข้นของโพแทสเซียมไอโอไดด์เพิ่มขึ้น ขนาดสัญญาณจะเพิ่มขึ้น และมีค่าสูงสุดที่ความเข้มข้นของ KI เท่ากับ 0.006 โมลต่อลิตร จากนั้น

ขนาดสัญญาณลดลงเล็กน้อยเนื่องจากในระบบมีไอโอดีต์มากเกินไปแล้ว ผู้วิจัยเลือกจึงเลือกความเข้มข้นของโพแทสเซียมไอโอดีต์เท่ากับ 0.006 โมลต่อลิตร เห็นได้จากขนาดสัญญาณไม่เปลี่ยนแปลงมากนัก เมื่อความเข้มข้นของไอโอดีต์เปลี่ยนไป

4.1.2 ความเข้มข้นของสารละลายโพแทสเซียมไอโอดีต์

โพแทสเซียมไอโอดีต์ เป็นสารกำหนดปริมาณ I_3^- ที่เกิดขึ้น จึงต้องศึกษาหาความเข้มข้นของ KIO_3 ที่เหมาะสม ที่จะทำให้สัญญาณของ I_3^- เมื่อไม่มีซิลเฟอร์ไดออกไซด์ในระบบ (กระแสของสารละลายตัวให้เป็นน้ำ แทนสารมาตรฐานซัลไฟท์หรือตัวอย่าง) อยู่ในช่วงค่าการดูดกลืนแสงที่อ่านค่าได้แม่นยำ (ในงานวิจัยนี้ ผู้วิจัยเลือกที่ค่าการดูดกลืนแสงไม่เกิน 2 AU) ซึ่งความเข้มข้นสูงสุดของ KIO_3 ที่ใช้ในการทดลองนี้คือ 2×10^{-4} โมลต่อลิตร

ในการศึกษาผลของความเข้มข้นของ KIO_3 ที่ฉีดเข้าไปในระบบ จะทำในช่วงความเข้มข้น 5×10^{-5} ถึง 2×10^{-4} โมลต่อลิตร ที่ความเข้มข้นของ KI เท่ากับ 0.006 โมลต่อลิตร และความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก 2 โมลต่อลิตร แล้วทำการวัดขนาดของสัญญาณที่ได้จากสารละลายมาตรฐานซัลไฟท์เข้มข้น 30 และ 50 โมลต่อลิตร ได้ผลการทดลองดังภาพประกอบ 21

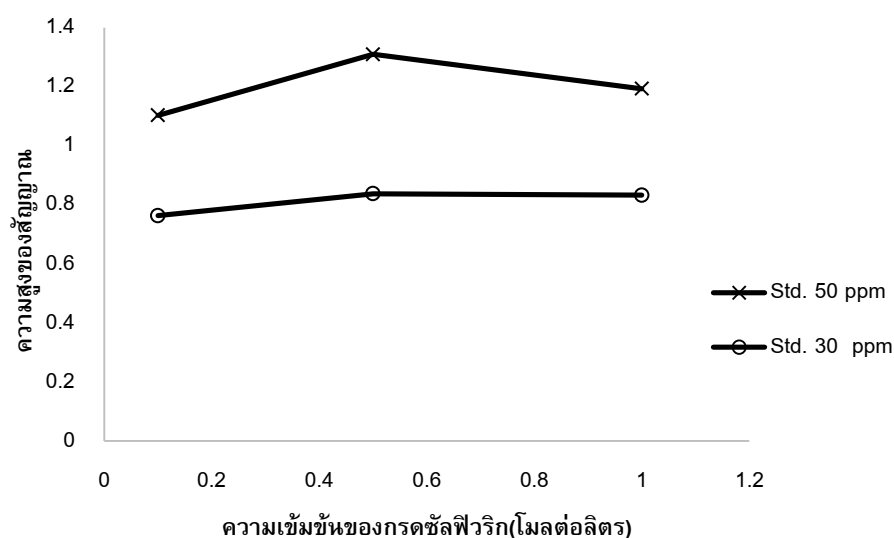


ภาพประกอบ 21 ผลของความเข้มข้นโพแทสเซียมไอโอดีต์ที่มีต่อขนาดสัญญาณ

เมื่อความเข้มข้นของ KIO_3 เพิ่มขึ้น ขนาดสัญญาณที่ได้จะเพิ่มขึ้นจนเริ่มคงที่ ที่ความเข้มข้น KIO_3 เท่ากับ 1.5×10^{-4} โมลต่อลิตร จึงเลือกใช้ความเข้มข้น KIO_3 1.5×10^{-4} โมลต่อลิตรในการทดลองต่อไป

4.1.3 ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกในสารละลายโพแทสเซียมไอโอเดต

ในการทดลองนี้ได้ศึกษาความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกที่ใช้เป็นตัวทำละลายของ KIO_3 ในช่วงความเข้มข้น 0.1 ถึง 1.0 โมลต่อลิตร ได้ผลการทดลองดังภาพประกอบ 22



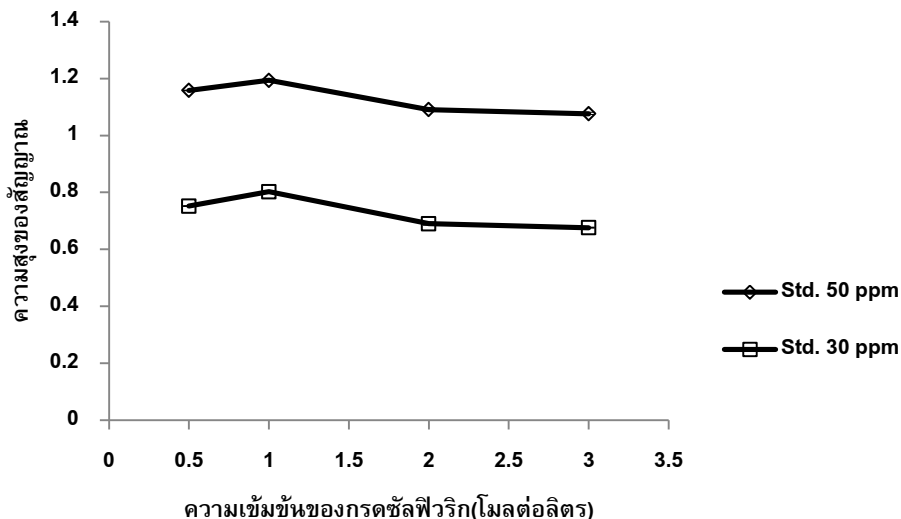
ภาพประกอบ 22 ผลของความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก ที่ใช้เป็นตัวทำละลายของ KIO_3 ที่มีผลต่อขนาดสัญญาณ

จากผลการทดลอง แสดงว่าขนาดสัญญาณมีค่าที่ไม่แตกต่างกัน ในช่วงความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกที่ศึกษา ทั้งนี้คาดว่าความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกที่ใช้นั้น มีปริมาณมากเกินพออยู่แล้ว จึงไม่ส่งผลต่อขนาดสัญญาณ ผู้วิจัยเลือกใช้กรดกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร ในการศึกษาต่อไป

4.1.4 ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกในกระแสสารละลายตัวให้

ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกที่ผสมกับสารละลายมาตรฐานซัลไฟท์ หรือตัวอย่าง ในกระแสสารละลายตัวให้ มีผลต่อการเกิดแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ดังแสดงสมการที่ 1.6 ในการศึกษา

ผลของความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก จะทำให้ความเข้มข้น 0.5, 1.0, 2.0 และ 3.0 โมลต่อลิตร ได้ผลการทดลองดังภาพประกอบ 23

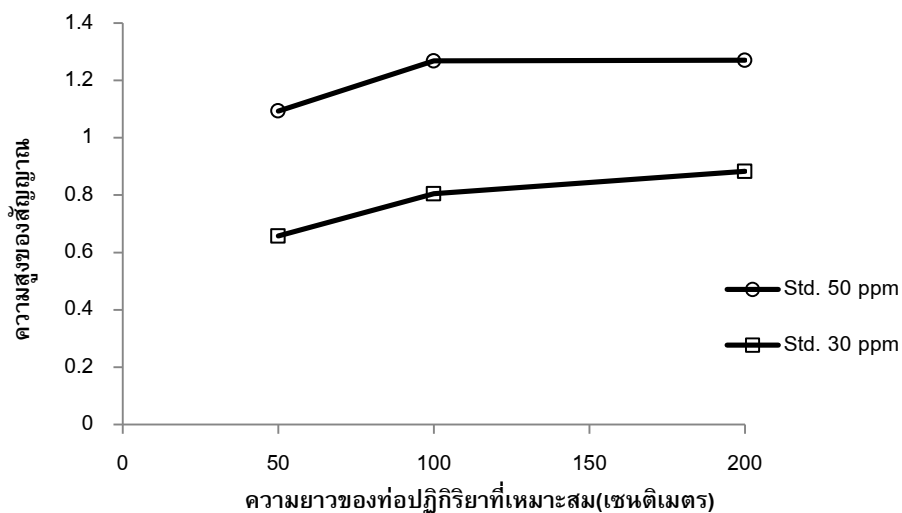


ภาพประกอบ 23 ผลของความเข้มข้นกรดซัลฟิวริกในกระแสดัวให้ที่มีผลต่อขนาดของสัญญาณ

จากผลการทดลองในภาพประกอบ 23 พบว่า ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก ในช่วงที่ศึกษา ทำให้ขนาดสัญญาณมีค่าที่ไม่แตกต่างกัน ผู้วิจัยเลือกใช้ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกที่ 1.0 โมลต่อลิตร เพื่อให้แน่ใจว่าปริมาณกรดจะเพียงพอเมื่อใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่างไวน์จริง และไม่มากเกินไปจนส่งผลต่อการทำลายเมมเบรนได้เมื่อใช้งานไปนานๆ

4.1.5 ความยาวของท่อปฏิกิริยา (Mixing coil 'A')

การหาขนาดและความยาวของขนาดท่อปฏิกิริยาที่เหมาะสมเป็นสิ่งสำคัญจะทำให้ได้ขนาดสัญญาณที่สูง เนื่องจากเมื่อความยาวของท่อจะส่งผลต่อการกระจายตัวของท่อนโซนตัวอย่าง (zone dispersion)



ภาพประกอบ 24 ผลของความยาวของท่อปฏิกิริยา 'A' ที่มีผลต่อขนาดสัญญาณ

ในการทดลองนี้ศึกษาความยาวของ ท่อปฏิกิริยา 'A' ที่ 50, 90, 100 และ 200 เซนติเมตร ซึ่งมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายในคงที่เท่ากับ 0.1 เซนติเมตร จากผลการทดลองในภาพประกอบ 25 แสดงให้เห็นว่าขนาดสัญญาณจะสูงขึ้นเมื่อเพิ่มความยาวของท่อปฏิกิริยา 'A' จนถึง 100 เซนติเมตร หลังจากนั้นสัญญาณเริ่มคงที่ จึงเลือกใช้ความยาวของท่อปฏิกิริยา 'A' ที่ 100 เซนติเมตร สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ 10 ตัวอย่างต่อชั่วโมง

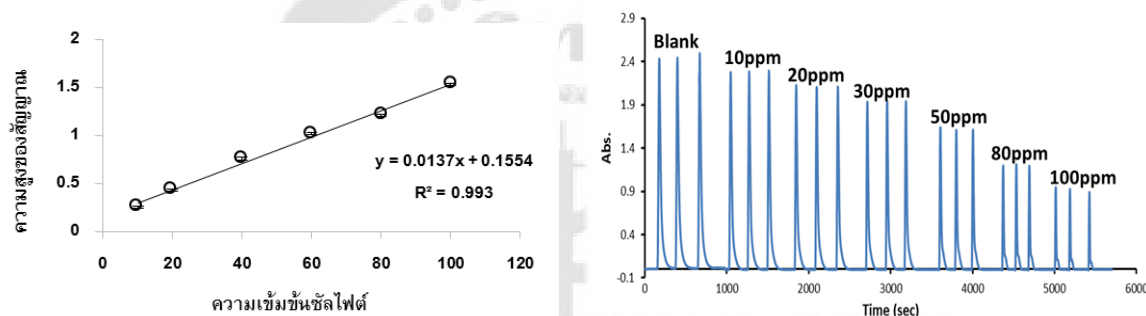
4.2 การศึกษาคุณลักษณะของวิธีวิเคราะห์ที่ได้พัฒนาขึ้น

4.2.1 ความเป็นเส้นตรง

จากการศึกษาพารามิเตอร์ในหัวข้อ 4.1.1 ถึง 4.1.5 เพื่อให้ได้สภาวะการทดลองที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณซัลไฟต์ด้วยระบบ GD - FIA สามารถสรุปได้ดังตาราง 10 และในสภาวะดังกล่าวเมื่อนำไปสร้างกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานซัลไฟต์ได้ผลดังภาพประกอบ 25

ตาราง 10 พารามิเตอร์ที่เหมาะสมในระบบ GD - FIA

	สภาวะที่ทดลอง	สภาวะที่เลือก
โพแทสเซียมไอโอไดด์ (M)	0.002 – 0.008	0.006
โพแทสเซียมไอโอเดต (M)	5×10^{-5} – 2×10^{-4}	1.5×10^{-4}
กรดซัลฟิวริก (M)	0.5 – 3.0	1.0
กรดซัลฟิวริก (ใน KIO_3) (M)	0.1 – 1.0	0.5
ความยาวของขนาดท่อปฏิกิริยา (cm)	50 – 200	100



ภาพประกอบ 25 กราฟมาตรฐานและสัญญาณของสารละลายมาตรฐานซัลไฟต์ที่ความเข้มข้นต่างๆ

4.2.2 การหาค่าความเที่ยงตรงของระบบ

การศึกษาความเที่ยงตรงของระบบที่ใช้ในการวิเคราะห์ เป็นการศึกษาความคลาดเคลื่อนอันเนื่องมาจากการวิเคราะห์ ขั้นตอนการวิเคราะห์ ขั้นตอนหรือกระบวนการ ตลอดจนเครื่องมือที่ใช้ในการทดลองว่ามีความเที่ยงตรงเพียงใด ในการทดลองนี้ศึกษาความเที่ยงของการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานซัลไฟต์ความเข้มข้น 100.00 มิลลิกรัมต่อลิตร ได้ผลการทดลองดัง

ตาราง 11 ศึกษาความเที่ยงตรงของระบบในการวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์

ครั้งที่	ค่าการดูดกลืนแสงที่ 350 nm		
	Baseline	Top Peak	ขนาดสัญญาณ
1	0.000	0.882	1.335
2	0.000	0.870	1.347
3	0.000	0.884	1.333
4	0.000	0.846	1.371
5	0.000	0.853	1.364
6	0.000	0.847	1.37
7	0.000	0.885	1.332
8	0.000	0.851	1.366
9	0.000	0.827	1.39
10	0.000	0.812	1.405

จากการทดลองหาความเที่ยง ในการวิเคราะห์ซัลไฟต์ พบว่าในการทดลอง 10 ครั้ง ให้ค่าเฉลี่ยของขนาดสัญญาณ 0.856 ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานเท่ากับ 0.024 และมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ เท่ากับ 0.238 ซึ่งให้ความเที่ยงของระบบที่สูง

4.2.3 ขีดจำกัดของการตรวจพบ

การหาค่าขีดจำกัดต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ (LOD, 3S/N) และค่าขีดจำกัดต่ำสุดที่สามารถตรวจวิเคราะห์ปริมาณได้อย่างถูกต้อง แม่นยำ สามารถรายงานค่าได้ (LOQ, 10S/N) เป็นอีกตัวแปรที่มีความสำคัญในกระบวนการวิเคราะห์ จากผลการศึกษาหาประสิทธิภาพของระบบที่ทดลองพบว่า ให้ค่า LOD และ LOQ เท่ากับ 3.67 และ 12.22 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

4.3 การวิเคราะห์ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในตัวอย่างไวน์และเปรียบเทียบผลวิเคราะห์กับเทคนิคไทเทรชัน

นำตัวอย่างไวน์ขาว ที่ขายในท้องตลาด จำนวน 5 ตัวอย่าง มาทดสอบด้วยระบบ GD –

FIA เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณซัลไฟต์อิสระและปริมาณซัลไฟต์ทั้งหมด และเปรียบเทียบผลการทดลองที่ได้จากทั้งสองวิธี ได้ผลการทดลองตามตาราง 12

ตาราง 12 ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในตัวอย่างไวน์ที่วิเคราะห์ด้วยวิธี GD-FI และการไทเทรต

ตัวอย่าง	ความเข้มข้นของซัลไฟต์ (มิลลิกรัมต่อลิตร, n = 3)	
	ระบบที่พัฒนาขึ้น	วิธีไทเทรต
S ₁ Cape Grove	185.33 ± 0.04	175.87 ± 0.13
S ₂ Peter Vella	210.38 ± 0.04	227.67 ± 0.34
S ₃ Nadin	230.06 ± 0.03	244.65 ± 0.09
S ₄ Naga	174.21 ± 0.03	239.21 ± 0.05
S ₅ Reindeer	109.86 ± 0.02	147.64 ± 0.07

เมื่อเปรียบเทียบผลวิเคราะห์จากระบบ GD-FI ที่พัฒนาขึ้น กับวิธีมาตรฐาน ไอโอโดเมตริกไทเทรต พบว่ามีค่าไม่แตกต่างกัน อย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % ที่ค่า t-Stat ได้เท่ากับ 2.00 ซึ่งมีค่าน้อยกว่า t - Critical two-tail 2.77 แสดงให้เห็นว่าวิธี GD - FIA ให้ผลที่ถูกต้อง นอกจากนี้จะเห็นได้ว่าระบบ GD - FIA ที่ใช้การวิเคราะห์ปริมาณซัลไฟต์พบว่ามีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานจากการวิเคราะห์ซ้ำ 3 ครั้งต่ำกว่า อีกทั้งยังทำได้สะดวก ประหยัดเวลาและค่าใช้จ่ายอีกด้วย

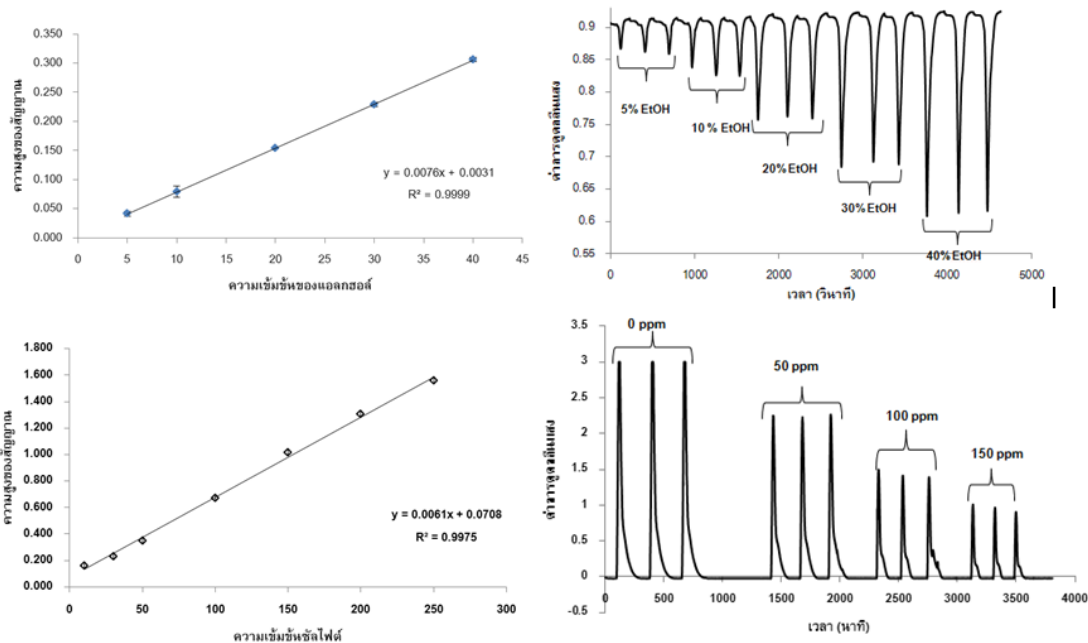
ตอนที่ 5 ระบบ GD – FIA สำหรับวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในคราวเดียวกัน

ในงานวิจัยนี้ได้ออกแบบระบบ GD-FIA สำหรับวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ออกไซด์ เพื่อให้สามารถวิเคราะห์ได้ในคราวเดียวกันและใช้ปฏิกิริยาที่ลดความเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม โดยมีรูปแบบของระบบ GD-FI ดังแสดงในภาพประกอบ 11 (บทที่ 3)

5.1 การศึกษาประสิทธิภาพของระบบ GD-FI ที่พัฒนาขึ้น

5.1.1 ความเป็นเส้นตรง

ระบบ GD-FI สำหรับการวิเคราะห์เอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ได้ออกไซด์ได้พร้อมกันนี้ จะใช้การสภาวะการทดลองที่เหมาะสม ที่ได้จากในตอนต้นที่ 3 และตอนที่ 4 เนื่องจากให้แนวโน้มของผลการทดลองเหมือนกัน และที่สภาวะการทดลองดังกล่าว ภาพประกอบ 26 แสดงกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานทั้งสองชนิด พร้อมด้วยลักษณะของสัญญาณที่ได้ที่ความเข้มข้นของสารมาตรฐานต่างๆ



ภาพประกอบ 26 กราฟมาตรฐานและสัญญาณของสารละลายมาตรฐานเอทานอล (ภาพบน) และซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (ภาพล่าง) ที่ความเข้มข้นต่างๆ

เมื่อนำสัญญาณกับค่าความเข้มข้นมาสร้างกราฟมาตรฐานของเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ พบว่ากราฟมาตรฐานเอทานอลมีความเป็นเส้นตรงคือ $y = 0.0076x + 0.0031$ มีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) 0.999 และกราฟมาตรฐานซัลเฟอร์ไดออกไซด์มีความเป็นเส้นตรงคือ $y = 0.0061x + 0.0708$ มีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) 0.997

5.1.2 การหาค่าความเที่ยงตรงของระบบ

การศึกษาค่าความเที่ยงตรงของระบบที่ใช้ในการวิเคราะห์ ในการทดลองนี้ศึกษาความเที่ยงของการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานเอทานอลที่ความเข้มข้น 20 % (v/v) และซัลไฟต์ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ได้ผลการทดลองดังตาราง 13

ตาราง 13 ศึกษาความเที่ยงตรงของระบบในการวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์

ครั้งที่	ค่าการดูดกลืนแสง				ขนาดสัญญาณ	ขนาด
	EtOH _{baseline}	EtOH _{top peak}	SO ₂ baseline	SO ₂ top peak	EtOH	สัญญาณ SO ₂
1	0.918	0.758	2.034	0.747	0.160	1.287
2	0.919	0.761	2.034	0.742	0.158	1.292
3	0.919	0.762	2.034	0.739	0.157	1.295
4	0.918	0.764	2.034	0.734	0.154	1.3
5	0.919	0.767	2.034	0.745	0.152	1.289
6	0.919	0.762	2.034	0.743	0.157	1.291
7	0.919	0.763	2.034	0.754	0.156	1.28
8	0.920	0.762	2.034	0.738	0.158	1.288
9	0.920	0.763	2.034	0.744	0.157	1.289

ตาราง 13 (ต่อ)

ครั้ง ที่	Absorbance				ขนาดสัญญาณ	ขนาด
	EtOH _{baseline}	EtOH _{top peak}	SO ₂ baseline	SO ₂ top peak	EtOH	สัญญาณ SO ₂
10	0.922	0.765	2.034	0.742	0.157	1.287

ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ ของเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์เท่ากับ 1.418 และ 0.56 และสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ 20 และ 25 ตัวอย่างต่อชั่วโมงตามลำดับ จากผลการทดลองให้การวิเคราะห์ที่แม่นยำและรวดเร็ว

5.1.3 ขีดจำกัดของการตรวจพบ

ค่าขีดจำกัดต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ (LOD) ให้สัญญาณเป็น 3 เท่า ของสัญญาณ noise (S/N) และขีดจำกัดต่ำสุดที่สามารถตรวจวิเคราะห์ปริมาณ (LOQ) ให้สัญญาณเป็น 10 เท่าของสัญญาณ noise (S/N) จากผลการศึกษาหาประสิทธิภาพของระบบที่ทดลองพบว่า ให้ค่า LOD ของเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์เท่ากับ 3.539 และ 5.737 ส่วน LOQ เท่ากับ 5.907 และ 9.061 ตามลำดับ

5.2 การวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในตัวอย่างไวน์

ในงานวิจัยในครั้งนี้ได้นำตัวอย่างไวน์กระชายดำ 3 ชนิด มาวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ด้วยระบบ GD – FIA ที่พัฒนาขึ้น เปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐาน ได้ผลการทดลองตามตาราง 14 และ 15 สำหรับเอทานอล และซัลเฟอร์ไดออกไซด์ตามลำดับ

ตาราง 14 ปริมาณเอทานอลในตัวอย่างไม่ไวน์กระชายดำด้วยเทคนิค GD - FIA

ตัวอย่าง	ปริมาณเอทานอล (% v/v, mean \pm SD, n =3)			
	Label	External Calibration	Std.addition	GC
S1	13.00	8.940 \pm 0.001	10.37	14.38 \pm 0.01
S2	13.00	9.420 \pm 0.001	11.28	14.56 \pm 0.03
S3	13.00	8.940 \pm 0.001	13.80	13.86 \pm 0.02

ตารางที่ 15 ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในตัวอย่างไม่ไวน์กระชายดำด้วยเทคนิค GD - FIA

ตัวอย่าง	ความเข้มข้นของซัลไฟต์ (มิลลิกรัมต่อลิตร, n = 3, mean \pm SD)	
	External Calibration	Amperometric
S1	20.64 \pm 0.005	85.45 \pm 3.48
S2	21.50 \pm 0.003	52.77 \pm 2.13
S3	19.80 \pm 0.010	68.36 \pm 1.74

จากผลการทดลองเมื่อนำตัวอย่างไวน์กระชายดำมาวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ด้วยระบบ GD - FIA นั้นวัดปริมาณเอทานอลที่พบอยู่ในช่วง 8.940 ถึง 9.420 %(v/v) (ตาราง 14) และวัดปริมาณและซัลเฟอร์ไดออกไซด์พบอยู่ในช่วง 19.80 ถึง 20.64 มิลลิกรัมต่อลิตร (ตาราง 15) ซึ่งเป็นปริมาณที่ไม่เกินจากข้อกำหนดของสำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม ในปี พ.ศ. 2545 ที่กำหนดปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่อนุญาตให้ใช้ในไวน์ไม่เกิน 300 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์ เดซิเมตร

ศึกษาความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ (accuracy)

การตรวจสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ โดยการศึกษาร้อยละการคืนกลับ (%) (recovery) จะรายงานเป็นค่าร้อยละการคืนกลับ (percentage recovery) ทำเปอร์เซ็นต์การทดสอบ

โดยการเติมสารมาตรฐานเอทานอลที่รู้ความเข้มข้นที่แน่นอนลงไปในตัวอย่าง แล้วทำการวิเคราะห์เพื่อ
ดูค่าคืนกลับของสารมาตรฐานนั้นๆ ซึ่งสอดคล้องกับ AOAC, 2002 ซึ่งให้ค่าที่ยอมรับในช่วง 80 -115
เปอร์เซ็นต์

ตาราง 16 ร้อยละการได้กลับคืนของการวิเคราะห์เอทานอลในตัวอย่างไวน์กระชายดำ 3 ชนิด ด้วย
เทคนิค GD - FIA

ลำดับ	ร้อยละการได้กลับคืน (% Recovery \pm SD)	
	เอทานอล	ซัลเฟอร์ไดออกไซด์
S1	79.40 \pm 0.01	90.42 \pm 0.005
S2	82.60 \pm 0.01	85.82 \pm 0.003
S3	85.70 \pm 0.01	81.36 \pm 0.010

จากการศึกษาค่าร้อยละของการคืนกลับโดยการเติมสารมาตรฐานของเอทานอลและซัลไฟต์
ของตัวอย่างทั้ง 3 ชนิดที่ความเข้มข้น 10% (v/v) และ 50 มิลลิกรัมต่อลิตรในตัวอย่างไวน์กระชายดำ
จากนั้นนำตัวอย่างมาวิเคราะห์โดยใช้วิธีที่พัฒนาขึ้น ผลการทดลองพบว่าวิธีที่พัฒนาขึ้นมีค่าร้อยละ
ของการคืนกลับอยู่ในช่วงร้อยละ 79.40 ถึง 85.70 สำหรับเอทานอลและ 81.36 ถึง 90.42
สำหรับซัลเฟอร์ไดออกไซด์ แสดงว่าวิธีที่พัฒนาขึ้นสามารถใช้วิเคราะห์เอทานอลและซัลเฟอร์ได
ออกไซด์ในตัวอย่างที่มีสิ่งเจือปนมากได้เป็นอย่างดี

บทที่ 5

สรุปผล อภิปรายผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ

งานวิจัยนี้ได้พัฒนาการวิเคราะห์ปริมาณของเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในไวน์พร้อมกัน ด้วยระบบโพลอินเจกชันโดยใช้อุปกรณ์ที่ประดิษฐ์ใหม่เรียกว่า แก๊สดีฟิวชันยูนิตแบบมีเยื่อเลือกผ่าน พบว่าอุปกรณ์ที่สร้างขึ้นสามารถใช้งานได้ง่ายและสะดวก ในราคาที่ประหยัดกว่าอุปกรณ์ GD ที่มีขายในท้องตลาด ในกรณีที่ต้องการเปลี่ยนเมมเบรนจะทำได้โดยการไขสกรูชนิดที่ยึดไว้กับอะคลิกริกออก เพื่อแยกชิ้นส่วนต่างๆ การประกอบกลับเข้าไปใหม่ก็ทำได้ด้วยวิธีการเดียวกันซึ่งมีความสะดวกมาก

ในการศึกษาเบื้องต้นนั้นได้ทำการทดลองในระบบแบทช์ เพื่อหาช่วงที่มีความไวต่อการวิเคราะห์ เป็นสารละลายตัวรับที่เหมาะสม ผลการทดลองปฏิบัติการเบื้องต้นที่ได้ พบว่าสารละลายเมทิลออเรนจี้ให้ค่าสัญญาณการทำปฏิกิริยากับเอทานอลได้ดีในช่วงความยาวคลื่น 530 นาโนเมตรและไตรโอไอโอดีนทำปฏิกิริยาได้ดีกับแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในช่วงความยาวคลื่น 350 นาโนเมตร

ศึกษาพารามิเตอร์ต่างๆ ของอุปกรณ์แก๊สดีฟิวชันยูนิตที่สร้างขึ้นเอง ออกแบบระบบ GD-FIA สำหรับวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ เพื่อให้สามารถวิเคราะห์ได้ในคราวเดียวกันและใช้ปฏิบัติการที่ลดความเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม เมื่อนำสัญญาณกับค่าความเข้มข้นมาสร้างกราฟมาตรฐานของเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ พบว่ากราฟมาตรฐานเอทานอลมีความเป็นเส้นตรงคือ $y = 0.0076x + 0.0031$ มีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) 0.999 และกราฟมาตรฐานซัลเฟอร์ไดออกไซด์มีความเป็นเส้นตรงคือ $y = 0.0061x + 0.0708$ มีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) 0.997 ให้ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์เท่ากับ 1.418 และ 0.56 และสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ 20 และ 25 ตัวอย่างต่อชั่วโมงตามลำดับ ส่วน LOD ของเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์เท่ากับ 3.539 และ 5.737 ส่วน LOQ เท่ากับ 5.907 และ 9.061 ตามลำดับ

ในงานวิจัยในครั้งนี้ได้นำตัวอย่างไวน์กระชายดำ 3 ชนิด มาวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ด้วยระบบ GD – FIA ที่พัฒนาขึ้น เปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐาน ได้ผลการทดลองวัดปริมาณเอทานอลที่พบอยู่ในช่วง 8.940 ถึง 9.420 %(v/v) และวัดปริมาณและซัลเฟอร์ไดออกไซด์พบอยู่ในช่วง 19.80 ถึง 20.64 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งเป็นปริมาณที่ไม่เกินจากข้อกำหนดของสำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม ในปี พ.ศ. 2545 ที่กำหนดปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่อนุญาตให้ใช้ในไวน์ไม่เกิน 300 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร ค่าร้อยละของการคืนกลับโดยการเติมสารมาตรฐานของเอทานอลและซัลไฟต์ของตัวอย่างทั้ง 3 ชนิดที่ความเข้มข้น 10% (v/v) และ 50 มิลลิกรัมต่อลิตรในตัวอย่างไวน์กระชายดำ จากนั้นนำตัวอย่างมาวิเคราะห์โดยใช้วิธีที่พัฒนาขึ้น ผลการทดลองพบว่าวิธีที่พัฒนาขึ้นมีค่าร้อยละของการคืนกลับอยู่ในช่วงร้อยละ 79.40 ถึง 85.70 สำหรับเอทานอลและ 81.36 ถึง 90.42 สำหรับซัลเฟอร์ไดออกไซด์

จากผลการทดลองนี้จะเห็นว่าเทคนิคการวิเคราะห์ปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในตัวอย่างไวน์และเครื่องดื่มร่วมกับแก๊สดีฟิวชันยูนิตเป็นวิธีการทดลองที่ไม่ยุ่งยาก ไม่ต้องเตรียมสารตัวอย่างประหยัด ได้ผลการวิเคราะห์อย่างรวดเร็ว ได้ค่าเที่ยงตรง ให้ผลการทดลองที่เชื่อถือได้ที่มีความเชื่อมั่น 95% ซึ่งอาจมีการนำวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นนี้ไปประยุกต์ใช้กับผลิตภัณฑ์ที่หลากหลายมากขึ้นหรืออาจในชุมชนที่มีกระบวนการผลิตไวน์ที่ยังไม่ได้มาตรฐานในเรื่องการควบคุมปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์เพราะอุปกรณ์แก๊สดีฟิวชันยูนิตที่สร้างขึ้นสามารถเคลื่อนย้ายได้สะดวกและชิ้นส่วนที่ประดิษฐ์หาซื้อได้ง่ายตามท้องตลาด เพื่อให้ได้ข้อมูลที่มีประโยชน์และเป็นทางเลือกสำหรับผู้บริโภคในการเลือกบริโภคผลิตภัณฑ์ต่างๆให้มีความปลอดภัย และอาจนำวิธีหรืออุปกรณ์ไปพัฒนาต่อยอดสำหรับการวิเคราะห์สารสำคัญชนิดอื่นๆต่อไป

ข้อเสนอแนะ

ในการวิเคราะห์หาปริมาณเอทานอลและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในตัวอย่างไวน์แดงไม่สามารถวิเคราะห์ได้ เนื่องจากอาจเกิดสารรบกวนอื่นๆ และมีตะกอนมากในตัวอย่าง



บรรณานุกรม

บรรณานุกรม

ความรู้เกี่ยวกับกฎหมายว่าด้วยสุรา. สืบค้นเมื่อ 1 ตุลาคม 2557

จาก <http://nongkhai.excise.go.th/cs/groups/public/documents/document/mjaw/mdyx/~edisp/webportal16200061747.pdf>

ประดิษฐ์ ครัววัฒนา. (2545). *ไวน์: ศาสตร์และศิลป์*. พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์. ไพบูลย์ ด้านวิรุฑัย; และ พัฒนา เหล่าไพบูลย์. (2549). *ไวน์ผลไม้และสาโทผลิตด้วยความมั่นใจได้ อย่างไร*. พิมพ์ครั้งที่ 2. ขอนแก่น: โรงพิมพ์คลังนานาวิทยา.

ภากร อรุณศรีโสภณ. (2554). *ผลกระทบของการเพิ่มอัตราภาษีสุราต่อการบริโภคสุรา*. หน้า 8-9.

รายงานวิชาการ. เชียงใหม่: คณะเศรษฐศาสตร์ มหาวิทยาลัยฯ. สุธมาศ ้วยอุดมวุฒิ.

(2551). *ซัลเฟอร์ไดออกไซด์...อันตรายที่มาพร้อมกับอาหาร*. กองพัฒนา ศักยภาพ ฉบับที่ 21

สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม. (2545). *มาตรฐานยกระดับสุราแช่(ไวน์)ไทย*. หน้า 5-6
กรมสรรพสามิต. สืบค้นเมื่อ 1 ตุลาคม 2557

จาก <http://www.excise.go.th/tax/totaltax.htm#sura>.

A.M. Salgado.; R.O.M. Folly.; B. Valdman.; O.Cos.; & F. Valero. (2000). Colorimetric method for the determination of ethanol by Flow Injection Analysis. *Biotechnology Letters*.

22: 327– 330.

E. Mataix.; M. D. L. de Castro. (1998). Determination of total and free sulfur dioxide in wine by pervaporation – flow injection. *Analyst*. 123: 1547-1549.

Evolution and Description of the Principal Flow Techniques. สืบค้นเมื่อ 4 ตุลาคม 2557.

จาก 3-s2.0-B978044459596600012-main.pdf

- J. Gonzalez-Rodriguez.; P. Perez-Juan.; & M.D. Luque de Castro. (2003). Determination of ethanol in beverages by flow injection pervaporation and density measurements. *Talanta*. 59: 691-696.
- J. Ruzicka.; E.H. Hansen. (1975). Flow injection analyses, New concept of fast continuous flow analysis. *Anal.Chim.Acta*. 78: 145-157.
- L.G. Decnop – Weever.; J.C. Kraak. (1997). Determination of sulphite in wines by gas-diffusion flow injection analysis utilizing spectrophotometric pH-detection *AnalyticaChimicaActa*. 337: 125-131.
- M. A. Segundo.; O.S.S. Rangel. (2001). A gas diffusion sequential injection system for the determination of sulphur dioxide in wines. *AnalyticaChimicaActa*. 427: 279–286.
- M. R. Milani.; J. A. Gomes Neto.; A. A. Cardoso. (1999). Colorimetric Determination of Sulfur Dioxide in Air Using a Droplet Collector of Malachite Green Solution. *Microchemical Journal*. 62: 273-281.
- N. Choengchan.; T. Mantim.; P. Wilairat.; P.K. Dasgupta.; S. Motomizu.; D. Nacapricha. (2006) A membraneless gas diffusion unit: Design and its application to determination of ethanol in liquors by spectrophotometric flow injection. *AnalyticaChimicaActa*. 579: 33-37.
- Philip J. Fletcher.; Jacobus F. van Staden. (2003). Determination of ethanol in distilled liquors using sequential injection analysis with spectrophotometric detection. *AnalyticaChimicaActa*. 499: 123–128.
- S. S.M. Hassan.; M. S. A. Hamza.; A. H.K. Mohamed. (2006). A novel spectrophotometric method for batch and flow injection determination of sulfite in beverages. *AnalyticaChimicaActa*. 570: 232-239.
- T. J. Cardwell.; M. J. Christopherson. (2000). Determination of sulfur dioxide and ascorbic acid in beverages using a dual channel flow injection electrochemical detection system. *AnalyticaChimicaActa*. 416: 105-110.

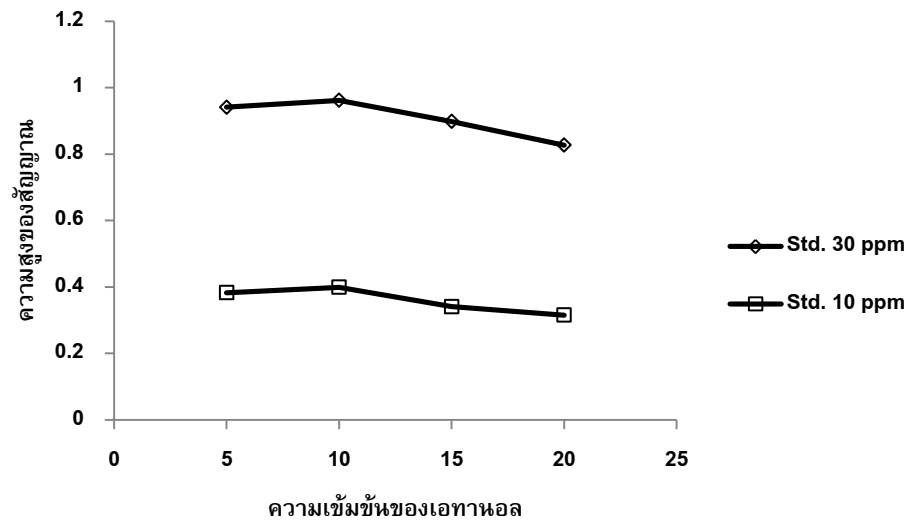
- W.D. Basson. (1967). Determination of total sulfur in wheat with EDTA and EGTA after nitric – perchloric acid oxidation. *Materials and methods*. 44: 92 – 94.
- Susana S.M.P. Vidigal.; António O.S.S. Rangel. (2015). A reagentless flow injection system for the quantification of ethanol in beverages based on the schlieren effect measurement. *Microchemical Journal*. 121: 107–111.
- Wei Shi a.; Qiang Cheng a.; Ping Zhanga.; Yang Ding a.; Huijie Dong b.; Lian Duan a.; Xiaoxia Li b.; Aihua Xu. (2014). Catalytic decolorization of methyl orange by the rectorite–sulfite system. *Catalysis Communications*. 56: 32 – 35.
- Jing Fan.; Xuejing Shen.; Jianji Wang. (1998). Dissociation constants of methyl orange in aqueous alcohol solvents. *Analytica Chimica Acta*. 364: 275 – 280
- Kerry K. Karukstis.; Noel D. D'Angelo.; and Christine T. Loftus. (1997). Using the Optical Probe Methyl Orange To Determine the Role of Surfactant and Alcohol Chain Length in the Association of 1-Alkanols with Alkyltrimethylammonium Bromide Micelles. *Phys. Chem*. 101: 1968 – 1973
- Jing Fan.; Xuejing Shen.; Jianji Wang. (1999). Spectrophotometric determination of the dissociation constants of methyl yellow in mixed protic solvents. *Talanta*. 49: 843–850



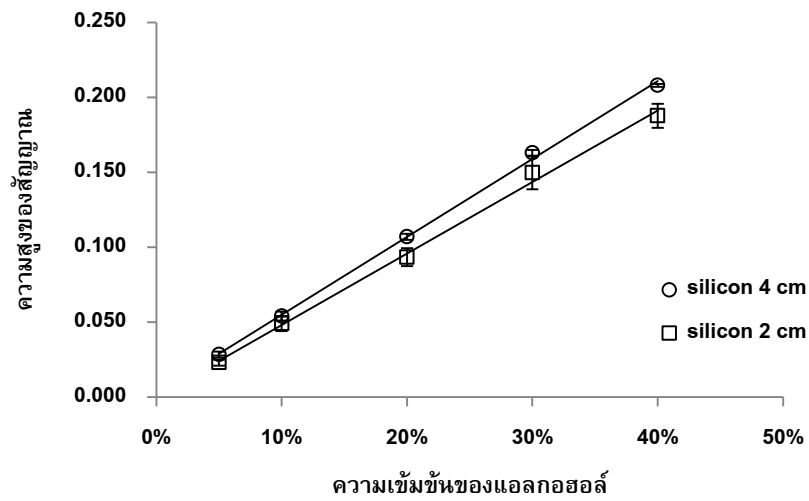


ภาคผนวก ก

โครมาโทแกรมของสารมาตรฐานและสารตัวอย่าง



ภาพประกอบ 27 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นเอทานอลกับความสูงของสัญญาณในระบบวัดซิลเฟอร์ไดออกไซด์



ภาพประกอบ 28 ผลการเปรียบเทียบขนาดความกว้างของแผ่นซิลิโคนของระบบวัดปริมาณเอทานอล

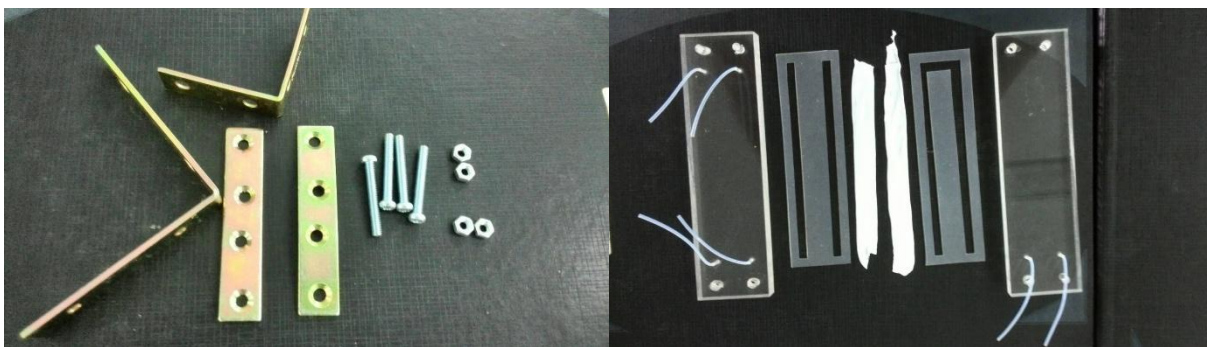
ตารางที่ 17 ร้อยละการได้กลับคืน (%recovery \pm SD) ของเอทานอลในตัวอย่างไวน์ด้วยเทคนิค GD – FIA

ลำดับ	ตัวอย่าง	ร้อยละการได้กลับคืน (% Recovery \pm SD)
S1	Capa Grove (ไวน์ขาว)	105.92 \pm 0.01
S2	Peter Vella (ไวน์ขาว)	95.16 \pm 0.03
S3	Nadin (ไวน์ขาว)	92.13 \pm 0.01
S4	Naga (ไวน์ขาว)	100.17 \pm 0.04
S5	Reindeer (ไวน์ขาว)	91.07 \pm 0.03

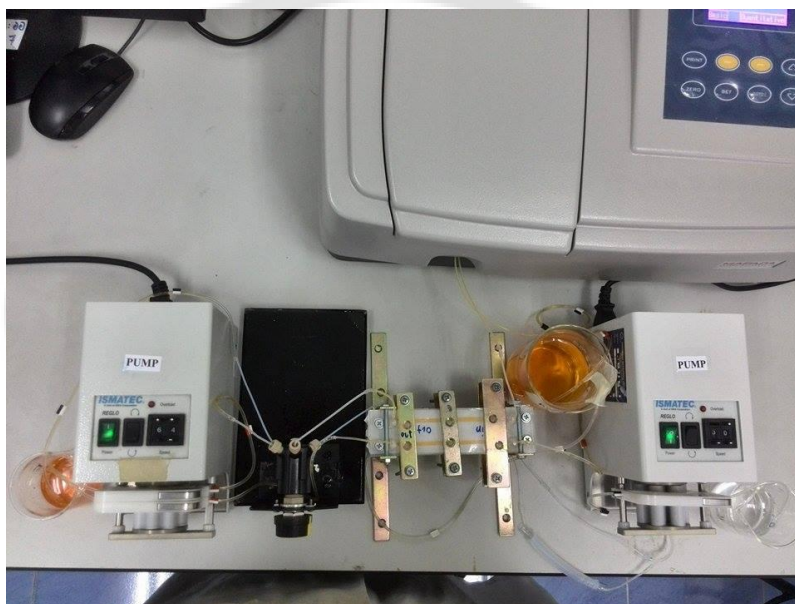




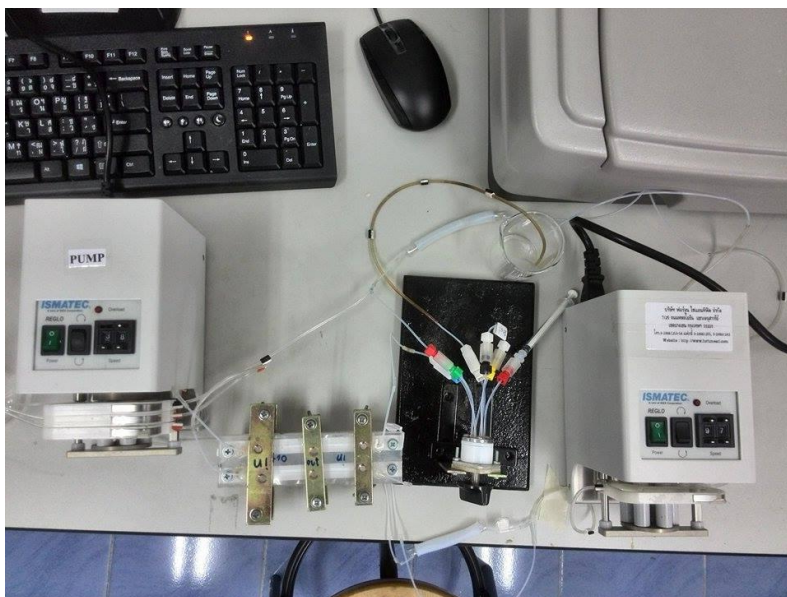
ภาคผนวก ข
รูปเครื่องมือ และอุปกรณ์



ภาพประกอบ 29 อุปกรณ์สร้างแก๊สดีฟิวชันยูนิต



ภาพประกอบ 30 ภาพจริงของระบบ GD - FIA วัดปริมาณเอทานอลที่พัฒนาขึ้น



ภาพประกอบ 31 ภาพจริงของระบบ GD – FIA วัดปริมาณซิลเฟอร์ไดออกไซด์ที่พัฒนาขึ้น



ภาพประกอบ 32 เครื่องวัดการดูดกลืนแสง (UV – VIS Spectrophotometer) รุ่น V - 1200



ภาพประกอบ 33 เครื่องวัดการดูดกลืนแสง (UV – VIS Spectrophotometer) รุ่น V - 1000



อุปกรณ์แยกไอระเหย แบบปรับเปลี่ยนแปลงง่าย และราคาประหยัด เพื่อการวัดปริมาณ

ศาสตราจารย์ ชัยเกียรติคุณ อ. ชัยมงคล จิตกับบรรณ
สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

จุดเด่นของผลงาน

อุปกรณ์แยกไอระเหยจากของเหลวสามารถปรับระบบการไหลของของเหลวและแก๊สได้ (flow injection analysis) เป็นอุปกรณ์ที่ง่าย ใช้งานได้สะดวก สามารถปรับใช้เพื่อวิเคราะห์สารที่นำมาทดสอบเป็นได้ทั้งของเหลวและสถานะแก๊ส ให้ผลการวิเคราะห์ที่แม่นยำและมีปริมาณสูง

การออกแบบ การประดิษฐ์

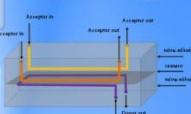
อุปกรณ์ที่พัฒนาขึ้นนี้ จะประกอบด้วยระบบการวัดไอระเหย 2 ชนิดภายใต้โปรแกรมจุดเดียว โดยใช้การผสมของสาร 2 ชนิดตามปริมาณที่สัมพันธ์กัน เช่น การผสมสารละลายกับตัวทำละลาย ในอัตราส่วนต่าง ๆ ซึ่งสามารถปรับใช้สำหรับปฏิกิริยาอย่างง่ายและซับซ้อนได้

การใช้งานที่ง่าย

อุปกรณ์ที่ง่าย ใช้งานง่าย ไม่ซับซ้อนและสะดวก เกี่ยวกับการปรับแก้ไอระเหยของเหลวและแก๊ส ซึ่งสามารถปรับใช้กับของเหลวและแก๊สได้ โดยสามารถปรับใช้กับสารละลายที่มีค่าความเป็นกรด-ด่างได้ โดยไม่ต้องปรับค่า pH ของสารละลายก่อนการวิเคราะห์


รูปแบบและความเป็นต้นแบบ

รูปแบบอุปกรณ์ที่พัฒนาขึ้นจะประกอบด้วยท่อขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง (4x12x2.2 cm) สองแบบ แกะรูขนาด 1.58 มม. สำหรับเชื่อมท่อขนาดเล็ก ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1 มม. ประกอบเข้ากับตัวเชื่อมต่อและอุปกรณ์ประกอบอื่น ๆ (เช่น ตัวควบคุม)



ประโยชน์การใช้งานและงานสืบประดิษฐ์

วิธีวิเคราะห์ที่เสนอขึ้นมานี้สามารถประยุกต์ใช้กับระบบอื่น ๆ เช่น การวัดปริมาณไอระเหยของสารละลายในของเหลวและแก๊ส ซึ่งสามารถปรับใช้กับสารละลายที่มีค่าความเป็นกรด-ด่างได้ โดยไม่ต้องปรับค่า pH ของสารละลายก่อนการวิเคราะห์



ภาพประกอบ 34 การประกวดผลงานสิ่งประดิษฐ์ระดับบัณฑิตศึกษา งาน 40 ปีบัณฑิตวิทยาลัยบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

APPLICATION OF DISSOCIATION REACTION OF METHYL ORANGE FOR QUANTITATIVE ANALYSIS OF ETHANOL BY USING GAS - DIFFUSION FLOW INJECTION ANALYSIS

Panuwat Chankaw, Nuantaor Ratanawimarnwong
Department of Chemistry, Faculty of Science, Srinakharinwirot University, Suburmal 23 Bangkok 10110, Thailand
Email: Panuwat@suw.ac.th

Abstract

Quantitative analysis of ethanol was investigated based on dissociation reaction of methyl orange (MO). It was observed that MO's dissociation constant was depending on ethanol composition. Under the optimum pH of 3.4, basic form of MO was monitored at 530 nm. Gas diffusion coupled with flow injection system was adopted in this work to improve sensitivity of ethanol analysis. By means of the system, standardized solution containing ethanol was introduced into the flow system, using time based injection, as a donor stream to the GD unit to allow diffusion of ethanol through a hydrophobic membrane. Diffused ethanol was then re-absorbed into a stable acceptor solution containing methyl orange in acetate buffer pH 3.4. Under investigated conditions, a linear calibration of ethanol standards between 5% (v/v) to 40% (v/v) was obtained (Abs530nm = 0.007 [ethanol, %v/v] + 0.012, (R = 0.999)). The proposed MO's dissociation reaction can be used as an alternative method for ethanol determination in alcoholic beverages instead of using potassium dichromate reaction that considered as toxic chemicals. Validation will be carried out by comparing the results with the analysis using gas chromatography.

The GD-FI system

The system was operated by continuously pumping methyl orange (MO) solution into the system passing GD unit based to detector. When absorbance of MO was reaching plateau, standard solution of ethanol was started pumping into the system. During this time, stop valve (V) was switched to port "B" then MO solution was circulated back to the reservoir, while the rest of the MO solution was kept in the acceptor side of GD. After the constant aspiration time of the ethanol solution, V was switched back to port "A", then MO in the GD was propelled to the detector. Absorbance changes at 530 nm was monitored.

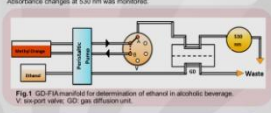


Fig. 1 GD-FI method for determination of ethanol in alcoholic beverage. V: six port valve; GD: gas diffusion unit.

Fig. 2 Original chart record for determination of ethanol standard solution (% v/v).

Table 2 Analytical characteristics of GD-FI system for ethanol determination

Analytical characteristic	GD - FI
Working range (v/v)	3 - 50
Calibration equation	Abs _{530nm} = 7.02x10 ⁻⁴ [ethanol, %v/v] + 0.012, R=0.999
Detection limit (v/v)	0.38
Reproducibility (R.S.D., n = 10)	1.83
Throughput (h ⁻¹)	20

Table 1 Optimal condition of the GD - FI system for determination of ethanol

Parameter	Range examined	Optimal value
Acetate buffer pH 3.4 concentration (mol L ⁻¹)	0 - 0.4	0.2
Methyl orange (10 ⁻⁴ v/v)	0.001 - 0.003	0.002
Flow rate (mL min ⁻¹)	1 - 3	2
Alcohol volume	1 - 6	4

Table 3 Ethanol content in alcoholic beverages determined by the GD-FIA and GC-FID method

Sample	Label	GD - FIA (v/v)	GC - FID (v/v)
Sangam (Thai)	40	37.46 ± 0.20	36.6 ± 0.1
White spirit	40	38.6 ± 0.01	38.2 ± 0.06
Absolute	40	40.46 ± 0.01	37.9 ± 0.22
Korean Soju	19	19.4 ± 0.03	17.8 ± 0.05

Acknowledgement

The author wishes like to thank the research office for Faculty of Science, Srinakharinwirot University to support the fund in this research work.

Conclusion

The GD-FI system was developed for determination of ethanol in the range of 3%v/v to 50%v/v. The system is ready for applying to various commercially available alcoholic beverages from a local market. Validation will be carried out by comparing the results those obtained from the standard method using gas chromatography.

ภาพประกอบ 35 การนำเสนอผลงาน Pure and Applied Chemistry International Conference 2014 หรือ PACCON2014



ประวัติย่อของผู้วิจัย

ประวัติย่อของผู้วิจัย

ชื่อ – สกุล นายภาณุวัฒน์ จันทร์ขาว
 วันเดือนปีเกิด 4 เมษายน 2533
 สถานที่เกิด บ้านเลขที่ 263/109 ถนนเทศบาล 4 ตำบลปากเพรียว อำเภอเมือง
 จังหวัดสระบุรี 18000

ประวัติการศึกษา

- พ.ศ. 2551 จากโรงเรียนอัสสัมชัญคอนแวนต์ลำานารายณ์ จังหวัดลพบุรี
 พ.ศ. 2554 วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาเคมี
 จากมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ กรุงเทพมหานคร
 พ.ศ. 2558 วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี
 จากมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ กรุงเทพมหานคร

การนำเสนอผลงาน

- การประชุม วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 39 (วทท.39)
- Pure and Applied Chemistry International Conference 2014 (PACCON2014)
- Pure and Applied Chemistry International Conference 2015 (PACCON2015)
- การประกวดผลงานสิ่งประดิษฐ์ระดับบัณฑิตศึกษา งาน 40 ปีบัณฑิต วิทยาลัย
 บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

รางวัลที่ได้รับ

- เหรียญเงิน จาก การประกวดผลงานสิ่งประดิษฐ์ระดับบัณฑิตศึกษา ประเภท
 สิ่งประดิษฐ์ด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีในงาน 40 ปีบัณฑิต วิทยาลัยบัณฑิต
 วิทยาลัยมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ